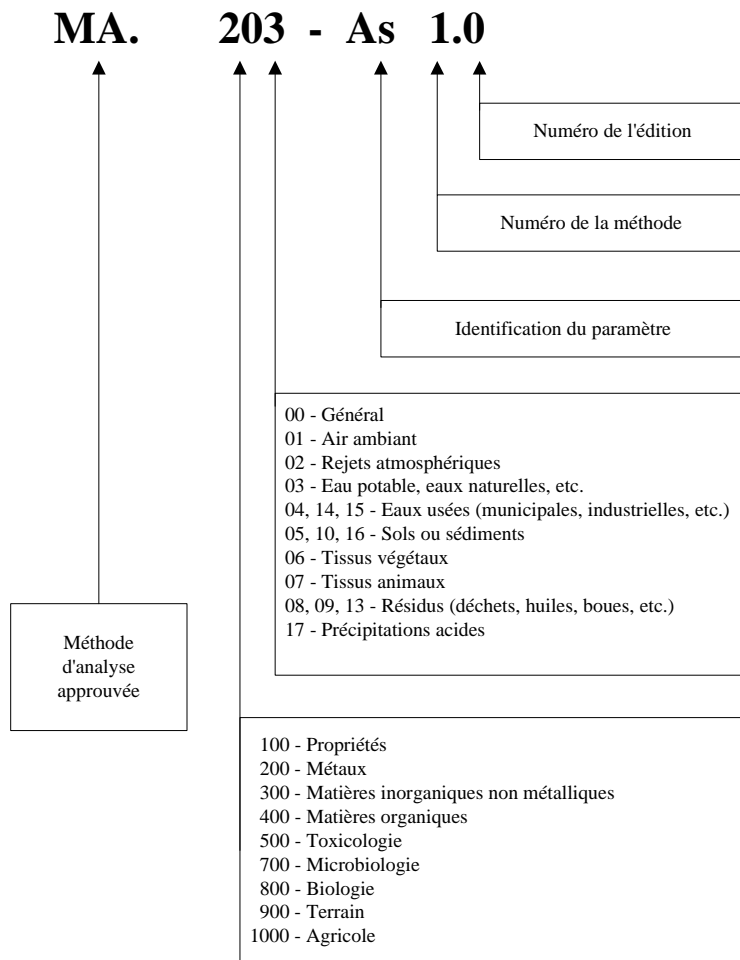


**MA. 303 – P 5.0**  
Édition : 2003-10-08  
Révision : 2007-04-17 (2)

### **Méthode d'analyse**

Détermination du phosphore total dans les eaux naturelles : minéralisation au persulfate; méthode colorimétrique automatisée; procédures adaptées pour le phosphore en teneur élevée et à l'état de trace

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.**  
Détermination du phosphore total dans les eaux naturelles : minéralisation au persulfate; méthode colorimétrique automatisée; procédures adaptées pour le phosphore en teneur élevée et à l'état de trace, MA. 303 – P 5.0, Rév. 2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2007, 29 p.

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	6
3.1. Interférence	6
3.2. Limite de détection	6
3.3. Limite de quantification	6
3.4. Sensibilité	6
3.5. Fidélité	7
3.6. Justesse	7
3.7. Pourcentage de récupération	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
4.1. Phosphore à l'état de trace	7
4.2. Phosphore en fortes concentrations	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	15
7.1. Préparation spéciale de la verrerie	15
7.2. Préparation de l'échantillon pour la minéralisation	15
7.3. Dosage	16
8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	17
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	17
10. BIBLIOGRAPHIE	18
ANNEXE A	19
ANNEXE B	20
ANNEXE C	21
ANNEXE D	22
ANNEXE E	23
ANNEXE F	24
ANNEXE G	25



## INTRODUCTION

Le phosphore est un élément nutritif qui peut être dissous ou associé à des particules. Le phosphore total comprend l'orthophosphate, les phosphates combinés (pyrophosphates, métaphosphates et autres polyphosphates) et le phosphore lié à la matière organique. Cette dernière fraction peut être oxydée et rendue disponible sous forme d'orthophosphate.

La présence excessive du phosphore dans les eaux naturelles vient principalement de l'utilisation des détergents ainsi que du drainage des terres agricoles fertilisées. En général, le phosphore n'est pas toxique pour l'homme, les animaux et les poissons, mais c'est surtout pour ralentir la prolifération des algues en milieu aquatique que la concentration du phosphore doit être limitée. Les critères de qualité de l'eau des rivières et des lacs pour la vie aquatique peuvent être aussi faibles que 30 µg/l P et 20 µg/l P (Ministère de l'Environnement, 2001).

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode colorimétrique s'applique à la détermination du phosphore total dans les eaux naturelles. Elle regroupe les conditions analytiques qui s'attaquent à deux problématiques différentes.

Dans un premier temps, il est possible de mesurer la teneur en phosphore des cours d'eau pour un suivi des teneurs relativement élevées (entre 0,050 mg/l et 1,5 mg/l P) sans aucune précaution particulière nécessaire lors de l'échantillonnage, dans le cadre de réseaux de suivi effectués par de nombreux préleveurs. Le domaine d'application de cette méthode pour les teneurs relativement élevées est donc de 0,010 mg/l à 1,5 mg/l. Ce domaine peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

Dans un second temps, il est possible, en procédant à la décontamination du matériel d'échantillonnage et en utilisant des précautions particulières, tant lors de l'échantillonnage que lors des manipulations subséquentes, de caractériser des cours d'eau à des niveaux de phosphore en trace (de l'ordre de 2 µg/l P) afin de les comparer à des critères de qualité du milieu aquatique qui sont de l'ordre de 20 µg/l P ou 30 µg/l P. Le domaine d'application de la méthode de phosphore en trace se situe entre 2 µg/l P et 100 µg/l P.

Il est important de séparer les échantillons dont les concentrations en phosphore dépassent 100 µg/l P de ceux de plus faible concentration afin d'éviter les risques de contamination entre les échantillons.

Pour le phosphore en trace, le succès de la méthode repose sur des précautions adéquates pour éviter la contamination ou les pertes en phosphore durant toutes les étapes, entre l'échantillonnage et le dosage.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le phosphore, sous forme inorganique et organique, est transformé à chaud (121 °C) et sous pression en orthophosphate ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) en présence de persulfate de potassium et d'acide sulfurique. L'orthophosphate réagit avec le molybdate d'ammonium en milieu acide pour former l'acide

phosphomolybdique. Ce composé est ensuite réduit par le chlorure stanneux en bleu de molybdène, dont l'absorbance à 660 nm est proportionnelle à la concentration de phosphore.

### 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 ».

La fiabilité de la méthode du phosphore en trace dépend très fortement des précautions prises pour éviter la contamination des échantillons.

#### 3.1. INTERFÉRENCE

Les arséniate et la silice réagissent avec le molybdate d'ammonium pour former un complexe bleu. Le chrome hexavalent et les nitrites interfèrent à des concentrations supérieures à 1,0 mg/l. L'ion ferreux, lorsque présent à plus de 100 mg/l, conduit à la formation d'une coloration bleue avec le molybdate d'ammonium.

Comme le phosphore est un élément naturel abondant et que cette méthode s'applique pour de faibles concentrations, toute contamination peut entraîner une surestimation de la concentration en phosphore. Aussi, il est important que tous les échantillons soient également acidifiés afin d'éviter une interférence positive.

#### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

En suivant les procédures réservées au dosage du phosphore total en trace, la limite de détection calculée est de 1,2 µg/l P. Pour les applications courantes, la limite de détection est de 2 µg/l P.

Pour le protocole destiné au dosage du phosphore total en plus haute concentration, la limite de détection calculée est de 0,010 mg/l P.

#### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

En suivant les procédures réservées au dosage du phosphore total en trace, la limite de quantification calculée est de 3,9 µg/l P. Pour les applications courantes, la limite de quantification est de 4 µg/l P.

Pour le protocole destiné au dosage du phosphore total en plus haute concentration, la limite de quantification calculée est de 0,030 mg/l P.

#### 3.4. SENSIBILITÉ

La sensibilité d'une série de mesures (n = 40) a été de 557 unités de hauteur/µg/l P pour la procédure réservée au phosphore total en trace. Pour le phosphore en plus haute concentration, la sensibilité d'une série de mesures (n = 37) a été de 38 814 unités de hauteur/mg/l P.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Répliquabilité

Pour le phosphore en trace, la répliquabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de  $\pm 0,3 \mu\text{g/l P}$  à une concentration de  $11 \mu\text{g/l P}$ . Pour le phosphore en plus haute concentration, la répliquabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de  $0,003 \text{ mg/l P}$  à une concentration de  $0,273 \text{ mg/l P}$ .

#### 3.5.2. Répétabilité

Pour le phosphore en trace, la répétabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de  $\pm 0,6 \mu\text{g/l P}$  à une concentration de  $31 \mu\text{g/l P}$ . Pour le phosphore en plus haute concentration, la répétabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de  $0,001 \text{ mg/l P}$  à une concentration de  $0,268 \text{ mg/l P}$ .

### 3.6. JUSTESSE

Lors d'essais (n = 10), la justesse a été 96 % à une concentration de  $45 \mu\text{g/l P}$  pour le phosphore en trace. Pour le phosphore en plus haute concentration, la justesse (n = 10) a été de 96 % à une concentration de  $0,63 \text{ mg/l P}$ .

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Pour le phosphore en trace, la récupération d'une série de mesures (n = 29) a été de 102 % pour une concentration ajoutée de  $10 \mu\text{g/l P}$ , et de 97 % pour une concentration ajoutée de  $20 \mu\text{g/l P}$ . Pour le phosphore en plus haute concentration, la récupération d'une série de mesures (n = 12) a été de 99,8 % pour une concentration ajoutée de  $0,250 \text{ mg/l P}$ .

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

### 4.1. PHOSPHORE À L'ÉTAT DE TRACE

L'annexe G décrit les conditions particulières relatives au matériel à utiliser, à sa décontamination et aux manipulations pendant le prélèvement.

Le prélèvement peut être fait dans une bouteille de plastique, mais elle doit être décontaminée. Cependant, le plastique ne convient pas pour conserver l'échantillon, car le phosphore a tendance à s'y adsorber, et toute perte doit être évitée dans le cas de faibles concentrations. Il est alors nécessaire de transvider les échantillons rapidement dans des bouteilles de verre décontaminées contenant l'agent de conservation  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de qualité ultrapure, (cf. 6.1).

- Prélever environ 500 ml d'un échantillon représentatif dans une bouteille de 500 ml en HDPE ou dans des bouteilles d'échantillonnage adaptées à des échantillonneurs verticaux de volume égal ou supérieur à 500 ml. Pour le phosphore en trace, ces bouteilles doivent avoir été préalablement décontaminées en suivant les instructions de l'annexe G (cf. G7).

- Transvider 100 ml de cet échantillon dans une bouteille de verre décontaminée, destinée uniquement au dosage du phosphore total en trace (cf. annexe G, point G3), qui contient déjà 1,0 ml d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11). Ne pas oublier de préparer les blancs de terrain ou de transport, le cas échéant, en suivant les procédures décrites dans l'annexe G (G5 et G6).
- Conserver l'échantillon le plus possible à l'abri de la lumière dans une glacière ou dans un réfrigérateur, jusqu'au moment de l'analyse. Le délai de conservation pour un échantillon acidifié est de 60 jours.

#### 4.2. PHOSPHORE EN FORTES CONCENTRATIONS

Pour l'échantillonnage général dans des cours d'eau présentant des teneurs plus élevées en phosphore, il faut utiliser des contenants neufs en plastique non décontaminés et retourner les échantillons au laboratoire dans les contenants de plastique. L'échantillon peut être acidifié lors du prélèvement ou être expédié au laboratoire pour y être acidifié dans un délai maximal de 48 heures, notamment pour les réseaux pour lesquels le client désire aussi le phosphore dissous qui nécessite une filtration préalable de l'échantillon.

- Prélever environ 500 ml d'un échantillon représentatif dans une bouteille de 500 ml en HDPE ou dans des bouteilles d'échantillonnage adaptées à des échantillonneurs verticaux de volume égal ou supérieur à 500 ml.
- Transvider dans une bouteille en plastique et acidifier à  $\text{pH} < 2$  avec du  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré  
ou
- expédier l'échantillon non préservé au laboratoire à environ 4 °C dans un délai maximal de 48 heures pour une filtration si le phosphore dissous est nécessaire en plus du phosphore total. L'échantillon sera préservé au laboratoire. Le délai de conservation pour un échantillon acidifié est de 60 jours.

### 5. APPAREILLAGE

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Colorimètre de marque Bran+Lubbe (Alfa-Laval), modèle Traacs 800 muni d'un filtre de 660 nm et d'une cellule de 10 mm de longueur
- 5.2. Échantillonneur de marque Bran+Lubbe (Alfa-Laval), modèle Traacs 800 Random Access Sampler (R.A.S.) à 120 positions
- 5.3. Logiciel Aace version 5.32G pour Windows 95 de marque Bran+Lubbe (Alfa-Laval)
- 5.4. Autoclave de marque Accusterilizer<sup>TM</sup> AS12

- 5.5. Bouteilles en verre de type Flint<sup>®</sup> d'une capacité de 120 ml (VWR CA-73560-028) avec bouchons en polypropylène 33-400 mm (VWR CA-73550-32)
- 5.6. Tubes en verre de borosilicate, 15 x 85 mm, d'une capacité de 11 ml, Kimble (VWR 60825-506)
- 5.7. Bouteilles cylindriques en polyéthylène de haute densité (PEHD) de 500 ml avec bouchons noirs à vis de type phénolique, 28-400 Polyseal
- 5.8. Papier scellant de type Parafilm 4 po × 125 pi
- 5.9. Cylindre d'air comprimé de grade industriel
- 5.10. Gants de laboratoire, non stériles, jetables et sans poudre
- 5.11. Tubes d'aspiration de pompe pour le Traacs 800 de marque Skalar ou compatible : ((jaune-orange) n° 3025, 0,16 ml/min, Skalar), (vert-vert) n° 3035, 2,00 ml/min, Skalar 20), (bleu-bleu) n° 3034, 1,60 ml/min, Skalar)
- 5.12. Verrerie (bechers, cylindres, fioles volumétriques, pipettes, etc.)

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Les réactifs commerciaux utilisés dans ces procédures sont généralement de qualité A.C.S. Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit. Les blancs de méthode devraient permettre de repérer la contamination des réactifs. Si une contamination est repérée, il est important de rechercher le réactif en cause et de le remplacer. Les instructions liées à la traçabilité des solutions de travail doivent être rigoureusement respectées.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs, pour la préparation des solutions étalons et pour les étapes de rinçage est de l'eau déminéralisée ultrapure.

- 6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dans une bouteille de verre (94,0 – 98,0 %) (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Acide chlorhydrique, HCl concentré (36,5 – 38,0 %) (CAS n° 7647-01-0)
- 6.3. Hydroxyde de sodium, NaOH en pastilles (minimum 98,0 %) (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4. Molybdate d'ammonium, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O (minimum 82,3 % en MoO<sub>3</sub>) (CAS n° 12054-85-2)
- 6.5. Chlorure stanneux dihydraté, SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O (minimum 98,0 %) (CAS n° 10025-69-1)
- 6.6. Persulfate de potassium, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (minimum 99,8 %) (CAS n° 7727-21-1)
- 6.7. Phosphate de potassium monobasique, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (minimum 99,0 %) (CAS n° 7778-77-0)
- 6.8. Savon sans phosphate, *Extran 300*

6.9. Sulfate d'hydrazine,  $\text{NH}_2\text{NH}_2\text{H}_2\text{SO}_4$ , de grade Analar<sup>®</sup> (minimum 99,0 %) (CAS n° 10034-93-2)

6.10. Agent mouillant (*triéthanolamine dodécylbenzene sulfonate*) Witconate 60 T (25 %), Pulse

6.11. Solution d'acide sulfurique 30 % V/V



**ATTENTION! Réaction exothermique; immerger la fiole dans un bain d'eau froide lors de cette procédure et porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 300 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.1).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

6.12. Solution d'acide sulfurique 10 % V/V



**ATTENTION! Réaction exothermique; immerger la fiole dans un bain d'eau froide lors de cette procédure et porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 100 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.1).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

6.13. Solution d'acide sulfurique 0,3 % V/V



**ATTENTION! Porter les équipements de protection individuelle requis.**

**Note : La concentration en acide sulfurique de cette solution (0,3 %) correspond à celle des échantillons préservés au moment de l'échantillonnage.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

#### 6.14. Solution d'acide sulfurique 0,1 % V/V



**ATTENTION! Porter les équipements de protection individuelle requis.**

**Note : La concentration en acide sulfurique de cette solution (0,1 %) correspond à celle des échantillons préservés au moment de l'échantillonnage.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12).

- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

#### 6.15. Solution d'hydroxyde de sodium 10 % P/V



**ATTENTION! Réaction exothermique; immerger la fiole dans un bain d'eau froide lors de cette procédure et porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre graduellement 100 g de pastilles d'hydroxyde de sodium (cf. 6.3).

- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

#### 6.16. Solution mère de molybdate d'ammonium dans le H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



**ATTENTION! Réaction exothermique; immerger la fiole dans un bain d'eau froide lors de cette procédure et porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, diluer doucement 74 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.1).

- Dissoudre 14,51 g de molybdate d'ammonium (cf. 6.4) dans la fiole, tout en agitant.

- Laisser refroidir cette solution à la température ambiante, compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien brasser afin de la rendre homogène.

- Transférer cette solution dans une bouteille brune de 1 litre en polyéthylène opaque.  
Cette solution peut être conservée à la température ambiante jusqu'à épuisement.

#### 6.17. Solution saturée de sulfate d'hydrazine



**ATTENTION! Le sulfate d'hydrazine est un poison violent qui doit être manipulé avec le plus grand soin. Porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 80 ml d'eau, ajouter approximativement 5 g de sulfate d'hydrazine (cf. 6.9).
- Bien agiter et compléter au trait de jauge avec de l'eau.  
Cette solution doit être conservée à 4 °C, jusqu'à épuisement.

#### 6.18. Solution de chlorure stanneux



**ATTENTION! Porter les équipements de protection individuelle requis.**

- Sous une hotte, verser environ 50 ml d'acide chlorhydrique concentré (cf. 6.2) dans une fiole volumétrique de 100 ml préalablement décontaminée.
- Dissoudre 1,20 g de chlorure stanneux (cf. 6.5) et compléter au trait de jauge avec de l'acide chlorhydrique concentré (cf. 6.2).
- Bien agiter cette solution afin de la rendre homogène.
- Recouvrir la fiole d'un papier d'aluminium afin de protéger la solution de la lumière.  
Cette solution doit être conservée à 4 °C pendant 1 semaine.

#### 6.19. Solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P

- Dans un gobelet d'aluminium, déposer environ 1 g de phosphate de potassium monobasique (cf. 6.7).
- Faire sécher dans une étuve à 105 °C durant 1 heure.
- Après ce temps de séchage, mettre le gobelet de sel dans un dessiccateur pendant 30 minutes environ.
- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 0,4394 g de phosphate de potassium monobasique séché.
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11) et ensuite compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.20. Solution étalon intermédiaire de phosphate de potassium monobasique à 10 mg/l P

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 50 ml d'eau, ajouter 10 ml de la solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P (cf. 6.19).
- Ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.21. Solution étalon intermédiaire de phosphate de potassium monobasique à 1,0 mg/l P

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 50 ml d'eau, ajouter 1,0 ml de la solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P (cf. 6.19).
- Ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.22. Solutions étalons de travail de phosphate de potassium monobasique à 10, 30, 50 et 100 µg/l P (**courbe d'étalonnage : phosphore en trace**)

- Dans cinq fioles volumétriques de 1 000 ml, préalablement décontaminées et contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 1,0 ml, 3,0 ml, 5,0 ml et 10,0 ml de la solution intermédiaire de phosphate de potassium monobasique à 10 mg/l P (cf.6.20).
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11) à chacune des fioles volumétriques afin que la concentration finale en acide sulfurique des solutions corresponde à celle des échantillons préservés (0,3 %) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser ces solutions afin de les rendre homogènes.

Ces solutions peuvent être conservées à la température ambiante pendant 6 mois.

6.23. Solutions étalons de travail de phosphate de potassium monobasique 0,050, 0,100, 0,200, 0,500, 1,00, et 1,50 mg/l P (**courbe d'étalonnage : phosphore persulfate à teneurs élevées**)

- Dans six fioles volumétriques de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 0,5 ml, 1,0 ml, 2,0 ml, 5,0 ml, 10,0 et 15,0 ml de la solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P (cf. 6.19).
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12) à chacune des fioles volumétriques afin que la concentration finale en acide sulfurique des solutions corresponde à celle des échantillons préservés (0,1 %) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser ces solutions afin de les rendre homogènes.

Ces solutions peuvent être conservées à la température ambiante pendant 6 mois.

6.24. Solution de travail quotidienne de molybdate d'ammonium

- Prélever, à l'aide du cylindre gradué préalablement décontaminé, 100 ml de la solution mère de molybdate d'ammonium (cf. 6.16).
- Ajouter 0,50 ml de l'agent mouillant Witconate 60 T 25 % V/V (cf. 6.10).
- Transvider dans une bouteille brune en PEHD de 125 ml.
- Bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution ne peut être conservée qu'une seule journée et doit être refaite à chaque jour d'utilisation.

6.25. Solution de travail quotidienne de chlorure stanneux et de sulfate d'hydrazine

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 80 ml d'eau, introduire 5,0 ml de la solution saturée de sulfate d'hydrazine (cf. 6.17) ainsi que 3,0 ml de la solution de chlorure stanneux (cf. 6.18).
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.
- Recouvrir la fiole d'un papier d'aluminium afin de protéger cette solution de la lumière.

Cette solution ne peut être conservée qu'une seule journée et doit être refaite à chaque jour d'utilisation.

## 6.26. Solution saturée de persulfate de potassium

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml, préalablement décontaminée, contenant environ 80 ml d'eau, déposer approximativement 5 g de persulfate de potassium (*cf.* 6.6).
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien brasser cette solution afin de la rendre homogène.

Cette solution ne peut être conservée qu'une seule journée et doit être refaite à chaque jour d'utilisation.

## 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 SPÉCIALE DE LA VERRERIE

- Référer à l'annexe G pour l'instruction détaillée de lavage de la verrerie pour la méthode de phosphore en trace.
- Pour cette méthode, il y a deux séries de matériel (verrerie, tubulure); l'une est dédiée à la méthode de phosphore en trace et l'autre à la méthode de phosphore en haute concentration.
- De la même façon, l'appareil comprend deux canaux, dont l'un est dédié à la méthode de phosphore en trace et l'autre à la méthode de phosphore en haute concentration.

### 7.2. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR LA MINÉRALISATION

- S'assurer que la bouteille qui contient l'échantillon est bien celle suggérée (*cf.* 5.5), ou qu'elle est équivalente, et qu'elle fait partie d'un lot validé de bouteilles décontaminées si le dosage du phosphore en trace est requis. Noter le numéro du lot sur la feuille de travail.
- Agiter fortement l'échantillon avant de prélever.
- S'assurer que le pH de l'échantillon est  $< 2$ , sinon l'ajuster avec 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (*cf.* 6.11) et bien brasser afin de le rendre homogène.

**Note : Il est important que le pH de l'échantillon soit ajusté afin d'éviter une interférence de matrice qui entraîne une surestimation de la concentration en phosphore lors du dosage.**

- Rincer un tube à dosage décontaminé de 15 x 85 mm (*cf.* 5.6et annexe G, point G8) avec environ 10 ml de l'échantillon et rejeter par la suite.

- Mesurer 10 ml de l'échantillon à l'aide d'un cylindre gradué de 25 ml.
- Transférer l'aliquote dans le tube à dosage et placer le tube dans un support métallique.
- Procéder ainsi pour tous les échantillons et échantillons de contrôle prévus dans la séquence d'analyse.
- Ajouter à chaque tube 150 µl de la solution saturée de persulfate de potassium (cf. 6.26) à l'aide d'une micropipette.
- Effectuer la minéralisation dans le stérilisateur à une température de 121 °C, une pression de 15 lb/po<sup>2</sup> et une durée de 30 minutes en mode *LIQUID*. Coller un morceau de ruban adhésif thermosensible sur le support afin de certifier la température dans la chambre à pression.
- Lorsque la minéralisation est complétée, refroidir les échantillons en les déposant dans un bain d'eau froide pendant environ 15 minutes.
- Une fois refroidis, les échantillons peuvent être dosés immédiatement ou conservés pour dosage ultérieur en prenant bien soin de boucher chaque tube avec un morceau de papier scellant de type parafilm (cf. 5.8).

### 7.3. DOSAGE

**Note :** Il est important d'utiliser le canal dédié en fonction de la méthode en trace (canal 1) ou en haute concentration (canal 2).

- Assembler le système à réaction présenté à la figure 1. Les nouveaux tubes doivent être conditionnés en suivant les instructions données dans l'annexe B.

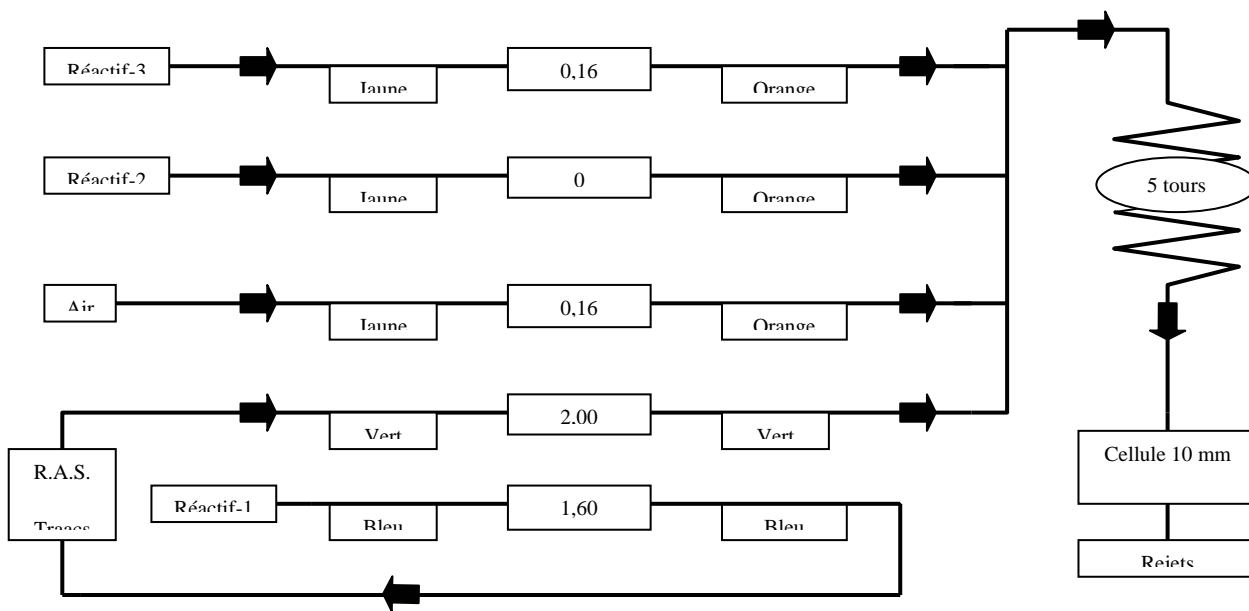


Figure 1 : Schéma du système à réaction pour le dosage du phosphore en trace.

- Démarrer l'appareil en suivant les instructions de l'annexe A.
- Activer le système et les réactifs en suivant les instructions de l'annexe C.
- Élaborer une séquence de dosage en suivant les instructions de l'annexe D.
- Insérer les étalons, les blancs de méthode, les blancs de terrain, les échantillons et les échantillons de contrôle sur l'échantillonneur. Ne pas oublier les échantillons destinés au contrôle de la qualité des lots de bouteilles décontaminées, si requis. Vérifier que l'ordre et les positions des godets respectent la séquence de dosage élaborée précédemment.
- Démarrer la séquence d'analyse en suivant les instructions de l'annexe E.
- Lorsque les dosages sont terminés, arrêter l'appareil en suivant les conditions du programme de l'appareil indiquées dans l'annexe F.

## 8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont calculés à partir d'une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration. Ils sont exprimés en  $\mu\text{g/l P}$  (méthode de phosphore en trace) ou en  $\text{mg/l P}$  (méthode de phosphore en hautes concentrations). Au besoin, les données sont réintégrées en suivant le programme du logiciel. Si nécessaire, les résultats sont multipliés par le facteur de dilution.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne $\pm 2$ écarts type. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre $\pm 2$ et $\pm 3$ écarts type.
Duplicata et répliqués	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation ( $r$ ) est supérieur à 0,995.
Vérification des nouvelles courbes d'étalonnage	L'écart entre les concentrations des nouveaux étalons mesurées à partir de l'ancienne courbe ne doit pas excéder 10 %.

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

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.

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.

ENVIRONNEMENT CANADA, Method for the analysis of total phosphorus in precipitation, surface and ground waters by automated colorimetrics, stannous chloride technique, METHOD 01-1190, 1994.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT (MENV), Critères de qualité de l'eau de surface au Québec. Direction du suivi de l'état de l'Environnement, Ministère de l'Environnement, Québec, 2001, 430 p.

STANDARD METHOD, FOR THE EXAMINATION OF WATERS AND WASTEWATERS, 4500-P Phosphorus, 4500-P,D, Stannous Chloride Method, 20th Edition, 1998.

## ANNEXE A

### DÉMARRAGE DE L'APPAREIL

- Mettre l'ordinateur, l'écran et l'imprimante sous tension.
  - À l'aide de la souris, cliquer sur démarrer et aller dans programme.
  - Cliquer sur B+L Application, puis dans AACE. Ce logiciel s'installe alors à l'écran.
  - Ouvrir le manomètre du cylindre d'air comprimé. La pression doit être de 60 lb/po<sup>2</sup> à la sortie et d'un minimum de 400 lb/po<sup>2</sup> résiduel dans le cylindre.
  - Mettre le TRAACS 800 sous tension (l'interrupteur est situé derrière l'appareil, en bas, à gauche). Un triple BEEP se fera entendre.
  - Mettre l'échantillonneur RANDOM ACCESS SAMPLER (R.A.S.) sous tension (l'interrupteur se situe en avant, à gauche).
  - À l'écran, cliquer sur l'icône SYS.1 (TRAACS).
  - Puis cliquer sur CHARTING. Un message apparaît alors : « *CONNECTING TO TRAACS* ».
- Note : Si un message d'avertissement de non-communication s'affiche à l'écran, fermer le TRAACS 800 au moyen de l'interrupteur manuel. Puis le remettre à ON. Ensuite, à l'écran, cliquer sur OK.**
- Le message « DOWNLOAD IN PROGRESS » s'affichera.
  - Tendre les 5 tubes d'aspiration et apposer la plaque d'appui sur ces derniers.

## ANNEXE B

### CONDITIONNEMENT DES TUBES

- Les tubes d'aspiration devraient être remplacés après au plus 10 jours d'utilisation. La stabilité et la valeur de la ligne de base devraient aussi indiquer le moment d'effectuer le changement de ceux-ci.
- Mettre les trois tubes identifiés RÉACTIF-1, RÉACTIF-2 et RÉACTIF-3 dans l'eau ultrapure et laisser aspirer celle-ci pendant 15 minutes.
- Ensuite, transférer ces trois tubes dans un becher contenant environ 80 ml d'eau et 20 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 10 % V/V (cf. 6.15), et faire aspirer durant 10 minutes.
- Remettre les trois tubes dans de l'eau ultrapure fraîche et laisser circuler pour au moins 10 minutes.
- Puis, déposer les trois tubes dans un becher contenant 80 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12), et faire aspirer pendant 10 minutes.
- Finalement, replonger les trois mêmes tubes dans de l'eau ultrapure fraîche et laisser aspirer pendant 15 minutes.

## ANNEXE C

### ACTIVATION DES RÉACTIFS

- RÉACTIF-1 : solution d'acide sulfurique 0,3 % V/V (cf. 6.13, Phosphore trace) ou solution d'acide sulfurique 0,1 % V/V (cf. 6.14, Phosphore à teneurs élevées).
- RÉACTIF-2 : solution de travail quotidienne de molybdate d'ammonium et de Witconate 60 T (cf. 6.24).
- RÉACTIF-3 : solution de travail quotidienne de chlorure stanneux et de sulfate d'hydrazine (cf. 6.25).
- Insérer chacun des trois tubes d'aspirations des réactifs dans leurs contenants respectifs et s'assurer du bon fonctionnement de ceux-ci. Recouvrir l'ouverture des bouteilles avec une petite feuille de papier paraffiné (cf. 5.8).
- Laisser la ligne de base se stabiliser tout en permettant au colorimètre de se réchauffer pendant au moins 30 minutes.
- Ajuster la ligne de base du colorimètre idéalement à une valeur comprise entre 2 et 15 %. Ce réglage s'effectue en cliquant sur SYS.1 (TRAACS), puis en sélectionnant CHANNEL 1 ou CHANNEL 2, on modifie alors au besoin la valeur de BASE.
- Laisser la ligne de base se stabiliser pendant au moins 30 minutes après toutes modifications.
- Ensuite, en retournant à l'icône SYS.1 (TRAACS), cliquer sur XYZ SAMPLER.
- Faire aspirer l'étalon minéralisé le plus concentré de la courbe (100 µg/l – méthode trace; 1,5 mg/l – méthode haute teneur) en position # 1 avec le bouton SAMPLE.
- Comme précédemment pour la ligne de base, ajuster cette fois-ci la hauteur maximale de réponse de cette solution afin qu'elle se situe aux environs de 90-97 %.
- Des valeurs proches de 60-70 pour le BASE et de 160-180 pour le GAIN sont attendues dans ces conditions d'utilisation.
- Lorsque cet ajustement est effectué, retourner XYZ SAMPLER et cliquer sur WASH. L'échantillonneur retourne en position de rinçage.
- Vérifier la ligne de base et la hauteur maximale à deux ou trois reprises. Au besoin, ajuster les valeurs de BASE et GAIN à l'icône CHANNEL 1 ou CHANNEL 2 du SYS.1 (TRAACS).
- Une fois tout ceci terminé, le dosage des échantillons minéralisés peut débuter.

## ANNEXE D

### ÉLABORATION ET APPEL D'UNE SÉQUENCE DE DOSAGE

- Aller dans le menu principal à SET UP et cliquer sur ANALYSIS.
- Sélectionner :
  - PHOSPHORE TOTAL – TRACE (Channel 1)
- ou
- PHOSPHORE - T - PER (Channel 2) (hautes teneurs)
- Cliquer sur l'onglet TRAY PROTOCOL pour construire la séquence. Lorsque terminé, cliquer sur OK.
- Au message « *Do you wish to create a run from this analysis* », cliquer sur YES.
- Une séquence en date du jour courant sera alors produite et contiendra les caractéristiques inhérentes à la méthode du phosphore total.

## ANNEXE E

### DÉMARRAGE D'UNE SÉQUENCE

- Dans le menu principal, aller à RUN et ensuite cliquer sur START.
- Sélectionner la séquence désirée, puis cliquer sur OK.
- Entrer le nom de l'opérateur et les commentaires, et cliquer sur OK.
- L'appareil procède alors à la vérification de la ligne de base en affichant en bas de l'écran, à gauche, le message suivant : « *Waiting for stable baseline* ».
- Si la ligne de base est satisfaisante, alors le message « *Baseline found* » apparaît et l'analyse commence automatiquement.
- Par contre, si la ligne de base n'est pas satisfaisante, il est quand même possible de démarrer le dosage manuellement en cliquant sur l'icône FORCE BASELINE. Il est préférable de connaître la source du problème dans un pareil cas.
- Une fois la séquence terminée, un message s'affiche pour indiquer le succès de celle-ci. La séquence avec les résultats s'imprime et ces données sont sauvegardées et peuvent être rappelées en tout temps pour modifications ultérieures.
- Si, pour une raison quelconque, le déroulement de la séquence de dosage en cours devait être arrêtée, cliquer dans le menu principal à RUN et ensuite sur STOP. Répondre YES à « *Do you really want to stop channel 1?* ». L'acquisition des données s'arrêtera et une partie des résultats peut être perdue.

## ANNEXE F

### ARRÊT ET FERMETURE DE L'APPAREIL

- Lorsque les analyses sont terminées, transférer les trois tubes d'aspiration des réactifs-1, 2, et 3 dans l'eau ultrapure et laisser circuler pendant au moins 15 minutes.
- La variation de la réponse de la ligne de base en fonction de l'eau ultrapure peut être suivie en cliquant sur SYS.1 (TRAACS) et ensuite sur CHARTING. La ligne de base apparaîtra alors à l'écran. Pour une meilleure visibilité, éliminer la page relative à l'autre canal (2 ou 1), le cas échéant.
- Lorsque le système est stable dans l'eau ultrapure, cesser la circulation en retournant dans SYS.1 (TRAACS), puis dans l'icône de la pompe, cliquer sur OFF, ce qui entraînera l'arrêt de la pompe. Finalement, cliquer sur STOP dans la fenêtre de SYS.1 (TRAACS).
- Détendre les cinq tubes de la pompe et relever la plaque d'appui.
- Mettre tous les appareils hors tension (colorimètre, échantillonneur et moniteur) et refermer le manomètre du cylindre d'air comprimé.
- Bien rincer les tubes et les bouteilles qui ont servi à l'analyse (pour la procédure de décontamination, (cf. annexe G).

## ANNEXE G

### INSTRUCTIONS LIÉES À L'ÉCHANTILLONNAGE ET À LA DÉCONTAMINATION DU MATÉRIEL

#### G1. Décontamination des bouteilles d'échantillonnage de verre

**Note :** Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations. Identifier les bouteilles décontaminées par un numéro de lot et noter l'information nécessaire pour la retracer dans le cahier de préparation. Le numéro de lot attribué à une série de bouteilles en décontamination est constitué d'une série de 3 codes. Le premier identifie le type de bouteille (V = verre), le second, l'année (02 pour 2002) et le dernier est un numéro séquentiel pour chaque série (de 01 à 99).

- Laver les bouteilles en verre de type *FLINT* (cf. 5.5) avec un savon sans phosphate de type *Extran 300* (cf. 6.8) et une brosse propre.
- Rincer abondamment avec de l'eau chaude.
- Rincer 7 fois avec de l'eau ultrapure.
- Remplir chaque bouteille avec une solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12) et refermer à l'aide d'un bouchon en polypropylène (cf. 5.5).
- Laisser tremper pendant une période d'au moins 3 jours.
- Après ce temps d'attente, vider l'acide sulfurique contenu dans les bouteilles. Conserver cette solution pour usage ultérieur.
- Bien rincer les bouteilles 7 fois avec de l'eau ultrapure et égoutter à sec.
- Bien identifier. Ces bouteilles sont prêtes pour passer à la procédure pour envoi (cf. G3) ou d'entreposage (cf. G2) si le contrôle de la qualité du lot donne des résultats satisfaisants.
- Bien identifier, retenir quelques bouteilles (5 % environ du nombre de bouteilles) pour établir la qualité du lot (cf. G4).

**Note :** La concentration en phosphore total ne doit pas dépasser la limite de détection dans aucune des bouteilles. S'il y a dépassement, valider avec le chimiste et reprendre la décontamination si nécessaire.

## **G2. Entreposage à long terme des bouteilles de verre décontaminées**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations. Identifier les bouteilles décontaminées par un numéro de lot et noter l'information nécessaire pour les retracer dans le cahier de préparation.**

Afin de constituer une réserve de bouteilles propres et prêtes à utiliser, suivre les procédures suivantes :

- Prendre les bouteilles propres et décontaminées (cf. G1) et ajouter à chacune 0,1 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11).
- Remplir chaque bouteille avec de l'eau ultrapure et refermer.
- Bien identifier.

## **G3. Préparation des bouteilles de verre pour envoi**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations. Identifier les bouteilles décontaminées en ajoutant un numéro séquentiel supplémentaire au numéro de lot des bouteilles et noter l'information dans le cahier de préparation.**

- Prendre la quantité nécessaire de bouteilles (cf. G1 et G2) et les vider de leur contenu, le cas échéant.
- Rincer ces bouteilles à l'eau ultrapure.
- Bien égoutter et ensuite ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11).
- Refermer avec le même bouchon et préparer pour l'envoi.

## **G4. Vérification de la qualité du lot des bouteilles de verre**

- Ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.11) dans la bouteille, si elle n'en contient pas déjà.
- Verser 100 ml d'eau ultrapure avec l'acide dans la bouteille.
- Enregistrer la bouteille à la réception en l'identifiant comme un blanc de lot afin d'obtenir un numéro d'échantillon. La demande d'analyse devrait clairement indiquer le numéro du lot auquel la bouteille appartient.
- Procéder à la minéralisation (cf. 7.2) et au dosage du phosphore en trace (cf. 7.3).

**Note : La concentration en phosphore total ne devrait pas dépasser la limite de détection dans aucune des bouteilles. S'il y a dépassement, valider avec le chimiste et reprendre les décontaminations si nécessaire.**

## **G5. Préparation d'un blanc de transport**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations.**

- Le blanc de transport n'est pas toujours nécessaire lorsque les résultats du contrôle de la qualité des lots de bouteilles d'échantillonnage sont satisfaisants.
- Prendre une bouteille de verre prête pour l'envoi et contenant l'acide sulfurique (*cf.* G3).
- Ajouter environ 100 ml d'eau ultrapure et refermer avec le même bouchon.
- Bien identifier « BLANC DE TRANSPORT », mettre dans un sac de plastique et préparer pour l'envoi.

## **G6. Préparation d'un blanc de terrain**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations. Les séquences d'échantillonnage doivent comprendre au moins un blanc de terrain pour chaque projet d'échantillonnage. Les bouteilles d'échantillonnage doivent faire partie du même lot que les bouteilles préparées pour le blanc de terrain.**

- Prendre une bouteille de verre prête pour l'envoi (*cf.* G3) et la vider de son contenu.
- Rincer cette bouteille 7 fois avec de l'eau ultrapure.
- Bien égoutter et y verser 100 ml d'eau ultrapure. Refermer la bouteille avec le même bouchon. Identifier cette bouteille « bouteille A ».
- Prendre une seconde bouteille prête pour l'envoi (*cf.* G3) et l'identifier « bouteille B ».
- Bien identifier « BLANC DE TERRAIN » et déposer les deux bouteilles dans un sac de plastique. Préparer pour l'envoi.

## **G7. Décontamination des bouteilles en PEHD de 500 ml pour le prélèvement des échantillons**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations. Identifier les bouteilles décontaminées par un numéro de lot et noter l'information nécessaire pour les retracer dans le cahier de préparation.**

- Rincer les bouteilles (*cf.* 5.7) 7 fois avec de l'eau ultrapure.
- Verser environ 100 ml d'une solution d'acide sulfurique 10 % V/V (*cf.* 6.12), refermer et agiter fortement durant 1 ou 2 minutes.
- Récupérer cette solution d'acide sulfurique (pour usage ultérieur) et bien rincer la bouteille 7 fois avec de l'eau ultrapure.
- Lorsque terminé, bien indiquer que ces bouteilles sont prêtes pour utilisation sur le terrain.

- Valider le lot de bouteille de PEHD 500 ml en ajoutant à l'une d'elle 1,0 ml d'acide sulfurique 30 % (cf. 6.11) et environ 100 ml d'eau ultrapure.
- Enregistrer la bouteille à la réception en l'identifiant comme un blanc de bouteille d'échantillonnage en PEHD afin d'obtenir un numéro d'échantillon. La demande d'analyse devrait clairement indiquer le numéro du lot auquel la bouteille appartient.
- Procéder à la minéralisation (cf. 7.2) et au dosage du phosphore en trace (cf. 7.3).

**Note : La concentration en phosphore total ne doit pas dépasser la limite de détection dans aucune des bouteilles. S'il y a dépassement, valider avec le chimiste et reprendre la décontamination si nécessaire.**

### **G8. Décontamination des tubes de dosage**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations.**

- Laver les tubes de 15 x 85 mm avec un savon sans phosphate de type *Extran 300* (cf. 6.8) et une brosse propre.
- Rincer abondamment avec de l'eau chaude, puis rincer à quelques reprises à l'eau ultrapure.
- Remplir chaque tube avec une solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12), déposer dans un support et recouvrir tous les tubes ainsi remplis avec un papier paraffiné (cf. 5.8). Mettre le tout dans une hotte et laisser tremper pendant au moins 3 jours.
- Après ce temps de trempage, vider les tubes de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.12). Conserver cette solution d'acide sulfurique pour usage ultérieur.
- Bien rincer chaque tube 7 fois avec de l'eau ultrapure.
- Remplir ces mêmes tubes avec de l'eau ultrapure, recouvrir d'un papier paraffiné (cf. 5.8) et ranger jusqu'à utilisation ultérieure.

### **G9. Procédure d'échantillonnage**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations.**

- Rincer la bouteille de 500 ml en plastique (PEHD) (cf. G6) avec l'eau à échantillonner.
- Remplir cette même bouteille avec l'eau à échantillonner et bien agiter.
- Transvaser de cette eau dans la bouteille de verre décontaminée. Remplir à l'épaulement de la bouteille de verre, pour un volume de 100 ml approximativement.
- Bien refermer et identifier adéquatement.

## **G10. Procédure de préparation du blanc de terrain**

**Note : Porter des gants de laboratoire lors de ces manipulations.**

- Utiliser un ensemble de deux bouteilles (*cf.* G6).
- Sur le terrain, transvaser l'eau contenue dans la bouteille A dans la bouteille B en évitant tout contact possible avec quoi que ce soit.
- Bien refermer et remettre dans le sac de départ avec la bouteille vide.