

EAUX RESIDUAIRES DOSAGE DES PHENOLS (INDICE DE PHENOL LIBRE)

Page 1/12

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

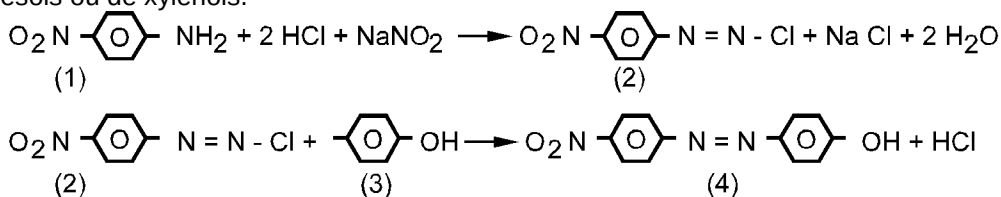
Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant de doser les phénols et les produits similaires contenus dans les eaux résiduaires et entraînaibles à la vapeur d'eau.

Sont entraînaibles : les phénols, les crésols et les xylénols.

La méthode s'applique en particulier aux eaux résiduaires provenant de l'électrophorèse.

2.PRINCIPE

Les phénols sont entraînés à la vapeur d'eau par distillation pour les libérer des substances d'accompagnement qui pourraient gêner la détermination. Celle-ci se fait par colorimétrie : on diazote la nitroaniline (1) en sel de diazonium (2) qui, copulé au phénol (3), forme ensuite un colorant azoté. Des réactions analogues se manifestent en présence de crésols ou de xylénols.



3.APPAREILLAGE

(Voir annexe 1)

- Chauffe ballon avec thermostat.
- Appareil à distiller QUICKFIT (ou tout appareil similaire) :
 - ballon de 250 ml avec rodage,
 - tête de distillation avec rodages pour thermomètre et tulipe avec coude,
 - réfrigérant droit avec rodages,
 - allonge de verre.
- Fioles jaugées de 50 ml, 100 ml, 500 ml et 1000 ml.
- Deux burettes de 50 ml.
- Bêchers de 50 ml.
- Pipettes de précision de 1 ml, 5 ml, 10 ml et 25 ml.
- Eprouvettes graduées de 10 ml et 100 ml.
- Ampoules à décanter de 250 ml.
- Spectrophotomètre Beckmann DB/GT.
- Deux cuves de spectrographie de 10 mm.

4.PRODUITS CHIMIQUES UTILISES

- Phénol pour analyse.
- Sulfate de cuivre 5H₂O pour analyse.
- Sulfate de cobalt 7H₂O pour analyse.
- Acide phosphorique à 85 % environ.
- Acide chlorhydrique 35-37 %.
- Acide chlorhydrique 1 N.
- Carbonate de sodium anhydre pour analyse.
- 4-Nitroaniline (ou p-nitroaniline) pour le dosage du phénol.
- Nitrite de sodium cristallisé pour analyse.
- Soude caustique en pastille pour analyse.
- Eau distillée.
- N-Butanol pour la spectroscopie.

5.SOLUTIONS

5.1.SOLUTION-MERE DE PHENOL

1,00 g de phénol d'aspect sec et incolore est dilué dans de l'eau distillée dans une fiole jaugée de 1000 ml.

Ajuster exactement.

1 ml de cette solution contient 1 mg de phénol.

5.2.SOLUTION DE PHENOL DESTINEE A L'ANALYSE

Prélever 5 ml de solution-mère de phénol avec une pipette de précision. Les verser dans une fiole jaugée de 500 ml. Faire le volume. Agiter.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de phénol. Cette solution ainsi diluée doit être fraîchement préparée chaque jour.

5.3.SOLUTION DE CARBONATE DE SODIUM A PEU PRES NORMALE

53 g de carbonate de sodium anhydre sont dilués à 1000 ml avec de l'eau distillée.

5.4.SOLUTION MASQUE

10 g de sulfate de cuivre et 10 g de sulfate de cobalt sont dilués à 200 ml avec de l'eau distillée.

5.5.SOLUTION DE P-NITROANILINE

0,69 g de p-nitroaniline sont dilués dans 155 ml d'acide chlorhydrique 1 N dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajuster à 1000 ml avec de l'eau distillée. L'acide chlorhydrique 1 N est préparé à l'aide d'une solution de normalité connue.

5.6.SOLUTION SATUREE DE NITRITE DE SODIUM

Diluer jusqu'à saturation du nitrite de sodium dans de l'eau distillée.

5.7.SOLUTION DE SOUDE CAUSTIQUE A 30-32 %

(facultatif).

5.8.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE A 35-37 %

(facultatif).

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 1 g/l de sulfate de cuivre est acidifiée jusqu'à pH < 4 avec de l'acide phosphorique, peut être conservée quelques jours à 4 °C.

7.ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

- Si l'échantillon n'a pas été traité, introduire dans le ballon de distillation :
100 ml d'échantillon,
1 ml de solution masque,
10 ml d'acide phosphorique.
- Pour l'échantillon traité, vérifier le pH, il doit être < 4.
- Le distillat est recueilli dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 10 ml de la solution de carbonate de sodium qui sert à l'absorption.
Le tube d'arrivée des vapeurs doit bien plonger dans la solution de carbonate de sodium.
- Distiller 80 ml.
- Arrêter l'ébullition, ajouter 20 ml d'eau distillée dans le ballon de distillation.
- Reprendre la distillation jusqu'à obtenir 100 ml au total dans la fiole jaugée.

8.DETERMINATION PHOTOCOLORIMETRIQUE

8.1.TENEURS EN PHENOLS

supérieurs à 0,2 mg/l

8.1.1.COURBE D'ETALONNAGE

(voir diagramme en annexe 2)

- Prendre une série de 6 fioles jaugées de 50 ml et verser dans chacune d'elles 10 ml de solution de p-nitroaniline à l'aide d'une burette, ainsi qu'une goutte de solution saturée de nitrite de sodium afin de décolorer la p-nitroaniline.
- Dans une autre série de 6 béchers, mettre au moyen d'une burette 15 ml de carbonate de sodium puis :
 - dans le premier, ne rien ajouter (essai à blanc),
 - dans le deuxième, ajouter 1 ml de solution de phénol à 0,01 mg/ml,
 - dans le troisième 3 ml de cette solution,
 - dans le quatrième 5 ml,
 - dans le cinquième 7 ml,
 - dans le sixième 10 ml.
- Verser quantitativement le contenu de ces béchers dans chacune des fioles contenant la p-nitroaniline.
- Ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée. Agiter soigneusement.
- Après 20 minutes au plus tôt et 25 minutes au plus tard, mesurer la coloration développée à 500 nanomètres, l'échantillon de l'essai à blanc étant placé sur le rayon de référence et l'autre sur le rayon de mesure.
- La coloration passe du brun clair au rouge, suivant la concentration en phénol.
- Tracer la courbe d'étalonnage absorptions/concentrations ou transmissions/concentrations en milligramme de phénol.

8.1.2.ANALYSE

- Pour déterminer la concentration en phénols dans les échantillons à analyser, procéder comme suit :
 - préparer 3 fioles de 50 ml dans lesquelles on verse 10 ml de p-nitroaniline ainsi qu'une goutte de solution saturée de nitrite de sodium afin de décolorer la p-nitraniline,
 - préparer également 3 béchers avec 15 ml de carbonate de sodium ; ajouter :
 - dans le premier 0,5 ml du distillat de l'échantillon,
 - dans le deuxième 1 ml du distillat,
 - dans le troisième 2 ml du distillat.
- Verser le contenu des béchers dans les fioles correspondantes. Ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée.
- Agiter soigneusement. Attendre 20 minutes au minimum et 25 minutes au maximum. Mesurer la transmission (ou absorption) à 500 nm au spectrophotomètre, l'essai à blanc servant, comme pour l'étalonnage, de cuve de référence. Déterminer sur la courbe d'étalonnage, les milligrammes de phénol correspondant aux absorptions (ou aux transmissions) mesurées.
- Si les absorptions (ou transmissions) mesurées se situent en dehors des valeurs de la courbe d'étalonnage, préparer d'autres échantillons en ajoutant au carbonate de sodium une quantité de distillat plus grande ou plus petite suivant la teneur en phénol des échantillons. On ne dépasse pas 25 ml de prise de distillat.

8.2.TENEURS EN PHENOLS

comprises entre 0,01 et 0,4 mg/l.

8.2.1.COURBE D'ETALONNAGE

(voir diagramme en annexe 3)

- La détermination de ces faibles teneurs s'effectue après extraction à l'alcool butylique normal.
- Mettre 20 ml de p-nitroaniline dans une ampoule à décanter de 250 ml, ajouter de la solution de nitrite de sodium jusqu'à la décoloration (une goutte suffit en général), puis ajouter le distillat.
- En même temps, préparer, toujours en ampoule à décanter, l'essai à blanc : 10 ml de carbonate de sodium et 90 ml d'eau distillée, et une série de standards de phénols contenant jusqu'à 0,04 mg de phénol.
- Toujours en ampoules à décanter, mélanger 10 ml de carbonate de sodium et 90 ml de solution standard.
- Après 20 minutes au plus tôt et 25 minutes au plus tard, ajouter 25 ml de n-butanol et agiter énergiquement pendant 2 minutes. Quand la phase butanol est nettement détachée (en général au bout de 10 minutes) on