

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 303 – P 1.1

2023-04-18 (révision 6)

Détermination des orthophosphates dans l'eau :
méthode colorimétrique automatisée à l'acide
ascorbique

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7
Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-94268-9 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	2
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	4
7.1 Préparation du matériel	4
7.2 Prétraitement de l'échantillon	5
7.3 Dosage	5
8. Calcul et expression des résultats	5
9. Critères d'acceptabilité	6
10. Bibliographie	6
Figure 17	
Schéma du système de dosage automatisé des orthophosphates	7

Introduction

Dans les eaux naturelles et les eaux usées, le phosphore se trouve sous différentes formes de phosphates telles que les orthophosphates, ou « phosphore réactif », les phosphates hydrolysables et les phosphates organiques, lesquels peuvent être dissous ou particuliers. Les orthophosphates sont les phosphates qui peuvent être dosés sans hydrolyse ou sans digestion oxydante.

Le phosphore dans les eaux naturelles provient principalement de l'utilisation des détergents ainsi que du drainage des terres agricoles fertilisées. En général, le phosphore n'est pas toxique pour l'humain, les animaux ou les poissons. C'est principalement pour ralentir la prolifération des algues dans les milieux aquatiques que la concentration en phosphore doit être limitée.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 303 – P 1.1 sert à déterminer les orthophosphates dans l'eau potable, dans les eaux de surface et dans les eaux usées.

Le domaine d'application se situe entre 0,01 et 1,00 mg/l P. On peut étendre le domaine en effectuant les dilutions appropriées.

2. Principe et théorie

L'anion orthophosphate réagit avec le molybdate d'ammonium en milieu acide pour former l'acide phosphomolybdique. Cet acide est réduit par l'acide ascorbique en bleu de molybdène, dont l'absorbance à 880 nm est proportionnelle à la concentration de phosphore.

3. Interférence

Les arsénates réagissent avec le molybdate d'ammonium pour former un complexe bleu qui produit 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^{3+} /l, 10 mg Cu/l et 10 mg SiO_2 /l peuvent être tolérées. Des concentrations plus élevées en SiO_2 causent une interférence positive.

4. Prélèvement et conservation

Un échantillon représentatif (environ 125 ml) est prélevé dans un contenant de plastique ou de verre. Il doit être conservé à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Échantillonneur de marque Lachat Instruments, modèle XYZ Autosampler ASX-520 series
- 5.2. Pompe péristaltique de marque Lachat Instruments, modèle Reagent Pump RP-150 series
- 5.3. Système de marque Lachat Instruments, modèle QuickChem 8500, series 2 muni de filtres de longueur d'onde 880 nm
- 5.4. Bain à ultrasons
- 5.5. Filtres à seringues jetables de porosité 0,45 μm
- 5.6. Seringues jetables
- 5.7. Logiciel Omnion de Lachat Instruments

6. Réactifs et étalons

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 et des solutions étalons est de l'eau ultrapure.

À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

6.1. Acide sulfurique, H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)

6.3. Phosphate de potassium monobasique, KH_2PO_4 (CAS n° 7778-77-0)

6.4. 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 ou 12027-67-7)

6.5. Tartrate d'antimoine et de potassium, $(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_{12}\text{K}_2\text{Sb}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$ (CAS n° 28300-74-5)

6.6. Acide ascorbique, (CAS n° 50-81-7)

6.7. Dodécylsulfate de sodium, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$ (CAS n° 151-21-3)

6.8. Sel tétrasodique de l'acide éthylènediamine tétraacétique, (Na_4EDTA) (CAS n° 64-02-8)

6.9. Solution de molybdate d'ammonium

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée 2 mois dans une bouteille opaque.

6.10. Solution de tartrate d'antimoine et de potassium

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 3,22 g de tartrate d'antimoine et de potassium. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée 2 mois dans une bouteille opaque.

6.11. Réactif colorant au molybdate

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 35 ml d'acide sulfurique concentré (attention à la réaction exothermique). Laisser refroidir. Ajouter 72 ml de la solution de tartrate d'antimoine et de potassium et 213 ml de la solution de molybdate d'ammonium. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée 1 mois dans une bouteille opaque.

6.12. Solution d'acide ascorbique 0,33 M

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 60 g d'acide ascorbique. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajouter 1,0 g de dodécylsulfate. Agiter et mettre au bain à ultrasons durant 15 minutes.

Cette solution peut être conservée 1 mois dans une bouteille opaque. Jeter la solution si la couleur devient jaune.

6.13. Solution étalon mère de phosphore de 1000 mg/l P

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 700 ml d'eau, dissoudre 4,39 g de KH_2PO_4 et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée environ un an.

6.14. Solution étalon intermédiaire de phosphore de 10 mg/l P

Dans une fiole jaugée de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, ajouter 1 ml de la solution étalon mère de phosphore de 1 000 mg/l P et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée un mois.

6.15. Solutions étalons de travail de phosphore de 0, 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 et 1,0 mg/l P

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes, 0, 1, 2, 4, 6 et 10 ml de la solution étalon intermédiaire de phosphore de 10 mg/l P et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions peuvent être conservées un mois dans des bouteilles opaques.

6.16 Solution de nettoyage d'EDTA

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, dissoudre 65 g d'hydroxyde de sodium et 6 g d'EDTA. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, document 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 du matériel

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse. Le matériel utilisé pour le dosage des échantillons est jeté après chaque usage.

7.2 Prétraitement de l'échantillon

NOTE – La filtration peut être réalisée à la demande du client.

Lorsqu'une filtration est requise, filtrer 30 ml d'échantillon à l'aide d'une seringue munie d'un filtre de porosité de 0,45 µm.

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 de la séquence d'analyse, permettent de définir la courbe d'étalonnage.
- Démarrer les analyses.
- Lorsque les analyses sont terminées, faire aspirer de l'eau pendant environ trois minutes. Ensuite, faire circuler dans le système une solution d'EDTA pendant environ trois minutes pour éliminer les résidus de molybdate qui peuvent être présents dans l'appareil.
- Rincer de nouveau avec de l'eau pendant environ trois minutes et, par la suite, faire circuler de l'air dans tout le système pendant quelques minutes.
- Fermer tout le système.

8. Calcul et expression des résultats

La droite d'étalonnage est linéaire pour des concentrations entre 0,0 mg/l P et 1,00 mg/l P. Les résultats sont obtenus directement sur l'ordinateur à l'aide du logiciel Omnion et sont exprimés en mg/l P.

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères 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.
Duplicata et réplcats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplcat) 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 lorsque des ajouts dosés sont faits doit se situer 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.

Le chimiste peut 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, se référer à la dernière édition du document.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 4500-P Phosphorus, 4500-P G. Flow injection analysis for orthophosphate*, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante [En ligne], [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf].

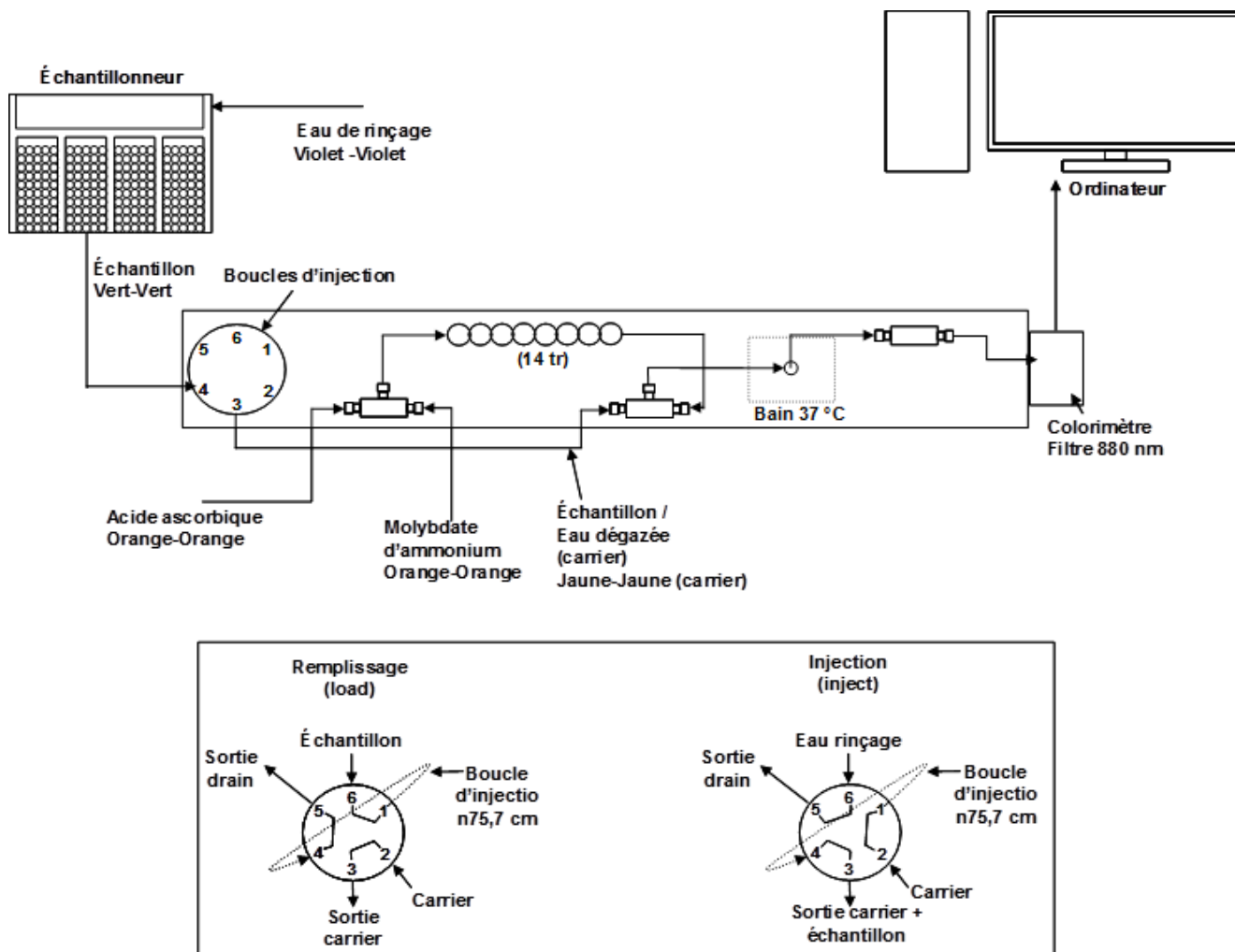
CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante [En ligne], [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].

LACHAT INSTRUMENTS. *Determination of Orthophosphate in Waters by Flow Injection Analysis Colorimetry*, QuickChem Method 10-115-01-1-A, décembre 2008.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT, DE LA FAUNE ET DES PARCS. *Critères de qualité de l'eau de surface*, Direction du suivi de l'état de l'environnement, Québec, 2013, 510 p. et 16 annexes.

Figure 1

Schéma du système de dosage automatisé des orthophosphates





***Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs***

Québec 