

---

---

**Qualité de l'eau — Dosage spectrométrique  
du phosphore en utilisant le molybdate  
d'ammonium**

*Water quality — Spectrometric determination of phosphorus using  
ammonium molybdate*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6878:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/647406fe-6269-4b9b-90d2-a687170c7d58/iso-6878-1998>



## Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Principe.....	1
3 Dosage des orthophosphates.....	2
4 Dosage des orthophosphates par extraction au solvant .....	7
5 Dosage des phosphates hydrolysables et des orthophosphates ....	9
6 Dosage du phosphore total après oxydation au peroxodisulfate.....	11
7 Dosage du phosphore total après digestion à l'acide sulfurique-acide nitrique.....	14
<b>Annexe A</b> (informative) Données de fidélité.....	17
<b>Annexe B</b> (informative) Interférences .....	18
<b>Annexe C</b> (informative) Bibliographie.....	20

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6878 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

ISO 6878:1998

Cette première édition de l'ISO 6878 annule et remplace la première édition de l'ISO 6878-1:1986, dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

## **iTeh STANDARD PREVIEW** **(standards.iteh.ai)**

ISO 6878:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/647406fe-6269-4b9b-90d2-a687170c7d58/iso-6878-1998>

# Qualité de l'eau — Dosage spectrométrique du phosphore en utilisant le molybdate d'ammonium

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le dosage des différentes formes des composés phosphorés présents dans les eaux souterraines, de surface et résiduelles, à des concentrations variables à l'état dissous et non dissous.

En particulier, elle donne des méthodes de dosage

- des orthophosphates (voir l'article 3);
- des orthophosphates par extraction au solvant (voir l'article 4);
- des orthophosphates et des phosphates hydrolysables (voir l'article 5);
- du phosphore soluble total et du phosphore total après décomposition (voir l'article 6 et l'article 7).

Les méthodes sont applicables à tous les types d'eaux, y compris l'eau de mer et les effluents. Les teneurs en phosphore peuvent être déterminées sans dilution pour des échantillons dont les concentrations se situent entre 0,005 mg/l et 0,8 mg/l.

Une procédure d'extraction au solvant permet de déterminer des concentrations en phosphore plus faibles avec une limite de détection d'environ 0,000 5 mg/l.

Voir annexe B pour certaines interférences connues. Il peut y en avoir d'autres et il convient de vérifier s'il en existe et d'agir en conséquence pour les supprimer.

## 2 Principe

Réaction des ions orthophosphates avec une solution acide contenant des ions de molybdate et d'antimoine pour former un complexe d'antimonyl-phosphomolybdate.

Réduction du complexe par l'acide ascorbique pour former un complexe de molybdène fortement coloré en bleu. Mesurage de l'absorbance de ce complexe pour déterminer la concentration en orthophosphates présents.

Les polyphosphates et certains composés organophosphorés sont dosés après transformation, par hydrolyse par l'acide sulfurique, en orthophosphates réagissant au molybdate.

De nombreux composés organophosphorés sont transformés en orthophosphates par minéralisation à l'aide de persulfate. Une minéralisation acide sulfonitrique est utilisée lorsqu'un traitement plus énergique est nécessaire.

### 3 Dosage des orthophosphates

#### 3.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ayant une teneur en phosphates négligeable par rapport à la plus faible concentration devant être déterminée dans les échantillons.

En cas de concentration en phosphate faible, l'usage de l'eau bidistillée dans un appareillage entièrement en verre est recommandé.

##### 3.1.1 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/l}$

Introduire  $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau dans un bécher de 2 l. Ajouter avec précaution, sous agitation et refroidissement continu,  $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'acide sulfurique,  $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ . Bien mélanger et laisser la solution refroidir à température ambiante.

##### 3.1.2 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4,5 \text{ mol/l}$

Introduire  $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau dans un bécher de 2 l. Ajouter avec précaution, sous agitation et refroidissement continu,  $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'acide sulfurique (voir 3.1.1). Bien mélanger et laisser la solution refroidir à température ambiante.

##### 3.1.3 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$

Introduire  $300 \text{ ml} \pm 3 \text{ ml}$  d'eau dans un bécher de 1 l. Ajouter avec précaution, sous agitation et refroidissement continu,  $110 \text{ ml} \pm 2 \text{ ml}$  de solution d'acide sulfurique (voir 3.1.1). Diluer à  $500 \text{ ml} \pm 2 \text{ ml}$  avec de l'eau et bien mélanger.

##### 3.1.4 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$

Dissoudre  $80 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$  d'hydroxyde de sodium en pastilles dans l'eau, refroidir et diluer à 1 l avec de l'eau.

##### 3.1.5 Acide ascorbique, solution, $\rho = 100 \text{ g/l}$

Dissoudre  $10 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  d'acide ascorbique ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ) dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau.

NOTE Cette solution est stable pendant deux semaines si elle est conservée dans une bouteille en verre brun au réfrigérateur et peut être utilisée tant qu'aucune coloration n'apparaît.

##### 3.1.6 Molybdate acide, solution I

Dissoudre  $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau. Dissoudre  $0,35 \text{ g} + 0,05 \text{ g}$  de tartrate de potassium et d'antimoine hémihydraté  $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$  dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau.

Ajouter, tout en agitant, la solution de molybdate à  $300 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'une solution d'acide sulfurique (voir 3.1.1). Ajouter la solution de tartrate et bien mélanger.

NOTE Conservé dans une bouteille en verre brun, ce réactif est stable pendant au moins deux mois.

##### 3.1.7 Molybdate acide, solution II

Ajouter  $230 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$  d'acide sulfurique (voir 3.1.1) à  $70 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau, puis refroidir. Dissoudre  $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau. L'ajouter à la solution acide et bien mélanger. Dissoudre  $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$  de tartrate hémihydraté de potassium et d'antimoine  $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$  dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau. L'ajouter à la solution de molybdate acide et bien mélanger.

Ce réactif est utilisé quand l'échantillon est acidifié avec de l'acide sulfurique (voir 3.1.2) (voir les articles 5 et 6).

NOTE Ce réactif est stable pendant au moins deux mois s'il est conservé dans une bouteille en verre brun.

### 3.1.8 Réactif de compensation de turbidité et de la coloration

Mélanger deux parties en volume de la solution d'acide sulfurique (voir 3.1.2) et une partie en volume de la solution d'acide ascorbique (voir 3.1.5).

NOTE Conservé dans une bouteille en verre brun au réfrigérateur, ce réactif est stable pendant plusieurs semaines.

### 3.1.9 Thiosulfate de sodium pentahydraté, solution, $\rho = 12,0$ g/l

Dissoudre  $1,20 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$  de thiosulfate de sodium pentahydraté ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  d'eau, puis ajouter  $0,05 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  de carbonate anhydre ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), comme agent conservateur.

NOTE Conservé dans une bouteille en verre brun, ce réactif est stable pendant quatre semaines au moins.

### 3.1.10 Orthophosphate, solution mère, $\rho = 50$ mg/l

Sécher quelques grammes de dihydrogénophosphate de potassium jusqu'à masse constante à  $105^\circ\text{C}$ . Dissoudre  $0,2197 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$  de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dans environ  $800 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$  d'eau dans une fiole jaugée de  $1\,000 \text{ ml}$ . Ajouter  $10 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$  de solution d'acide sulfurique (voir 3.1.2) et compléter au volume avec de l'eau.

NOTE Conservée dans un flacon en verre bouché, cette solution est stable pendant au moins trois mois. Une réfrigération à environ  $4^\circ\text{C}$  est recommandée.

### 3.1.11 Orthophosphate, solution étalon, $\rho = 2$ mg/l

Introduire, à l'aide d'une pipette,  $20 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$  de la solution mère d'orthophosphate (voir 3.1.10) dans une fiole jaugée de  $500 \text{ ml}$ . Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

Préparer et utiliser cette solution le jour de l'emploi.

NOTE 1 ml de cette solution étalon contient  $2 \mu\text{g}$  de phosphore.

### 3.1.12 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,12$ g/ml.

### 3.1.13 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 2$ mol/l

Ajouter  $200 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$  d'acide chlorhydrique (voir 3.1.12) à  $500 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$  d'eau. Mélanger et laisser refroidir à température ambiante. Compléter à  $1\,000 \text{ ml}$  avec de l'eau.

## 3.2 Appareillage

### 3.2.1 Spectromètre, du type à prisme ou à réseau, ou du type à filtre, capable de recevoir des cuves optiques de $10 \text{ mm}$ à $50 \text{ mm}$ d'épaisseur.

Le spectromètre choisi doit convenir pour la mesure de l'absorbance dans les régions du spectre visible et proches de l'infrarouge. La longueur d'onde la plus sensible est  $880 \text{ nm}$ , mais si une perte de sensibilité peut être admise, l'absorbance peut être mesurée à  $700 \text{ nm}$ .

NOTE La limite de détection de la méthode est abaissée si l'on peut disposer d'un spectromètre capable de recevoir des cuves optiques de  $100 \text{ mm}$  d'épaisseur.

### 3.2.2 Ensemble filtrant, pouvant recevoir une membrane filtrante de porosité $0,45 \mu\text{m}$ .

### 3.2.3 Préparation de la verrerie

Avant utilisation, toute la verrerie doit être lavée avec une solution d'acide chlorhydrique (voir 3.1.12) à environ 40 °C à 50 °C et rincée soigneusement avec de l'eau. Ne pas utiliser de détergents contenant des phosphates.

Il est préférable de n'utiliser cette verrerie que pour le dosage du phosphore. Après utilisation, elle doit être lavée comme indiqué ci-dessus et conservée fermée jusqu'à réemploi.

La verrerie utilisée pour la phase de développement de la coloration doit être rincée de temps en temps avec une solution d'hydroxyde de sodium (voir 3.1.4) afin d'éliminer les dépôts de complexe coloré qui ont tendance à adhérer en fines couches aux parois de la verrerie.

## 3.3 Échantillonnage et échantillons

### 3.3.1 Échantillonnage

Prélever les échantillons pour laboratoire dans des bouteilles en polyéthylène, polychlorure de vinyle ou, de préférence, en verre. En cas de faible concentration de phosphate, utiliser des bouteilles en verre.

### 3.3.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Filtrer l'échantillon pour laboratoire (voir 3.3.1) dans les 4 h qui suivent l'échantillonnage. Si l'échantillon a été conservé au froid entre-temps, l'amener à la température ambiante avant filtration.

Laver une membrane filtrante de porosité nominale 0,45 µm afin d'en éliminer les phosphates, avec 200 ml d'eau, préalablement chauffée à environ 30 °C à 40 °C. Éliminer les eaux de rinçage. Filtrer l'échantillon et éliminer les premiers 10 ml du filtrat de l'échantillon. Recueillir le résidu dans une bouteille en verre propre et sèche pour le dosage immédiat des orthophosphates (voir 3.4.4).

Si le pH du filtrat n'est pas situé entre 3 et 10, l'ajuster avec une solution d'hydroxyde de sodium (voir 3.1.4) ou une solution d'acide sulfurique (voir 3.1.3).

NOTE 1 Le temps de filtration ne devrait pas excéder 10 min. Si nécessaire, il convient d'utiliser un filtre de plus grand diamètre.

NOTE 2 Il convient de contrôler la membrane filtrante du point de vue de la teneur en phosphore, ou de la laver selon la méthode décrite. Il convient également de laver, comme indiquée précédemment, les membranes filtrantes disponibles dans le commerce et vendues exemptes de phosphore.

## 3.4 Mode opératoire

### 3.4.1 Prise d'essai

Prendre un volume de prise d'essai n'excédant pas 40 ml. Ce volume maximal convient pour le dosage de concentrations d'orthophosphate allant jusqu'à  $p_p = 0,8$  mg/l en utilisant une cuve optique de 10 mm d'épaisseur. De plus faibles prises d'essai doivent être utilisées, selon le cas, afin de se conformer à des concentrations plus élevées en phosphates, comme indiqué dans le tableau 1. De la même façon, des concentrations en phosphates faibles peuvent être déterminées en mesurant l'absorbance dans une cuve optique de 40 mm ou 50 mm d'épaisseur.

Tableau 1 — Volume de la prise d'essai et concentration

Concentration en orthophosphate mg/l	Volume de la prise d'essai ml	Épaisseur de la cuve optique mm
0,0 à 0,8	40,0	10
0,0 à 1,6	20,0	10
0,0 à 3,2	10,0	10
0,0 à 6,4	5,0	10
0,0 à 0,2	40,0	40 ou 50



### 3.4.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que dans le dosage, mais en employant le volume approprié d'eau à la place de la prise d'essai.

### 3.4.3 Étalonnage

#### 3.4.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Transférer, à l'aide d'une pipette volumétrique, des volumes appropriés, par exemple 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 7,0 ml; 8,0 ml; 9,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon d'orthophosphate (voir 3.1.11) dans des fioles jaugées de 50 ml. Diluer avec de l'eau à environ 40 ml. Ces solutions représentent des concentrations en orthophosphates de  $\rho_P = 0,04$  mg/l à 0,4 mg/l.

Procéder en conséquence pour les autres gammes de concentration en phosphates figurant dans le tableau 1.

#### 3.4.3.2 Développement de la coloration

Ajouter dans chaque fiole, tout en agitant, 1 ml d'acide ascorbique (voir 3.1.5), puis 2 ml de solution I de molybdate acide (voir 3.1.6). Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

#### 3.4.3.3 Mesurages spectrométriques

Après un laps de temps compris entre 10 min et 30 min, mesurer l'absorbance de chaque solution, en utilisant un spectromètre (voir 3.2.1), à 880 nm, ou à 700 nm si une perte de sensibilité est admissible. Utiliser de l'eau dans la cuve de référence.

#### 3.4.3.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe d'absorbance (axe des ordonnées) en fonction de la concentration en phosphore (axe des abscisses), exprimée en milligrammes par litre, des solutions étalons. La relation entre l'absorbance et la concentration est linéaire. Déterminer la pente de la courbe.

De temps en temps, contrôler la courbe d'étalonnage pour vérifier la linéarité, en particulier chaque fois que l'on utilise de nouveaux lots de réactifs chimiques. Avec chaque série de mesurages d'échantillons, analyser une solution d'étalonnage préparée indépendamment.

### 3.4.4 Dosage

#### 3.4.4.1 Développement de la coloration

Introduire, à l'aide d'une pipette, le volume choisi de la prise d'essai dans une fiole jaugée de 50 ml et diluer si nécessaire à 40 ml  $\pm$  2 ml avec de l'eau. Procéder ensuite comme indiqué en 3.4.3.2.

Si l'échantillon pour essai contient de l'arséniate, il convient de le réduire en arsénite par le thiosulfate en milieu acide. La réduction en arsénite est quantitative jusqu'à une concentration en arséniate d'au moins 2 mg/l As, comme décrit ci-dessous.

Transférer, à l'aide d'une pipette volumétrique, 40 ml au maximum de l'échantillon pour essai dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter 1 ml d'acide ascorbique (voir 3.1.5) et 1 ml de la solution de thiosulfate (voir 3.1.9). Homogénéiser et laisser se produire la réduction pendant 10 min  $\pm$  1 min. Ajouter 2 ml de solution II de molybdate acide (voir 3.1.7). Compléter au volume avec de l'eau. Bien mélanger. Procéder ensuite comme indiqué en 3.4.3.2.

NOTE 1 Si l'échantillon pour essai est trouble et/ou coloré, il convient d'appliquer la procédure décrite ci-dessous.

Ajouter 3 ml du réactif de compensation de la turbidité et de la coloration (voir 3.1.8) au volume de prise d'essai choisi. Diluer à 50 ml et mesurer l'absorbance. Retrancher l'absorbance de cette solution de la valeur mesurée conformément à 3.4.3.3.

NOTE 2 Une absorbance mesurée à 700 nm représente une perte d'environ 30 % de la sensibilité à 880 nm.

### 3.4.4.2 Mesurages spectrométriques

Voir 3.4.3.3.

Si la prise d'essai a été traitée au thiosulfate en raison d'une interférence par l'arséniate, il convient d'effectuer les mesurages dans les 10 min; sinon, la solution peut se décolorer.

## 3.5 Expression des résultats

### 3.5.1 Calcul

Calculer la concentration en orthophosphate,  $\rho_P$ , exprimée en milligrammes par litre, à l'aide de l'équation suivante:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) \cdot V_{\max}}{f \cdot V_s}$$

où

$A$  est l'absorbance de la prise d'essai;

$A_0$  est l'absorbance de l'essai à blanc;

$f$  est la pente de la courbe d'étalonnage (voir 3.4.3.4), en litres par milligramme;

$V_{\max}$  est le volume de référence de la prise d'essai (40 ml), en millilitres;

$V_s$  est le volume de la prise d'essai, en millilitres.

Exprimer les concentrations en masse de phosphore de la façon suivante, mais avec pas plus de trois chiffres significatifs:

$$\rho_P < 0,1 \text{ mg/l} \pm 0,001 \text{ mg/l};$$

$$0,1 \text{ mg/l} \pm 0,01 \text{ mg/l} \leq \rho_P < 10 \text{ mg/l} \pm 0,01 \text{ mg/l};$$

$$\rho_P \geq 10 \text{ mg/l} \pm 0,1 \text{ mg/l}.$$

### 3.5.2 Fidélité

Un essai interlaboratoires, faisant intervenir 16 laboratoires, a fourni les valeurs données dans le tableau A.1.

NOTE Pour les interférences, voir l'annexe B.

## 3.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) une référence à la méthode utilisée, et le numéro de l'article;

- d) les résultats obtenus;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans le présent article, ou considérés comme facultatifs, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

## 4 Dosage des orthophosphates par extraction au solvant

Ce mode opératoire n'est applicable que lorsque la concentration en phosphates de l'échantillon est inférieure à 0,01 mg/l P. La méthode est spécialement applicable à l'eau de mer.

### 4.1 Réactifs

Utiliser les réactifs spécifiés en 3.1.5 et 3.1.6, et en outre:

**4.1.1 Hexanol-1** ( $C_6H_{13}OH$ ).

**4.1.2 Éthanol** ( $C_2H_5OH$ ).

**4.1.3 Orthophosphate**, solution étalon,  $\rho = 0,5$  mg/l P.

Ajouter, à l'aide d'une pipette,  $5,0 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$  de la solution mère d'orthophosphate (voir 3.1.10) dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

Préparer et utiliser cette solution le jour de l'emploi.

### 4.2 Échantillonnage et échantillons

[ISO 6878:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/647406fe-6269-4b9b-90d2-a687170c7d58/iso-6878-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/647406fe-6269-4b9b-90d2-a687170c7d58/iso-6878-1998>

Voir 3.3.

### 4.3 Mode opératoire

#### 4.3.1 Prise d'essai

À l'aide d'une éprouvette graduée, introduire  $350 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  de l'échantillon (voir 3.3) dans une ampoule à décanter de 500 ml.

#### 4.3.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire, et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que dans le dosage, mais en prenant 350 ml d'eau à la place de la prise d'essai.

#### 4.3.3 Étalonnage

##### 4.3.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Ajouter  $300 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$  d'eau dans cinq ampoules à décanter de 500 ml. Ajouter, à l'aide d'une microburette, respectivement 1,4 ml; 2,8 ml; 4,2 ml; 5,6 ml et 7,0 ml de solution étalon d'orthophosphate (voir 4.1.3) dans les ampoules à décanter. Diluer chaque solution à  $350 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$  avec de l'eau, fermer et agiter pour mélanger. Ces solutions représentent des concentrations d'orthophosphate,  $\rho_P$ , respectivement de 0,002 mg/l; 0,004 mg/l; 0,006 mg/l; 0,008 mg/l et 0,01 mg/l.