
Qualité du sol — Dosage des cyanures

Soil quality — Determination of cyanide

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11262:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11262:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	3
6 Appareillage	5
7 Mode opératoire	6
7.1 Généralités	6
7.2 Conservation des échantillons	6
7.3 Préparation des échantillons	7
7.4 Libération et absorption de l'acide cyanhydrique	7
7.5 Essai à blanc	9
8 Dosage des cyanures — Méthode colorimétrique	9
8.1 Domaine d'application	9
8.2 Mode opératoire	9
8.3 Préparation de la courbe d'étalonnage	9
8.4 Expression des résultats	9
9 Dosage des ions cyanure — Méthode titrimétrique avec indicateur	10
9.1 Domaine d'application	10
9.2 Mode opératoire	10
9.3 Expression des résultats	11
10 Fidélité	12
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Résultats d'essais interlaboratoires	13
Annexe B (informative) Autres méthodes de détection finale des cyanures distillés	16
Annexe C (informative) Autre méthode pour les sols ayant un pouvoir tampon élevé	17
Annexe D (informative) Autre méthode pour les sols ayant une faible dispersivité de l'eau	18
Bibliographie	20

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 11262 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11262:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003>

Introduction

Les cyanures peuvent être présents dans le sol sous forme d'ions cyanure et de complexes cyanurés. Ils peuvent être dosés comme cyanures aisément libérables, comme complexes cyanurés ou comme cyanures totaux. La présente Norme internationale spécifie le dosage des cyanures aisément libérables, des complexes cyanurés et des cyanures totaux.

La présente Norme internationale traite, en particulier, des deux sujets suivants:

- a) Libération et absorption d'acide cyanhydrique.
- b) Dosage des cyanures, respectivement des ions cyanure:
 - 1) méthode colorimétrique;
 - 2) méthode titrimétrique avec indicateur.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11262:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11262:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f05c953d-00ba-40d5-a723-8f3269cb4e4f/iso-11262-2003>

Qualité du sol — Dosage des cyanures

AVERTISSEMENT — L'acide cyanhydrique et ses sels sont toxiques; il faut donc être prudent lors de la manipulation d'échantillons contaminés par le cyanure. L'acide cyanhydrique volatil (avec une odeur d'amande amère) est libéré par les solutions acidifiées contenant des sels de cyanure. L'acide cyanhydrique étant extrêmement toxique, les échantillons ne doivent pas être acidifiés, sauf à la suite de la mise en œuvre des modes opératoires définis à l'Article 7. Tous les travaux doivent être effectués au moins sous hotte aspirante et il faut porter des gants en plastique appropriés lors de la manipulation d'échantillons contaminés.

Les déchets d'analyse contenant des cyanures doivent être placés dans un conteneur spécial muni d'un couvercle dans le laboratoire en vue d'un stockage temporaire. Ce conteneur doit être clairement marqué à l'aide d'étiquettes portant une mention telle que «Déchets toxiques» ou «Cyanures». Le conteneur doit être vidé périodiquement et les déchets contenant des cyanures doivent être mis au rebut en tant que «déchets spéciaux» par une entreprise chargée de la gestion des déchets.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable aux échantillons à l'état brut et spécifie deux méthodes de quantification permettant de doser les cyanures aisément libérables et les complexes cyanurés. Il n'est pas toujours nécessaire de doser les cyanures aisément libérables avant le dosage des complexes cyanurés. Dans ce cas, il est possible d'omettre la première partie du processus de distillation, afin de ne doser que les cyanures totaux. Les méthodes sont applicables aux sols contenant entre 0,5 mg/kg et 10 000 mg/kg de cyanures totaux. Les méthodes utilisées avec les plages correspondantes de concentration en cyanures contenus dans la portion aliquote prélevée dans la solution d'absorption correspondante, sont les suivantes:

a) Méthode colorimétrique

Cette méthode s'applique à des concentrations en cyanures comprises entre 0,5 mg/kg et 50 mg/kg de l'échantillon d'origine.

b) Méthode titrimétrique avec indicateur

Cette méthode s'applique à des concentrations en cyanures supérieures à 50 mg/kg dans l'échantillon d'origine (exempt de cailloux).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

ISO 9297, *Qualité de l'eau — Dosage des chlorures — Titrage au nitrate d'argent avec du chromate comme indicateur (Méthode de Mohr)*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

ISO 14507:2003, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 cyanures aisément libérables
composés qui contiennent des groupes cyanogènes pouvant former de l'acide cyanhydrique à pH 4 et sous reflux

NOTE Il est important de noter que les cyanures aisément libérables, extraits selon la méthode indiquée en 7.4.2, donnent des résultats notablement plus élevés que les méthodes aux cyanures libres faisant appel à une acidification à la température ambiante, car ces autres méthodes permettent uniquement le dosage des ions cyanure hydratés, tandis que la méthode mentionnée en 7.4.3 permet le dosage des ions cyanure hydratés ainsi que de certains complexes cyanurés.

Par conséquent, le résultat obtenu pour les complexes cyanurés en recourant à ces autres méthodes est différent de celui obtenu par la présente méthode. Les cyanures aisément libérables détermineront les ions cyanure hydratés et certains complexes cyanurés.

3.2 complexes cyanurés
cyanures libérés (tels que HCN) dans les conditions spécifiées en 7.4.3 après distillation des cyanures aisément libérables

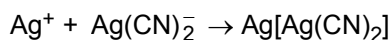
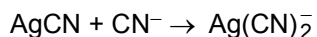
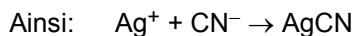
3.3 cyanures totaux
somme des cyanures aisément libérables et des complexes cyanurés, c'est-à-dire l'ensemble des composés formant de l'acide cyanhydrique dans les conditions de la présente méthode

4 Principe

Les cyanures aisément libérables sont extraits de l'échantillon de sol par traitement à pH 4 et sous reflux. Ce traitement libère les cyanures sous forme d'acide cyanhydrique, lequel est absorbé par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium. Un ajout de sulfate de zinc permet d'éviter la libération d'ions cyanure par les complexes cyanurés. Les complexes cyanurés ont une stabilité plus grande; pour cette raison ils sont extraits, sous reflux, avec de l'acide orthophosphorique. L'ajout de sel d'étain(II) et de sel de cuivre(II) permet d'éliminer les interférences induites par les composés soufrés et de catalyser la décomposition des complexes cyanurés.

Le dosage des ions cyanure dans les solutions absorbantes d'hydroxyde de sodium s'effectue

- soit par voie colorimétrique (voir Article 8), selon un mode opératoire reposant sur la réaction des cyanures avec la chloramine-T, résultant en la formation de chlorure de cyanogène, lequel réagit avec le mélange pyridine-4-acide carboxylique et 1,3-diméthyl-acide barbiturique pour former un complexe coloré dont l'absorbance est mesurée à 600 nm,
- soit par titrimétrie (voir Article 9), selon un mode opératoire impliquant un titrage avec du nitrate d'argent. Lorsqu'ils sont en excès par rapport aux ions $Ag(CN)_2^-$, les ions argent forment un complexe coloré rouge avec l'indicateur de fin de réaction, la (diméthylaminobenzylidène)-5 rhodanine.



Traces de $\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ + indicateur à la rhodanine \rightarrow couleur rouge

5 Réactifs

Sauf indications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme à la qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696.

Sauf indications contraires, tous les réactifs sont stables pendant au moins 3 mois.

5.1 Réactifs destinés à la libération et à l'absorption de cyanure.

5.1.1 Acide orthophosphorique, β - (H_3PO_4) , $w = 85\%$ (fraction massique), $\rho = 1,69$ g/ml.

5.1.2 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/l.

Dissoudre 40 g de NaOH dans de l'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène.

5.1.3 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1$ mol/l.

Diluer 83 ml d'acide chlorhydrique concentré ($w = 37\%$ (fraction massique), $\rho = 1,18$ g/ml) avec de l'eau, puis compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.1.4 Solution de sulfate de zinc(II)

Dissoudre 100 g de sulfate de zinc(II) heptahydraté ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

5.1.5 Solution tampon, pH $4,0 \pm 0,2$.

Dissoudre 10,2 g d'hydrogénophthalate de potassium ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) dans de l'eau chaude et compléter à 1 000 ml. Conserver cette solution à une température inférieure à 10°C .

5.1.6 Solution de phénolphtaléine.

Dissoudre 0,03 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol.

5.1.7 Solution de chlorure d'étain(II).

Dissoudre 5 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.1.3) et diluer à 100 ml avec de l'eau. Préparer la solution extemporanément.

5.1.8 Solution de sulfate de cuivre(II).

Dissoudre 200 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

5.2 Réactifs destinés au dosage colorimétrique des ions cyanure.

5.2.1 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,8 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 32 g de NaOH dans de l'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène.

5.2.2 Solution d'acide acétique glacial, $\varphi = 20 \%$ (fraction volumique).

Diluer 100 ml d'acide acétique glacial ($\rho = 1,049 \text{ g/ml}$) à 500 ml avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

NOTE L'acide acétique glacial à 100 % ($\rho = 1,049$) et l'acide acétique glacial à 96 % ($\rho = 1,06 \text{ g/ml}$) sont des formes couramment disponibles.

5.2.3 Solution de sel de sodium *N*-chloro-4-méthylbenzènesulfonamide (chloramine-T).

Dissoudre 0,5 g de chloramine-T trihydratée ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 50 ml et diluer au trait de jauge. Préparer cette solution extemporanément.

5.2.4 Réactif coloré.

Diluer 7,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 500 ml d'eau. Ajouter 16,8 g de 1,3-diméthyl-acide barbiturique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_3\text{N}_2$) et 13,6 g de pyridine-4-acide carboxylique (acide isonicotinique) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Mélanger intensément pendant 1 h à 30 °C, puis filtrer à travers un filtre à plis (de 8 μm d'ouverture).

Cette solution peut se garder pendant au moins une semaine sous réserve qu'elle soit conservée en dessous de 10 °C dans l'obscurité et qu'elle soit filtrée sur un autre filtre à plis (de 8 μm d'ouverture) avant emploi.

5.2.5 Solution étalon de cyanure de potassium, correspondant à 100 mg/l d'ions cyanure.

Dissoudre 250 mg de cyanure de potassium (KCN) dans la solution d'hydroxyde de sodium à 0,8 mol/l (5.2.1) et diluer à 1 000 ml avec cette même solution dans une fiole jaugée. Étalonner cette solution par titrage avec la solution de nitrate d'argent à 0,01 mol/l (5.3.1) une fois par jour si de nombreux dosages sont effectués (voir Article 9). Conserver cette solution à une température inférieure à 10 °C.

5.2.6 Solution étalon de cyanure de potassium, correspondant à 10 mg/l d'ions cyanure.

Dans une fiole jaugée, diluer 10,00 ml de la solution (5.2.5) à 100 ml, en utilisant la solution d'hydroxyde de sodium à 0,8 mol/l (5.2.1). Préparer la solution extemporanément.

5.2.7 Paranitrophénol, $\rho = 0,1 \%$ dans de l'éthanol.

Dissoudre 0,1 g de paranitrophénol dans 100 ml d'éthanol.

5.3 Réactifs destinés au dosage titrimétrique des ions cyanure.

5.3.1 Solution de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 1,689 7 g de nitrate d'argent dans environ 400 ml d'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

Vérifier par titrage la concentration réelle du nitrate d'argent à 0,01 mol/l avec du chlorure de sodium conformément à l'ISO 9297, à raison d'au moins deux fois par semaine. Conserver cette solution dans l'obscurité.

5.3.2 Solution de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Préparer la solution extemporanément à partir de la solution de nitrate d'argent à $0,01 \text{ mol/l}$ (5.3.1). Ajouter 25,00 ml de nitrate d'argent à $0,01 \text{ mol/l}$ dans une fiole jaugée de 250 ml et diluer à 250 ml avec de l'eau. Recouvrir le flacon d'une feuille de papier aluminium afin d'empêcher le passage de la lumière.

5.3.3 Solution d'indicateur.

Dissoudre 0,02 g de (diméthylamino-4 benzylidène)-5 rhodanine dans de l'acétone et diluer à 100 ml avec de l'acétone. Cette solution est stable pendant une semaine si elle est conservée dans l'obscurité et à température ambiante.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Appareil de libération et d'absorption de l'acide cyanhydrique.

Utiliser l'appareil illustré à la Figure 1. Le ballon à fond rond (9) doit être muni de trois cols, avoir une contenance d'au moins 500 ml et présenter des rodages coniques normalisés (par exemple 29/32 pour le col central et 19/24 pour les cols latéraux). L'appareil est équipé d'un réfrigérant à reflux de Liebig (3) refroidi à l'eau (par exemple de 16 cm de longueur et de 30 mm de diamètre extérieur), d'une ampoule à introduire (5) de 50 ml et d'un tube d'arrivée d'air (7). La connexion au récipient d'absorption (2) (par exemple de 20 cm de longueur et de 25 mm de diamètre intérieur) est assurée par un tube de distillation (1). Des joints normalisés sont installés sur ce tube afin d'assurer le raccordement entre le réfrigérant à reflux de Liebig et le récipient d'absorption (2). Un tube en verre (par exemple de 15 cm de longueur et de 13 mm de diamètre extérieur), muni d'un joint en verre fritté n° 2 (4) de porosité P 160 selon l'ISO 4793, plonge dans le récipient d'absorption pour permettre le piégeage du HCN libéré dans la solution absorbante.

ISO 11262:2003

Il convient de déterminer le facteur de rendement (f_r) de l'appareil de distillation à l'aide d'un étalon de cyanure de potassium pour la recherche des cyanures aisément libérables et des ferricyanures de potassium en vue du dosage des cyanures totaux. Il convient d'utiliser un étalon au centre de la gamme d'étalonnage (voir 8.4 et 9.3).

6.2 Dispositif d'aspiration.

Utiliser une pompe pouvant délivrer un débit allant jusqu'à 30 l/h d'air à travers l'appareil illustré à la Figure 1. Il est recommandé d'employer une pompe à piston de faible puissance. Celle-ci doit être munie d'une soupape de réglage fin (élément 13 de la Figure 1) située entre la pompe et le flacon de Drechsel (élément 6 de la Figure 1). L'emploi du flacon de Drechsel a pour objectif d'assurer que, dans le cas où un échantillon contiendrait une très grande quantité de cyanures, il ne se produirait aucune libération de HCN dans l'atmosphère.

NOTE Un débitmètre simple (élément 12 de la Figure 1) peut être utilisé pour donner une estimation d'un débit compris entre 10 l/h et 20 l/h. Tous les autres flacons de Drechsel peuvent alors être réglés à l'œil nu sans utiliser de débitmètres. Dans le cas où un tel débitmètre est utilisé, il sera nécessaire de définir le débit en fonction du volume de l'appareil et il convient de le contrôler en déterminant les débits de récupération.

6.3 Spectrocolorimètre, réglé sur une longueur d'onde de 600 nm, à cuves de trajet optique de 10 mm.

6.4 Agitateur magnétique.

6.5 Burette, de 10 ml de contenance.

6.6 Agitateur mécanique.