

# TP 11 : Oxydation par l'eau de Javel

Nom et prénom : \_\_\_\_\_

Nom et prénom : \_\_\_\_\_

*L'eau de Javel est un mélange basique d'hypochlorite  $\text{ClO}^-$  de sodium et de chlorure de sodium obtenu par dismutation d'une solution de dichlore. Même lorsqu'elle stockée sous forme de berlingot, sa concentration en hypochlorite tend à diminuer avec le temps.*

## 1 Questions préliminaires

**Sur une feuille blanche, répondre aux questions suivantes.**

1. Ajuster l'équation de dismutation du dichlore en chlorure et hypochlorite en milieu basique. On fait réagir les ions hypochlorite sur les ions iodure en milieu acide acétique pour former du diiode et des ions chlorure, puis on dose le diiode par une solution titrée de thiosulfate de sodium. Ce dosage est donc un dosage indirect en retour.  
La concentration d'une eau de Javel est traditionnellement donnée en degrés chlorométriques ( $^{\circ}$  Chl) .  
Définition : Un litre d'eau de Javel titrant  $x^{\circ}$  Chl libère par rétrodismutation (réaction inverse de la dismutation), réaction supposée totale en milieu acide,  $x$  litre de dichlore mesuré dans les conditions normales de température et de pression (on prendra  $20^{\circ}\text{C}$  et 1 bar).
2. Que signifient les phrases de risque H314, H315 et H318 ? Quels sont les équipements de sécurité obligatoires ?
3. Que signifient les phrases de risque EUH206 et EUH031 ? Où doit-on manipuler toute solution contenant de l'eau de Javel ?
4. Ajuster l'équation de réaction entre l'ion hypochlorite et l'ion iodure en milieu acide.
5. Ajuster l'équation du titrage par le thiosulfate.
6. Exprimer la relation entre la quantité d'ion hypochlorite dans 1,0 mL d'eau de Javel  $n_J$  et le volume équivalent du dosage.  
En déduire l'expression de la concentration  $c_J$  en ion hypochlorite de l'eau de Javel dosée.
7. Relier la concentration en ion hypochlorite au degré chlorimétrique.

## 2 Dosage des ions hypochlorite

**Réalisation du dosage**

*L'acide acétique pur est dit glacial parce qu'il se solidifie dans un bain eau + glace.*

Les prélèvements d'eau de Javel se feront directement dans le flacon. Les pipettes seront immédiatement rincées.
--

Noter un bécher non ébréché de 100 mL et une éprouvette non ébréchée de 25 mL "acide".  
Ils seront utilisés plusieurs fois au cours du TP.

Prélever 50 mL d'une solution d'iodure de potassium à  $2 \text{ g.L}^{-1}$  et les introduire dans un erlenmeyer de 250 mL.

Ajouter environ 10 mL d'acide acétique glacial.

Estimer le pH de cette solution à l'aide de papier pH.

Ajouter  $v_J = 1,0 \text{ mL}$  d'eau de Javel concentrée.

Agiter puis doser à l'aide de thiosulfate de sodium à la concentration  $c_T = 0,20 \text{ mol.L}^{-1}$ .

8. Quel est l'indicateur coloré utilisé ? Rappeler ses conditions d'utilisation.

9. Reporter les résultats expérimentaux.

10. Calculer  $c_J$  la concentration en ion hypochlorite de l'eau de Javel dosée.

11. En déduire le degré chlorimétrique de l'eau de Javel étudiée.  
Comparer avec les données du berlingot.

### 3 Oxydation du cyclohexanol en cyclohexanone

#### Protocole

Réaliser un montage avec un ballon tricol, une ampoule de coulée isobare et un thermomètre. La troisième entrée servira à introduire les produits et sera munie d'un bouchon. Le tricol repose dans un bain de glace.

Introduire dans le ballon  $V = 2,0$  mL de cyclohexanol et environ 15 mL d'acide acétique glacial.

Introduire dans l'ampoule de coulée 15,0 mL d'eau de Javel.

Attendre que le contenu du tricol atteigne une température inférieure à  $15^{\circ}\text{C}$ , puis ajouter goutte à goutte l'eau de Javel en faisant attention de ne jamais dépasser  $25^{\circ}\text{C}$ .

Déboucher le tricol et attendre 15 minutes.

Tester le caractère oxydant de la solution à l'aide de papier iodo-amidonné. Si l'eau de Javel est bien en excès, le papier se colore en bleu.

Ajouter par petites portions, en agitant à chaque fois, du sulfite de sodium jusqu'à disparition de la teinte jaune de la solution. Le test du caractère oxydant du mélange réactionnel doit alors être négatif.

Verser le mélange réactionnel dans 40 mL d'eau glacée préalablement saturée en chlorure de sodium.

Extraire 3 fois avec 20 mL d'éther. Joindre les phases étherées et les laver avec des fractions de 10 mL de soude à 10% (attention, une réaction exothermique a lieu dans l'ampoule, il peut y avoir des surpressions importantes! Ne pas trop agiter au début!) jusqu'à ce que le pH de la solution aqueuse soit légèrement basique. On recueillera les phases organiques dans un erlenmeyer de 100 mL.

Sécher la phase organique sur sulfate de sodium.

Évaporer le solvant.

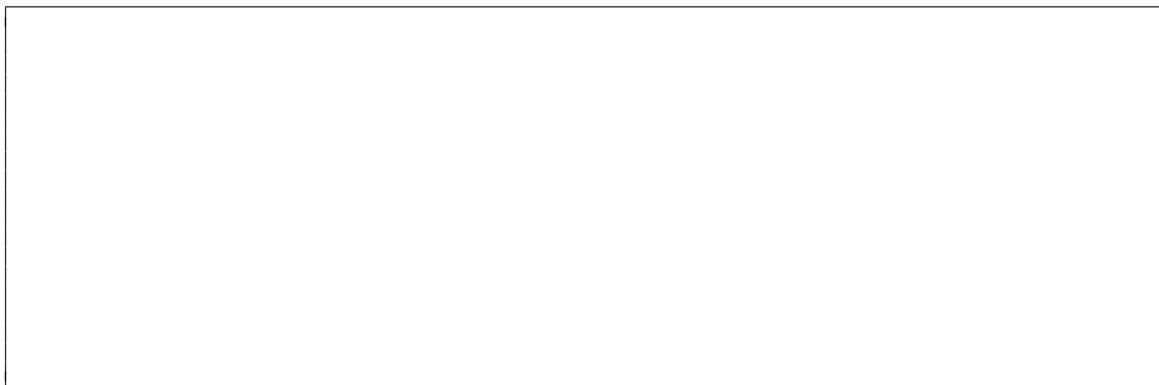
Peser la masse  $m'$  de cyclohexanone obtenue.

12. Remplir la tableau suivant.

Espèce	densité	masse molaire ( $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	indice de réfraction
Cyclohexanol			
Cyclohexanone	X X X X X X X X		

13. Quelle est la réaction entre la soude et la milieu réactionnel? Quel est son intérêt?

14. Calculer le rendement de la synthèse. Commenter



15. Mesurer l'indice de réfraction du produit obtenu et commenter.



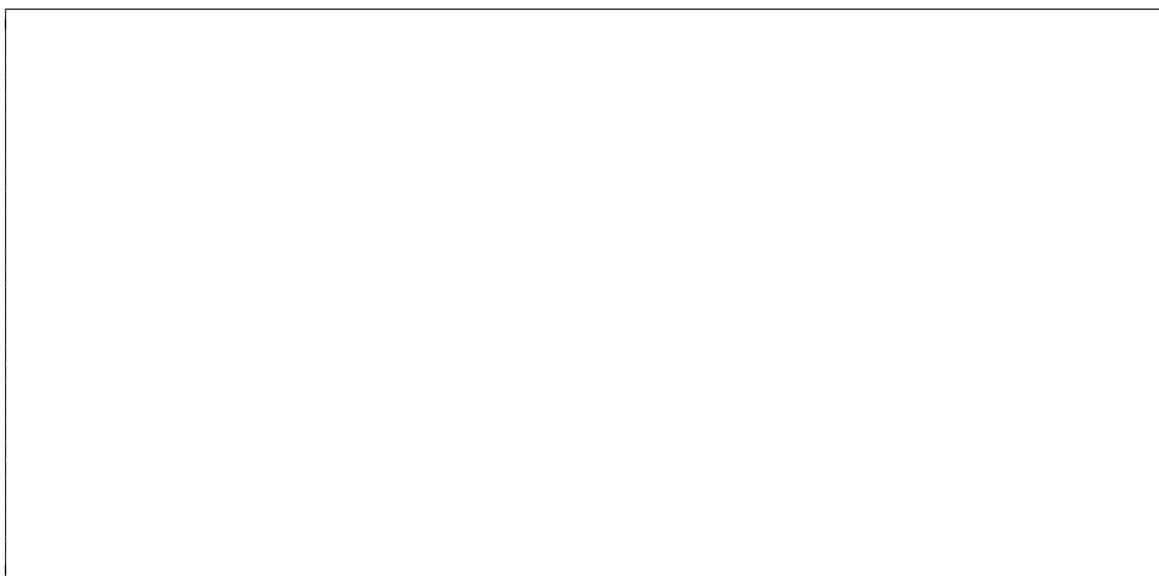
#### **Analyse par CCM**

Préparer une plaque de CCM avec 3 dépôts : le produit de la réaction, le cyclohexanol et la cyclohexanone, chacun dilué dans l'éluant (tubes à hémolyse).

Éluer avec un mélange cyclohexane (70 %) / éther (30 %).

Révéler la plaque en la passant rapidement dans une solution de 2,4-DNPH.

16. Représenter un fac-similé de la plaque et calculer les rapports frontaux. Conclure.



## Données de sécurité

Eau de Javel	  <p>GHS05      GHS09</p> <p><b>Mention d'avertissement :</b> DANGER</p> <p><b>Identificateur du produit :</b> EC 231-668-3      HYPOCHLORITE DE SODIUM, SOLUTION 4.8% CL ACTIF</p> <p><b>Etiquetage additionnel :</b> EUH206      Attention! Ne pas utiliser en combinaison avec d'autres produits. Peut libérer des gaz dangereux (chlore).</p> <p><b>Mentions de danger et informations additionnelles sur les dangers :</b></p> <p>H315      Provoque une irritation cutanée. H318      Provoque des lésions oculaires graves. H411      Toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme. EUH031      Au contact d'un acide, dégage un gaz toxique.</p> <p><b>Conseils de prudence - Généraux :</b></p> <p>P101      En cas de consultation d'un médecin, garder à disposition le récipient ou l'étiquette. P102      Tenir hors de portée des enfants.</p> <p><b>Conseils de prudence - Prévention :</b></p> <p>P273      Éviter le rejet dans l'environnement. P280      Porter des gants de protection/des vêtements de protection/un équipement de protection des yeux/du visage.</p> <p><b>Conseils de prudence - Intervention :</b></p> <p>P302 + P352      EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU: Laver abondamment à l'eau/... P305 + P351 + P338      EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement</p>
Acide acétique	  <p><b>Mention d'avertissement</b>      <b>Danger</b></p> <p><b>Mentions de danger</b></p> <p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables H314 - Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux</p> <p><b>Conseils de prudence</b></p> <p>P210 - Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. - Ne pas fumer P303 + P361 + P353 - EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux): enlever immédiatement les vêtements contaminés. Rincer la peau à l'eau/ se doucher P280 - Porter des gants de protection/ des vêtements de protection/ un équipement de protection des yeux/ du visage P301 + P330 + P331 - EN CAS D'INGESTION : Rincer la bouche. NE PAS faire vomir P305 + P351 + P338 - EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer P310 - Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin</p>
Diéthyléther	  <p><b>Mention d'avertissement</b>      <b>Danger</b></p> <p><b>Mentions de danger</b></p> <p>H224 - Liquide et vapeurs extrêmement inflammables H302 - Nocif en cas d'ingestion H336 - Peut provoquer somnolence ou vertiges EUH019 - Peut former des peroxydes explosifs EUH066 - L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau</p> <p><b>Conseils de prudence</b></p> <p>P210 - Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. - Ne pas fumer P233 - Maintenir le récipient fermé de manière étanche P240 - Mise à la terre/liaison équipotentielle du récipient et du matériel de réception P243 - Prendre des mesures de précaution contre les décharges électrostatiques P261 - Éviter de respirer les poussières/ fumées/ gaz/ brouillards/ vapeurs/ aérosols P301 + P312 - EN CAS D'INGESTION: appeler un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin en cas de malaise P403 + P235 - Stocker dans un endroit bien ventilé. Tenir au frais</p>

Cyclohexanol	 <p><b>Mention d'avertissement</b>                      <b>Attention</b></p> <p><b>Mentions de danger</b>  H302 - Nocif en cas d'ingestion  H332 - Nocif par inhalation  H315 - Provoque une irritation cutanée  H335 - Peut irriter les voies respiratoires  H412 - Nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme  Liquide combustible</p> <p><b>Conseils de prudence</b>  P280 - Porter des gants de protection/ des vêtements de protection  P301 + P330 + P331 - EN CAS D'INGESTION: rincer la bouche. NE PAS faire vomir  P302 + P352 - EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU: laver abondamment à l'eau et au savon  P304 + P340 - EN CAS D'INHALATION: transporter la victime à l'extérieur et la maintenir au repos dans une position où elle peut confortablement respirer  P312 - Appeler un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin en cas de malaise</p>
Cyclohexanone	 <p><b>Mention d'avertissement</b>                      <b>Danger</b></p> <p><b>Mentions de danger</b>  H226 - Liquide et vapeurs inflammables  H332 - Nocif par inhalation  H302 - Nocif en cas d'ingestion  H312 - Nocif par contact cutané  H315 - Provoque une irritation cutanée  H318 - Provoque de graves lésions des yeux</p> <p><b>Conseils de prudence</b>  P280 - Porter des gants de protection/ des vêtements de protection/ un équipement de protection des yeux/ du visage  P305 + P351 + P338 - EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer  P210 - Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. - Ne pas fumer  P302 + P352 - EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU: laver abondamment à l'eau et au savon  P304 + P340 - EN CAS D'INHALATION: transporter la victime à l'extérieur et la maintenir au repos dans une position où elle peut confortablement respirer  P310 - Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin</p>