

LIQUIDES DE COUPE AQUEUX DOSAGE DES PHENOLS

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

La présente méthode a été particulièrement adaptée au dosage des phénols dans les liquides de coupe aqueux. Bien qu'elle puisse être étendue à d'autres domaines, dans le cas des effluents, il est préférable d'employer une méthode plus simple telle que la méthode d'essai D70 1574.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le dosage des phénols dans les liquides de coupe aqueux type "émulsion", "solution" et "semi-synthétique" à l'état pur ou dilué.

La méthode A est recommandée pour les teneurs supérieures à 0,5 mg/l tandis que la méthode B s'applique aux teneurs égales ou inférieures à 0,5 mg/l.

Ces méthodes dosent les phénols, les crésols et les xylénols.

Les phénols substitués en position "para" ne donnent généralement qu'une très faible coloration avec l'aminophtyrine.

2.PRINCIPE

Distillation par entraînement à la vapeur d'eau pour éliminer l'huile et les interférences dues à la turbidité de l'échantillon analysé.

Mesure spectrophotométrique de l'intensité de la couleur produite en milieu alcalin oxydant par l'addition de 4-aminophtyrine.

3. APPAREILLAGE

3.1. APPAREIL A DISTILLER

(voir schéma en annexe 1) comprenant :

3.1.1. UN BALLON GENERATEUR DE VAPEUR D'EAU DE 500 ML

3.1.2. UN BALLON DE DISTILLATION DE 500 ML

3.1.3. UN TUBE COUDE PLONGEANT DANS LE BALLON (3.1.2) ET RELIE AU BALLON (3.1.1) PAR UNE TUBULURE LATÉRALE

3.1.4. UNE CHICANE D'ARRÊT AVEC RODAGES

3.1.5. UN RACCORD COUDE AVEC RODAGES

3.1.6. UN REFRIGÉRANT DROIT AVEC RODAGES

3.1.7. UNE ALLONGE DE VERRE

3.2. DEUX CHAUFFE-BALLONS AVEC THERMOSTAT

3.3. FIOLES JAUGÉES

de 50 ml, 100 ml, 1000 ml.

3.4. BECHERS

de 150 ml et 600 ml gradués.

3.5. PIPETTES GRADUÉES

de 1 ml, 2 ml, 5 ml, 50 ml.

3.6. AMPOULES A DECANTER

de 1000 ml.

3.7. EPROUVETTES

de 25 ml, 100 ml, 500 ml.

3.8. PH-METRE

3.9. SPECTROPHOTOMETRE

permettant de travailler aux longueurs d'onde 460 nm et 500 nm.

3.10. DEUX CELLULES AVEC TRAJET OPTIQUE

de 20 mm.

4.PRODUITS CHIMIQUES UTILISES

- Phénol pour analyses.
- Sulfate de cuivre 5 H₂O pour analyses.
- Acide phosphorique.
- Ferricyanure de potassium pour analyses.
- 4-aminoantipyrine pour analyses.
- Soude caustique en pastilles pour analyses.
- Ether éthylique pour analyses.
- Eau distillée.
- Chloroforme pour analyses.
- Acide borique pour analyses.

5.SOLUTIONS UTILISEES

5.1.SOLUTION ETALON DE PHENOL

Peser 1,00 g $\pm$ 0,01 g de phénol et introduire cette quantité dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajuster exactement à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher la fiole et bien mélanger le contenu.

1 ml de cette solution contient 1 mg de phénol.

Conserver cette solution à 4 °C environ à l'obscurité dans un flacon en verre teinté.

Nota : *Tous les phénols ne donnent pas la même teinte ou la même intensité de coloration avec l'aminoantipyrine. Il est donc préférable d'utiliser, pour la solution-étalon à la place du phénol pur, le mélange des principaux composés phénoliques existant dans le liquide de coupe, lorsque ces composés sont connus.*

5.2.SULFATE DE CUIVRE

(Cu SO₄, 5 H₂O)

100 g de sulfate de cuivre sont dilués à 1000 ml avec de l'eau distillée.

5.3.ACIDE PHOSPHORIQUE

10 ml sont dilués à 100 ml avec de l'eau distillée.

5.4.FERRICYANURE DE POTASSIUM

20 g de ferricyanure de potassium sont dilués à 1000 ml avec de l'eau distillée.

5.5. 4-AMINOANTIPYRINE

20 g d'aminoantipyrine (1 phényl 2-3-diméthyl-4-aminopyrazolone-5) sont dilués à 1000 ml avec de l'eau distillée. La solution doit être conservée à l'abri de l'air et de l'humidité. Elle peut être conservée plusieurs mois dans un flacon en verre teinté, bouché émeri.

5.6.SOUDE CAUSTIQUE CONCENTREE

5.7.ACIDE BORIQUE A 5 %

6.PRELEVEMENT - CONSERVATION

En raison de l'oxydation biochimique des phénols, l'analyse doit être effectuée dans les quatre heures qui suivent le prélèvement. Cependant, la solution additionnée de 10 ml de sulfate de cuivre (5.2) par litre de liquide de coupe et acidifiée jusqu'à pH 4 $\pm$ 0,2 avec de l'acide phosphorique (5.3) peut être conservée 24 heures à 4 °C.