

### **Jakost vod - Stanovení celkových kyanidů po destilaci - Metoda fotometrická, odměrná a potenciometrická**

Water quality – Determination of total cyanide after distillation – Photometric, volumetric and potentiometric method

Předmluva

Souvisící ČSN

ČSN 01 8003 Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích

ČSN 75 0101 Vodní hospodářství – Základní terminologie

Vypracování normy

Zpracovatel: HYDROPROJEKT CZ a.s., IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Gabriela Šimonová

Obsah

Strana

Úvod 4

**1** Předmět normy 4

**2** Citované normativní dokumenty 5

**3** Definice 5

**4** Podstata zkoušky 5

**5** Chemikálie a činidla 6

**6** Přístroje a pomůcky 9

**7** Odběr a úprava vzorků 12

**8** Postup zkoušky 13

9 Výpočet 17

10 Vyjadřování výsledků 17

11 Statistické charakteristiky a nejistota výsledků 17

12 Protokol o zkoušce 18

**Příloha A** (informativní) Statistické charakteristiky 19

Bibliografie 20

Úvod

Limitní hodnota pro celkové kyanidy je uváděna v legislativních požadavcích na jakost pitné vody, povrchových i odpadních vod. Kyanidy se vyskytují ve vodách jako jednoduché nebo komplexní. Součet obou těchto forem tvoří celkové kyanidy. Stabilita kyanokomplexů kovů je různá. Nejstabilnější jsou kyanokomplexy  $\text{Fe}^{\text{II}}$ ,  $\text{Fe}^{\text{III}}$  a Co. Málo stabilní jsou kyanokomplexy Zn, Cd a Cu. Středně stabilní je kyanokomplex Ni.

Různá stabilita komplexních kyanidů se projevuje i při analytickém stanovení celkových kyanidů. Celkové kyanidy zahrnují jednoduché a komplexně vázané kyanidy včetně organických sloučenin obsahujících skupinu CN, které za podmínek stanovení uvolňují HCN. Velmi stabilní kyanokomplexy (např. kyanokomplexy Co) a některé organické kyanosloučeniny se nerozkládají kvantitativně.

Podrobnější údaje lze najít v literatuře [1].

**UPOZORNĚNÍ Zkoušku popsanou v této normě musí provádět kvalifikovaní pracovníci. Kyanidy jsou toxické. Všechny úkony se provádějí v digestoři, k pipetování se používá bezpečnostní pipeta. Okyselením se z roztoků kyanidů uvolňuje toxický HCN. Zbytky vzorků a roztoky obsahující kyanidy se odstraňují jako nebezpečný odpad.**

1 Předmět normy

Podle této normy se stanovují celkové kyanidy (po uvolnění kyanovodíku v kyselém prostředí a jeho oddělení od matrice destilací) pro účely hodnocení jakosti (znečištění) vod podle legislativních požadavků. Kyanidové ionty v destilátu se stanovují:

- fotometricky (postup A);
- odměrnou argentometrickou metodou (postup B);
- potenciometricky iontově selektivní elektrodou (ISE) (postup C).

1.1 Rozsah použití

Metoda je vhodná pro všechny druhy vod. Mez detekce se liší podle aparatury použité k vytěšňování (poměru zkoušeného objemu vzorku k objemu absorpčního roztoku) a podle použitého způsobu stanovení kyanidů v destilátu. V absorpčním roztoku lze stanovit nejméně 0,005 mg/l (postup A), 0,4 mg/l (postup B) a 0,015 mg/l (postup C). Nižší koncentraci lze postupem C stanovit při použití známého přídatku kyanidů podle 8.4.3.4.2.

1.2 Rušivé vlivy

**Oxidační činidla, např. aktivní chlor**, rozkládají většinu kyanidů. Postup v jejich přítomnosti viz 7.1.1.

**Sulfidy a sulfan** ruší při fotometrickém a odměrném stanovení i při stanovení ISE. V jejich přítomnosti dochází při uchování vzorků ke konverzi kyanidů na thiokyanatany. Postup v jejich přítomnosti viz 7.1.2.

**Aldehydy** mohou za určitých podmínek absorbovat kyanidy nukleofilní adicí. K odstranění tohoto vlivu se přidává ethylendiamin, viz [2].

**Nerozpuštěné látky** působí potíže při homogenizaci vzorku. Postup v jejich přítomnosti viz 7.1.3.

**Těkavé látky**, které ruší stanovení (např. v odpadních vodách). V jejich přítomnosti se kyanidy oddělí srážením s  $\text{AgNO}_3$ , viz 7.1.4.

**Dusičnany a dusitany** zvyšují výsledky stanovení kyanidů. Vliv dusičnanů závisí na obsahu a charakteru organických látek ve vzorku. Projevuje se u odpadních vod, kde mohou dusičnany reagovat s organickými látkami ve vodě během destilace za vzniku kyanidů. Postup v přítomnosti dusitanů viz 7.1.5.

**Karboxylové kyseliny** se destilují spolu s kyanidy a ruší odměrné stanovení. Odstraňují se extrakcí, viz 7.1.6.

**Thiokyanatany** ruší při fotometrickém a odměrném stanovení i při stanovení ISE. Postup v jejich přítomnosti viz 7.1.7.

Dále ruší sacharidy, uhličitany a různé sloučeniny obsahující síru. Pokud se ve vzorku vyskytnou tyto nebo další rušivé látky, zjistí uživatel této normy stupeň jejich vlivu na analytické výsledky postupem podle ČSN P ISO/TS 13530.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN v anglickém jazyce.