

S-III-2.1V2 : DÉTERMINATION DE L'INDICE PHÉNOL

1. Objet

Cette méthode a pour objet la détermination de l'indice phénol dans des sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets. 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 (S-III-2.2).

2. Domaine d'application

Cette procédure décrit une méthode conventionnelle pour la détermination de l'indice phénol dans des sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets, exprimé au moyen d'une courbe d'étalonnage établie en utilisant du phénol, en mg de phénol (C_6H_5OH) par kg.

Cette procédure est mise en œuvre sur un échantillon brut dont l'indice phénol est supérieur à 0.5 mg/kg de sol sec.

Un certain nombre de dérivés phénoliques ne réagissent pas ou ne réagissent pas quantitativement avec l' amino-4-antipyrine. C'est le cas notamment des dérivés phénoliques substitués en position para par un groupement alkyle, aryle, nitro, benzyle, nitroso, aldéhyde, ... mais aussi de quelques phénols substitués en position ortho comme le o-nitrophénol.

3. Principe

Les dérivés phénoliques sont entraînés par distillation après acidification par de l'acide sulfurique 1 N en présence de chlorure de sodium.

Les phénols présents dans le distillat 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 kg sec.

4. Conditionnement et conservation de l'échantillon

L'échantillon est conservé à l'abri de la lumière et à une température d'environ 4 °C.

L'analyse sera réalisée dans un délai de 7 jours après le prélèvement.



5. Appareillages et matériels utilisés

- 5.1. Appareillage automatique de distillation à la vapeur type Vapodest dont le schéma est repris en annexe.
- 5.2. Spectrophotomètre dont la longueur d'onde peut être fixée à 460 nm
- 5.3. Assortiment de pipettes, burettes et ballons jaugés de classe A
- 5.4. Ampoules à décanter de 1 litre à rodage normalisé, et carotte en teflon
- 5.5. Papier indicateur de pH
- 5.6. Entonnoirs
- 5.7. Papier filtre
- 5.8. Éprouvette graduée de 250 ml

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

6. Réactifs utilisés

6.1. 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.

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

6.3. 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. (6.2.). Porter à 500 ml avec de l'eau désionisée.

6.4. 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.

6.5. Phénol, solution fille, 0.01g/l : prélever au moyen d'une pipette, 1 ml de la solution mère (6.4.) et porter au trait dans un flacon jaugé de 100 ml. La solution fille doit être préparée le jour de l'analyse.

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

6.7. Acide phosphorique, dilué 10 fois : mélanger 1 volume d'acide phosphorique (6.6.) avec 9 volumes d'eau désionisée.



6.8. 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 : 1 mois.

6.9. Chloroforme pour analyse

6.10. Chlorure de sodium pour analyse

6.11. Acide sulfurique 1 N

6.12. Sulfate de sodium anhydre pour analyse

7. Mode opératoire

7.1. Introduire dans le ballon ou le tube à distiller (5.1) une masse (m) du sol brut équivalent à 20 g de sol sec, ajouter 25 g de chlorure de sodium (6.10). Suivre les instructions du fabricant de l'appareillage à distiller de façon à ajouter environ 100 ml d'une solution d'acide sulfurique 1 N (6.11) et de façon à actionner le générateur de vapeur.

Si la présence de sulfites est suspectée, faire passer un courant d'azote pendant 10 à 15 minutes à faible débit dans la solution acidifiée avant de procéder à la distillation.

7.2. Distillation

Commencer la distillation en recueillant le distillat dans un jaugé de 500 ml. Arrêter la distillation lorsque le volume recueilli dans l'éprouvette atteint environ 250 ml. Amener au trait le jaugé de 500 ml avec de l'eau déminéralisée.

Si l'analyse n'est pas réalisée le jour même, fixer l'échantillon en ajoutant de l'acide phosphorique (6.7.) jusqu'à un pH de 4 mesuré à l'aide de papier indicateur de pH.

7.3. Dosage

Verser au moyen d'une éprouvette 250 ml de distillat dans une ampoule à décanter de 1 litre. Ajouter 10 ml 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 le tout en retournant l'ampoule décantée de façon à obtenir une solution homogène.



Laisser la coloration se développer pendant 2 minutes.

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 460nm dans une cellule de 2 cm.

Dans le cas où l'absorbance de la solution d'essai sort de la gamme d'étalonnage, reprendre le dosage sur une aliquote inférieure à 250 ml du distillat obtenu en 7.2.

7.4. Étalonnage

Dans six éprouvettes de 250 ml, introduire respectivement 0, 1, 2, 3, 5 et 6 ml de la solution fille de phénol (6.5) et porter à 250 ml chacune.

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 7.3.

Réaliser les lectures dans une cellule de 2 cm.

8. Paramètres qualité

Blanc : pour chaque série d'essais, effectuer un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par 25 g de chlorure de sodium. Ce blanc permet notamment de vérifier la propreté de l'appareillage.

Contrôle : pour chaque série d'essais, une vérification du bon fonctionnement de l'appareillage est réalisée en distillant 5 ml de solution fille (6.5). Le rendement obtenu doit être supérieur à 85 %.

9. 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 et absorbances obtenues.

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

L'indice phénol en mg/kg sec est donné par la formule suivante :

$$\text{Ind. phénol} = \frac{C \times 1000 \times 100}{2 \times m \times \text{MS}}$$

C : concentration en phénol en mg/l



m : masse d'échantillon pour essai, en grammes
MS : matière sèche.

10. 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 9;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

11. Références

FD X 31-144 : Qualité du sol – Détermination de l'indice phénol.

ISO 14154 :2005 : Qualité du sol – Dosage de certains chlorophénols – Méthode de chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons

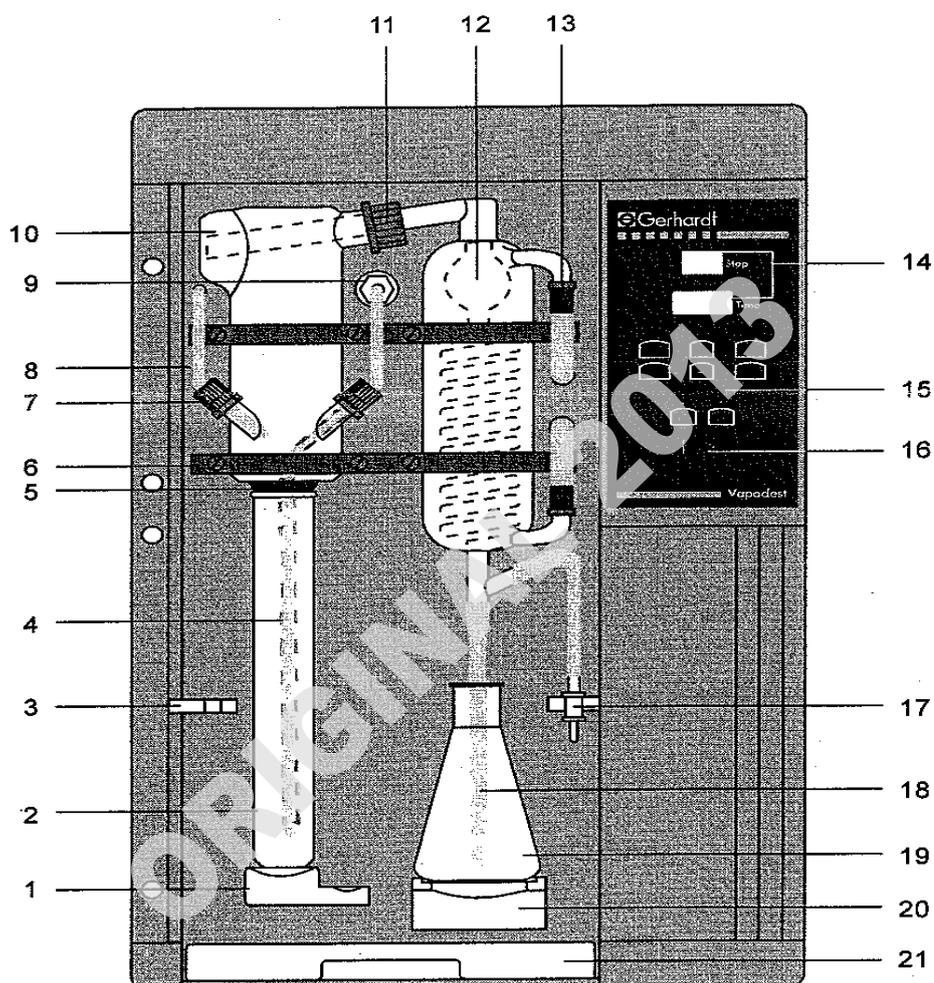
ISO 11465 :1994 : Qualité du sol – Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau. Méthode gravimétrique.

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

Annexe : Appareillage automatique de distillation à la vapeur type Vapodest



1. Support
2. Tube de digestion à large col
4. Tube en PTFE pour la vapeur d'eau
5. Joint en Viton
- 7, 11 .Bouchon à visser avec joint en silicone
8. Tube en PTFE , H_2SO_4 1 N
10. Tête en verre
12. Collecteur de distillation
- 14,15,16 . Tableau de bord
17. Valve de ventilation
18. Tube de sortie du distillat
19. Erlenmeyer ou jaugé