

~~~~~

***Spectofotometrische bepaling van niet-  
chloroxydeerbare cyanidegehalte na manuele  
destillatie of met een doorstroomanalyzesysteem***

~~~~~

INHOUD

1	TOEPASSINGSGEBIED	3
2	PRINCIPE	3
3	OPMERKINGEN.....	3
4	APPARATUUR EN MATERIAAL.....	3
4.1	APPARATUUR	3
4.2	MATERIAAL.....	4
5	REAGENTIA EN OPLOSSINGEN	4
5.1	REAGENTIA	4
5.2	OPLOSSINGEN	4
6	PROCEDURE	4
6.1	MONSTERVOORBEREIDING	4
6.2	METEN	4
7	KWALITEITSCONTROLE	4
8	BEREKENING.....	5
8.1	MANUELE METHODE.....	5
8.2	DOORSTROOMANALYSESYSTEEM.....	5
9	REFERENTIES.....	5

1 TOEPASSINGSGEBIED

De beschreven methode laat toe het gehalte aan niet-chlooroxydeerbare cyanide in waterige oplossingen te bepalen (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater).

Chlooroxydeerbare cyanide zijn cyaniden die door behandeling met hypochloriet worden afgebroken. Na deze behandeling blijven in het monster de niet-chlooroxydeerbare cyaniden achter. Deze worden (na de chlorinatie met hypochloriet) op dezelfde wijze bepaald als totale cyaniden.

De bepaling kan op twee manieren uitgevoerd worden:

1. Uit de verschilmeting van totaal en vrije cyaniden ,beiden bepaald met het doorstroomanalysestelsel (zie respectievelijk WAC/III/D/036 en WAC/III/C/030).
2. Rechtstreekse bepaling van het gehalte aan niet-chlooroxydeerbare cyaniden na chlorinatie. Dit kan via de manuele methode ofwel via doorstroomanalysestelsel. De chlorinatie dient strikt uitgevoerd te worden om reproduceerbare resultaten te bekomen.

2 PRINCIPE

Een bepaalde hoeveelheid staal wordt behandeld met hypochloriet waarbij de chlooroxydeerbare cyaniden worden afgebroken. De niet-chlooroxydeerbare cyaniden worden niet afgebroken en na neutralisatie van de overmaat hypochloriet met natriumthiosulfaat spectrofotometrisch gemeten.

3 OPMERKINGEN

Het watermonster wordt met NaOH op pH>12 gebracht en in het donker bewaard (zie WAC/I/A/010).

Ook tijdens de meting dienen de nodige voorzorgen genomen te worden om ontbinding van complexe cyanide tegen te gaan.

Er wordt voorgesteld om altijd de eerste bepaling uit te voeren, met uitzondering van deze metingen waarbij de verschilmeting tussen het totaal en vrij cyanidegehalte een zo kleine waarde geeft dat de juistheid van het resultaat (afhankelijk van de meetonzekerheid van het gebruikte toestel) niet meer kan verzekerd worden .

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

Apparatuur en materiaal nodig voor de chlorinatie wordt hieronder beschreven. Het nodige voor de eigenlijke meting vindt men terug in de WAC-procedure van de gebruikte analysemethode.

4.1 Apparatuur

4.1.1. pH-meter.

4.1.2. roerder

4.2 Materiaal

- 4.2.1. glazen trechter
- 4.2.2. donkere erlenmeyers
- 4.2.3. volpipet van 50 en 5ml

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 Reagentia

- 5.1.1. Ultra puur water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan $0,1 \text{ mS m}^{-1}$, equivalent met een weerstand groter dan $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringsstelsel dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$ (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$).
- 5.1.2. NaOCl, 13%
- 5.1.3. Natriumhydroxide, NaOH
- 5.1.4. KI-zetmeelpapier
- 5.1.5. Natriumthiosulfaat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

5.2 Oplossingen

- 5.2.1. NaOH, 2.5M: los 10g NaOH op in 100 ml ultra puur water.

6 PROCEDURE

6.1 Monstervoorbereiding

Breng 50ml watermonster over in een erlenmeyer van 250ml en voeg hieraan 5 ml NaOCl 13% (5.1.2.) toe. Voeg indien nodig NaOH 2.5M (5.2.1.) toe tot $\text{pH} > 12$. Roer de oplossing, beschut van licht, 2 uur met een magneetroerder. Vernietig vervolgens de overmaat NaOCl met natriumthiosulfaat (5.1.5.) en test dit met KI-zetmeelpapier. Bewaar de oplossing in donkere glazen flesjes.

6.2 Meting

Voor de eigenlijke bepaling wordt verwezen naar de bijhorende WAC-procedures, nl. WAC/III/D/037 voor de manuele en WAC/III/C/030 en WAC/III/D/036 voor de doorstroomanalysemethode.

7 KWALITEITSCONTROLE

Voor de kwaliteitscontrole wordt eveneens verwezen naar de gebruikte WAC-procedure.

8 BEREKENING

8.1 Manuele methode

Na het opstellen van de calibratiecurve wordt het aantal $\mu\text{g CN}^-$, overeenstemmend met de gemeten absorptantie rechtstreeks afgelezen. Bereken het gehalte aan niet chlooroxydeerbare cyanide in het monster aan de hand van onderstaande formule :

$$\text{Conc}(\text{CN})_{\text{Cl}} = \frac{(m_{\bar{x}} - m_{\text{bl}}) V_3}{V_0 * V_2} * 1.1 \quad (\mu\text{g/l})$$

Met

Conc.CN _{Cl} ⁻	gehalte aan niet chlooroxydeerbare cyanide in $\mu\text{g/l}$
$m_{\bar{x}}$	hoeveelheid cyanide die in de ijkgrafiek overeenstemt met de gemeten absorptantie voor het monster x, in μg
m_{bl}	hoeveelheid cyanide die in de ijkgrafiek overeenkomt met de gemeten absorptantie voor de blanco, in μg
V_0	hoeveelheid geanalyseerd monster, in l
V_2	hoeveelheid destillaat die in bewerking is genomen bij de fotometrische bepaling, in ml
V_3	volume van de maatkolf (25), in ml
1.1	correctiefactor die rekening houdt bij de verdunning door chlorinatie

8.2 Doorstroomanalyzesysteem

$$c(\text{CN}_{\text{Cl}})_{\text{vl}} = c_v \times f \times 1.1$$

Waarbij:

$c(\text{CN}_{\text{Cl}})_{\text{vl}}$	gehalte niet-chlooroxydeerbare cyanide in $\mu\text{g/l}$ in het monster
f	verdunningsfactor
c_v	cyanideconcentratie in $\mu\text{g/l}$ van het (verdunde) monster aan de hand van de kalibratielijijn
1.1	correctiefactor die rekening houdt bij de verdunning door chlorinatie

9 REFERENTIES

- EPA 9010A: 1990: total cyanide and cyanide amenable to chlorination