

TP N° 3 **détermination du degré chlorométrique dans l'eau de javel**
 (contrôle de qualité !)

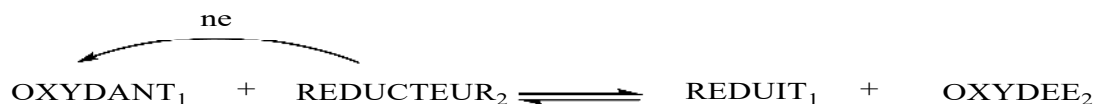
Préparation du TP n°3 : Eau de Javel.

- Hypochlorite de sodium : formule ; nombre d'oxydation du chlore
- Thiosulfate de sodium : formule chimique, nombre d'oxydation du soufre S
- Thiosulfite de sodium : formule chimique, nombre d'oxydation du soufre S
- Iode : formule chimique, nombre d'oxydation
- Iodure de potassium : formule chimique, nombre d'oxydation
- Demi équation redox des couples : ClO^-/Cl^- ; I_2/I^- ; $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}/\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

Rappels de quelques notions fondamentales

Ce qu'il faut savoir :

L'oxydoréduction \Rightarrow réaction d'échange électronique



Un oxydant \Rightarrow Capteur d'électrons (KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, O_3 , O_2 , HNO_3 ,...etc)

Un réducteur \Rightarrow Donneur d'électron (H_2 , métaux, ...etc)

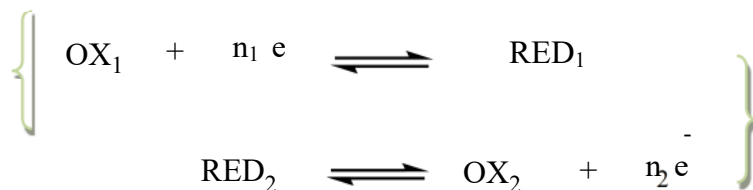
Un oxydant est caractérisé par son potentiel d'oxydoréduction E^0
 OX/RED

\Rightarrow Un oxydant puissant \Leftrightarrow Potentiel E^0 \uparrow
 OX/RED

\Rightarrow Un réducteur puissant \Leftrightarrow Potentiel E^0 \downarrow
 OX/RED



Une réaction d'oxydoréduction est une résultante de deux demi-équations redox



Numéro (ou nombre) d'oxydation:

Charge réelle ou fictive portée par l'élément engagé dans une liaison ou seul (sous forme ionique ou non).

Règles générales pour déterminer le nombre d'oxydation d'un élément :

- La somme des nombres d'oxydations des éléments constitutifs d'un composé est nulle.
- Dans le cas d'un ion polyatomique $\sum n_o = \text{charge de l'ion}$. (ex: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$; $\sum n_o = -2$)
- No de l'oxygène O (- 2) toujours, excepté dans O_2 et O_3 où il est égal à zéro, et dans les peroxydes H_2O_2 où il vaut -1.
- No de H : (+1), sauf dans H_2 ($n_o = 0$), et lorsque H est lié aux métaux ($n_o = -1$).
- Le nombre d'oxydation de l'élément dans un corps simple (constitué d'atomes d'un même élément) est toujours nul (ex: O_2 , O_3 , H_2 , Na).

TP n°3 (Iodométrie) : Utilisation de l'iodure de potassium (KI).

Application : détermination du degré chlorométrique dans l'eau de javel

L'eau de Javel est une solution aqueuse dont l'agent actif est l'ion hypochlorite ClO^- .

L'eau de Javel est obtenue par action de la soude sur du dichlore Cl_2 (gaz verdâtre). Cette action conduit à la formation de l'ion hypochlorite ClO^- et l'ion chlorure Cl^- en quantité équimolaire. $\Rightarrow n(\text{ClO}^-) = n(\text{Cl}^-)$

L'ion hypochlorite ClO^- est un oxydant responsable, entre autre, des propriétés désinfectantes et blanchissantes de l'eau de Javel.

\Rightarrow **Le but de ce TP** de contrôle de qualité, est de doser l'ion hypochlorite (ClO^-) présent dans l'eau de javel, et ainsi déduire son titre chlorométrique.

Définition : le degré chlorométrique ° CHL est défini par le volume (en litre) du chlore gazeux (Cl_2) ayant servi à la fabrication d'un litre de solution d'eau de Javel.

Principe de la manipulation

L'ion hypochlorite ClO^- , est un oxydant. Pour le doser on utilise un réducteur (l'ion iodure I^- , sous forme d'iodure de potassium KI).

\Rightarrow On fait intervenir les deux couples OX/RED :



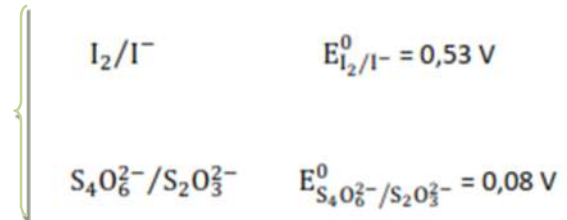
L'ion I^- est oxydé, par l'ion ClO^- . Cela conduit à la formation d'iode I_2 et d'ion chlorure Cl^- .

On administre suffisamment d'iodure de potassium, de façon à réduire tout le ClO^- présent en solution.

La quantité d'iode formée I_2 , est égale à la quantité d'hypochlorite réduite. Il suffit de doser l'iode formé, pour connaître la concentration de (ClO^-) dans l'eau de Javel étudiée.

Le dosage de l'iode I_2 , se fait par le thiosulfate de sodium $Na_2S_2O_3$.

On fait intervenir les deux couples OX/RED :



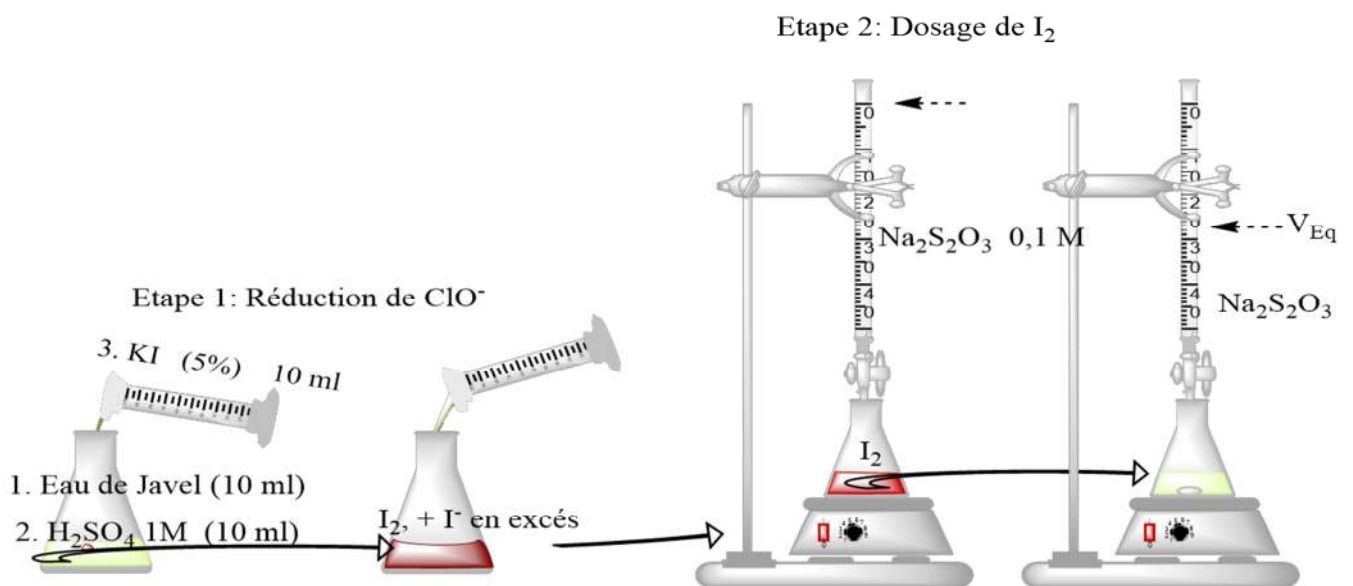
Le thiosulfate de sodium $Na_2S_2O_3$ (utilisé comme fixateur photographique) est placé dans la burette.

L'équivalence est obtenue par la disparition de la couleur marron (transformation de I_2 en I^-).

- On peut ajouter l'empois d'amidon (Bleu en présence d'iode I_2 et incolore en présence d'ions iodures I^-) pour mieux appréhender le point équivalent.

Mode opératoire : (voir représentation schématique).

Faire 1 dosage rapide, suivi de deux dosages précis à la goutte près. Noter le volume de thiosulfate de sodium utilisé à chaque fois. Calculer la concentration C_{ClO^-} en anion hypochlorite.



Mode opératoire détaillé

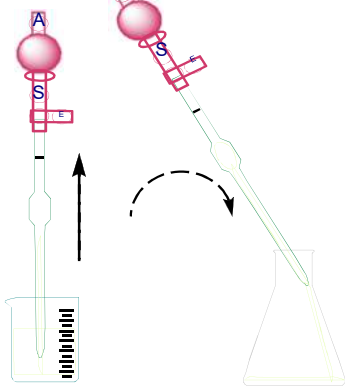
Remarque 1 : Utilisation de sulfite de sodium au lieu de thiosulfate de sodium (en cas de non disponibilité)

Remarque 2 : transfert des solutions des flacons vers des Bêchers avant manipulation, pour ne pas souiller les solutions d'origine.

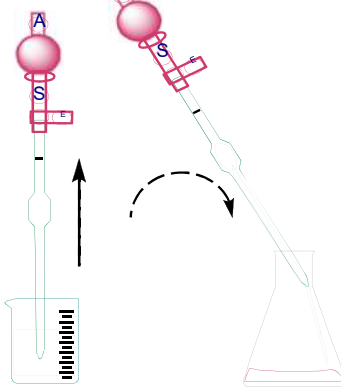
Remarque 3 : l'eau de Javel doit être diluée, pour ne pas consommer trop de réactifs. (tenir compte de la dilution)

Etape 1: Réduction de ClO^- par I^- en milieu acide

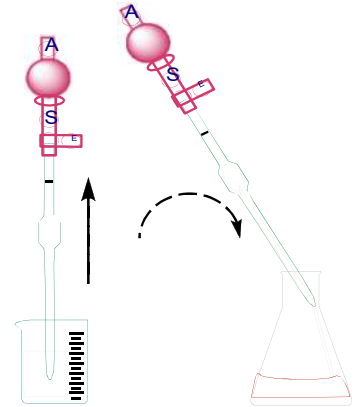
1. Prise d'essai (10 ml) d'eau de Javel diluée dix fois



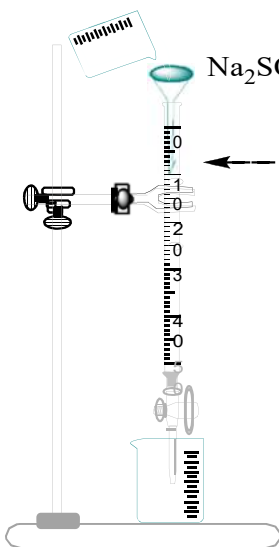
2. Addition de 10 ml de solution aqueuse de KI 5%



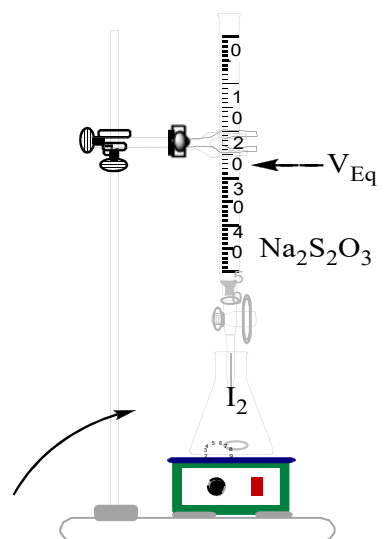
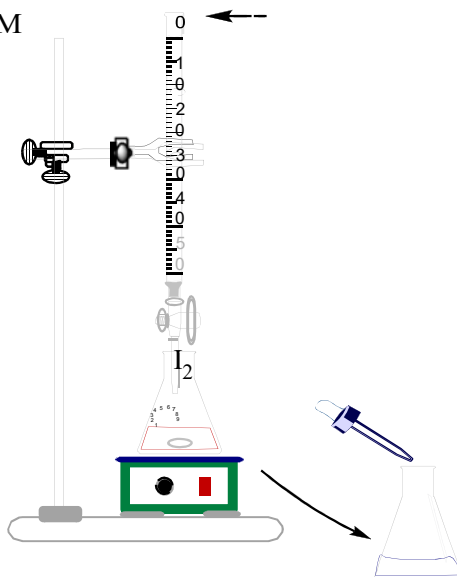
3. Addition de 5 ml de solution d'acide Acétique 1M



Etape 2: Dosage de I_2



Na_2SO_3 0,1 M



$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Compte rendu : Répondre aux questions et remplir les cases vides dans l'imprimé du compte rendu.

(Pour cela, il faut noter tous les résultats expérimentaux, du volume de la prise d'essai de l'eau de Javel, en passant par la dilution, le ou les volumes à l'équivalence,...etc.

Questions

- ✎ Question I: Ecrire l'équation bilan de la réduction de l'ion hypochlorite par l'ion iodure ,à partir des deux demi-équations redox, en milieu acide.

- ✎ Question II : Ecrire l'équation chimique bilan de la réaction de dosage de l'iode par l'ion thiosulfate, milieu acide (H_3O^+), à partir des deux demi-équations redox, la demi-équation d'oxydation et la demi-équation de réduction.

- ✎ Question III : Ecrire la relation à l'équivalence lors du dosage de l'iode par le thiosulfate. En déduire la concentration molaire de l'iode dosée.

- ✎ Question IV : Déterminer le degré chlorométrique de l'eau de Javel ayant fait l'objet de cette étude. Comparer avec l'étiquette, conclure.

TP N° 3 Determination of chlorometry degree in bleach (Quality Control)

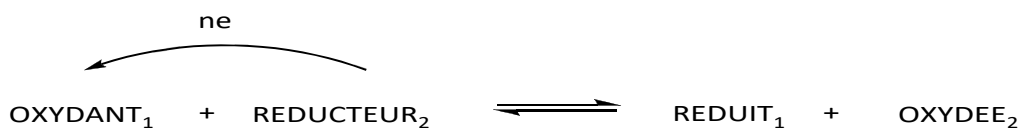
Preparation for Practice 3: Bleach.

- Sodium hypochlorite: chemical formula, oxidation number of chlorine
- Sodium thiosulfate: chemical formula, oxidation number of sulfur S
- Sodium thiosulfate: chemical formula, oxidation number of sulfur S
- Iodine: chemical formula, oxidation number of iodine
- Potassium iodide: chemical formula, oxidation number
- Paired half redox equations : $\text{ClO}^-/\text{Cl}^- ; \text{I}_2/\text{I}^- ; \text{S}_4\text{O}_6^{2-}/\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

A reminder of basic concepts

What you need to know

- Oxidation-reduction reaction \Rightarrow Electron exchange reaction



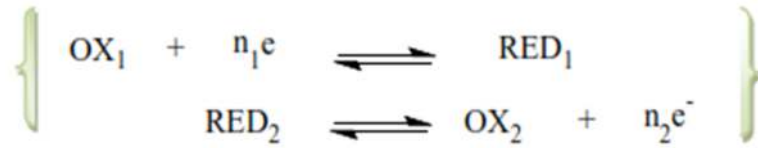
- Oxidant \Rightarrow Electron collector (KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, O_3 , O_2 , HNO_3 , etc.)
- Reducing agent \Rightarrow electron donor (H_2 , metal, etc.)

Oxidants are characterized by their redox potential $E_{OX/Red}^0$

- Strong oxidant $\Leftrightarrow E_{OX/Red}^0$ potential up \uparrow
- Strong reducing agent $\Leftrightarrow E_{OX/Red}^0$ potential down \downarrow

TP CHIMIE1

- The redox reaction is the result of two redox half-equations.



- Oxidation Number: The actual or fictitious charge an element has Elements involved in bonding or singly (in ionic or nonionic form).

General rule for determining the oxidation number of an element:

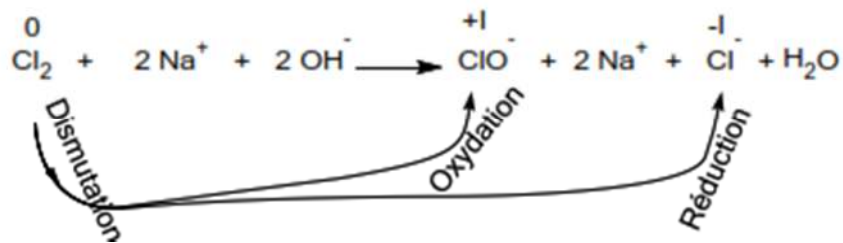
- The sum of the oxidation numbers of the constituent elements of a compound is zero.
- For polyatomic ions, $\sum n_o = \text{charge of the ion}$. (ex: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$; $\sum n_o = -2$)
- Oxygen oxidation number O (- 2) Always zero except for 0 for O_2 and O_3 and -1 for the peroxide H_2O_2 .
- H oxidation number H: (+1), except for H_2 ($n_o = 0$) and when H is bonded to a metal ($n_o = -1$).
- The oxidation number of an element in a simple (composed of atoms of the same element) is always 0 (e.g., O_2 , O_3 , H_2 , Na).

Practice 3 (Iodometry): use of potassium iodide (KI).

Application: Determination of the chlorometric value of bleaching agents.

Bleaching agent is an aqueous solution with hypochlorite ion ClO^- as the active agent.

- Bleaching agent is obtained by the action of soda on chlorine Cl_2 (a greenish gas). This action forms equimolar amounts of hypochlorite ion ClO^- and chloride ion Cl^- .
 $n(\text{ClO}^-) = n(\text{Cl}^-)$



- The hypochlorite ion ClO^- is an oxidizing agent and is responsible for the bactericidal and bleaching properties of bleaching agents in particular.

The purpose of this quality control laboratory test is to determine the hypochlorite ion (ClO^-) in bleach and to calculate the chlorometric titer.

Definition: The chlorometric titer ° CHL is defined as the volume (in liters) of chlorine gas (Cl_2). CHL is defined in volume (liters) of (Cl_2).

Handling principle

- The hypochlorite ion ClO^- is an oxidizing agent. To measure it, the reducing agent (iodide ion I^- , in the form of potassium iodide KI).

Two OX/RED pairs are used:

ClO^-/Cl^-	$E_{\text{ClO}^-/\text{Cl}^-}^0 = 0,9 \text{ V}$
I_2/I^-	$E_{\text{I}_2/\text{I}^-}^0 = 0,53 \text{ V}$

- The I^- ion is oxidized by the ClO^- ion. This forms iodine I_2 and chloride ion Cl^- .

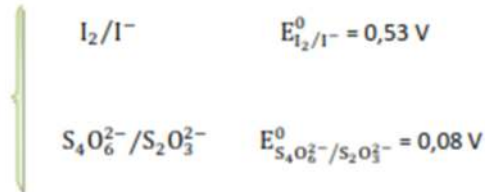
A sufficient amount of potassium iodide is administered to reduce all of the ClO^- present in solution.

TP CHIMIE I

The amount of iodine I_2 formed is equal to the amount of hypochlorite reduced. Simply by measuring the iodine formed, the concentration of (ClO^-) in the bleach under study is determined.

➤ Iodine I_2 is measured using sodium thiosulfate $Na_2S_2O_3$.

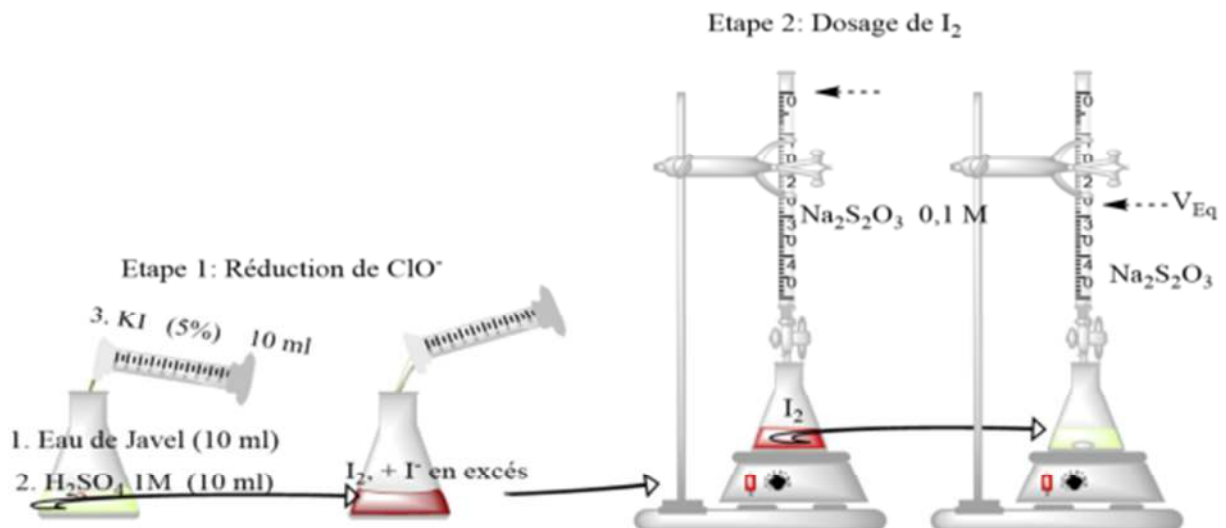
▪ Use two OX/RED pairs



- Sodium thiosulfate $Na_2S_2O_3$ (used as a photo fixative) in a burette.
- Equivalent when brown color disappears (I_2 to I^- conversion).
 - The addition of starch (blue in the presence of iodine I_2 , colorless in the presence of iodide ion I^-) allows an idea of the equivalence point.

Procedure: (see figure).

Perform one rapid measurement followed by two titrations. Used. Record the amount of sodium thiosulfate used each time. Calculate the C_{ClO^-} concentration of the hypochlorite anion.



TP CHIMIE1

Detailed Procedure

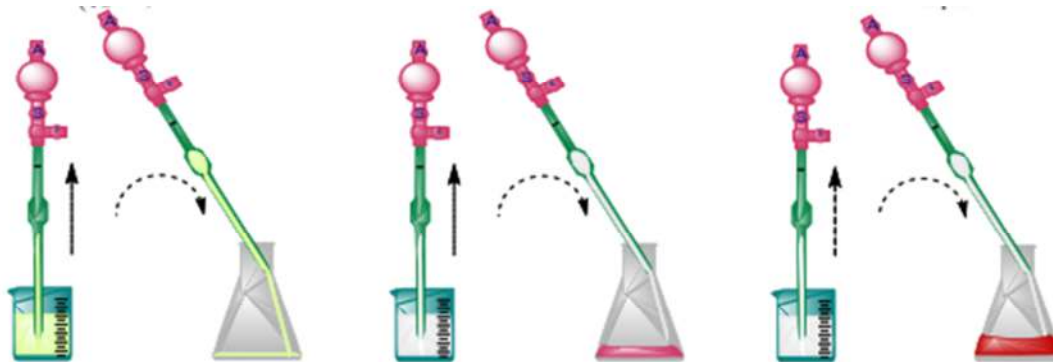
Note 1: Use sodium sulfite instead of sodium thiosulfate (if not available)

Note 2: To avoid contamination of the original solution, transfer it from the vial to a beaker before handling. Avoid contaminating the original solution.

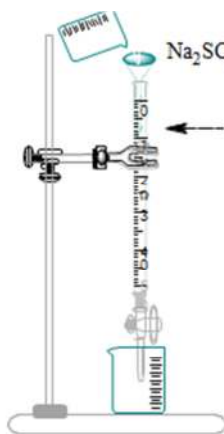
Note 3: Bleach should be diluted to prevent overuse of the reagent. (Consider dilution of.)

Step 1: Reduction of ClO^- by I^- Reduction In acid medium

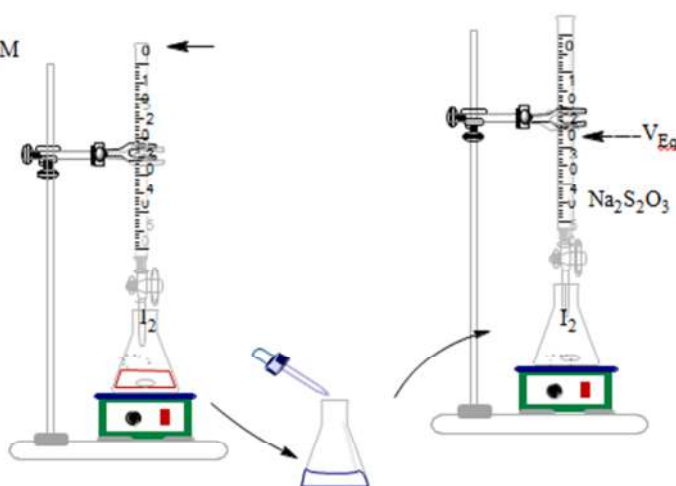
1. test sample (10 ml) of bleach diluted 10x
2. addition of 10 ml of 5% KI solution.
3. addition of 5 ml of 1M acetic acid solution

**Step 2: Measurement of I_2**

4. preparation of burette



5. appropriate titration



When approaching the equivalent volume, add a few drops of starch starch and continue dosing until the color lightens.

TP CHIMIE1

Report: Answer the questions and fill in the blanks on the report form.

(To do this, note down all the experimental results, from the volume of the bleach test sample to the dilution, the volume(s) at equivalence, etc.).

Questions

≅ **Question I:** Write down the balance equation for the reduction of hypochlorite ion by iodide ion from the two redox half-equations, in an acid medium.

≅ **Question II:** Write the chemical equation of the reaction of iodine by thiosulfate ion, in acid medium (H_3O^+), from the two redox half-equations, the oxidation half-equation and the reduction half-equation.

≅ **Question III:** Write down the equivalence relationship for the determination of iodine by thiosulfate. Deduce the molar concentration of iodine.

≅ **Question IV:** Determine the chlorometric value of the bleach used in this study. Compare with the label and conclude.