

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

Méthode d'analyse

MA. 303 – Orthophosphates
2024-05-01

Détermination des orthophosphates : dosage par
chromatographie ionique avec détecteur
conductivimétrique

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) 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

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
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 – 2024

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN : 978-2-550-96827-6 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2024

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. 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 Préparation de l'échantillon	4
7.3 Dosage	5
8. Calcul et expression des résultats	5
9. Critères d'acceptabilité	5
10. Bibliographie	6

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 – Orthophosphates 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 0,002 et 0,6 mg/l P. On peut étendre le domaine en effectuant les dilutions appropriées.

2. Principe et théorie

La chromatographie ionique est utilisée pour doser différents anions dans l'eau. En bref, un échantillon d'eau est injecté et entraîné par une solution éluante composée d'un mélange de carbonate et de bicarbonate de sodium dans une colonne chromatographique. Les anions sont séparés en fonction de leur affinité relative pour le matériel de la colonne. Ils sont dosés à l'aide d'un détecteur conductivimétrique et sont identifiés à partir de leur temps de rétention. La conductivité mesurée est proportionnelle à la concentration de l'anion dans l'échantillon.

3. Interférence

Une variation du temps de rétention des analytes peut être observée lorsqu'un échantillon possède un fort potentiel ionique (forte concentration de minéraux ou dureté élevée). Cette variation est causée par une surcharge des sites échangeurs d'ions de la colonne de séparation.

Des coélutions peuvent également se produire lorsqu'un anion élue en même temps qu'un analyte recherché ou lorsqu'un analyte est présent en très forte concentration et que son pic d'élution en chevauche un autre.

4. Conservation

Prélever un échantillon représentatif (environ 125 ml) dans un contenant de plastique. Aucun agent de conservation n'est requis. Conserver l'échantillon à 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 de renseignement.

- 5.1. Chromatographe ionique de marque Metrohm, modèle 881 Compact IC Pro ou modèle 930 Compact IC Flex
- 5.2. Détecteur de conductivité de marque Metrohm
- 5.3. Passeur d'échantillon de marque Metrohm, modèle 858 Professionnal Sample Processor
- 5.4. Colonne de marque Metrohm (A Supp 5-150/4.0)

5.5. Précolonne de marque Metrohm (RP2)

5.6. Logiciel MagICnet de Metrohm

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 déminéralisée ultrapure.

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

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

6.2. Bicarbonate de sodium, NaHCO_3 (CAS n° 144-55-8)

6.3. Carbonate de sodium, Na_2CO_3 (CAS n° 497-19-8)

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

6.5. Solution régénératrice H_2SO_4 , 100 mmole/l

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml contenant environ 1 000 ml d'eau, ajouter 11,2 ml d'acide sulfurique concentré. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.6. Solution mère de phase mobile, 0,32 M Na_2CO_3 et 0,1 M NaHCO_3

Dissoudre 33,9 g de carbonate de sodium et 8,401 g de bicarbonate de sodium dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau. Mélanger jusqu'à dissolution complète. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve durant 6 mois.

6.7. Phase mobile, 4,8 mM Na_2CO_3 et 1,5 mM NaHCO_3

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml contenant 1 000 ml d'eau, ajouter 30 ml de la solution mère de phase mobile. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau et dégazer la solution avec de l'hélium environ 15 minutes.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement, sans dépasser le délai de préservation de la solution mère d'éluant.

6.8. Solution étalon mère de phosphore de 1 000 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 un an.

6.9 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.

6.10 Solutions étalons de travail de phosphore

Dans des fioles jaugées de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, ajouter les volumes indiqués dans le tableau ci-dessous. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

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

Étalon (mg/l P)	Volume de la solution 10 mg/l P (ml)
0,01	0,1
0,03	0,3
0,05	0,5
0,2	2,0
0,4	4,0
0,6	6,0

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 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 du matériel

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.2 Préparation de l'échantillon

Aucune filtration systématique n'est nécessaire, car les chromatographes intègrent des systèmes de filtration en ligne avec un filtre de 0,2 µm. Cependant, si l'échantillon contient beaucoup de matières en suspension, il est préférable de préfiltrer l'échantillon sur un filtre de 0,45 µm.

7.3 Dosage

- L'appareil est étalonné chaque jour d'utilisation et la régression employée est de type quadratique.
- Avant de procéder à l'analyse d'échantillons, laisser fonctionner le système pour permettre à la ligne de base de se stabiliser.
- Transvider les échantillons dans les tubes d'analyse.
- Régler l'appareil selon les caractéristiques suivantes (le temps de rétention peut varier selon l'état de la colonne) :

Chromatographe

- Boucle d'échantillonnage : 100 μ l
 - Débit de l'éluant : 0,7 ml/min
 - Temps d'analyse : 12 min
 - Temps de rétention approximatif : 8,9 min
 - Température de la colonne : 30 °C
- Injecter les étalons de travail, les contrôles qualité et les échantillons.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus à l'aide du logiciel des instruments et sont exprimés en milligramme par litre de phosphore (mg/l P). L'aire obtenue des étalons est comparée à celle des échantillons pour en calculer la concentration. Au besoin, réintégrer les données en suivant le programme du logiciel et multiplier par le facteur de dilution.

9. Critères d'acceptabilité

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne $\pm$ 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre $\pm$ 2 et $\pm$ 3 écarts types.
Duplicata et répliquats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou répliquat) 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 quadratique et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995.

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, la dernière édition du document de référence s'applique.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 4110-B. Ion chromatography with chemical suppression of eluent conductivity*, 23rd Edition, 2017.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accréditation/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, Québec, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accréditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf.



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

Québec 