

TP CH 11 : Dosage des orthophosphates contenus dans l'eau du Dourduff

Les dosages colorimétriques sont perturbés par la présence de matières en suspension dans l'eau. Il est donc préférable de filtrer les échantillons d'eau avant les mesures, si possible sur entonnoir de Büchner avec un filtre en microfibrilles de verre si des matières en suspension sont visibles.

Objectif

Mesurer la concentration en orthophosphates minéraux, HPO_4^{2-} et H_2PO_4^- dans un échantillon d'eau.

Principe

On utilise un réactif (réactif molybdique) donnant un dérivé coloré avec les phosphates (complexe phosphomolybdique de couleur bleue). L'intensité de la coloration, mesurée par colorimétrie ou spectrophotométrie, est proportionnelle à la concentration en phosphates dans certaines conditions. La concentration du dérivé coloré est déterminée graphiquement à partir d'une droite d'étalonnage établie au préalable avec des concentrations connues en phosphates.

Matériel

Colorimètre ou spectrophotomètre

Le cas échéant, fiole de filtration de Büchner branchée sur une trompe à vide

Produits

- Phosphate monopotassique
- Acide sulfurique
- eau distillée
- Tartrate double d'antimoine et de potassium
- Molybdate d'ammonium
- Acide ascorbique

Préparation des solutions

- **Solution stock de phosphates** (100 mg.L⁻¹)

Dissoudre 143.2 mg de phosphate monopotassique (desséché au préalable à l'étuve à 100°C) dans 990 mL d'eau distillée.

Acidifier la solution par 1 mL d'acide sulfurique à 20 %.

Ajuster le volume à un litre avec de l'eau distillée.

- **Réactif des orthophosphates (réactif molybdique)**

- Préparer au préalable les solution suivantes :

- **Solution de tartrate :**

Dissoudre 0.274 g de tartrate double d'antimoine et de potassium dans 100 mL d'eau distillée

- **Solution d'acide sulfurique (20%)**

Acide sulfurique	100 mL
Eau distillée	400 mL

- **Solution de molybdate d'ammonium** (40 g.L⁻¹)

Molybdate d'ammonium	5 g
Eau distillée	120 mL

- **Solution d'acide ascorbique (20 g.L⁻¹)**

Acide ascorbique	2 g
eau distillée	100 mL

- Préparation du réactif molybdique :

- Solution d'acide sulfurique à 20% 400 mL
- Solution de tartrate 40 mL
- Solution de molybdate d'ammonium à 40 g.L⁻¹ 120 mL
- Compléter à 800 mL avec de l'eau distillée

- **Solution de phosphates pour la construction de la droite étalon** (2 mg.L⁻¹)

A préparer extemporanément

- Solution-stock à 100 mg.L⁻¹ : 20 mL
- Compléter à un litre avec de l'eau distillée

L'orthophosphate réagit avec le molybdate en milieu acide pour former un complexe mixte phosphate/molybdate . Ensuite, l'acide ascorbique réduit le complexe, provoquant une forte coloration bleue de molybdène.

TP CH11 : Dosage des orthophosphates contenus dans l'eau du Dourduff

Préparation de la verrerie

Les doses de phosphates étant très faibles, toute la verrerie doit être rincée à l'acide chlorhydrique à 5 % puis à l'eau distillée pour éviter toute contamination.

Construction de la droite d'étalonnage

1. Gamme étalon

On veut préparer 20 mL d'une solution à 1 mg.L^{-1} à partir d'une solution mère de concentration à 2 mg.L^{-1} .

1.1. Calculer le volume de solution mère à prélever pour préparer cette solution.

1.2. Calculer le volume d'eau à ajouter pour réaliser cette dilution. Pour rendre la solution colorée, on ajoutera après dilution 1 mL d'acide ascorbique et 4 mL de réactif molybdique.

1.3. Préciser la verrerie utilisée pour cette dilution.

1.4. Pour cette solution fille, introduire tout de suite le réactif molybdique et l'acide ascorbique selon les proportions du tableau ci-dessous, attendre environ 15 minutes pour voir apparaître la coloration (chronométrer le temps exact d'apparition de la couleur). Pendant ce temps de coloration répondre à la question 1.5.

1.5. Réaliser les dilutions indiquées dans le tableau à compléter.

Remarque importante : l'ajout du réactif molybdique et de la Solution d'acide ascorbique ne se fera qu'au moment de réaliser les manipulations de la partie 3.

Concentration en phosphate de la solution fille	0 mg.L^{-1}	0.5 mg.L^{-1}	1 mg.L^{-1}	1.5 mg.L^{-1}	2 mg.L^{-1}
Solution étalon de phosphates à 2 mg.L^{-1} (mL)					
Eau distillée (mL)					
Volume de solution fille préparée (mL)	20	20	20	20	20
Solution d'acide ascorbique (mL)	1	1	1	1	1
Réactif molybdique (mL)	4	4	4	4	4
Volume total des solutions préparées avec indicateur coloré (mL)	25	25	25	25	25

2. Spectre d'absorption

On désire savoir à quelle longueur les solutions préparées absorbe le maximum d'énergie lumineuse.

1. Remplir une cuvette standard de spectrophotomètre avec de l'eau distillée.
 2. Allumer le spectrophotomètre :
signal unique ; bouton λ ; afficher une longueur d'onde de 400 nm puis valider bouton « zéro »
 3. Introduire la cuvette standard de spectrophotomètre avec la solution à 1 mg.L^{-1} et lire la valeur d'absorbance à cette longueur d'onde.
 4. Recommencer cette opération pour toutes les longueurs d'onde de 400 nm à 880nm par pas de 20nm.
- Tracer le graphe $A = f(\lambda)$.

Questions

1. Pourquoi est-il nécessaire de faire le zéro d'absorbance pour chaque longueur d'onde ?
2. Quelles est l'allure du spectre obtenu ?
3. Préciser la valeur de longueur d'onde retenue pour réaliser la mesure d'une absorbance de solution d'orthophosphates. Justifier.

3. Mesures de concentration d'orthophosphate d'une eau naturelle

- Remplir cinq cuvettes standard de spectrophotomètre avec chacune des solutions à tester. Attendre 15 minutes.
- Régler la source lumineuse à la longueur d'onde choisie.
- Placer la cuve 0 mg.L^{-1} dans l'emplacement prévu du spectrophotomètre.
- Régler le zéro d'absorbance.
- Enregistrer l'absorbance de chacune des cuves.
- Noter les résultats dans le tableau ci-dessous.
 - Construire la droite d'étalonnage (**absorbance = f [phosphate]**).
 - Introduire 20 mL de l'échantillon d'eau à mesurer dans un flacon. Ajuster le pH à 7 si nécessaire.
 - Ajouter 1 mL de la solution d'acide ascorbique et 4 mL de réactif molybdique.
 - Attendre 30 min, remplir une cuvette standard et mesurer l'absorbance.

Concentrations	0 mg.L^{-1}	$0,5 \text{ mg.L}^{-1}$	1 mg.L^{-1}	$1,5 \text{ mg.L}^{-1}$	2 mg.L^{-1}
Absorbance					

- Déterminer graphiquement la concentration en phosphate dans les échantillons prélevés.

**Les origines, les effets des orthophosphates. Les solutions liées aux pollutions aux orthophosphates.
Texte du TP Dosage des orthophosphates par spectrophotométrie.**

Origines :

Décomposition de la matière organique

Infiltration de fosses d'aisance ou de dépôts de fumier

Rejets industriels, domestiques, agricoles (engrais)

Traitement contre corrosion et entartrage des eaux industrielles : ce traitement a pour effet la diminution de la dureté (magnésium et calcium), de l'alcalinité, augmentation de l'émulsion des huiles, suspension des salissures favorisée

Effets :

Indice de pollution à partir de 0,5 mg/L

Perturbation de l'adoucissement des eaux (eau dure traitée pour la potabilité)

Sous forme d'orthophosphate H_3PO_4

Développement des algues : contribution à l'eutrophisation par un enrichissement excessif en matière nutritive (passage de la lumière réduite, consommation d'oxygène, passage à un système mésotrophe puis eutrophique)

Rejets humains de phosphate dans les eaux usées : part de 30% à 50%

1 mg de phosphore contribue à l'élaboration de 70 à 80 mg de matières organiques.

Dégradation des qualités organoleptiques de l'eau, putréfaction, adioéléments présents.

Solutions :

Traitement de coprécipitation

Influer sur le pH

Niveau guide de 0,4 mg/L avec un niveau maximum de 5,0 mg/L en P_2O_5