

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 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
 - * H_2O qsp 50 mL
 - * 20 mL de solution d'iodure de potassium à 100 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 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⁻¹

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 V₁.

2. Titrage de la solution de phénol

Ecrire les équations des réactions successives mises en jeu.
Donner la relation entre E₁, E₂, 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⁻¹.
Calculer l'indice phénol de la solution proposée.

ⓐ Toxicité :

Phénol R : 24/25/34

Iode R : 20/21

Brome R : 26/35

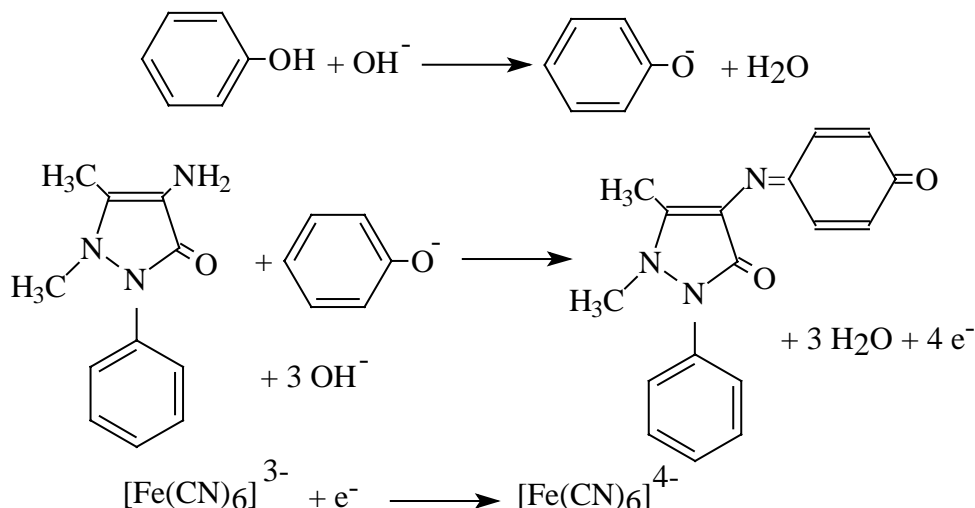
Bromate de potassium R : 9

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

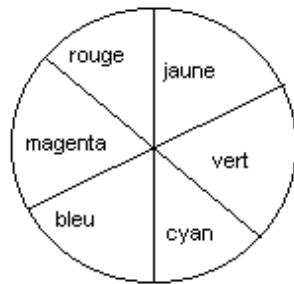
II- Manipulation

1. On dispose d'une solution étalon de phénol à 1 g.L^{-1} . Diluer 200 fois cette solution , soit 5 mL dans une fiole jaugée de 1000 mL.
2. 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 ;
3. 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 spectrocromimètre (voir notice) ;
 - * noter la valeur du maximum d'absorption λ_{\max} .
5. Mesures : avec le spectrophotomètre faire les mesures à la longueur d'onde λ_{\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 parait bleue si elle absorbe une partie de la lumière visible qui l'éclaire.
 Quelles sont les longueurs d'onde des radiations transmises ?
 λ de à
- Quelles sont les longueurs d'onde des radiations absorbées ?
 λ 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 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 g.L^{-1} , solution étiquetée : PHENOL étalon
- ⇒ 2 L solution phénol à 2.5 g.L^{-1} , solution étiquetée : PHENOL à doser
- ⇒ 2 L solution tampon ; pour 1 L :
 - * dissoudre dans 700 mL d'eau :
 - 34 g de NH_4Cl ;
 - 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 NH_3 concentré.
- ⇒ 1 L de solution de ferricyanure de potassium à 20 g.L^{-1} ;
- ⇒ 1 L de solution de 4-amino antipyrine à 20 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 mol.L^{-1} titre exact :
- ⇒ 2 L solution KBrO_3 à 0.02 mol.L^{-1} " " :
- ⇒ 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

FEUILLE DE RESULTATS

TITRAGE du PHENOL

1- Etalonnage de la solution de thiosulfate de sodium

essai	masse (g)	V (mL)	C(thio) mol.L ⁻¹
1 ^{er}			
2 ^{eme}			

concentration retenue :

$$C(\text{thio}) = \quad \text{mol.L}^{-1}$$

2- Titration de la solution de phénol

1^{er} essai : V = mL 2^{eme} essai : V = mL

concentration moyenne retenue :

$$C(\text{phénol}) = \quad \text{mol.L}^{-1}$$

DOSAGE du PHENOL

1- Gamme d'étalonnage

$$\lambda_{\text{max}} = \quad$$

Remplir le tableau :

fiolle	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							
A							

2- Solution inconnue :

$$A_{\text{inconnue}} = \quad$$

masse selon le logiciel :

$$m = \quad \text{mg}$$

concentration de la solution proposée :

$$C(\text{phénol}) = \quad \text{g.L}^{-1} ; C(\text{phénol}) = \quad \text{mol.L}^{-1}$$