

E-III-2.1V1 – DÉTERMINATION DE L'INDICE PHÉNOL DANS LES EAUX

1. Objet

Cette procédure a pour objet de décrire la méthode spectrométrique de détermination de l'indice phénol dans les eaux après extraction au chloroforme.

Cette méthode ne donne qu'une information obtenue dans des conditions conventionnelles sur la teneur globale en certains dérivés du phénol. Seule une analyse par chromatographie sera en mesure de quantifier individuellement le phénol (E-III-2.2).

2. Domaine d'application

Analyse des eaux de boisson, des eaux de surface et des eaux résiduaires.

Cette méthode permet de déterminer des indices phénol supérieurs à 0.005 mg/l lorsque le complexe final coloré est extrait et concentré dans une phase chloroformique en utilisant le phénol comme étalon.

3. Définitions et abréviations

Composés phénoliques : dérivés hydroxy du benzène et de ses analogues.

Indice phénol : nombre donnant la concentration, en milligrammes de phénol par litre, déduit de la mesure de la coloration produite par les différents composés phénoliques en suivant le mode opératoire décrit dans cette procédure.

4. Principe

Les phénols réagissent avec l'amino-4 antipyrine à un pH de 10 en présence d'hexacyanoferrate(III) de potassium en formant un complexe coloré avec l'amino-4 antipyrine.

Ce complexe coloré est extrait de la phase aqueuse avec du chloroforme et l'absorbance est mesurée à 460 nm. L'indice phénol est exprimé en milligrammes de phénol par litre.

5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Fixer l'échantillon dans les plus brefs délais après réception en ajoutant de l'acide phosphorique (7.7.) jusqu'à un pH de 4 mesuré à l'aide de papier indicateur de pH.

Si l'échantillon est chloré, ajouter 80 mg de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pour 1 litre d'échantillon.

L'échantillon peut être, au maximum conservé 4 jours en chambre froide (4 °C).



6. Appareillages et matériels utilisés

- 6.1 Spectrophotomètre dont la longueur d'onde peut être fixée à 460 nm
- 6.2 Assortiment de pipettes, burettes et ballons jaugés de classe A
- 6.3 Ampoules à décanter de 1 litre à rodage normalisé, et carotte en téflon
- 6.4 Papier indicateur de pH
- 6.5 Entonnoirs
- 6.6 Papier filtre

L'utilisation d'un dispositif d'analyse en flux continu est permise

7. Réactifs utilisés

7.1. Amino-4 antipyrine, solution à 20 g/l : dissoudre 1.0 g d' amino-4 antipyrine $C_{11}H_{13}N_3O$ dans l'eau et diluer à 50 ml. Utiliser un réactif solide incolore ou à peine coloré (le conserver à l'obscurité). Durée de vie 1 mois.

7.2. Ammoniaque à 25 % pour analyse (d = 0.90 g/ml)

7.3. Solution tampon de pH 10 préparée comme suit : dissoudre 28 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans l'eau désionisée. Ajouter 150 ml d'ammoniaque concentré. (7.2.). Porter à 500 ml avec de l'eau désionisée.

7.4. Phénol, solution mère, 1.00 g/l : dissoudre 0.1 g de phénol dans 100 ml d'eau désionisée. La solution est conservée au réfrigérateur (4 °C) pendant un mois.

7.5. Phénol, solution fille, 0.01 g/l : prélever au moyen d'une pipette, 1 ml de la solution mère (7.4.) et porter au trait dans un flacon jaugé de 100 ml. La solution fille doit être préparée le jour de l'analyse.

7.6. Acide phosphorique à 85 % pour analyse (d = 1.70 g/ml)

7.7. Acide phosphorique, dilué 10 fois : mélanger 1 volume d'acide phosphorique (7.6.) avec 9 volumes d'eau désionisée.

7.8. Solution de hexacyanoferrate (III) de potassium, 20 g/l : dissoudre 5 g de hexacyanoferrate (III) de potassium dans l'eau désionisée et porter à 250 ml. Durée de vie : 1mois

7.9. Chloroforme pour analyse



7.10. Sulfate de sodium anhydre pour analyse

8. Mode opératoire

8.1. Préparations des solutions étalons

Utilisation d'une cellule de 2 cm

Dans une éprouvette de 250 ml, introduire respectivement 0, 1, 2, 3, 5 et 6 ml de la solution fille de phénol (7.5) et porter à 250 ml.

Ces solutions étalons correspondent respectivement à 0; 0.04; 0.08; 0.12; 0.20; 0.24 mg/l phénol

Procéder alors pour chacun des points au dosage repris au point 8.2.

Utilisation d'une cellule de 1 cm

Dans une éprouvette de 250 ml, introduire respectivement 0, 2, 3, 5, 7 et 10 ml de la solution fille de phénol (7.5) et porter à 250 ml.

Ces solutions étalons correspondent respectivement à 0; 0.08; 0.12; 0.20; 0.28 et 0.4 mg/l phénol.

Une droite d'étalonnage complète est réalisée à chaque changement de réactifs.

Procéder alors pour chacun des points au dosage repris au point 8.2.

8.2. Dosage

Verser au moyen d'une éprouvette 250ml d'échantillon dans une ampoule à décanter de 1 litre. Ajouter 10ml de solution tampon.

Ajuster le pH à 10 avec NaOH, si nécessaire.

Ajouter 1.5 ml d' amino-4 antipyrine, mélanger immédiatement.

Ajouter 5 ml de solution d'hexacyanoferrate (III) de potassium, mélanger pendant 1 min en retournant l'ampoule à décanter de façon à obtenir une solution homogène.

Laisser la coloration se développer pendant 2minutes.

Ajouter 25 ml de chloroforme. Agiter vigoureusement l'ampoule pendant 1 minute et laisser les phases se séparer.

Filtrer l'extrait au chloroforme à travers un entonnoir contenant un filtre et un peu de Na_2SO_4 si l'extrait est trouble.

Mesurer l'absorbance de la phase organique à 460 nm dans une cellule de 2 cm ou de 1 cm.

Si le résultat ne se situe pas dans le domaine de la droite d'étalonnage, diluer l'échantillon en conséquence et recommencer l'extraction.



9. Paramètres qualité

Blanc : pour chaque série d'essais, effectuer un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par 250 ml d'eau ultra-pure car la valeur de blanc va conditionner la limite de quantification réelle.

Contrôle : pour chaque série d'essais, une vérification du point d'étalonnage à 0.12 mg/l est réalisée et le résultat est placé dans une carte de contrôle. Si la valeur obtenue ne se situe pas dans les limites acceptables de la carte de contrôle, recommencer la droite d'étalonnage.

10. Calcul

Calculer à l'aide du tableur Excel, les différents paramètres de la droite de régression (pente, ordonnée à l'origine et coefficient de corrélation) en introduisant les différentes concentrations en µg/l ainsi que les absorbances obtenues.

Déterminer ensuite l'indice phénol en µg /l sur des échantillons inconnus à partir des valeurs d'absorbance obtenues.

Introduire également le point de contrôle du jour si la droite d'étalonnage n'a pas été réalisée le même jour.

11. Sécurité

Le chloroforme est toxique et est suspecté d'être cancérigène. Ne pas respirer les vapeurs. Éviter tout contact avec la peau et les yeux.

Le phénol ne doit pas venir en contact avec la peau.

12. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les précisions relatives au traitement préalable éventuel auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- les résultats du dosage conformément au point 10;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

13. Références

ISO 6439 :1990 Qualité de l'eau – Détermination de l'indice phénol – Méthode spectrométrique à l' amino-4 antipyrine après distillation.

NBN T91-501 :1975 Méthode d'analyse de l'eau – Détermination des phénols – Méthode photométrique.

NBN EN ISO 5667-3 :2013 Qualité de l'eau – Échantillonnage – Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau.

NBN EN ISO 14402 :2000 Qualité de l'eau – Détermination de l'indice phénol par analyse en flux (FIA et CFA)

ORIGINAL 2014