
**Qualité de l'eau — Dosage du
phosphore — Méthode spectrométrique
au molybdate d'ammonium**

*Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate
spectrometric method*

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 6878:2004](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32bec2/iso-6878-2004)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32bec2/iso-6878-2004>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 6878:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004>

© ISO 2004

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2005

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Interférences	1
3 Principe	1
4 Dosage des orthophosphates	2
5 Dosage des orthophosphates après extraction au solvant	7
6 Dosage des phosphates hydrolysables et des orthophosphates	9
7 Dosage du phosphore total après oxydation au persulfate	12
8 Dosage du phosphore total après digestion à l'acide nitrique-acide sulfurique	15
Annexe A (informative) Interférences	18
Annexe B (informative) Données relatives à la fidélité	20
Bibliographie	22


 (https://standards.iteh.ai)
 Document Preview

[ISO 6878:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6878:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004>

Introduction

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

Il convient que l'utilisateur soit informé que des problèmes particuliers peuvent exiger la spécification de conditions marginales supplémentaires.

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 6878:2004](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004>

Qualité de l'eau — Dosage du phosphore — Méthode spectrométrique au molybdate d'ammonium

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur. Il est absolument essentiel que les essais conduits selon la présente Norme internationale soient effectués par du personnel qualifié. Il convient que les rejets des solutions de molybdate et d'antimoine soient éliminés de façon appropriée.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de dosage

- des orthophosphates (voir Article 4);
- des orthophosphates après extraction au solvant (voir Article 5);
- des phosphates hydrolysables et des orthophosphates (voir Article 6);
- du phosphore total après décomposition (voir Articles 7 et 8).

Ces méthodes sont applicables à tous les types d'eau, y compris l'eau de mer et les effluents. Des concentrations en phosphore comprises entre 0,005 mg/l et 0,8 mg/l peuvent être déterminées sans dilution pour ces échantillons.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6079e27c-45f0-412e-8d29-80657e32becb2/iso-6878-2004>

Un mode opératoire 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.

2 Interférences

Voir l'Annexe A pour certaines interférences connues. Il peut en exister d'autres; il est recommandé de vérifier si c'est le cas et d'agir en conséquence pour les éliminer.

3 Principe

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

Réduction de ce complexe par l'acide ascorbique pour former un complexe de bleu de molybdène de couleur vive. 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 à l'aide d'acide nitrique et d'acide sulfurique est utilisée lorsqu'un traitement plus énergique est nécessaire.

4 Dosage des orthophosphates

4.1 Réactifs

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

Pour les faibles teneurs en phosphates, il est recommandé d'utiliser de l'eau bidistillée dans un appareillage entièrement en verre.

4.1.1 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$.

Introduire $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ d'eau dans un bécher de 2 l. Avec précaution, ajouter 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.

4.1.2 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5 \text{ mol/l}$.

Introduire $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ d'eau dans un bécher de 2 l. Avec précaution, ajouter sous agitation et refroidissement continu $500 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ d'acide sulfurique (4.1.1). Bien mélanger et laisser la solution refroidir à température ambiante.

4.1.3 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/l}$.

Introduire $300 \text{ ml} \pm 3 \text{ ml}$ d'eau dans un bécher de 1 l. Avec précaution, ajouter sous agitation et refroidissement continu $110 \text{ ml} \pm 2 \text{ ml}$ de la solution d'acide sulfurique (4.1.1). Dans une fiole jaugée, diluer à $500 \text{ ml} \pm 2 \text{ ml}$ avec de l'eau et bien mélanger.

4.1.4 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$.

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

4.1.5 Solution d'acide ascorbique, $\rho = 100 \text{ g/l}$.

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 La solution reste stable pendant deux semaines si elle est conservée dans un flacon en verre ambré et au réfrigérateur; elle peut être utilisée tant qu'aucune coloration n'apparaît.

4.1.6 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 $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ de tartrate de potassium et d'antimoine hémihydraté $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}]$ dans $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ d'eau.

Ajouter la solution de molybdate à $300 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ d'acide sulfurique (4.1.1) sous agitation continue. Ajouter la solution de tartrate et bien mélanger.

NOTE Ce réactif reste stable pendant au moins deux mois s'il est conservé dans un flacon en verre ambré.

4.1.7 Molybdate acide, Solution II.

Ajouter avec précaution $230 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ d'acide sulfurique (4.1.1) 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 de potassium et d'antimoine hémihydraté $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}]$ 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 à l'aide d'acide sulfurique (4.1.2) (voir également les Articles 6, 7 et 8).

NOTE Ce réactif reste stable pendant au moins deux mois s'il est conservé dans un flacon en verre ambré.

4.1.8 Réactif de compensation de la turbidité et de la coloration

Mélanger deux parties en volume d'acide sulfurique (4.1.2) et une partie en volume d'acide ascorbique (4.1.5).

NOTE Ce réactif reste stable plusieurs semaines s'il est conservé au réfrigérateur, dans un flacon en verre ambré.

4.1.9 Solution de thiosulfate de sodium pentahydraté, $\rho = 12,0$ 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. Ajouter $0,05 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ de carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3) comme agent conservateur.

NOTE Ce réactif reste stable pendant au moins quatre semaines s'il est conservé dans un flacon en verre ambré.

4.1.10 Solution mère étalon d'orthophosphate, $\rho_P = 50$ mg/l.

Sécher quelques grammes d'hydrogénophosphate de potassium jusqu'à masse constante à 105°C . Dissoudre $0,2197 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$ de KH_2PO_4 dans environ $800 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ d'eau dans une fiole jaugée de 1000 ml . Ajouter $10 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ d'acide sulfurique (4.1.2) et compléter au volume avec de l'eau.

Il est également possible d'utiliser une solution mère disponible dans le commerce.

Cette solution reste stable pendant au moins trois mois si elle est conservée dans un flacon en verre bien bouché. Une réfrigération à environ 4°C est recommandée.

4.1.11 Solution étalon d'orthophosphate, $\rho_P = 2$ mg/l.

À l'aide d'une pipette, introduire $20 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$ de solution mère étalon d'orthophosphate (4.1.10) 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.

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

4.1.12 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,19$ g/ml.

4.1.13 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 2,5$ mol/l.

Ajouter avec précaution $200 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ d'acide chlorhydrique (4.1.12) dans $500 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ d'eau. Mélanger et laisser refroidir à température ambiante. Compléter à 1000 ml avec de l'eau.

4.2 Appareillage

4.2.1 Spectromètre, de type à prisme, à réseau ou à filtre, capable de recevoir des cuves optiques de 10 mm à 50 mm d'épaisseur.

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

NOTE La limite de détection de la méthode est abaissée s'il est possible de disposer d'un spectromètre capable de recevoir des cuves optiques de 100 mm d'épaisseur.

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

4.2.3 Verrerie.

Avant utilisation, laver toute la verrerie avec, par exemple, une solution d'acide chlorhydrique (4.1.13) à environ 40 °C à 50 °C, puis rincer soigneusement à l'eau. Ne pas utiliser de détergents contenant des phosphates.

Il convient de n'utiliser cette verrerie que pour le dosage du phosphore. La nettoyer comme indiqué ci-dessus après utilisation et la maintenir fermée jusqu'à réemploi.

Rincer de temps en temps la verrerie utilisée pour l'étape de développement de la coloration à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (4.1.4), puis rincer soigneusement avec de l'eau (4.1), afin d'éliminer les dépôts de complexe coloré qui ont tendance à adhérer en fine couche aux parois de la verrerie.

4.3 Prélèvement et échantillons

4.3.1 Prélèvement

Recueillir les échantillons pour laboratoire dans des flacons de préférence en verre ou en polyéthylène ou polychlorure de vinyle. En cas de faibles concentrations en phosphates, utiliser des flacons en verre.

Il convient d'éviter d'utiliser des flacons d'échantillonnage munis de couvercles car ces derniers peuvent contenir du phosphore.

4.3.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Filter l'échantillon pour laboratoire (4.3.1) dans les 4 h qui suivent le prélèvement. Si entre-temps l'échantillon a été conservé au frais, l'amener à température ambiante avant filtration.

Afin d'en éliminer les phosphates, laver une membrane filtrante de porosité nominale 0,45 µm avec 200 ml d'eau préalablement chauffée entre 30 °C et 40 °C environ. Éliminer ces eaux de rinçage. Filtrer l'échantillon et rejeter les 10 premiers millilitres de filtrat. Recueillir le reste dans un flacon en verre propre et sec pour procéder immédiatement au dosage des orthophosphates (4.4.4).

Si le pH du filtrat n'est pas compris entre 3 et 10, l'ajuster avec une solution d'hydroxyde de sodium (4.1.4) ou d'acide sulfurique (4.1.3).

Il convient que la durée de filtration ne dépasse pas 10 min. Si nécessaire, il convient d'utiliser un filtre de plus grand diamètre.

Il convient soit de contrôler la teneur en phosphore de la membrane filtrante ou de la laver selon la méthode décrite. Il convient de laver selon la méthode décrite les membranes filtrantes commercialisées comme étant exemptes de phosphore.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai inférieure ou égale à 40 ml. Ce volume maximal convient pour déterminer des concentrations en orthophosphates allant jusqu'à $\rho_P = 0,8$ mg/l, en utilisant une cuve optique de 10 mm d'épaisseur. Des prises d'essai de plus faible volume doivent être utilisées pour des concentrations en phosphates plus élevées, comme le montre le Tableau 1. De la même manière, les faibles concentrations en phosphates peuvent être déterminées en mesurant l'absorbance dans une cuve optique de 40 mm ou 50 mm d'épaisseur.

Tableau 1 — Volumes et concentrations de l'échantillon

Concentration en orthophosphates 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

4.4.2 Essai à blanc

Parallèlement au dosage, effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par le volume d'eau approprié.

4.4.3 Étalonnage

4.4.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

À l'aide d'une pipette volumétrique, transférer dans des fioles jaugées de 50 ml des volumes appropriés de la solution étalon d'orthophosphate (4.1.11), 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. Diluer avec de l'eau à environ 40 ml. Ces solutions représentent des concentrations en orthophosphates $\rho_P = 0,04$ mg/l à 0,4 mg/l.

Procéder en conséquence pour les autres gammes de concentration en phosphates indiquées dans le Tableau 1.

4.4.3.2 Développement de la coloration

Tout en agitant, introduire dans chaque fiole 1 ml d'acide ascorbique (4.1.5), puis 2 ml de Solution I de molybdate acide (4.1.6). Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

NOTE Le mesurage de l'absorbance à 700 nm provoque une perte d'environ 30 % de la sensibilité obtenue à 880 nm.

4.4.3.3 Mesurages spectrométriques

À l'aide du spectromètre (4.2.1), mesurer l'absorbance de chaque solution à 880 nm au bout d'une durée comprise entre 10 min et 30 min, ou à 700 nm si une perte de sensibilité est admissible. Utiliser de l'eau dans la cuve de référence.

4.4.3.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Représenter graphiquement l'absorbance (en ordonnée) en fonction de la teneur en phosphore (en abscisse), exprimée en milligrammes de phosphore par litre, des solutions d'étalonnage. La relation entre l'absorbance et la concentration est linéaire. Déterminer la pente de la courbe.

Vérifier de temps en temps la linéarité de la courbe, en particulier lors de l'utilisation de nouveaux lots de réactifs chimiques.