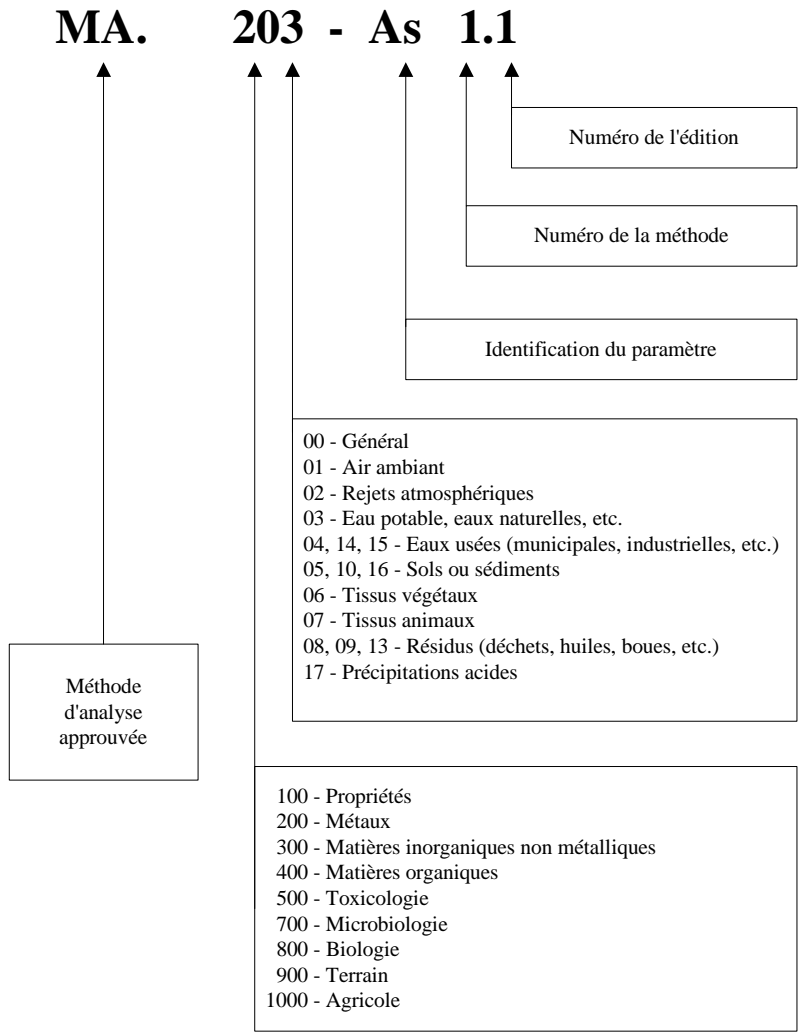


**MA. 315 – OPO<sub>4</sub> 1.0**  
Édition : 1999-03-02  
Révision : 2003-11-18 (1)

## **Méthode d'analyse**

Détermination des orthophosphates dans les effluents :  
méthode colorimétrique automatisée avec  
l'acide ascorbique

## Exemple de numérotation :



**ÉDITION APPROUVÉE LE :** 2 mars 1999

### Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination des orthophosphates dans les rejets liquides. Cette méthode est basée sur la méthode 4500-P E « Ascorbic acid method » de Standard Method for the Evaluation of Water and Wastewater.

**Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.**

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination des orthophosphates dans les effluents; Méthode colorimétrique automatisée avec l'acide ascorbique. MA. 315 – OPO<sub>4</sub> 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 12 p.**



## TABLE DES MATIÈRES

1.	DOMAINE D'APPLICATION	7
2.	PRINCIPE ET THÉORIE	7
3.	FIABILITÉ	7
	3.1. Interférence	7
	3.2. Limite de détection	7
	3.3. Limite de quantification	8
	3.4. Sensibilité	8
	3.5. Fidélité	8
	3.6. Justesse	8
	3.7. Pourcentage de récupération	8
4.	PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	8
5.	APPAREILLAGE	8
6.	RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7.	PROTOCOLE D'ANALYSE	10
	7.1. Préparation de l'échantillon	11
	7.2. Dosage	11
	7.3. Préparation spéciale de la verrerie	11
8.	CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	11
9.	CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10.	BIBLIOGRAPHIE	12



## INTRODUCTION

Dans les effluents industriels, le phosphore se trouve généralement sous la forme de phosphates. Les phosphates sont subdivisés en plusieurs catégories en fonction de leur réactivité et de leur forme dissoute ou particulaire. Les orthophosphates sont les phosphates mesurables par une méthode colorimétrique sans hydrolyse ou digestion préalable.

La présence du phosphore dans les effluents industriels provient surtout des détergents, des engrais, de la décomposition de la matière organique et du lessivage de certains minéraux. Le rejet des eaux domestiques ainsi que le drainage des terres agricoles fertilisées contribuent à en augmenter la concentration.

Le phosphore n'est pas toxique pour l'homme, les animaux ou les poissons et c'est surtout pour ralentir l'eutrophisation des systèmes aquatiques que la teneur en phosphore est surveillée.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des orthophosphates dans les échantillons aqueux.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 0,05 mg/l et 2,00 mg/l P.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'ion orthophosphate réagit avec l'ion molybdate et l'ion antimoine pour former un complexe phosphomolybdate. Ce dernier est réduit avec l'acide ascorbique en milieu acide pour provoquer l'apparition du bleu de molybdène, dont l'absorbance à 660 nm est proportionnelle à la concentration de l'ion orthophosphate présent dans l'échantillon.

### 3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

#### 3.1. INTERFÉRENCE

Les arsénates réagissent avec le molybdate d'ammonium pour former un complexe bleu produisant ainsi une interférence positive sur le résultat d'analyse. Le chrome hexavalent et les nitrites interfèrent négativement pour des concentrations aussi faibles que 1,0 mg/l. Des concentrations aussi élevées que 50 mg Fe<sup>3+</sup>/l, 10 mg Cu/l et 10 mg SiO<sub>2</sub>/l peuvent être tolérées. Des concentrations plus élevées en oxyde de silice causent une interférence positive.

#### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,016 mg/l P. D'une façon pratique, la limite de détection rapportée est de 0,020 mg/l P.

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,052 mg/l P.

### 3.4. SENSIBILITÉ

Pour une concentration de 2 mg/l P, le signal obtenu est d'environ 0,13 unité d'absorbance.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de  $\pm 0,01$  mg/l P à une concentration de 0,21 mg/l P.

#### 3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures a été de  $\pm 0,04$  mg/l P à une concentration de 1,78 mg/l P.

### 3.6. JUSTESSE

Lors d'essais, l'erreur relative d'une série de mesures pour les orthophosphates est de 1,8 %.

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le taux de récupération des orthophosphates par cette procédure de dosage a été de 99 %.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre.

Aucun agent de conservation n'est requis. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 14 jours.

## 5. **APPAREILLAGE**

Système automatisé pour le dosage des phosphates, incluant :

- échantillonneur;
- pompe péristaltique;
- système pour la réaction;
- colorimètre muni de filtres de longueur d'onde de 660 nm et d'une cellule de 10 mm;
- enregistreur.

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée est de l'eau distillée ou déminéralisée.

6.1. Acide sulfurique,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Phosphate de potassium monobasique,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (CAS n° 7778-77-0)

6.3. Molybdate d'ammonium,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (CAS n° 12054-85-2)

6.4. Tartro-antimoniate de potassium,  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$  (CAS n° 28300-74-5)

6.5. Acide ascorbique (L+) (CAS n° 50-81-7)

6.6. Lauryl sulfate de sodium,  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{Na}$  (LAS) (CAS n° 151-21-3)

6.7. Solution de lauryl sulfate de sodium 10 % (P/V)

Dissoudre 10 g de lauryl sulfate de sodium (*cf.* 6.6) dans environ 80 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.8. Solution d'acide sulfurique 9 N

Diluer 250 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (*cf.* 6.1) dans environ 700 ml d'eau tout en agitant, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.9. Réactif molybdate

Dissoudre 4,3 g de molybdate d'ammonium (*cf.* 6.3) et 0,12 g de tartro-antimoniate de potassium (*cf.* 6.4) dans environ 800 ml d'eau. Ajouter 27 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (*cf.* 6.1) tout en agitant, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Ce réactif se conserve un mois lorsque l'agent mouillant n'est pas ajouté.

Lors de l'utilisation ajouter 1 ml de la solution de lauryl sulfate de sodium (*cf.* 6.7) par 200 ml de réactif. Le réactif contenant l'agent mouillant (lauryl sulfate de sodium) se conserve pendant une semaine.

6.10. Solution d'acide ascorbique 10 % (P/V)

Dissoudre 10 g d'acide ascorbique (*cf.* 6.5) dans environ 80 ml d'eau. Agiter et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve une semaine à environ 4 °C.

### 6.11. Solution étalon de phosphore de 1 000 mg/l P

Dissoudre 4,394 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (cf. 6.2) préalablement séché à 105 °C dans environ 800 ml d'eau, ajouter 1 ml de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  9 N (cf. 6.8) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve deux ans.

### 6.12. Solutions étalons de phosphore

Préparer une série de solutions étalons de phosphore dans l'eau aux concentrations indiquées dans le tableau suivant.

Solution étalon	Concentration de phosphore (mg/l P)
1	0,05
2	0,20
3	0,50
4	1,00
5	2,00

Voici un exemple pour la préparation de ces solutions étalons :

#### Solution étalon de phosphore de 100 mg/l P

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide d'une pipette 5 ml de la solution étalon de phosphore de 1000 mg/l P (cf. 6.11) dans environ 40 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois mois.

#### Solution étalon de phosphore de 0,05, 0,2, 0,5, 1 et 2 mg/l P

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes et de micropipettes 0,05, 0,20, 0,50, 1,0 et 2,0 ml de la solution étalon de phosphore de 100 mg/l P dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent trois mois.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

### 7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

S'assurer que l'échantillon est non acidifié. Si l'échantillon est turbide, filtrer sur une membrane de 0,8 µm. Si l'échantillon est coloré, utiliser la méthode par chromatographie ionique.

### 7.2. DOSAGE

Le dosage est fait en utilisant un analyseur de phosphates.

- Démarrer la pompe et faire circuler de l'eau dans le système pendant quelques minutes. Par la suite, faire aspirer les réactifs pendant environ 30 minutes afin d'équilibrer le système.
- La ligne de base est ajustée et l'amplitude maximale est ajustée avec la solution étalon de 2 mg/l P.
- Lorsque le signal obtenu est stable, introduire les solutions étalons et les échantillons.
- Lorsque les analyses sont terminées, faire aspirer de l'eau dans les tubes pendant quelques minutes.
- Fermer le système et détendre les tubes.

### 7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination des orthophosphates.

## 8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Les résultats d'analyses sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement des données. La concentration en orthophosphates est déterminée d'après l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration en orthophosphates dans l'échantillon (mg/l P);
- A : concentration en orthophosphates dans la solution dosée (mg/l P);
- F : facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

## 9. **CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ**

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 0,05 mg/l P, si la concentration d'orthophosphates est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 10 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 %.

Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution étalon ayant la concentration la plus faible.

Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

ENVIRONNEMENT CANADA, Références sur la qualité des eaux, Guide des paramètres de la qualité des eaux, 1980.

N.N. GREENWOOD AND A. EARNSHAW, Chemistry of the Elements, 1st Edition, Pergamon Press, 1984.

TRAACS 800 METHOD, Industrial Method No. 786-86T, Bran + Lubbe, 1978.