

On se propose dans cette séance de manipulation de procéder à la détermination de la concentration en phénol d'une solution par deux méthodes.

## TITRAGE DU PHENOL

### I- Mode opératoire

1. Etalonnage d'une solution de thiosulfate de sodium (environ  $0.1 \text{ mol.L}^{-1}$ ) à partir d'iodate de potassium pur et anhydre ( $M=214.00 \text{ g/mol}$ )

- prise d'essai :
  - \* m g d'iodate de potassium
  - \*  $\text{H}_2\text{O}$  qsp 50 mL
  - \* 20 mL de solution d'iodure de potassium à  $100 \text{ g.L}^{-1}$
  - \* 10 ml de solution d'acide chlorhydrique à 10 %
- attendre 2 à 3 min ;
- indicateur de fin de réaction : empois d'amidon ou thiodène ;
- soit  $V_1$  le volume de solution de thiosulfate versé à l'équivalence ;
- calculer la concentration molaire de la solution de thiosulfate.

2. titrage de la solution de phénol

En erlenmeyer de 250 mL :

- \*  $E_1 = 10.00 \text{ mL}$  de solution de phénol ;
- \* 20 mL de solution de bromure de potassium à 10% ;
- \*  $E_2 = 20.00 \text{ mL}$  de solution de bromate de potassium.

Agiter ; verser ensuite 10 mL d'acide chlorhydrique à 10% ; boucher ; agiter ; laisser reposer 2 min.

Ajouter 10 mL de solution d'iodure de potassium à 10% ; boucher ; agiter 2 min.

Titrer par la solution de thiosulfate, soit  $V$  mL.

Faire deux essais concordants.

3.interprétation

Le titrage se fait en quatre temps :

- Formation de dibrome  $\text{Br}_2$  par action des ions bromures en excès sur les ions bromates.
- Bromation du phénol en 2,4,6-tribromophénol par action du dibrome en excès.
- Titrage de l'excès de dibrome :
  - Action du dibrome sur un excès d'ions iodures.
  - Titration du diiode apparu par la solution de thiosulfate.

## II- Données

Potentiels standards d'oxydo-réduction à 298K :

- $I_2/I^-$  0.54 V
  - $S_4O_6^{2-}/S_2O_3^{2-}$  0.09 V
  - $Br_2/Br^-$  1.08 V
  - $BrO_3^-/Br_2$  1.50 V
- $IO_3^-/I_2$  1.19 V       $IO_3^-/I^-$  1.10 V

Masse molaire : phénol 94 g.mol<sup>-1</sup>

## III- Questions

### 1. Etalonnage de la solution de thiosulfate

Ecrire les demi-équations redox et les équations globales des réactions mises en jeu.  
Donner la relation littérale entre m et V<sub>1</sub>.

### 2. Titration de la solution de phénol

Ecrire les équations des réactions successives mises en jeu.  
Donner la relation entre E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, V et les concentrations en phénol, bromate et thiosulfate.

L'indice phénol d'une eau est donnée par la masse de phénol en mg.L<sup>-1</sup>.  
Calculer l'indice phénol de la solution proposée.

### ⓐ Toxicité :

Phénol R : 24/25/34

Iode R : 20/21

Brome R : 26/35

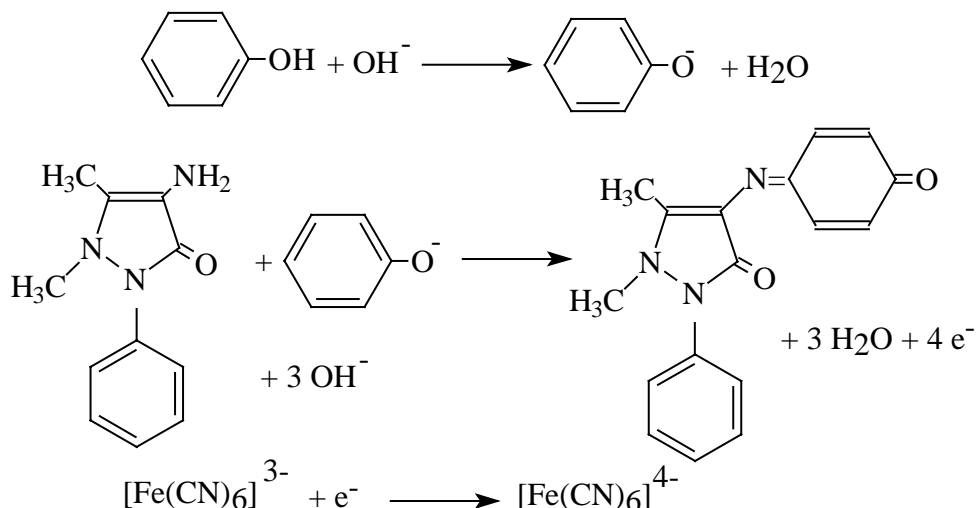
Bromate de potassium R : 9

Ne pas jeter ces produits à l'évier, mais dans les bidons marqués adéquats.

## DOSAGE DU PHENOL

### I- Principe

Il s'agit de la condensation en milieu basique de l'ion phénate sur la 4-amino antipyrine en présence d'un oxydant, l'hexacyanoferrate(III) de potassium (ferricyanure de potassium).



*Remarque :* autre nom de la 4-amino antipyrine :  
1-phényl-2,3-diméthyl-4-amino-5-pyrazolone

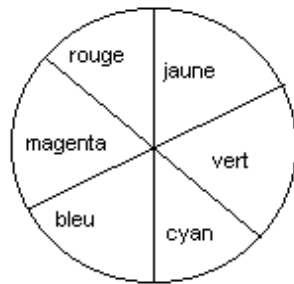
### II- Manipulation

- On dispose d'une solution étalon de phénol à  $1 \text{ g.L}^{-1}$ . Diluer 200 fois cette solution, soit 5 mL dans une fiole jaugée de 1000 mL.
- Gamme d'étalonnage : en fiole jaugée de 100 mL :

fiole	1	2	3	4	5	6	7
étalon, mL	0	10.0	20.0	40.0	60.0	80.0	100.0
phénol en mg							

- \* compléter avec de l'eau distillée à 100 mL ;
  - \* placer en bécher de 125 mL et ajouter 5.0 mL de tampon pH = 9.5 ;
  - \* ajouter 1.0 mL de la solution de 4-amino antipyrine ; agiter immédiatement ;
  - \* ajouter 2.0 mL de solution de ferricyanure de potassium ; agiter ;
  - \* laisser la coloration se développer à température ambiante pendant 5 min ;
- solution inconnue :
    - \* diluer 100 fois cette solution, soit 5.0 mL en fiole jaugée de 500 mL ;
    - \* prélever 10.0 mL de la solution diluée en fiole jaugée de 100 mL ;
    - \* compléter à 100 mL avec de l'eau distillée ;
    - \* placer en bécher de 125 mL et ajouter 5 mL de tampon pH = 9.5 ;
    - \* ajouter 1.0 mL de la solution de 4-amino antipyrine ; agiter immédiatement ;
    - \* ajouter 2.0 mL de solution de ferricyanure de potassium ; agiter ;
    - \* laisser la coloration se développer à température ambiante pendant 5 min ;

4. détermination de la longueur d'onde de travail :
  - \* on procédera sur la solution n°4 avec le spectrocolorimètre (voir notice) ;
  - \* noter la valeur du maximum d'absorption  $\lambda_{\max}$ .
5. Mesures : avec le spectrophotomètre faire les mesures à la longueur d'onde  $\lambda_{\max}$  déterminée précédemment ;
6. Résultats :
  - \* tracer la droite  $A = f(m \text{ phénol})$  ; ce travail sera effectué à l'aide d'un logiciel ;
7. Questions :
  - \* Associer chaque couleur au domaine de longueur d'onde correspondant ; les couleurs diamétralement opposées sont complémentaires :



400 nm à 430 nm :.....  
 430 nm à 490 nm :.....  
 490 nm à 560 nm :.....  
 560 nm à 580 nm :.....  
 580 nm à 620 nm :.....  
 620 nm à 750 nm :.....

- \* Une solution paraît bleue si elle absorbe une partie de la lumière visible qui l'éclaire.  
 Quelles sont les longueurs d'onde des radiations transmises ?  
 $\lambda$  de ..... à .....
- Quelles sont les longueurs d'onde des radiations absorbées ?  
 $\lambda$  de ..... à .....
- \* déduire de la droite tracée par REGRESSI la masse de phénol dans la prise d'essai de l'échantillon ;
- \* donner, en les justifiant, les relations permettant de calculer la concentration en phénol, en  $\text{g.L}^{-1}$ , dans la solution inconnue diluée puis dans la solution inconnue initiale.

## Le Phénol

### PRODUITS

#### I- Colorimétrie

- ⇒ 1 L solution phénol à  $1 \text{ g.L}^{-1}$ , solution étiquetée : PHENOL étalon
- ⇒ 2 L solution phénol à  $2.5 \text{ g.L}^{-1}$ , solution étiquetée : PHENOL à doser
- ⇒ 2 L solution tampon ; pour 1 L :
  - \* dissoudre dans 700 mL d'eau :
    - 34 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ;
    - 200 g tartrate double de Na et K ;
    - 15 mL d'ammoniac concentré.
  - \* compléter à 1 L et ajuster le pH à 9.5 au pH-mètre avec  $\text{NH}_3$  concentré.
- ⇒ 1 L de solution de ferricyanure de potassium à  $20 \text{ g.L}^{-1}$  ;
- ⇒ 1 L de solution de 4-amino antipyrine à  $20 \text{ g.L}^{-1}$  (flacon en verre teinté, fermé par un bouchon rôdé).

#### II- Oxydo-réduction

- ⇒ 2 L solution KBr à 10 % ;
- ⇒ 2 L solution HCl à 10 % ;
- ⇒ 3 L solution KI à 10 % ;
- ⇒ 3 L solution thiosulfate à  $0.1 \text{ mol.L}^{-1}$  .....titre exact :
- ⇒ 2 L solution  $\text{KBrO}_3$  à  $0.02 \text{ mol.L}^{-1}$  ..... " " :
- ⇒  $\text{KIO}_3$  RP
- ⇒ empois d'amidon ou thiodène

### MATERIEL

#### I- Colorimétrie par poste :

- ⇒ 10 cuves plastiques ;
- ⇒ 8 fioles jaugées 100 mL ;
- ⇒ 8 béchers 125 mL ;
- ⇒ 1 fiole jaugée 1 L ;
- ⇒ 1 fiole jaugée 500 mL ;
- ⇒ pipettes 1 mL , 2 mL , 5 mL ;
- ⇒ burettes 25 mL ; 50 mL ;

Spectrophotomètres

#### II- Oxydo-réduction par poste :

- ⇒ erlenmeyer 250 mL avec bouchon rôdé ;
- ⇒ pipette 10 mL ; 20 mL ;
- ⇒ éprouvette graduée 50 mL ;
- ⇒ 2 béchers 200 mL.
- ⇒ capsules de pesée + boîtes de Pétri

