

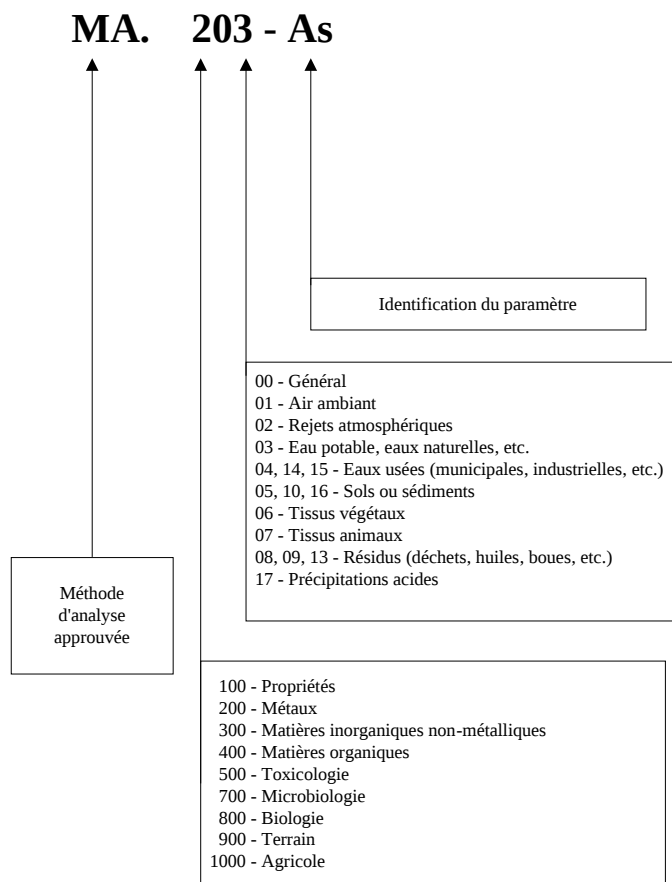
Méthode d'analyse



MA. 303 – P 5.2

Détermination du phosphore total dans les eaux naturelles par minéralisation au persulfate : méthode colorimétrique automatisée et procédures adaptées pour le phosphore de faible concentration et à l'état de trace

Comment fonctionne la codification ?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (p. ex., MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

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 par minéralisation au persulfate : méthode colorimétrique automatisée et procédures adaptées pour le phosphore de faible concentration et à l'état de trace, MA. 303 – P 5.2, rév. 5, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2019, 16 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8
Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@environnement.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2019

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
4.1. Phosphore à l'état de trace	6
4.2. Phosphore de faible concentration	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	12
7.1. Préparation spéciale de la verrerie	13
7.2. Préparation de l'échantillon pour la minéralisation	13
7.3. Dosage	13
8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	14
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	14
10. BIBLIOGRAPHIE	15
Figure 1. Schéma du système de dosage automatisé du phosphore à l'état de trace et de faible concentration avec l'appareil Lachat QuickChem 8500	16

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. C'est principalement pour ralentir la prolifération des algues en milieu aquatique que la concentration du phosphore doit être limitée.

1. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode colorimétrique s'applique à la détermination du phosphore total dans les eaux naturelles.

Le domaine d'application de cette méthode pour les teneurs relativement faibles est donc de 0,002 mg/l à 0,5 mg/l. Ce domaine peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

Il est aussi possible, en utilisant du matériel d'échantillonnage exempt de toute trace de phosphore et en prenant des précautions particulières, tant lors de l'échantillonnage que lors des manipulations subséquentes, de caractériser des cours d'eau à des niveaux de phosphore à l'état de trace (de l'ordre de 0,6 µg/l P). Le domaine d'application de la méthode de phosphore à l'état de trace se situe entre 0,6 µg/l P et 50 µg/l P. Ce domaine peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

Pour le phosphore à l'état de 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 (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 pour l'analyse en trace et à 880 nm pour les faibles valeurs** est proportionnelle à la concentration de phosphore.

3. INTERFÉRENCE

Les arsénates 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 pour éviter une interférence positive.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

4.1. PHOSPHORE À L'ÉTAT DE TRACE

Pour l'échantillonnage dans des cours d'eau présentant des teneurs en phosphore à l'état de trace, il faut utiliser des tubes neufs en plastique dont l'absence de contamination a été validée en laboratoire. 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 clients qui désirent également des analyses de phosphore dissous qui nécessitent une filtration préalable de l'échantillon). La filtration est effectuée à l'aide d'une seringue jetable et d'un filtre à seringue de porosité 0,45 µm exempts de contamination en phosphore. Le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 48 heures.

- Prélever un échantillon représentatif dans une bouteille de plastique. Chaque lot de bouteilles doit avoir été préalablement validé exempt de contamination au laboratoire.
- Transvider 50 ml d'échantillon dans un tube conique de 50 ml en polypropylène et acidifier à $\text{pH} < 2$ avec 0,5 ml de H_2SO_4 30 % (cf. 6.14) ou expédier l'échantillon non préservé au laboratoire. L'échantillon doit être conservé à environ 4 °C. Le délai de conservation pour un échantillon acidifié est de 60 jours. Les volumes d'échantillon et d'acide sont très importants.

4.2. PHOSPHORE DE FAIBLE CONCENTRATION

Pour l'échantillonnage dans des cours d'eau présentant des teneurs plus élevées en phosphore, il faut utiliser des contenants neufs en 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 le client désirant aussi connaître la quantité de phosphore dissous qui nécessite une filtration préalable de l'échantillon). La filtration est effectuée à l'aide d'une seringue jetable et d'un filtre à seringue de porosité 0,45 µm. Le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 48 heures.

- Prélever un échantillon représentatif dans une bouteille en plastique de 125 ml et acidifier à $\text{pH} < 2$ avec 0,5 ml de H_2SO_4 8 N (cf. 6.15) ou expédier l'échantillon non préservé au laboratoire. L'échantillon doit être conservé à environ 4 °C. 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. Autoclave de marque Accusterilizer™ AS12 à 121 ± 3 °C
- 5.2. Autoclave de marque Thermo™, modèle Sterilemax, à 121 ± 3 °C
- 5.3. Thermomètre à autoclave 80/130 °C
- 5.4. Échantillonneur de marque Lachat Instruments, modèle XYZ Autosampler ASX-520 Series
- 5.5. Pompe péristaltique de marque Lachat Instruments, modèle Reagent Pump RP-150 Series
- 5.6. Système de marque Lachat Instruments, modèle QuickChem 8500, Series 2, muni de filtres de longueur d'onde 880 nm **et 660 nm**
- 5.7. Logiciel Omnion de Lachat Instruments
- 5.8. Seringues jetables Luer-Lock
- 5.9. Filtres à seringues jetables de porosité 0,45 µm

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Les réactifs commerciaux utilisés dans ces procédures sont généralement de qualité ACS. Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

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_2SO_4) concentré (94,0 à 98,0 %) (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Acide chlorhydrique (HCl) concentré (36,5 à 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 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (minimum 82,3 % en MoO_3) (CAS n° 12054-85-2)
- 6.5. Chlorure stanneux dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (minimum 98,0 %) (CAS n° 10025-69-1)
- 6.6. Persulfate de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) (minimum 99,8 %) (CAS n° 7727-21-1)
- 6.7. Phosphate de potassium monobasique (KH_2PO_4) (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 qualité Analar® (minimum 99,0 %) (CAS n° 10034-93-2)

6.10. Agent mouillant (*dodécylsulfonate de sodium*)

6.11. Sel tétrasodique de l'acide éthylènediamine tétraacétique (Na₄EDTA) (CAS n° 64-02-8)

6.12. Solution de nettoyage

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 600 ml d'eau, dissoudre 65 g d'hydroxyde de sodium (*cf.* 6.3) et 6 g d'EDTA (*cf.* 6.11).
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

6.13. Solution saturée de persulfate de potassium

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml 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 pour la rendre homogène.

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

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

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml 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 pour la rendre homogène.

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

6.15. Solution d'acide sulfurique 8 N

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 222 ml d'acide sulfurique concentré (*cf.* 6.1).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

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

6.16. Solution d'acide sulfurique 0,3 % V/V (liquide porteur « *carrier* » phosphore à l'état de trace, Pt-tra)

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml 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. 6.14).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

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

Avant son utilisation, le liquide porteur doit être digéré en ajustant le volume de persulfate de potassium (cf. 6.6) en fonction du volume du liquide porteur nécessaire.

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

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml 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 pour la rendre homogène.

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

6.18. Solution d'acide sulfurique 0,1 % V/V (liquide porteur « *carrier* » phosphore de faible concentration, Pt-per)

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, introduire lentement, tout en agitant à l'occasion, 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique concentrée (cf. 6.1).
- Laisser refroidir, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

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

6.19. Solution mère de molybdate d'ammonium dans le H₂SO₄

- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml 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 pour la rendre homogène.
- Transférer cette solution dans un contenant opaque de 1 litre.

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

6.20. Solution de travail quotidienne de molybdate d'ammonium

- Verser dans un bécher 500 ml de la solution mère de molybdate d'ammonium (*cf.* 6.19).
- Ajouter 2,5 g de l'agent mouillant dodécylsulfonate de sodium (*cf.* 6.10).
- Agiter la solution jusqu'à dissolution complète de l'agent mouillant.
- Transvider dans un contenant opaque.

Le volume peut être ajusté en fonction du nombre d'échantillons à doser. Cette solution ne peut être conservée qu'une seule journée et doit être refaite chaque jour d'utilisation.

6.21. Solution saturée de sulfate d'hydrazine

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml contenant environ 80 ml d'eau, ajouter approximativement 4 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.

6.22. Solution de chlorure stanneux

- Sous une hotte, verser environ 50 ml d'acide chlorhydrique concentré (*cf.* 6.2) dans une fiole volumétrique de 100 ml.
- 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 pour la rendre homogène.
- Recouvrir la fiole d'un papier d'aluminium pour protéger la solution de la lumière.

Cette solution peut être conservée à 4 °C pendant une semaine.

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

- Dans une fiole volumétrique de 500 ml contenant environ 300 ml d'eau, introduire 25,0 ml de la solution saturée de sulfate d'hydrazine (cf. 6.21) et 15,0 ml de la solution de chlorure stanneux (cf. 6.22).
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

Le volume peut être ajusté en fonction du nombre d'échantillons à doser. Cette solution ne peut être conservée qu'une seule journée et doit être refaite chaque jour d'utilisation.

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

- Dans une nacelle, 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 la nacelle dans un dessiccateur pendant 30 minutes environ.
- Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 0,4394 g de phosphate de potassium monobasique séché (cf. 6.7).
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.14) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

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

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

- Dans une fiole volumétrique de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, ajouter 10 ml de la solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P (cf. 6.24).
- Ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.17) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Bien brasser cette solution pour la rendre homogène.

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

6.26. Solutions étalons de travail de phosphate de potassium monobasique à 0, 5, 10, 30 et 50 µg/l P (**courbe d'étalonnage : phosphore à l'état de trace**)

- Dans quatre fioles volumétriques de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 0,5 ml, 1,0 ml, 3,0 ml et 5,0 ml de la solution intermédiaire de phosphate de potassium monobasique à 10 mg/l P (cf. 6.25).
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 30 % V/V (cf. 6.14) à chacune des fioles volumétriques pour 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.
- Préparer le blanc d'étalonnage de la même manière.
- Bien brasser ces solutions pour les rendre homogènes.

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

6.27. Solutions étalons de travail de phosphate de potassium monobasique 0, 0,015, 0,025, 0,050, 0,100, 0,200, et 0,500 mg/l P (**courbe d'étalonnage : phosphore persulfate**)

- Dans six fioles volumétriques de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 1,5 ml, 2,5 ml et 5,0 ml de la solution intermédiaire de 10 mg/l P (cf. 6.25) dans trois fioles, puis, dans les trois autres, 1,0 ml, 2,0 ml et 5,0 ml de la solution mère de phosphate de potassium monobasique à 100 mg/l P (cf. 6.24).
- Ajouter 10,0 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % V/V (cf. 6.17) à chacune des fioles volumétriques pour 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.
- Préparer le blanc d'étalonnage de la même manière.
- Bien brasser ces solutions pour les rendre homogènes.

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

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* ([DR-12-SCA-01](#)) sont suivies pour garantir 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

Aucune préparation particulière n'est requise.

7.2. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR LA MINÉRALISATION

- Agiter fortement l'échantillon avant d'en prélever une partie.
- Transférer une partie aliquote de 8 ml dans le tube à dosage et placer le tube sur un support.
- Procéder ainsi pour tous les étalons, échantillons et échantillons de contrôle prévus dans la séquence d'analyse.
- Ajouter à chaque tube 120 µl de la solution saturée de persulfate de potassium (cf. 6.13) à l'aide d'une micropipette.
- Effectuer la minéralisation dans l'autoclave en utilisant la touche « Optional cycle ». Les conditions suivantes doivent apparaître à l'écran : *time : 30 min, temp : 121 °C, liquids, normal fill*. Insérer le thermomètre à autoclave pour certifier la température dans la chambre à pression.
- Lorsque la minéralisation est terminée, refroidir les échantillons. Au besoin, les déposer 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.

7.3. DOSAGE

- Démarrer la pompe et faire circuler de l'eau dans le système. Lorsque la température du bain chauffant atteint une température d'environ 37 °C, faire aspirer tous les réactifs pendant environ 15 minutes.
- Disposer les solutions étalons, les échantillons de contrôle et les échantillons sur le plateau de l'échantillonneur. Les solutions étalons placées au début permettent de définir la courbe d'étalonnage.
- Démarrer les analyses.
- Lorsque les analyses sont terminées, faire aspirer de l'eau durant environ 3 minutes. Ensuite, faire circuler dans le système une solution de nettoyage durant environ 3 minutes pour éliminer les résidus de molybdate qui peuvent être présents dans l'appareil.
- Rincer de nouveau avec de l'eau pendant environ 3 minutes.
- Fermer tout le système.

Le schéma du système de dosage automatisé du phosphore de faible concentration et à l'état de trace est présenté à la figure 1.

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 microgrammes par litre de phosphore ($\mu\text{g/l P}$; méthode de phosphore à l'état de trace) ou en milligramme par litre de phosphore (mg/l P ; méthode de phosphore de faible concentration). Au besoin, les données sont réintégrées en suivant le programme du logiciel. Si nécessaire, les résultats sont multipliés par le facteur de dilution.

Les courbes d'étalonnage sont du type linéaire de premier ordre sans être forcées par 0.

Pour le phosphore à l'état de trace, l'intégration (*chemistry*) est de type *brackish*. La largeur de la fenêtre d'intégration doit se situer entre 20 et 25 secondes.

Pour le phosphore de faible concentration, l'intégration est de type *direct/bipolar*.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme décrit dans le tableau ci-dessous.

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicatas et réplicats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplikat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
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 0,998.

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

NOTE - Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 4500-P Phosphorus, 4500-P,D, Stannous Chloride Method*, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC. [En ligne]. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].

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

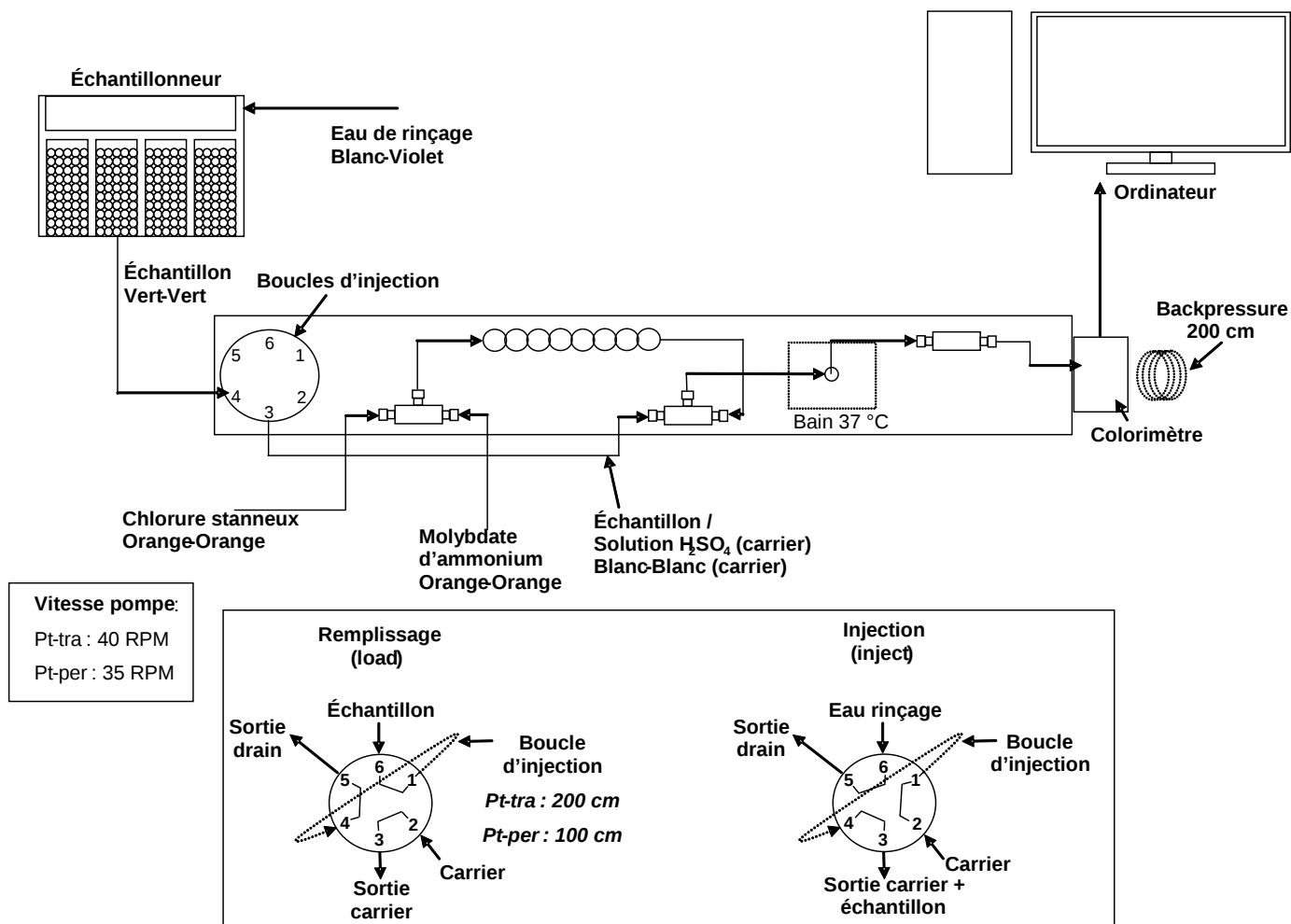


Figure 1. Schéma du système de dosage automatisé du phosphore à l'état de trace et de faible concentration avec l'appareil Lachat QuickChem 8500