

Contrôle qualité de l'hypochlorite de sodium stabilisé

-

Titrage du chlore actif au thiosulfate de sodium

- S'assurer de la qualité de l'hypochlorite de sodium produit.
- Comprendre la méthode du titrage du chlore actif au thiosulfate de sodium.

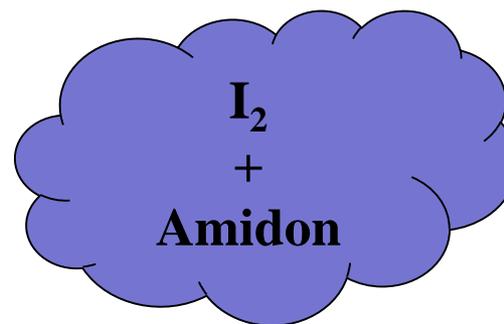
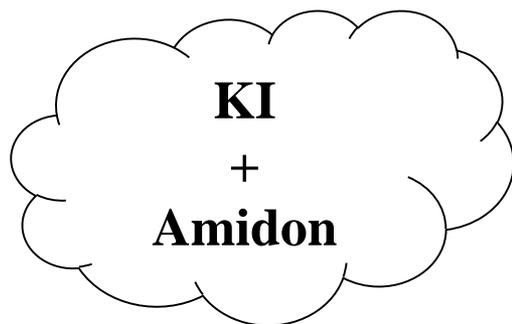
1. Rétrogradation du NaOCl en Cl₂
2. Obtention du même nombre de molécules de I₂ que de Cl₂
3. Titration de ce I₂ avec le thiosulfate

- Aux valeurs de pH très acide, l'hypochlorite de sodium se rétrograde en chlore dissous:



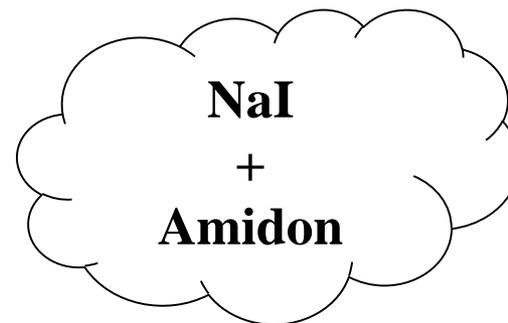
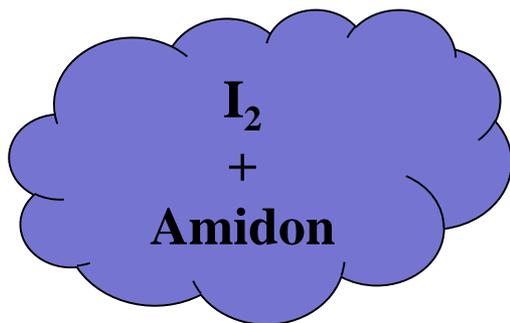
1. Rétrogradation du NaOCl en Cl_2
2. Obtention du même nombre de molécules de I_2 que de Cl_2
3. Titration de ce I_2 avec le thiosulfate

- Le chlore libère de l'iode à partir de l'iodure de potassium.



1. Rétrogradation du NaOCl en Cl_2
2. Obtention du même nombre de molécules de I_2 que de Cl_2
3. Titration de ce I_2 avec le thiosulfate

- L'iode libéré est ensuite titré avec une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur.



Matériel nécessaire



Balance précise
à ± 10 mg



2 Entonnoirs de
tailles différentes



Spatule Métallique



3 Barreaux aimantés de $\sim 6 \times 25$ mm



Thermomètre



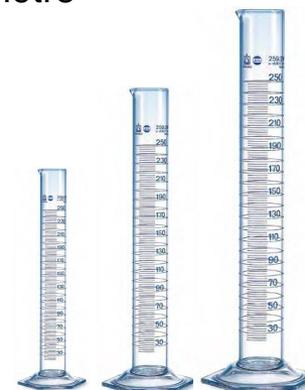
Plaque chauffante avec
agitateur magnétique



2 Flacons 100 ou 250
ml et 250 ou 1000 ml



Fiole jaugée de
250 ml ou 1000 ml



3 Cylindres gradués de 20
ou 25 ml, 50 ml et 250 ml



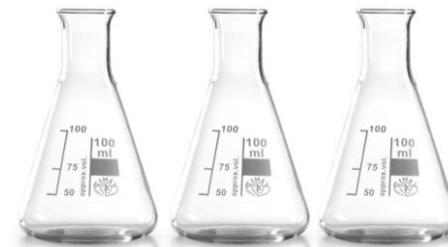
2 Pipettes jaugées de 5 ml et 20 ml avec propipette



Burette jaugée 25ml



Statif et pince 3 doigts
avec noix de serrage



3 Erlenmeyers de 100ml

Ingrédients nécessaires



Thiosulfate de sodium pentahydraté

CAS: 10102-17-7

Pureté \geq 99%



Acide acétique glaciale

CAS: 64-19-7

Pureté \geq 98.85%



Iodure de potassium

CAS: 7681-11-0

Pureté \geq 99.9%



Eau distillée

Résistivité 10-18.2 M Ω cm



Amidon (ex. Féculé de pomme de terre)

CAS: 9005-25-8

- Avant de commencer la préparation des réactifs, il est important de définir la quantité dont vous aurez besoin.
- Comme ordre de grandeur, par titration, considérez 15 ml de solution A et 20 ml de solution B. Compter au moins 3 titrations par échantillon.
- Pour la solution A, il est conseillé de produire une quantité correspondant au volume d'un des ballons jaugés à disposition.
- Dans les tableaux suivants, les champs en jaune sont remplis par l'utilisateur. Les champs en vert correspondent aux quantités à prélever pour la préparation des solutions.

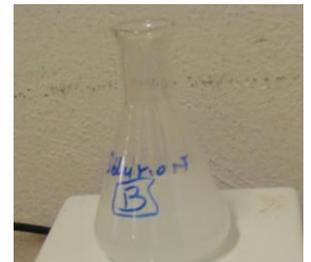
Manipulation:

- Lors des prélèvements de solution, bien s'assurer que le sommet de la solution soit sur le repère désiré.
- Attention à bien vidanger, nettoyer les récipients à chaque changement de produit.



Stockage:

- Attention de bien noter au feutre le nom de la solution et sa concentration sur chaque récipient.
- Attention à bien respecter les conditions de conservations des solutions, pour que le contrôle soit valable.



Réactifs	Dangerosité
Hypochlorite de sodium à 6 g/l	Le mélange avec HCl provoque un dégagement de chlore gazeux.
Iodure de potassium	Utilisé en pharmaco chimie, peut provoquer des gonflements de la glande thyroïde lors de traitement contre l'iode 131, sature la glande en iodure de potassium empêchant ainsi l'absorption d'iode 131 qui lui est cancérigène (accident radioactif, retombées radioactives, contamination radioactive, etc...).
Thiosulfate de sodium	Irritant pour les yeux, les voies respiratoires et la peau.
Acide acétique glacial	Inflammable et provoque de graves brûlures. Peut abîmer les vêtements.

Préparation des solutions pour le titrage du chlore actif au thiosulfate

Solution A : Thiosulfate 0,1 mol/L

Volume de solution à préparer:	250 ml	précisément
Thiosulfate pentahydraté	6,20 g	± 0.01 g
Concentration de la solution Na ₂ S ₂ O ₃ :	0,1 mol/L	

Solution B : Amidon 10 g/L

Volume d'eau distillée:	50 ml	environ (± 1 ml)
Quantité d'amidon:	0,5 g	environ (amidon pur)

Solution C : Indicateur

Volume d'eau distillée:	200 ml	environ (± 1 ml)
Quantité d'acide acétique glacial (100%)	10 ml	environ (± 0.5 ml)
Quantité de la solution B	10 ml	environ (± 0.5 ml)
Quantité de iodure de potassium:	0,8 g	environ (± 0.1 g)

*Note: Par titration comptez 15 ml de solution A et 20 ml de solution B
Trois titrations au moins doivent être réalisées par échantillon*

1. Solution A: Thiosulfate de sodium à 0.1 mol/L

- Dans la fiole jaugée, introduire :
 - Le thiosulfate de sodium pentahydraté (peser précisément ± 0.001 g)
 - Mettre au volume avec de l'eau distillée
 - Agiter et bien mettre le bouchon
- Noter la concentration de la solution sur le ballon
- Noter le nom de la solution sur la fiole jaugée : « Solution A »

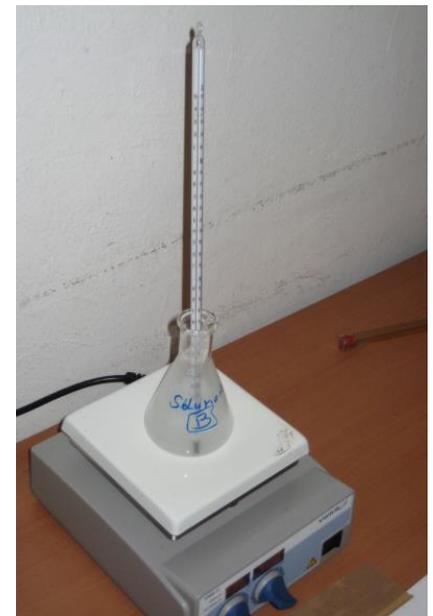


Temps de préparation : 10 minutes

Conservation : Maximum 2 semaines au frigo et à l'abri de la lumière

2. Solution B: Amidon 10 g/l

- Dans un erlenmeyer de 100 ml, introduire :
 - L'eau distillée (précision ± 1 ml) avec le cylindre gradué de 50 ml
 - L'amidon (précision ± 0.1 g)
- Placer un barreau aimanté, mettre sur l'agitateur et le régler sur 400 t/min
- Porter à ébullition (98° C) et s'assurer de la dissolution complète de l'amidon. La solution doit devenir transparente
- Laisser refroidir à température ambiante et noter « Solution B » sur l'erlenmeyer



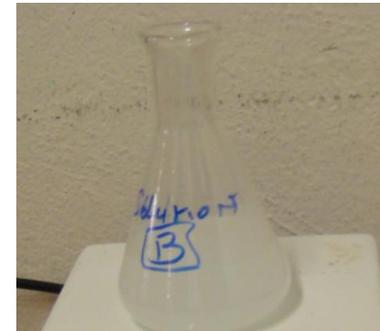
Temps de préparation : 10 minutes puis environ 1 heure au repos
Conservation : Maximum 1 semaine au frigo bien fermé

3. Solution C: Indicateur

- Dans un flacon de 250 ml, introduire :
 - L'eau distillée (précision ± 1 ml) en utilisant le cylindre gradué de 250 ml
 - L'acide acétique glacial (précision ± 0.5 ml) en utilisant le cylindre gradué de 20 ml
 - La solution B2 (précision ± 0.5 ml) en utilisant le cylindre gradué de 20 ml
 - L'iodure de potassium (précision ± 0.1 g)
- Bien agiter jusqu'à dissolution du iodure de potassium
- Noter le nom de la solution « Solution C » sur l'erenmeyer

Temps de préparation : 10 minutes

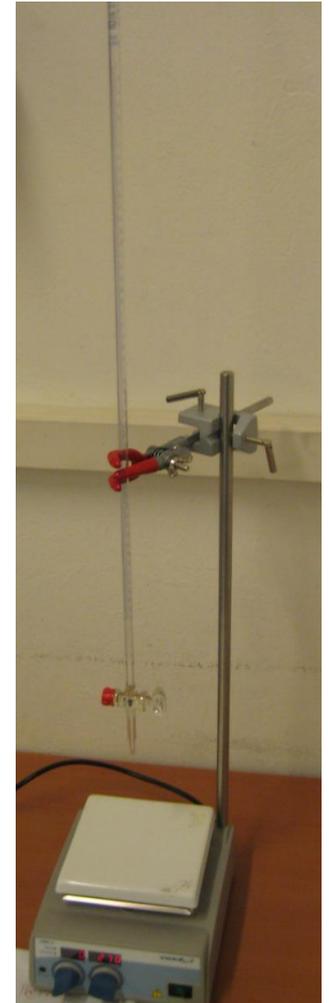
Conservation : Ne se conserve pas



Mode opératoire:

Titration du chlore actif

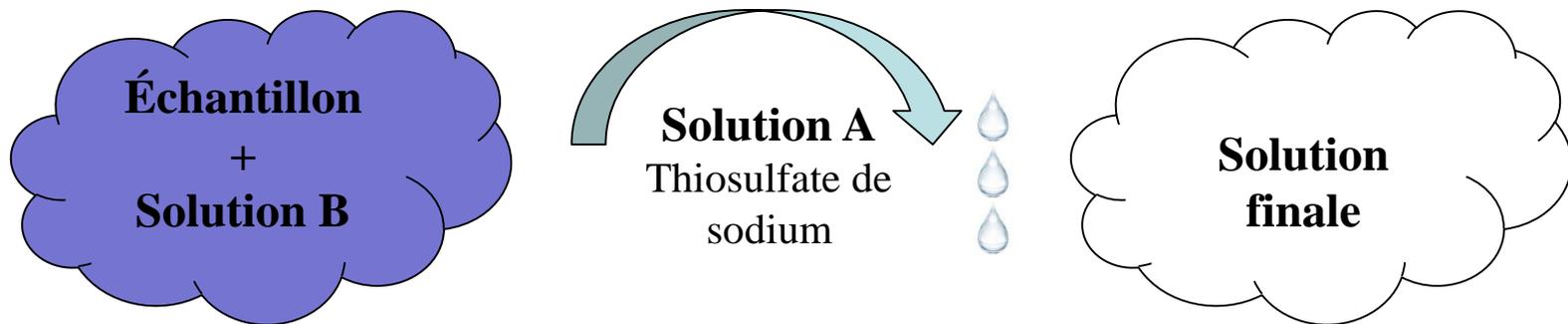
- Remplir la burette avec la **solution A** jusqu'au niveau correspondant à 0 ml sur la graduation.
- Dans un erlenmeyer de 100 ml introduire:
 - 5 ml de l'échantillon d'hypochlorite de sodium à analyser à l'aide la pipette jaugée de 5 ml
 - 20 ml de **solution C** prélevés avec la pipette jaugée de 20 ml
- Placer un barreau aimanté, mettre sur l'agitateur et le régler sur 400 t/min, thermostat sur 0° C
- La solution doit devenir foncée (bleu-noir).
 - Si la solution ne se colore pas, ajouter une deuxième quantité de 20 ml de solution C.



Mode opératoire:

Titration du chlore actif - suite

- Avec la burette, ajouter goutte à goutte la solution A jusqu'au virage complet de la solution. La couleur doit passer de la bleu/noir à totalement incolore.



- Attendre 2 minutes et s'assurer que la solution ne soit pas redevenue de couleur foncée.
 - Si la solution est à nouveau bleue, ajouter goutte à goutte la solution A jusqu'au virage total.
- Noter le volume total de solution A ajouté dans le tableau du calcul de la concentration.

Remplir le tableau de mesure du Titrage du Chlore Actif:

Titration du chlore actif par thiosulfate

Concentration solution thiosulfate : 0,100 mol/l

Titration n°	Volume échantillon [ml]	Volume solution C [ml]	Volume solution A [ml]	Concentration en chlore actif [g/l]
1				
2				
3				
Moyenne:				n/a

Le calcul de la concentration se fait automatiquement selon la formule suivante:

$$c(\text{chlore actif}) [g/l] = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \cdot c_{Na_2S_2O_3}}{V_{\text{échantillon}}} \cdot MM(Cl)$$

$V_{Na_2S_2O_3}$: Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage (solution A)

$c_{Na_2S_2O_3}$: $m_{\text{thiosulfate}} / (MM_{\text{thiosulfate}} \cdot V_{\text{solution}})$

$V_{\text{échantillon}}$: Volume de l'échantillon d'hypochlorite de sodium = 5 ml

$MM(Cl)$: Masse molaire du chlore = 35.4527 g/mol