

Dosage des ions phosphate Florence Trouillet (INRP ACCES)

Principe :

Les ions phosphates PO_4^{3-} réagissent en milieu acide avec le molybdate d'ammonium pour former un complexe phosphomolybdique de couleur bleue, après réduction par l'acide ascorbique. Nous allons donc réaliser un dosage par spectrophotométrie dans le visible à la longueur d'onde de 720 nm. Dans un premier temps, on prépare une gamme étalon dont on mesure l'absorbance pour tracer une courbe d'étalonnage. Ensuite, on mesure l'absorbance de l'eau à analyser pour déterminer sa concentration en ions phosphate par comparaison avec la courbe d'étalonnage.

Préparation de la solution mère S_0 :

- Peser avec précision 0,439 g de dihydrogénophosphate de potassium sec de formule (KH_2PO_4). Les introduire dans une fiole jaugée de 1 L pour préparer par dissolution une solution **S** de concentration $C = 3,23 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

$$\text{En effet } n = \frac{m}{M(\text{KH}_2\text{PO}_4)} = \frac{0,439}{136,1} = 3,23 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Bien agiter pour homogénéiser la solution.

- Diluer au $1/10^e$ cette solution : prélever à la pipette jaugée 10,0 mL de la solution préparée S et les introduire dans une fiole jaugée de 100 mL puis compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Bien agiter pour homogénéiser la solution.
- Recommencer cette opération (dilution au $1/10^e$ de la solution déjà diluée). On obtient ainsi une solution S_0 de concentration $C_0 = 3,23 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ soit de concentration massique en phosphore $C_0 = 1 \text{ mg P/L}$. La concentration massique en phosphore s'exprime ici en mg P/L (milligramme de phosphore par litre de solution). Il s'agit de la masse d'élément phosphore se trouvant par litre de solution.

$$\text{En effet, } 1,0 \text{ mg d'élément phosphore correspond à } n = \frac{m}{M(\text{P})} = \frac{1,0 \cdot 10^{-3}}{31} = 3,23 \cdot 10^{-5} \text{ mol d'atomes de phosphore.}$$

Comme 1 mole de dihydrogénophosphate de potassium contient 1 mole d'atomes de phosphore, la concentration molaire de la solution S_0 est bien $C_0 = 3,23 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

Préparation de la gamme étalon :

Utiliser le tableau suivant pour fabriquer 5 solutions filles notées S_1 à S_5 , de concentration C' dans 5 tubes à essai numérotés. V_0 est le volume de solution S_0 à introduire (à la micropipette), V_{eau} le volume d'eau distillée à ajouter (à la burette).

Solution	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
C' (mg P/L)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
V_0 (mL)	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
V_{eau} (mL)	4,5	4,0	3,5	3,0	2,5

On obtient une échelle de teinte.

Tracé de la courbe d'étalonnage :

- Ajouter 1,0 mL du réactif dont la préparation est indiquée ci-dessous, au contenu de chaque tube à essai.
- Bien agiter. Attendre environ 15 min que la coloration bleue se stabilise.
- Mesurer l'absorbance A de chaque solution pour un filtre de longueur d'onde $\lambda = 720 \text{ nm}$ (filtre rouge). (Ne pas oublier de « refaire le blanc » entre chaque mesure)
- Tracer la courbe illustrant les variations de l'absorbance A en fonction de la concentration C'.

Préparation du réactif :

- 148 mL d'acide sulfurique concentré dans une fiole de 1 L. Ajuster avec de l'eau distillée.
- 12 g de molybdate d'ammonium dans 250 mL d'eau distillée.
- 0,291 g de tartrate double d'antimoine et de potassium dans 100 mL d'acide sulfurique 4 N.
- Mélanger les trois solutions dans une fiole de 2 L et ajuster avec de l'eau distillée.
- Dissoudre 1 g d'acide ascorbique dans 50 mL de la solution de molybdate ainsi préparée.
- Une coloration jaune se forme.

Analyse d'une eau de rivière :

- Il faut commencer par filtrer l'eau prélevée dans la rivière sur büchner (filtration avec aspiration).
- Introduire 5,0 mL d'eau de rivière filtrée dans un tube à essais + 1,0 mL de réactif et mesurer comme précédemment l'absorbance.
- Utiliser la courbe précédemment tracée pour déterminer la concentration massique en phosphore de l'eau analysée.

Sécurité :

KH_2PO_4 : précautions d'usage , S22-24/25

Réactif : corrosif

Utilisation du spectrophotomètre :

1. Brancher le cordon d'alimentation et mettre l'appareil sous tension ; la lampe témoin verte s'allume.
2. Mettre le filtre correspondant à la longueur d'onde λ choisie dans son logement.
3. Placer la **solution de référence** (ici : de l'eau distillée) dans le logement pour tube à essais et appuyer brièvement sur le bouton poussoir **R** (Référence). Le voyant rouge s'allume et l'afficheur doit indiquer .00A (ce qui signifie que l'absorbance A de la solution est nulle).
4. Retirer la solution de référence et insérer dans le logement le tube à essais contenant la solution dont on veut mesurer l'absorbance. Appuyer puis relâcher le bouton poussoir **T** (Test) Le voyant lumineux s'allume à nouveau, et indique l'absorbance de la solution à la longueur d'onde λ .

Remarque importante : il est nécessaire de refaire « le blanc » (réglage avec l'eau distillée) avant chaque mesure pour plus de précision.