

ماده ۲۰ سیانیدها (CN)

۱۱. اصل اندازه‌گیری

این روش شامل افزودن سدیم اتیلن دی آمین تترا استات به یک محلول اسیدی با pH 2 یا کمتر، حرارت دادن و تقطیر برای استخراج بیشتر سیانید و کمپلکس‌های سیانید به عنوان هیدروژن سیانید و گرفتن آنها در محلول هیدروکسید سدیم است. خنثی‌سازی یون‌های سیانید گرفته شده، افزودن کلرامین T برای تبدیل آنها به کلرید سیانید و سپس افزودن محلول مخلوط پیریدین-پیرازولون برای اندازه‌گیری رنگ آبی حاصل در طول موج 620 نانومتر.

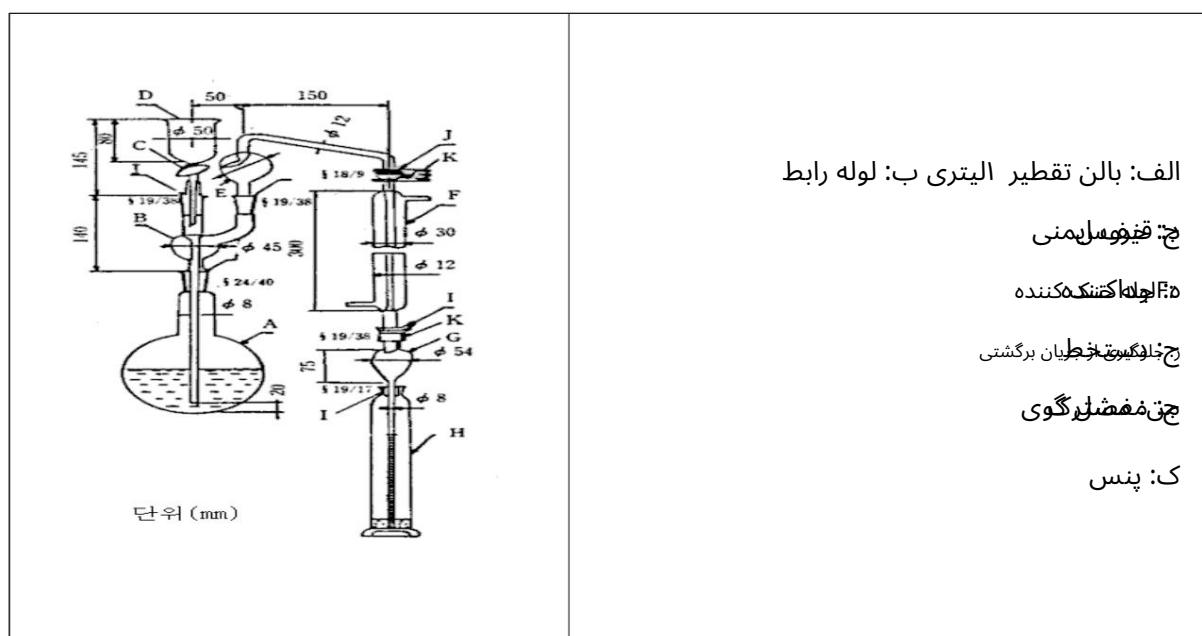
۲. محدوده و دقت اندازه‌گیری

محدوده اندازه‌گیری مؤثر این روش از حد تشخیص تا 0.50 میلی‌گرم CN/L است. حد تشخیص معمول 0.01 میلی‌گرم CN/L با فاصله اطمینان 99٪ استفاده از یک سلول 1 سانتی‌متری است و انحراف معیار تقریباً 2٪ تا 10٪ است.

۳. ابزارها و دستگاه‌ها

۳.۱ اسپکتروفتومتر

۳.۲ دستگاه تقطیر



شکل 1. دستگاه تقطیر آنالیز سیانید

۴. معرفها و مواد استاندارد

۴.۱ محلول فنل فتالئین اتیل الکل ۰.۵٪: ۰.۵ گرم فنل فتالئین ($C_{20}H_{14}O_4$) را در ۵۰ میلی‌لیتر الکل اتیل ۹۵٪ (حجمی/حجمی) حل کنید، سپس آب مقطر به آن اضافه کنید تا ۱۰۰ میلی‌لیتر شود. ۴.۲ محلول آمونیوم سولفامات ۱۰٪: ۱۰ گرم آمونیوم سولفامات ($NH_2SO_3NH_4$) را در آب مقطر حل کنید، سپس آب مقطر به آن اضافه کنید تا ۱۰۰ میلی‌لیتر شود. ۴.۳ محلول اتیلن دی آمین تترا استیک اسید دی سدیم ۱۰ (EDTA): گرم سدیم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید (دی هیدرات) $[(CH_2COO)_2NCH_2CH_2N(CH_2COO)_2] \cdot H_2Na_2 \cdot 2H_2O$ را در حدود ۸۰ میلی‌لیتر آب مقطر در حین حرارت دادن حل کنید و سپس ۱۰۰ میلی‌لیتر بسازید. ۴.۴ محلول کلرامین ۱.۲۵٪: ۱.۲۵ گرم کلرامین T (تری هیدرات) $[CH_3C_6H_4SO_2NCLNa \cdot 3H_2O]$ را در آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی‌لیتر برسانید. این محلول هر روز پس از اندازه‌گیری به صورت تازه تهیه می‌شود. ۴.۵ محلول مخلوط پیریدین-پیرازولون: ۰.۲۵ گرم -افنیل-۳-متیل-۵-پیرازولون ($C_{10}H_{10}N_2$) را در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر در دمای ۷۵ درجه سانتیگراد حل کنید، خنک کنید و سپس با ۲۰ میلی‌لیتر محلول ۰.۲ گرم بیس-۱-فنیل-۳-متیل-۵-پیرازولون $[C_{20}H_{18}O_2N_4]$ حل شده در پیریدین (C_5H_5N) مخلوط کنید. این محلول هر روز پس از اندازه‌گیری به صورت تازه تهیه می‌شود. ۴.۶ محلول استاندارد سیانید ۰.۰۰۱ (میلی‌گرم -/ میلی‌لیتر): دقیقاً ۲.۵۱ گرم سیانید پتاسیم (KCN) را در مقدار مناسبی از آب مقطر حل کنید و دقیقاً ۱۰۰۰ میلی‌لیتر تهیه کنید. دقیقاً ۱۰۰ میلی‌لیتر از این محلول را بردارید و با آب مقطر دقیقاً ۱۰۰۰ میلی‌لیتر تهیه کنید. ۴.۷ محلول بافر فسفات ۳.۴ (pH 6.8): گرم پتاسیم دی‌هیدروژن فسفات (KH_2PO_4) و ۳.۵۵ گرم سدیم هیدروژن فسفات بی‌آب (Na_2HPO_4) را در آب مقطر حل کنید و دقیقاً ۱۰۰۰ میلی‌لیتر تهیه کنید. ۴.۸ محلول هیدروکسید سدیم ۲٪: ۲ گرم سدیم هیدروکسید ($NaOH$) را در آب مقطر حل کنید و دقیقاً ۱۰۰ میلی‌لیتر تهیه کنید.

۵. جمع‌آوری و نگهداری نمونه‌ها

۵.۱۰۰ میلی‌لیتر نمونه ۰.۰۵ (میلی‌گرم یا کمتر به صورت سیانید) بردارید، آن را در یک بالن تقطیر ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید و آب مقطر به آن اضافه کنید تا حجم آن حدود ۲۵۰ میلی‌لیتر شود.

۵.۲ تا ۳ قطره محلول فنل فتالئین اتیل الکل ۰.۵٪ (وزنی/حجمی)) به عنوان شناساگر اضافه کنید، با اسید فسفریک یا محلول هیدروکسید سدیم ۲٪ خنثی کنید و دستگاه تقطیر را مونتاژ کنید.

۵.۳ ۱ میلی‌لیتر محلول سولفات آمونیوم ۱۰٪ (وزنی/حجمی))، ۱۰ میلی‌لیتر اسید فسفریک و ۱۰ میلی‌لیتر محلول اتیلن دی آمین تترا استات سدیم را از طریق قیف تزریق دستگاه تقطیر سیانید اضافه کنید، چند دقیقه صبر کنید و سپس بالن تقطیر را گرم کنید تا تقطیر با سرعت جریان ۲ تا ۳ میلی‌لیتر در دقیقه انجام شود.

۵.۴ لوله آزمایش یک توده ۱۰۰ میلی‌لیتری است که درپوش آن بسته شده و از قبل حاوی ۲۰ میلی‌لیتر محلول هیدروکسید سدیم ۲٪ است.

وقتی حجم مایع داخل استوانه به ۹۰ میلی‌لیتر رسید، تقطیر را کامل کنید، مبرد را بردارید، داخل مبرد را با مقدار کمی آب مقطر بشویید و سپس آب مقطر را اضافه کنید تا دقیقاً ۱۰۰ میلی‌لیتر شود.

۶. روش آزمون

۶.۱ دقیقاً ۲۰ میلی‌لیتر از نمونه پیش‌تیمار شده را بردارید و آن را در یک بالن حجمی ۵۰ میلی‌لیتری قرار دهید، یک قطره محلول فنل فتالین اتیل الکل (۰.۵٪ (وزنی/حجمی)) به عنوان شناساگر اضافه کنید، به آرامی تکان دهید و محلول اسید استیک (۸ + ۱) را تا زمانی که رنگ قرمز محلول از بین برود (تقریباً ۱ میلی‌لیتر مورد نیاز) اضافه کنید.

۶.۲ ۱۰ میلی‌لیتر بافر فسفات (pH 6.8) و ۰.۲۵ میلی‌لیتر محلول کلرامین (۱٪ (w/v)) اضافه کنید، درپوش را ببندید و به آرامی مخلوط کنید. بگذارید حدود ۵ دقیقه بماند، ۱۵ میلی‌لیتر محلول مخلوط پیریدین-پیرازولون اضافه کنید، تا خط نشانه با آب مقطر پر کنید، به آرامی مخلوط کنید و به مدت ۳۰ دقیقه در حمام آب با دمای ۲۵ درجه سانتیگراد قرار دهید.

۶.۳ بخشی از محلول فوق را به یک سل اسانتی‌متری منتقل کنید، جذب را در طول موج ۶۲۰ نانومتر اندازه‌گیری کنید و غلظت سیانید (میلی‌گرم CN/L) را از معادله کالیبراسیون غلظت سیانید و جذب محاسبه کنید.

۷. نتایج

20 میلی‌لیتر آب مقطر بردارید و طبق روش آزمایش نمونه، آن را آزمایش کنید تا محلول شاهد تهیه شود. 1 تا 10 میلی‌لیتر محلول استاندارد یون سیانید (0.001 میلی‌گرم CN/mL) را مرحله به مرحله بردارید و آن را در یک بالن حجمی 50 میلی‌لیتری قرار دهید، آب مقطر را اضافه کنید تا 20 میلی‌لیتر تهیه شود و طبق روش آزمایش نمونه، آن را آزمایش کنید تا منحنی کالیبراسیون غلظت سیانید و جذب تعیین شود.

۸. یادداشت‌ها

۸.۱ برای نمونه‌هایی که حاوی مقدار زیادی روغن هستند، pH را با محلول اسید استیک یا هیدروکسید سدیم به ۶ تا ۷ تنظیم کنید، معادل ۲٪ از نمونه را نرمال-هگزان یا کلروفرم اضافه کنید، برای مدت کوتاهی تکان دهید، لایه آب را جدا کنید و آن را به عنوان نمونه بردارید.

۸.۲ نمونه‌های حاوی سولفید با اضافه کردن ۲ میلی‌لیتر محلول استات روی (۱۰٪ (w/v)) حذف می‌شوند. ۱ میلی‌لیتر از این محلول تقریباً معادل ۱۴ میلی‌گرم سولفید است.

۸.۳ تجزیه و تحلیل با سایر روش‌های تحلیلی یا سایر ابزارهای تحلیلی، از جمله ابزارهای تحلیلی خودکار، غیر از این روش، در صورتی که حد تشخیص و دقت معادل یا بالاتر از این روش باشد، می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد.