



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۹۵۱۸
تجدید نظر اول

INSO
9518
1st Revision

2014

Identification of
ISO 17380:2013

۱۳۹۲

کیفیت خاک - تعیین سیانید کل و سیانید با
قابلیت آزاد شدن آسان - روش آنالیز جریان
پیوسته

**Soil quality - Determination of
total cyanide and easily liberatable
cyanide - Continuous-flow analysis
method**

ICS: 13.080.10

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۱۲۹۴

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۱-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کیفیت خاک - تعیین سیانید کل و سیانید با قابلیت آزاد شدن آسان - روش آنالیز جریان

پیوسته»

رئیس:

پاک‌نیت جهرمی، محمود
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیات علمی - دانشگاه خلیج فارس

دبیر:

بهره‌مند، محمدرحیم
(کارشناسی ارشد مهندسی خاک‌شناسی)

مدیرکل - استاندارد استان بوشهر

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

برکت، محمد
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس - اداره کل استاندارد استان بوشهر

پورجم، ندیر
(کارشناسی شیمی محض)

کارشناس - اتاق بازرگانی شهرستان بوشهر

خدری، صابر
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران)

مسئول تدوین - اداره کل استاندارد استان
بوشهر

سرخوش، احمد
(کارشناسی ارشد مهندسی خاک‌شناسی)

کارشناس مسئول - معاونت برنامه‌ریزی
استاندارد بوشهر

عباس، عباسی
(دکتری شیمی آلی)

مدیر پژوهشی - دانشگاه خلیج فارس

فقیه، محمد
(کارشناسی زیست‌شناسی)

کارشناس - پژوهشکده خلیج فارس

مریم‌آبادی، عمار
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس = شرکت شاخه زیتون لیان

مهاجری، احمد
(کارشناسی مهندسی خاک‌شناسی)

رئیس - نظام مهندسی کشاورزی و منابع
طبیعی استان بوشهر

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول کلی
۳	۵ واکنشگرها
۸	۶ دستگاه‌ها
۱۱	۷ نمونه‌برداری، آماده‌سازی و استخراج
۱۲	۸ گستره کاری
۱۲	۹ روش اجرایی
۱۴	۱۰ محاسبه محتوای سیانید موجود در نمونه
۱۵	۱۱ دقت
۱۵	۱۲ گزارش آزمون
۱۶	پیوست الف (اطلاعاتی) بازیابی و تکرارپذیری
۱۹	پیوست ب (اطلاعاتی) اطلاعاتی در مورد دستگاه تقطیر خودکار جریان پیوسته
۲۰	پیوست پ (اطلاعاتی) جایگزین تقطیر بافر (pH = ۳٫۸)
۲۱	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد « کیفیت خاک - تعیین سیانید کل و سیانید با قابلیت آزاد شدن آسان - روش آنالیز جریان پیوسته » که نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و صد و سی و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۰/۲۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۹۵۱۸: سال ۱۳۸۶ است.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 17380:2013, Soil quality - Determination of total cyanide and easily liberatable cyanide-Continuous-flow analysis method

مقدمه

سیانیدها ممکن است به عنوان یون‌های سیانید و به عنوان کمپلکس‌های سیانید در خاک موجود باشند. این‌ها را می‌توان به صورت سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و یا به صورت سیانید کل تعیین نمود. کمپلکس سیانید را می‌توان با کسر حاصل سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا از حاصل سیانید کل محاسبه کرد. این استاندارد، تعیین سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا، کمپلکس‌های سیانید و سیانید کل را مشخص می‌کند.

روش‌هایی که در آن‌ها از روش‌های اجرایی آنالیز جریان استفاده می‌شود، مواد شیمیایی مرطوب خودکار استفاده می‌شوند و به ویژه برای فرآوری بسیاری از تجزیه‌های موجود در عصاره‌های آب یا خاک در مجموعه نمونه‌های بزرگ در بسامد آنالیز بالا مناسب هستند. در روش آنالیزهای جریان پیوسته (CFA) از یک دوز خودکار نمونه‌ای در داخل یک سامانه جریان (منیفولد یا چند راهه^۱) استفاده می‌شود که در آن، آنالیت‌های موجود در نمونه با محلول واکنش‌گر، به شیوه خود از طریق منیفولد واکنش نشان می‌دهند. آماده‌سازی نمونه مجاز است در منیفولد به صورت یکپارچه در آید. محصول واکنش در یک آشکارساز فوتومتریک (به عنوان مثال، نورسنج فلوسل (جریان همراه) اندازه‌گیری می‌شود. [۱]، [۲]

در استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۶۶، یک روش دستی برای تعیین فوتومتری و حجمی سیانید کل در نمونه‌های خاک شرح داده شده است. لازم به ذکر است که همان‌طور که در استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۶۶ شرح داده شده است، سیانید کلی که در نمونه‌های خاک ایجاد می‌شود ممکن است با این استاندارد بین‌المللی تفاوت جزئی نشان دهد. این تفاوت‌ها در این آنالیز چندان قابل توجه در نظر گرفته نمی‌شوند. آزمون سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا از استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۶۶ حذف شده است، زیرا داده‌های اعتبارسنجی برای این روش بسیار ضعیف بودند.

برای آنالیز سیانید در آب می‌توان از استانداردهای [۶] و [۷] استفاده کرد. دستورالعمل تحلیلی شرح داده شده در استاندارد [۷] برای دستورالعمل مشخص شده در این استاندارد بین‌المللی یکسان است.

کیفیت خاک - تعیین سیانید کل و سیانید با قابلیت آزاد شدن آسان - روش آنالیز جریان

پیوسته هشدار- محلول‌های سیانید بسیار سمی هستند و برای جلوگیری از تنفس و فرو بردن آن باید اقدامات مناسبی اتخاذ شود. در هنگام دفع این محلول‌ها باید بسیار دقت شود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین فوتومتري سیانید کل و محتوای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا در خاک با استفاده از آنالیز تقطیر/جریان پیوسته خودکار است.

این استاندارد برای هر نوع خاکی با مقدار سیانید بالاتر از ۱ میلی‌گرم/کیلوگرم بر اساس ماده خشک و بیان شده به عنوان یون سیانید کاربرد دارد.

یادآوری- غلظت‌های سولفید در نمونه بیشتر از ۴۰ میلی‌گرم/کیلوگرم ماده خشک، باعث ایجاد اختلال و بازدارندگی^۱ می‌شوند. این اثر را می‌توان از طریق پیک‌های شکافته و به‌صورت یک کاهش آهسته سیگنال آشکارساز تشخیص داد و تنها با رقیق کردن عصاره نمونه می‌توان از آن جلوگیری نمود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۸۴۶۶، کیفیت خاک - تعیین سیانید - روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۷۸۳۵، کیفیت خاک - تعیین ماده خشک و آب همراه بر مبنای جرم پایه روش وزن سنجی

۳-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۹۵۱۲، کیفیت خاک - پیش آماده‌سازی نمونه‌ها برای اندازه‌گیری آلاینده‌های آلی

2-4 ISO 3696, Water for analytical laboratory use – Specification and test methods

2-5 ISO 9297, Water quality – Determination of chloride – Silver nitrate titration with chromate indicator (Mohr's method).

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

محتوای سیانید کل

محتوای ترکیبات سیانید معدنی از مجموع محتویات گونه‌های سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و سیانید پیوند شده به سیانیدهای فلزی، به استثنای یون‌های تیوسیانات و تنها تفکیک جزئی سیانید پیوند شده در کمپلکس‌های سیانید کبالت، طلا، پلاتین و پالادیوم، تشکیل می‌شود.

۲-۳

سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا

محتوای ترکیبات سیانید معدنی که از مجموع محتویات یون‌های سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و سیانید پیوند شده در سیانیدهای فلزی ساده (که همگی به صورت CN بیان می‌شوند) که تحت شرایط روش شرح داده شده در این استاندارد تعیین می‌شوند، تشکیل می‌شود.

یادآوری ۱- سیانید کمپلکس شده ضعیف موجود در تتراسیانونیکلات (II) و دی سیانومرکورات (II) با روش موجود برای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا تعیین می‌شوند. تا ۵٪ از سیانید کمپلکس شده قوی در هگزاسیانوفرات (II) آهن (III)، هگزاسیانوفرات (III) و هگزوسیانوفرات (II) با استفاده از روش موجود برای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا تعیین می‌شوند. ترکیبات سیانید آلی (مانند استونیتریل) تعیین نمی‌شوند.

یادآوری ۲- در ارتباط با ضایعات ناشی از تولید طلا، «سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا» «سیانید اسید ضعیف تفکیک‌پذیر» نامیده می‌شود. [۸]

۳-۳

محتوای سیانید کمپلکس

محتوای سیانید کلی که کمتر از مقدار سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا است.

۴ اصول کلی

۱-۴ پیش آماده‌سازی نمونه‌های خاک

نمونه خاک با ۲/۵ مول بر لیتر محلول هیدروکسید سدیم به مدت ۱۶ ساعت استخراج می‌شود. عصاره حاصل ۱۰۰ مرتبه رقیق می‌گردد و پس از آن آنالیز سیانید کل و/ یا سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا انجام می‌شود.

۱-۴ تعیین محتوای سیانید کل

سیانید دارای پیوند کمپلکسی موجود در عصاره رقیق شده (۰/۰۲۵ مول بر لیتر NaOH) موجود است، در یک جریان پیوسته پس از افزودن یک محلول بافر با pH اولیه ۳/۸، تحت تاثیر نور UV تخریب می‌شود. به این منظور یک لامپ UV-B و مارپیچ تخریبی از جنس شیشه بوروسیلیکات استفاده می‌شود. نور UV با طول موج کمتر از ۲۹۰ نانومتر توسط شیشه جذب شده و از تبدیل فتولیتیکی تیوسیانات به سیانید جلوگیری می‌کند. سیانید هیدروژن موجود در این شرایط توسط تقطیر در حمام گرماده با درجه حرارت ۲ ± ۱۲۵ درجه سلسیوس، تفکیک شود و سپس به صورت فتومتری، تعیین مقدار می‌شود. تعیین فتومتری بر اساس واکنش سیانید با کلرآمین-T بوده و منجر به تشکیل کلرید سیانوژن می‌شود. این ماده با پیریدین-۴-کربوکسیلیک اسید و ۱/۳-دی متیل باربیتوریک اسید واکنش داده و ایجاد رنگ بنفش می‌کند. سپس به منظور تعیین محتوای سیانید، جذب در طول موج ۶۰۶ نانومتر اندازه‌گیری می‌شود. در صورت استفاده از یک فیلتر تداخلی، می‌توان از حداکثر طول موج ۱۰ ± ۶۰۰ نانومتر استفاده کرد.

یادآوری- افزودن محلول بافر با pH اولیه ۳/۸ (مطابق بند ۵-۲-۱)، به جریان نمونه حاوی ۰/۰۲۵ مول بر لیتر NaOH (نسبت ۱/۰ نمونه: ۰/۴۲ بافر) منجر به pH نهایی ۴/۰ می‌شود. تغییر pH تقطیر بین ۳/۸ و ۵/۷ باعث نوسانات بسیار کوچکی در بازیابی سیانید هیدروژن (فقط چند درصد) می‌شود.

۳-۴ تعیین محتوای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا

قبل از تقطیر و بدون تخریب توسط نور UV، یک محلول سولفات روی به جریان نمونه اضافه می‌شود، به طوری که هرگونه کمپلکس سیانید(های) آهن موجود به صورت کمپلکس‌های سیانوفرات روی رسوب دهند. هیدروژن سیانید موجود در طی این شرایط توسط تقطیر در دمای ۱۲۵ درجه سلسیوس تفکیک شده و به صورت فتومتری (مطابق بند ۴-۲) تعیین می‌شود.

یادآوری- سولفات روی اضافه شده با واکنشگر آبی (به جدول ۱ مراجعه کنید) جایگزینی جهت تعیین محتوای سیانید کل مورد استفاده است.

۵ واکنشگرها

تنها از واکنشگرهای درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته شده و آب مقطر یا آب بدون املاح مطابق استاندارد ISO 3696، با درجه ۱ یا ۲ استفاده کنید.

۱-۵ واکنشگرهای عمومی

۱-۱-۵ اسید هیدروکلریک $w(\text{HCl}) = 37\%$.

۲-۱-۵ اسید هیدروکلریک $c(\text{HCl}) = 1$ مول بر لیتر.

۸۳ میلی‌لیتر اسید هیدروکلریک (مطابق بند ۵-۱-۱) را با آب تا ۱۰۰۰ میلی‌لیتر رقیق کنید.

۳-۱-۵ اسید هیدروکلریک $c(\text{HCl}) = 0.1$ مول بر لیتر.

۱۰۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۲) را با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۴-۱-۵ محلول هیدروکسید سدیم $c(\text{NaOH}) = 2.5$ مول بر لیتر.

۱۰۰ گرم NaOH را در آب حل کرده و با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید و آن را در یک بطری پلی اتیلنی ذخیره نمایید.

۵-۱-۵ محلول هیدروکسید سدیم $c(\text{NaOH}) = 1$ مول بر لیتر.

۴۰ گرم NaOH را در آب حل کرده و با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید و آن را در یک بطری پلی اتیلنی نگه داری کنید.

۶-۱-۵ محلول هیدروکسید سدیم $c(\text{NaOH}) = 0.25$ مول بر لیتر.

۲۵ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۲) را با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۷-۱-۵ محلول پاک کننده، پلی اکسی اتیلن لوریل اتر $\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$ ، $n \approx 23$.

۳۰ گرم پلی اکسی اتیلن لوریل اتر را با اضافه کردن مقادیر کوچکی از آن به ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کرده و به خوبی مخلوط کنید.

یادآوری - این محلول به صورت تجاری به عنوان Brij-35 در دسترس است. این اطلاعات برای راحتی کاربران این سند ارائه می شود و مورد تأیید استاندارد ISO این محصول تلقی نمی شود. برای حل کردن Brij-35، دما را می توان تا ۴۰ درجه سانتیگراد افزایش داد.

۸-۱-۵ محلول شناساگر

۰.۲ گرم پارا-دی متیل آمینوبنزیلیندن رودانین را در ۱۰۰ میلی لیتر استون حل کنید. در صورتی که این محلول در تاریکی و در یخچال در دمای 3 ± 5 درجه سلسیوس نگهداری شود، می توان آن را به مدت حداقل یک هفته ذخیره کرد.

۹-۱-۵ محلول نیترات نقره، $c(\text{AgNO}_3) = 0.1$ مول بر لیتر

۱۶۸۹۷ گرم نیترات نقره را در حدود ۴۰۰ میلی لیتر آب حل نموده و آن را در بالون حجمی تا ۱ لیتر با آب رقیق کنید. غلظت واقعی ۰.۱ مول بر لیتر نیترات نقره را توسط تیتراسیون با کلرید سدیم مطابق با استاندارد ISO 9297 بر مبنای هر دو هفته یکبار کنترل کنید. این محلول را در تاریکی در یک بطری شیشه ای قهوه ای رنگ نگهداری کنید. ماهانه یک محلول تازه تهیه کنید.

۱۰-۱-۵ محلول نیترات نقره، $c(\text{AgNO}_3) = 0.01$ مول بر لیتر

محلول را به صورت روزانه از نیترات نقره ۰/۰۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۹) تهیه کنید. ۲۵/۰۰ میلی لیتر از محلول نیترات نقره ۰/۰۱ مول بر لیتر را به یک بالون حجمی ۲۵۰ میلی لیتری اضافه نموده و آن را تا ۲۵۰ میلی لیتر با آب رقیق کنید. این محلول را در تاریکی در یک بطری شیشه‌ای قهوه‌ای رنگ نگهداری کنید.

۱۱-۱-۵ اتانول تقلیب یافته % ۲۰ حجمی / حجمی

۱۰۰ میلی لیتر اتانول تقلیب یافته را با ۴۰۰ میلی لیتر آب مخلوط کنید. این محلول به مدت حداقل یک سال پایدار است.

۲-۵ واکنشگرهایی برای تعیین سیانید

۱-۲-۵ بافر تقطیر (pH = ۳/۸)

۵۰ گرم سیتریک اسید، $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ را در ۲۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۱۲۰ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر اضافه کردن (مطابق بند ۵-۱-۵) و در صورت نیاز، pH را در ۳/۸ با محلول هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر تنظیم کنید (مطابق بند ۵-۱-۵)، و آن را با آب تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. اگر این محلول در تاریکی و یخچال در دمای (5 ± 3) درجه سلسیوس نگهداری شود، به مدت سه ماه پایدار است.

یادآوری- برای جزییات بیشتر در رابطه با بافر اصلاحی جایگزین به منظور غلبه بر مشکلات پایداری جریان مشاهده شده در برخی از سامانه‌های جریان پیوسته ناشی از غلظت بالای اسید سیتریک در این واکنشگر به پیوست پ مراجعه کنید.

۲-۲-۵ محلول سولفات روی

۱۰ گرم هیدرات سولفات روی هفت آبه، $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ، را در ۷۵۰ میلی لیتر آب حل و مخلوط کنید و آن را با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. این محلول حداقل ۱ سال پایدار است.

۳-۲-۵ محلول بافر برای تعیین مقدار فوتومتري (pH = ۵/۲)

۲/۳ گرم هیدروکسید سدیم را در ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۲۰/۵ گرم پتاسیم هیدروژن فتالات ($KHC_8H_4O_4$) اضافه نموده و آن را تا ۹۷۵ میلی لیتر با آب رقیق کنید. با هیدروکلریک اسید ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۲) و یا محلول هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۵) pH محلول را در ۵/۲ تنظیم کنید، ۱ میلی لیتر محلول پاک‌کننده (مطابق بند ۵-۱-۷) اضافه کنید و تا ۱۰۰۰ میلی لیتر با آب رقیق نمایید. اگر این محلول در تاریکی و یخچال در درجه سلسیوس (5 ± 3) نگه داشته شود به مدت سه ماه پایدار است.

۴-۲-۵ محلول کلرآمین-T

۲/۰ گرم کلرآمین-T، $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$ را در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. اگر این محلول در تاریکی و در یخچال در دمای (5 ± 3) درجه‌ی سلسیوس نگهداری شود به مدت یک ماه پایدار است.

۵-۲-۵ واکنشگر رنگی (pH = ۵/۲)

۷۱۰ گرم هیدروکسید سدیم جامد NaOH را در ۵۰۰ میلی لیتر آب حل کنید. ۱۶/۸ گرم ۱/۳-دی متیل باربیتوریک اسید، $C_6H_8N_2O_3$ و ۱۳/۶ گرم پیریدین-۴-کربوکسیلیک اسید، $C_6H_5NO_2$ ، اضاف و با آب تا ۹۷۵ میلی لیتر رقیق کنید. در صورت نیاز، با اسید هیدروکلریک ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۲) یا محلول هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۵) pH محلول را روی ۵/۲ تنظیم کرده و سپس با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

محلول را به شدت به مدت ۱ ساعت در ۳۰ درجه سلسیوس هم بزیند و سپس آن را روی یک صافی چین-دار، صاف کنید. در صورتی که این محلول در تاریکی و در داخل یخچال در دمای (5 ± 3) درجه سلسیوس نگهداری شود، و قبل از استفاده توسط صافی چین دار صاف شود، به مدت سه ماه پایدار است.

۶-۲-۵ محلول شستشو برای نمونه بردار (هیدروکسید سدیم ۰/۰۲۵ مول بر لیتر)

۲۵ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم ۱ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۵) اضافه کرده و آن را با آب تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. این محلول به مدت سه ماه پایدار است.

۳-۵ محلول های استاندارد برای تعیین مقدار سیانید

۱-۳-۵ پایداری

محلول های استاندارد غلیظ شده (مطابق بند ۵-۳-۲-۱، ۵-۳-۳-۱ و ۵-۳-۳-۳) حداقل به مدت سه ماه پایدار هستند و محلول های استاندارد رقیق شده نیز در صورتی که در تاریکی و در یخچال در دمای (3 ± 5) درجه سلسیوس نگهداری شوند، حداقل به مدت یک هفته پایدار می باشند.

۲-۳-۵ محلول های استاندارد سیانید پتاسیم

۱-۲-۳-۵ محلول استاندارد سیانید با یون سیانید ۱۰۰ میلی گرم بر لیتر

۰/۲۵۰ گرم سیانید پتاسیم KCN را در محلول هیدروکسید سدیم ۰/۰۲۵ مول (مطابق بند ۵-۱-۶) و در یک بالون حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری متشکل از محلول هیدروکسید سدیم ۰/۰۲۵ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۶) حل کنید.

۱۰ میلی لیتر محلول استاندارد بالای سیانید با محتوای ۱۰۰ میلی گرم بر لیتر سیانید را با استفاده از یک پی پت به بشر انتقال دهید (مطابق بند ۵-۳-۲-۱). ۰/۲۵ میلی لیتر محلول شناساگر (مطابق بند ۵-۱-۸) اضافه کنید و آن را محلول نیترات نقره تیترا کنید (مطابق بند ۵-۱-۱۰) تا تغییر رنگ آن از زرد به زرد متمایل به قرمز تغییر کند (حجم تیتراسیون V_1)، بیان می شود.

مقدار سیانید را در محلول استاندارد سیانید با فرمول (۱) محاسبه کنید:

$$P_{CN} = V_1 \cdot C_{(AgNO_3)} \cdot M_{(2CN)} / V \quad (1)$$

که در آن:

P_{CN} محتوای سیانید در محلول استاندارد سیانید بر حسب میلی گرم در هر لیتر است؛

V_1 مقدار محلول نیترات نقره (مطابق بند ۵-۱-۹) مورد استفاده بر حسب میلی لیتر است؛

$C_{(AgNO_3)}$ غلظت نیترات نقره بر حسب میلی مول بر لیتر است؛

$M_{(2CN)}$ جرم مولی ($= 52 \text{ g/mol}$) 2 CN است؛

V حجم محلول استاندارد سیانید در میلی لیتر (در این مورد $= 10$ میلی لیتر است).

یادآوری - علاوه بر این می توان از محلول های استاندارد تجاری نیز استفاده کرد (به عنوان مثال، پتاسیم تتراسیانوزینکات، $c(CN=1000 \pm 2 \text{ mg/l}), K_2Zn(CN)_4$).

۵-۳-۲-۲ محلول استاندارد سیانید با یون سیانید 1 mg/l

$2/5$ میلی لیتر محلول سیانید 100 میلی گرم بر لیتر را با استفاده از یک پیپت به یک بالون حجمی 250 میلی لیتری انتقال دهید (مطابق بند ۵-۳-۲-۱) و آن را تا خط نشانه با محلول هیدروکسید سدیم $0/025$ مول بر لیتر پر کنید (مطابق بند ۵-۱-۶).

۵-۳-۳ محلول های کنترل

۵-۳-۳-۱ محلول تیوسیانات پتاسیم با یون سیانید 100 mg/l

$0/373$ گرم تیوسیانات پتاسیم، $KSCN$ (خشک شده در دمای 105 درجه سلسیوس، نگهداری شده در یک خشکانه) را در محلول سدیم هیدروکسید $0/025$ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۶) و در یک بالون حجمی 1000 میلی لیتری حاوی محلول هیدروکسید سدیم $0/025$ مول بر لیتر حل کنید (مطابق بند ۵-۱-۶).

۵-۳-۳-۲ محلول تیوسیانات پتاسیم با یون سیانید 1 mg/l

$2/5$ میلی لیتر محلول استاندارد تیوسیانات 100 میلی گرم بر لیتر (معادل با 100 میلی گرم بر لیتر یون سیانید) را با استفاده از یک پیپت به یک بالون حجمی 250 میلی لیتری انتقال دهید (مطابق بند ۵-۳-۲-۱) و آن را تا خط نشانه با محلول هیدروکسید سدیم $0/025$ مول بر لیتر پر کنید (مطابق بند ۵-۳-۶).

۵-۳-۳-۳ محلول هگزا سیانو فرات پتاسیم با یون سیانید 100 mg/l

$0/211$ گرم هگزا سیانو فرات پتاسیم، $K_3[Fe(III)(CN)_6]$ (خشک شده در دمای 105 درجه سلسیوس، نگه داری شده در یک خشکانه) را در محلول سدیم هیدروکسید $0/025$ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۶) و در یک بالون حجمی 1000 میلی لیتری حاوی محلول هیدروکسید سدیم $0/025$ مول بر لیتر حل کنید (مطابق بند ۵-۱-۶).

۵-۳-۳-۴ محلول هگزا سیانو فرات پتاسیم با یون سیانید 1 mg/l

$2/5$ میلی لیتر محلول هگزا سیانو فرات پتاسیم (معادل با 100 میلی گرم بر لیتر یون سیانید) را با استفاده از یک پیپت به یک بالون حجمی 250 میلی لیتری انتقال دهید (مطابق بند ۵-۳-۲-۱) و آن را تا خط نشانه با محلول هیدروکسید سدیم $0/025$ مول بر لیتر پر کنید (مطابق بند ۵-۱-۶).

۵-۳-۳-۵ محلول هگزا سیانو فرات پتاسیم با یون سیانید $0/1 \text{ mg/l}$

۱۰ میلی لیتر محلول هگزا سیانوفرات (III) پتاسیم را با استفاده از یک پیپت به یک بالون حجمی ۱۰۰ میلی لیتری انتقال دهید (مطابق بند ۴-۳-۳-۵) و آن را تا خط نشانه با محلول هیدروکسید سدیم ۰/۰۲۵ مول بر لیتر پر کنید (مطابق بند ۵-۱-۶).

یادآوری - محلول های مطابق بندهای ۲-۳-۳-۵ و ۵-۳-۳-۵، برای کنترل عملکرد صحیح روش سیانید کل استفاده می شوند (به بندهای ۴-۲-۹ و ۵-۲-۹ مراجعه کنید). محلول های مطابق بندهای ۲-۳-۳-۵ و ۴-۳-۳-۵ برای کنترل عملکرد صحیح روش تعیین سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا استفاده می شوند (به بندهای ۶-۲-۹ و ۷-۲-۹ مراجعه کنید).

۶ دستگاهها

۱-۶ ظروف شیشه ای و تجهیزات آزمایشگاهی استاندارد

برای جلوگیری از شکستگی سیانیدهای کمپلکس یا تیوسیانات بر اثر نور روز، از ظروف شیشه ای آزمایشگاهی قهوه ای یا سبز رنگ استفاده کنید.

۲-۶ سامانه آنالیز جریان پیوسته

یک سامانه آنالیز جریان پیوسته، در شکل ۱ نشان داده شده است. این نوع دستگاه، تقطیر خودکار جریان پیوسته به صورت تجاری از سوی برخی تولید کنندگان ارائه می شود (به پیوست ب مراجعه کنید).

یادآوری - سامانه ای که در استاندارد ISO 14403-2 اشاره شده است را می توان مورد استفاده قرار داد. طراحی منیفولد سیانید سامانه جریان پیوسته از یک تولیدکننده به تولیدکننده دیگر اندکی متفاوت است. مساله کلیدی این است که قبل از به کارگیری این روش برای آنالیز معمول، از ارائه داده های صحت گذاری مناسب توسط کاربر اطمینان حاصل شود. ویژگی ارائه شده در زیر، مثالی از یک سامانه مناسب برای هدف است. شرایط مطلوب برای هر دستگاه منفرد باید پایدار و معتبر باشد.

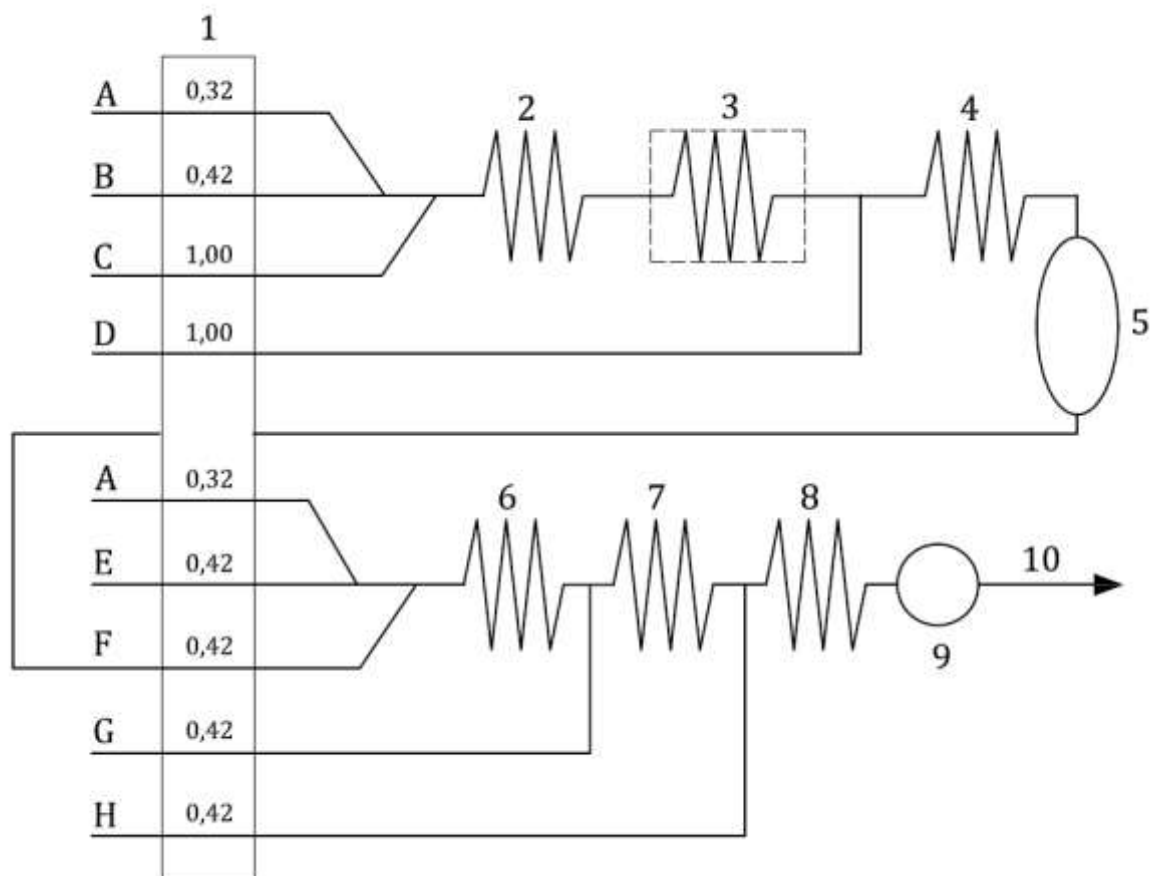
از یک تعویض گر نمونه برای تنظیم نمونه مناسب و زمان های شستشو استفاده می شود (به عنوان مثال ۸۰ s resp و ۱۶۰ s resp).

برای تخریب توسط نور UV (به شکل ۱، مورد ۳ مراجعه کنید)، از یک لامپ UV-B با حداکثر طول موج انتشار (5 ± 312) نانومتر با توان حداقل ۸ وات باید استفاده شود. ماریچ تخریب باید از شیشه بوروسیلیکات با ظرفیت حدود ۱۳ میلی لیتر و حدود ۴۵ دور با یک ماریچ به قطر ۳۰ میلی متر ساخته شود؛ ضخامت دیواره لوله باید حداکثر ۱ میلی متر و قطر داخلی حداکثر ۲ میلی متر باشد. پیشنهاد می شود از شیشه بوروسیلیکات نوع DURAN 8330^۱ استفاده کنید. تجهیزات باید طوری طراحی شوند که هیچ نور UV با طول موج کمتر از ۲۹۰ نانومتر نتواند به جریان سیال برسد.

^۱ - DURAN 8330 نمونه ای از یک محصول مناسب است که به صورت تجاری در دسترس می باشد. این اطلاعات برای راحتی کاربران این سند ارائه می شود و تأیید شده توسط ISO این محصول تلقی نمی شود.

مارپیچ تقطیر (به شکل ۱، مورد ۵ مراجعه کنید) باشد با حداقل ۴۰ دور به صورت عمودی در جای خود قرار گیرد. دمای گرم کن تقطیر باید با دقت ۱ درجه سلسیوس در دمای ۱۲۵ درجه سلسیوس تنظیم شود. تجهیزات تقطیر باید به صورتی طراحی شده باشد که در هنگام تعیین سیانید کل، پس از اندازه گیری محلول تیوسیانات با غلظت ۱۰۰۰ میکروگرم بر لیتر، به صورت CN کمتر از ۱۰ میکروگرم بر لیتر سیانید یافت شود. مارپیچ های واکنش (سردکننده ها) (به شکل ۱، موارد ۶ و ۷ مراجعه کنید) پس از تجهیزات تقطیر را می توان در یک خط متصل نمود. حمام حرارتی (به شکل ۱، مورد ۸ مراجعه کنید) باید در دمای 37 ± 2 درجه سلسیوس تنظیم شده و مارپیچ واکنش باید طوری طراحی شود که یک بازه زمانی به طور تقریبی ۴ دقیقه ای، به دست آید.

فتومتر (به شکل ۱، مورد ۹ مراجعه کنید) باید به یک سل جریان پیوسته با طول مسیر نوری ۵۰ میلی متر و یک فیلتر 10 ± 600 نانومتری با پهنای باند حداکثر ۱۰ نانومتر مجهز شود. حداکثر جذب در طول موج ۶۰۶ نانومتر رخ می دهد و این طول موج باید در صورتی استفاده شود که طیف سنج به کار گرفته شود.



راهنما

- | | | | |
|----|--|---|---|
| ۱ | پمپ (نرخ جریان بر حسب میلی لیتر بر دقیقه) | A | منقطع کننده تقسیم بندی (هوا) |
| ۲ | مارپیچ واکنش (۵۰ سانتی متر، \emptyset int. برابر با ۱٫۵ میلی متر) | B | بافر برای تقطیر (مطابق با بند ۵-۲-۱) |
| ۳ | لامپ UV-B (مارپیچ تخریبی) (5 ± 312 نانومتر) | C | نمونه |
| ۴ | مارپیچ واکنش (۵۰ سانتی متر، \emptyset int. برابر با ۱٫۵ میلی متر) | D | محلول ZnSO ₄ (مطابق با بند ۵-۲-۲) برای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا یا آب برای سیانید کل (به جدول ۱ مراجعه گردد) |
| ۵ | مارپیچ تقطیر (1 ± 125 درجه سلسیوس) | E | محلول بافر برای تعیین فوتومتریک نهایی (مطابق با بند ۵-۲-۳) |
| ۶ | مارپیچ واکنش (۵۰ سانتی متر، \emptyset int. برابر با ۱٫۵ میلی متر) | F | نمونه گیری مجدد |
| ۷ | مارپیچ واکنش (۵۰ سانتی متر، \emptyset int. برابر با ۱٫۵ میلی متر) | G | محلول تری هیدرات کلرآمین-T (مطابق با بند ۵-۲-۴) |
| ۸ | حمام حرارتی (2 ± 37 درجه سلسیوس، ۱۰۰ سانتی متر، \emptyset int. برابر با ۲ میلی متر) | H | واکنشگر رنگی (مطابق با بند ۵-۲-۵) |
| ۹ | آشکارساز (به عنوان مثال، طول مسیر عبور نوری ۵۰ میلی متر)، طول موج ۵۹۰ تا ۶۱۰ نانومتر | | |
| ۱۰ | ضایعات | | |

شکل ۱ - سامانه نوعی جریان پیوسته برای تعیین فوتومتریک سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و سیانید کل (۱۰ تا ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر) با روش تقطیر

۳-۶ ماشین همزن (همزن مکانیکی)

ماشین همزن با حرکت لرزشی امکان برقراری تماس بهینه بین نمونه و مایع استخراج را فراهم می‌کند.

یادآوری - استفاده از دستگاهی با حرکت افقی (تکان) به میزان ۱۸۰ ضربه رفت و برگشتی در دقیقه و طول ضربه رفت و برگشتی ۵ سانتی‌متری و دارای ظروف استخراج پلی‌اتیلنی ۵۰۰ میلی‌لیتری در حالت افقی، نتایج خوبی بدست می‌دهد.

۷ نمونه‌برداری، آماده‌سازی و استخراج

یک نمونه خاک مرطوب، که بتوان آن را تا حداکثر چهار روز در داخل یخچال در دمای کمتر از (3 ± 5) درجه سلسیوس، نگهداری کرد، بردارید (به یادآوری ۱ مراجعه کنید). قطعات درشت موجود در نمونه خاک را خارج کنید. از آن جایی که سیانید فرار (ناپایدار) است، بنابراین بهتر است آزمون مطابق استاندارد بند ۲-۵ (۱۴۵۰۷)، آماده‌سازی شود. روش اجرایی برای ترکیبات فرار، مطابق استاندارد ۱۴۵۰۷، بند ۸-۲ آن، مقداری از نمونه را که معادل به طور تقریبی ۴۰ گرم ماده خشک باشد، با دقت ۰/۱ گرم در ۲۰۰ میلی‌لیتر محلول سدیم هیدروکسید ۲/۵ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۴) و در داخل یک بطری پلی‌اتیلنی ۵۰۰ میلی‌لیتری، به حالت معلق درآورد. بطری را به مدت ۱۶ ساعت با استفاده از همزن مکانیکی مطابق بند ۳-۶، تکان دهید. در طی این مدت، از تابش نور به بطری جلوگیری کنید تا تخریب سیانیدهای کمپلکس شده به حداقل ممکن برسد. پس از آن، مواد معلق را با استفاده از یک کاغذ صافی تجزیه‌ای مناسب صاف کنید. عصاره استخراجی را با آب، ۱۰۰ برابر (f_1) رقیق کنید. هرگونه رقیق‌سازی دیگری بهتر است با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید ۰/۲۵ مول بر لیتر (مطابق بند ۵-۱-۶) انجام شود.

هر چه زودتر تجزیه عصاره استخراجی با استفاده از این روش برای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا یا سیانید کل تا حداکثر چهار روز انجام شود. در هنگام کار با محلول‌های سدیم هیدروکسید باید مراقبت‌های لازم به عمل آید. (به یادآوری ۲ مراجعه کنید).

یادآوری ۱ - مطالعه انجام شده در مورد پایداری نمونه‌ها ثابت کرده که نمونه‌های خاک نگهداری شده در یخچال به مدت چهار روز پایدارند. [۴]

یادآوری ۲ - سدیم هیدروکسید ۲/۵ مول بر لیتر بشدت برای بافت‌های بدن انسان مضر است. ضروری می‌باشد که محافظت مناسب چشم در هنگام جابجایی محلول‌های سدیم هیدروکسید رعایت شود.

یادآوری ۳ - استخراج توسط هم زدن به مدت ۱ ساعت با محلول سدیم هیدروکسید ۱ مول بر لیتر، برای بسیاری نمونه‌ها مناسب است. قبل از استفاده از این اصلاح اعمال شده در روش، کاربر بهتر است این عصاره استخراجی را یک گستره وسیعی از نمونه‌های نوعی، اعتباردهی کند.

۸ گستره کاری

گستره کاری برای سامانه آنالیز جریان پیوسته نشان داده شده مطابق شکل ۱، از دو تا ۱۰۰ میکروگرم سیانید بر لیتر (بیان شده به صورت CN) می‌باشد. برای حجم مشخصی از نمونه که معادل ۴۰ گرم ماده

خشک است، این گستره برابر ۱ تا ۵۰ میلی گرم سیانید بر کیلوگرم پس از ۱۰۰ بار رقیق سازی عصاره استخراجی توسط سدیم هیدروکسید، می باشد.

۹ روش اجرایی

۱-۹ کلیات

قبل از انجام آنالیزهای جریان پیوسته، دستورالعمل های کار با دستگاه را مطالعه کنید.

۱-۹ کنترل سامانه آنالیز برای کارکرد صحیح

۱-۲-۹ سامانه آنالیز جریان پیوسته را مطابق جدول ۱، بسته به تعیین مقدار انجام شده، تنظیم کنید.

جدول ۱- تنظیم سامانه آنالیز جریان پیوسته

تنظیمات تعیین مقدار:		بخش / پارامتر مورد استفاده	بخش های مختلف آنالیز جریان پیوسته / متوسط
سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا	سیانید کل		
خاموش	روشن	مارپیچ شیشه ای بوروسیلیکات UV-B	تخریب توسط نور UV
محلول روی سولفات (مطابق بند ۲-۲-۵)	آب	پس از لامپ UV	محلول
۱۲۵ درجه سلسیوس	۱۲۵ درجه سلسیوس	دما	تقطیر
۳٫۸	۳٫۸	pH بافر تقطیر (مطابق بند ۱-۲-۵)	
۵٫۲	۵٫۲	pH واکنشگر رنگی (مطابق بند ۱-۲-۵)	تعیین مقدار نهایی به روش فتومتری
۱۰ ± ۶۰۰ نانومتر	۱۰ ± ۶۰۰ نانومتر	طول موج	

۲-۲-۹ سامانه آنالیز را در حالت عمل در ابتدا از طریق پمپاژ آب و سپس از آن واکنشگرها (مطابق بند ۲-۵) به داخل سامانه قرار دهید. خط زمینه ثبات خودکار را پس از پایدار شدن، روی ۱۰ تقسیمات درجه بندی، تنظیم کنید. به منظور تنظیم انحراف مقیاس کامل روی تقسیمات مقیاس ۹۰، به ترتیب دو محلول استاندارد سیانید با غلظت ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر (به بند ۳-۹ مراجعه کنید) و سپس با استفاده از دو نمونه شاهد نظارت بر خط زمینه را پیش کنید.

۳-۲-۹ با توجه به دستورالعمل‌های سازنده، صحت کار سامانه را کنترل کنید.

۴-۲-۹ قبل از کنترل‌های آنالیز بهتر است هم‌چنین تأیید شود که کمتر از ۵٪ از سیانید پیوند شده در هگزاسیانوفرات [III] به عنوان سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و بیش از ۹۵٪ از سیانید پیوند شده در هگزاسیانوفرات [III] به عنوان سیانید کل، شناسایی می‌شود. هم‌چنین شکستن یون تیوسیانات به سیانید بهتر است ناچیز باشد (به بندهای ۵-۲-۹، ۶-۲-۹ و ۷-۲-۹ مراجعه کنید). بازیابی را با استفاده از فرمول (۲) محاسبه کنید:

$$(۲) \quad ۱۰۰ \times (\text{مقدار اندازه‌گیری شده محلول سیانید } ۱۰۰ \text{ میکروگرم بر لیتر} / \text{محلول آزمون مقدار اندازه‌گیری شده}) = R_{(CN)} \text{ محلول آزمون}$$

۵-۲-۹ در صورتی که بازیابی ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر محلول استاندارد هگزاسیانوفرات [III] (مطابق بند ۵-۳-۳-۵) بر حسب سیانید حداقل ۹۰٪ باشد، سامانه برای اندازه‌گیری سیانید کل مناسب است. بازیابی کمتر از ۹۰٪ هگزاسیانوفرات [III] تاثیر نامناسب تخریب توسط نور UV را نشان می‌دهد (یعنی $R_{(CN)}$ هگزا سیانو فرات $> ۹۰\%$). در این حالت، سامانه را تمیز کرده (مطابق بند ۵-۹) و در صورت نیاز، لامپ را تعویض کنید.

۶-۲-۹ اگر بازیابی محلول استاندارد ۱ میلی‌گرم بر لیتر هگزا سیانو فرات [III] (۴.۳.۳.۵) کمتر از ۵٪ باشد، سامانه برای تعیین سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا، مناسب است (یعنی $R_{(CN)}$ هگزا سیانو فرات $> ۵\%$). اگر سطوح بالاتری از سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا نسبت به این مقدار اندازه‌گیری شد، شکستن قابل توجهی از هگزاسیانوفرات به سیانید رخ می‌دهد. در این حالت، یک محلول هگزاسیانوفرات تازه تهیه، کنترل کنید که لامپ و مواد مارپیچ واکنش ویژگی مورد نظر را برآورده می‌کنند (به بند ۶-۲ مراجعه کنید).

۷-۲-۹ قبل از کنترل‌های آنالیز باید تأیید شود که هنگام تعیین سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا و سیانید کل، شکستن ناچیز تیوسیانات رخ می‌دهد. برای سیانید کل یا سیانید به‌راحتی آزاد شونده، نباید بیش از ۱۰ میکروگرم بر لیتر سیانید از هر یک از دو گونه در اندازه‌گیری $1000 \mu\text{g/l}$ (به صورت $c(CN)$ محلول تیوسیانات بدست می‌آید (مطابق بند ۲-۳-۳-۵) (یعنی $R_{(CN)}$ تیوسیانات $> ۱\%$). اگر سطوح بالاتری از سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا نسبت به این مقدار اندازه‌گیری شد، شکستن قابل توجهی از هگزاسیانوفرات به سیانید رخ داده است. در این حالت، یک محلول هگزاسیانوفرات تازه تهیه و کنترل کنید که لامپ و مواد مارپیچ واکنش ویژگی مورد نظر را برآورده می‌کنند (به بند ۶-۲ مراجعه کنید).

۳-۹ منحنی واسنجی

با انتقال محلول استاندارد ۱ میلی‌گرم بر لیتر سیانید به ترتیب با استفاده از یک پی‌پت ۰/۵، ۱، ۲، ۴، ۵، ۶، ۸ و ۱۰ میلی‌لیتری (مطابق بند ۲-۲-۳-۵) در یک بالون حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری و پر کردن آن تا خط نشانه محلول سدیم هیدروکسید ۰/۰۲۵ مول بر لیتر، مجموعه‌ای از استانداردهای واسنجی تهیه کنید (مطابق بند ۵-۱-۶). این محلول‌ها به ترتیب شامل ۵ میکروگرم بر لیتر، ۱۰ میکروگرم بر لیتر، ۲۰ میکروگرم بر لیتر، ۴۰ میکروگرم بر لیتر، ۵۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر CN خواهند بود (این

غلظت‌ها بدون اعمال ضریب تصحیح بدست آمده از تیتراسیون محلول استاندارد، مطابق بند ۱۰ است). این محلول‌ها بهتر است به صورت روزانه تهیه شوند. کل مجموعه (تمامی محلول‌های واسنجی را اندازه‌گیری کنید. گراف ارتفاع پیک h_x استانداردهای واسنجی را نسبت به غلظت سیانید c_x بر حسب میکروگرم بر لیتر، رسم کنید. منحنی واسنجی تحت این شرایط بهتر است به صورت خطی باشد.

یادآوری - پاسخ سامانه به غلظت هیدروکسید سدیم در محدوده ۰/۱۰ تا ۰/۲۵ مول بر لیتر NaOH به طور موثر ثابت است.

۹-۴ اندازه‌گیری نمونه‌ها

عصاره استخراجی نمونه رقیق شده f_2 را با محلول سدیم هیدروکسید ۰/۲۵ مول بر لیتر رقیق کنید (مطابق بند ۵-۱-۶) تا زمانی که غلظت سیانید در محدوده اندازه‌گیری قرار گیرد، اما ترجیح داده می‌شود از ۱۰ درصد بالاترین غلظت محدوده کاری کمتر نباشد.

به منظور اصلاح هرگونه تغییر در حساسیت یا رانش خط مبنا (انحراف)، پس از هر ۲۰ امین نمونه یک محلول کنترل، به عنوان مثال، یک محلول واسنجی حاوی ۵۰ میکروگرم سیانید در هر لیتر قرار دهید، و سپس یک محلول شاهد در نمونه‌بردار قرار دهید.

۹-۵ تمیز کردن سامانه آنالیز

پس از خاموش کردن حمام تقطیر و سرد شدن دمای آن به پایین‌تر از ۱۰۰ درجه سلسیوس، منیفولد در ابتدا با پمپاژ کردن آب به داخل سامانه شسته می‌شود. سامانه را در فواصل زمانی مناسب، یا حداقل هر دو ماه یک‌بار با محلول هیدروکسید سدیم $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ به مدت ۳۰ دقیقه شستشو دهید تا هرگونه آلودگی، از آن خارج شود.

اگر سامانه با باقی‌مانده نمک‌ها آلوده باشد، با اسید هیدروکلریک (مطابق بند ۵-۱-۲) به مدت ۳۰ دقیقه شسته و سپس به طور کامل با آب شستشو دهید. اگر مارپیچ تخریبی توسط نور UV آلوده باشد (به عنوان مثال با مواد پاک‌کننده)، آن را به مدت ۱۵ دقیقه با اسید هیدروکلریک ۱ مول بر لیتر شستشو دهید (مطابق بند ۵-۱-۲) سپس مارپیچ را جدا کرده و با اتانول تقلیب یافته ۲۰٪ حجمی/حجمی (مطابق بند ۵-۱-۱)، و سپس با آب شستشو دهید.

۱۰ محاسبه محتوای سیانید موجود در نمونه

نتیجه آنالیز را بر حسب تعداد میلی‌گرم سیانید کل و یا سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا در هر کیلوگرم ماده خشک، گزارش کنید. برای هر پیک، غلظت CN را از منحنی واسنجی بخوانید. محتوای سیانید را در نمونه خاک که با استفاده از فرمول (۳) بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم ارزیابی شده است، محاسبه کنید:

$$W_{(\text{CN})} = W_x \times f_1 \times f_2 \times \frac{V + \left(\frac{100 - W_{\text{dm}} \times m}{100} \right)}{1000 \times m} \times \frac{100}{W_{\text{dm}}} \quad (3)$$

که در آن:

$W_{(CN)}$ محتوای سیانید نمونه خشک شده (۱۰۵ درجه سلسیوس) برحسب میلی گرم بر کیلوگرم؛
 W_x محتوای سیانید عصاره استخراجی رقیق تعیین شده از منحنی واسنجی برحسب میکروگرم بر هر لیتر؛
 f_1 نسبت رقیق سازی اولیه (= ۱۰۰) عصاره استخراجی نمونه به عصاره استخراجی رقیق شده (مطابق بند ۷)؛
 f_2 هرگونه نسبت رقیق سازی بیشتر عصاره استخراجی نمونه رقیق شده به منظور رسیدن به غلظت سیانید عصاره استخراجی رقیق شده در محدوده اندازه گیری می باشد (مطابق بند ۹-۳)؛ اگر از رقیق سازی بیشتری استفاده نشود، آن گاه $f_2=1$.

V حجم محلول هیدروکسید سدیم مورد استفاده برای استخراج برحسب میلی لیتر (= ۲۰۰ میلی لیتر)؛

W_{dm} محتوای ماده خشک خاک بیان شده به صورت درصدی (مطابق با استاندارد بند ۲-۲)؛

m جرم اصلی نمونه در نظر گرفته به صورت کسری، برحسب گرم.

نتایج را حداکثر برای دو شکل مهم گزارش کنید.

۱۱ دقت

یک مطالعه بین آزمایشگاهی برای آزمون های روش مشخص شده در این استاندارد ترتیب داده شد. در این آزمون، مقدار سیانیدهای با قابلیت آزاد شدن بالا و سیانیدهای کل توسط چند آزمایشگاه در مورد سه خاک تعیین شده است.

انحراف معیار تکرارپذیری (S_r)، انحراف معیار تجدیدپذیری (S_R)، انحراف معیار نسبی تکرارپذیری ($C_{V,r}$) و انحراف معیار تجدیدپذیری نسبی ($C_{V,R}$) نتایج حاصل از این آنالیزها در پیوست الف داده شده است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف) ارجاع به این استاندارد ملی؛

ب) شناسایی کامل نمونه؛

ج) نتایج حاصل از تعیین مقدار بر حسب mg/kg بر اساس ماده خشک؛

د) هرگونه جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده باشد یا این که اختیاری است، و همچنین هر عاملی که ممکن است نتایج را تحت تأثیر قرار دهد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

بازیابی و تکرارپذیری

در یک مطالعه بین آزمایشگاهی، بازیابی و تکرارپذیری برای محلول‌های استاندارد روش‌ها در این استاندارد شرح داده شده است، نتایج حاصل به صورت زیر می‌باشد. [۳]
به جدول‌های الف-۱، الف-۲ و الف-۳ مراجعه کنید.

جدول الف-۱- نتایج به دست آمده برای محلول‌های استاندارد

محتوای سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا		محتوای سیانید کل		محتوای سیانید μg/l	N اندازه‌گیری‌ها	محلول استاندارد
انحراف معیار نسبی	میانگین بازیابی %	انحراف معیار نسبی	میانگین بازیابی %			
۱٫۹	۹۸٫۹	۱٫۹	۹۸٫۸	۵۰	۴۰	KCN
۰٫۸	۴٫۲	۲٫۹	۸۷٫۳	۶۵٫۴	۱۰	Fe ₄ [Fe(CN) ₆] ₃
۰٫۶	۴٫۶	۰٫۹	۹۸٫۳	۵۰	۲۵	K ₃ Fe[III](CN) ₆
۰٫۶	۴٫۵	۲٫۲	۹۹٫۵	۵۰	۲۵	K ₄ Fe[II](CN) ₆
۱٫۹	۹۹٫۳	۲٫۲	۹۹٫۰	۵۰	۲۵	Ni[II](CN) ₄

در یک مطالعه بین آزمایشگاهی، داده‌های صحت‌گذاری زیر با استفاده از روش شرح داده شده در این استاندارد به دست آمده است. داده‌ها با توجه به استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲ محاسبه می‌شوند. [۵]

جدول الف-۲- نتایج به دست آمده برای تعیین سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا در نمونه‌های خاک

سیانید با قابلیت آزاد شدن بالا									
R mg/kg	r mg/kg	$C_{V,R}$ %	$C_{V,r}$ %	S_R mg/kg	S_r mg/kg	\bar{X}	N اندازه‌گیری	N	نمونه
۱,۶۵	۰,۴۲	۳۵,۸	۸,۸	۰,۶۰۹	۰,۱۵۰	۱,۷۰	۲۴	۱۲ (۰)	خاک I
۳,۹۳	۱,۱۵	۲۷,۱	۷,۹	۱,۴۰	۰,۴۰۹	۵,۱۸	۲۴	۱۲ (۰)	خاک II
۱۱,۰	۳,۳۶	۲۴,۰	۷,۳	۳,۹۱	۱,۱۹	۱۶,۳	۲۴	۱۲ (۰)	خاک III
۳,۱۸	۱,۴۵	۴,۷	۲,۲	۱,۱۳	۰,۵۳۰	۲۴,۱	۲۲	۱۱ (۱)	استاندارد

N تعداد آزمایشگاه‌های باقی مانده پس از کنار گذاشتن نتایج پرت آماری مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲؛
() تعداد نتایج کنار گذاشته شده؛
 \bar{X} مقدار میانگین برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 S_r انحراف معیار تکرارپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 $C_{V,r}$ انحراف معیار تکرارپذیری نسبی بر حسب درصد (./)؛
 S_R انحراف معیار تجدیدپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 $C_{V,R}$ انحراف معیار تجدیدپذیری نسبی بر حسب درصد (./)؛
 r تکرارپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 R تجدیدپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg).

جدول الف-۳- نتایج به دست آمده جهت تعیین مقدار سیانید کل در نمونه‌های خاک

سیانید کل									
نمونه	N	N ^o اندازه‌گیری	\bar{X}	S_r mg/kg	S_R mg/kg	$C_{V,r}$ %	$C_{V,R}$ %	r mg/kg	R mg/kg
خاک I	۱۴ (۰)	۲۸	۷,۷۳	۰,۳۶۵	۱,۰۳	۴,۶	۱۳,۳	۰,۹۹	۲,۸۹
خاک II	۱۴ (۰)	۲۸	۳,۱۸	۰,۷۹۵	۳,۳۴	۲,۵	۱۰,۵	۲,۲۱	۹,۳۵
خاک III	۱۳ (۱)	۲۶	۱۹۳	۵,۹۸	۲۰,۸	۳,۱	۱۰,۸	۱۶,۸	۵۸,۲
استاندارد	۱۲ (۲)	۲۴	۶۳,۸	۱,۲۱	۶,۱۲	۱,۹	۹,۶	۳,۱۸	۱,۷۲

N تعداد آزمایشگاه‌های باقی مانده پس از کنار گذاشتن نتایج پرت آماری مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲؛
() تعداد نتایج کنار گذاشته شده؛
 \bar{X} مقدار میانگین برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 S_r انحراف معیار تکرارپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 $C_{V,r}$ انحراف معیار تکرارپذیری نسبی بر حسب درصد (%).
 S_R انحراف معیار تجدیدپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 $C_{V,R}$ انحراف معیار تجدیدپذیری نسبی بر حسب درصد (%).
 r تکرارپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛
 R تجدیدپذیری برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg).

پیوست ب

(اطلاعاتی)

اطلاعاتی در مورد دستگاه تقطیر خودکار جریان پیوسته

آنالیز جریان پیوسته منقطع شده توسط هوا^۱ از تعدادی نمونه‌های مجزا تشکیل شده است که توسط یک سامانه پمپاژ به یک جریان پیوسته تبدیل می‌شوند. افزودنی‌های واکنشگر لازم از طریق پمپاژ پیوسته و ترکیب کردن جریان‌های نمونه و واکنشگر، انجام می‌شوند. جریان حاصل به طور پیوسته از طریق هوا منقطع می‌شود. در نهایت، یک نمونه مورد عمل قرار گرفته داخل جریان به واحد اندازه‌گیری فوتومتری و پس از آن به بخش پسماند پمپ می‌شود.

برای محاسبه، یک سامانه اطلاعاتی مناسب بهتر است مورد استفاده قرار گیرد.

نرخ فرآوری معمول، بین ۲۰ تا ۶۰ نمونه در ساعت است و به طور معمول در هر زمان واحدی بین مراحل نمونه‌برداری و اندازه‌گیری، فرآوری می‌شوند. با این حال، به طور معمول مشکلی در مرتبط نمودن هر یک از پاسخ‌های آشکارساز ضبط شده با یک نمونه خاص وجود ندارد، زیرا فواصل زمان‌بندی منظم بین مراحل مختلف کنترل می‌شود. قرار دادن استانداردهای مکرر در ترتیب نمونه باعث می‌شود موجب نقاط داده منظمی بدست آید. برای جلوگیری از برهم‌کنشی که ممکن است در سامانه پیوسته رخ دهد، موارد احتیاطی در نظر گرفته می‌شود و در نتیجه باعث عدم جداسازی میان نمونه‌های پشت سر هم در مرحله ثبت داده‌ها می‌گردد.

تقطیر پیوسته میکرو برای جداسازی هیدروژن سیانید فرار با استفاده از رآکتور گرمایش الکترونیکی و یا یک حمام روغن مناسب گرم انجام می‌شود. در این حالت، بخارات مجدد جذب یک جریان مایع و متعاقب آن به روش رنگ‌سنجی، تعیین مقدار می‌شوند.

برخی از سامانه‌های جریان پیوسته با (pH = ۳/۸) بافر اسید سیتریک ۱۰ درصد جرمی/حجمی که در معرض بی‌ثباتی جریان قرار دارند مطابق با بند ۵-۲-۱ مشخص شده‌اند. پیوست پ جزئیاتی در مورد یک بافر تقطیر جایگزین (pH= ۳/۸) با محتوای اسید سیتریک پنج برابر کمتر، اما حاوی مقداری اسید هیدروکلریک آرایه می‌دهد.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

جایگزین تقطیر بافر (pH = ۳٫۸)

بافر تقطیر مطابق با بند ۵-۲-۱ (pH = ۳٫۸) با محتوای اسید سیتریک پایین‌تر، برای جلوگیری از مشکلات بی‌ثباتی جریان است.

۱۰ گرم اسید سیتریک را در حدود ۳۵۰ میلی‌لیتر آب حل کنید. ۵۰ میلی‌لیتر از محلول سدیم هیدروکسید I اضافه کنید (مطابق با بند ۵-۱-۴) و در صورت نیاز، توسط اسید هیدروکلریک (مطابق با بند ۵-۱-۲) یا محلول هیدروکسید سدیم II، pH را در ۳٫۸ تنظیم کنید (مطابق با بند ۵-۱-۵). ۱۲٫۵ میلی‌لیتر اسید هیدروکلریک اضافه کنید (مطابق با بند ۵-۱-۲) و با آب تا ۵۰۰ میلی‌لیتر رقیق کنید.

یادآوری - به دلیل افزایش نهایی اسید هیدروکلریک، pH بافر در حدود ۳٫۴ است. پس از مخلوط کردن با نمونه، pH برابر با ۳٫۸ می‌شود.

اگر این محلول در یخچال و در دمای (۳ ± ۵) درجه سلسیوس نگهداری شود به مدت سه ماه پایدار است.

کتابنامه

- [1] Kelada N.P. Automated direct measurements of total cyanide species and thiocyanates, and their distribution in waste water and sludge. J. Water Pollut. Control Fed. 1989, **61** (3) pp. 350–356
- [2] Meeussen J .C.L., T emminghoff E.J.M., Keizer M .G., N ovozamsky I. Spectrophotometric determination of total cyanide, iron-cyanide complexes and thiocyanate in water by a continuous flow system. Analyst (Lond.). 1989, 114 (118) pp. 959–963
- [3] TAUW Infra Consult B.V. Laboratory study on cyanide determination, Project No. 3162052, Deventer, May 1992
- [4] Validation report NEN 6655, Determination of total and free cyanide, Deventer, May, 1995 (Tauw Infra Consult B.V. Project No. R3355527 LO1/MAO)
- [5] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [6] ISO 14403-1, Water quality — Determination of total cyanide and free cyanide using flow analysis (FIA and CFA) — Part 1: Method using flow injection analysis (FIA)
- [7] ISO 14403-2, Water quality — Determination of total cyanide and free cyanide using flow analysis (FIA and CFA) — Part 2: Method using continuous flow analysis (CFA)
- [8] Cyanide Management Code For the Manufacture, Transport, and Use of Cyanide in the Production of Gold; published: www.cyanidecode.org