

Phosphate dans les eaux salines : Dosage colorimétrique par flux continu segmenté (SFA)

Références de la méthode

La méthode qui suit est dérivée de la publication suivante	A. Aminot, R. Kérouel 2007. Dosage automatique des nutriments dans les eaux marines : méthodes en flux continu. Editions Ifremer, méthodes d'analyse en milieu marin, 188 p.
Norme dont est tirée la méthode	Néant
Niveau de validation selon Norman	Niveau 1
Code SANDRE de la méthode (suivant niveau de validation)	762

Généralités

Nom de la famille de substances	Nutriment
Nom des substances individuelles	Orthophosphate (PO_4^{3-})
Code SANDRE des substances individuelles	1433
Matrice analysée	Eaux salines
Acronyme	SFA
Principe de la méthode	La méthode repose sur la réaction de l'orthophosphate avec le molybdate, en présence d'antimoine, pour former le complexe phosphomolybdique, qui est ensuite réduit par l'acide ascorbique pour former un composé bleu. L'analyse colorimétrique est réalisée à une longueur d'onde de 820 nm à l'aide d'un auto analyseur en flux continu.
Domaine d'application	Domaine faible : 0,05 à 2,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine fort : 1,0 à 6,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	Il est nécessaire de mesurer la salinité de l'échantillon pour déterminer l'interférence provoquée par « l'effet de sel ». La présence de sel peut en effet provoquer une modification des conditions de réaction, et/ou modifier les caractéristiques d'adsorption du composé analysé ou de son produit de réaction sur les parois du circuit analytique.
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	Les échantillons sont manipulés avec des gants.

Protocole analytique

Prétraitement

Fraction analysée :	Fraction dissoute
Conditionnement et conservation des échantillons - Protocole : - Nature du contenant de stockage : - Lavage du contenant : - Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Lors de l'échantillonnage sur le terrain, pré-filtration de préférence à 10 µm (membrane en nylon rincée à l'eau déminéralisée). Remplissage inférieur au ¾ du volume total du flacon. Congélation à -25°C pendant plusieurs mois. Flacons en polyéthylène haute densité (HDPE) de 30 à 100 mL Lavage à l'acide dilué (HCl 1%). Rinçage à l'eau déminéralisée suivi de 3 rinçages avec l'échantillon lors du prélèvement. L'échantillon doit être congelé au plus tôt après le prélèvement (max 10 h). Stable plusieurs mois en cas de congélation à - 25°C, flacon maintenu debout.
Filtration : - Type de filtre et méthode de nettoyage : - Type de support de filtration :	Membrane filtrante nylon de porosité 10 µm (filtration terrain) Néant
Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Centrifugation après décongélation de l'échantillon à température ambiante ou au réfrigérateur (flacon debout).

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL ou mg selon la phase analysée)	< 5 mL pour chaque prise d'essai
Dérivation	Néant
Extraction	Néant
Purification	Néant
Conservation de l'extrait	sans objet
Minéralisation	Néant
Volume ou masse finale avant analyse :	Sans objet

Méthode analytique utilisée :

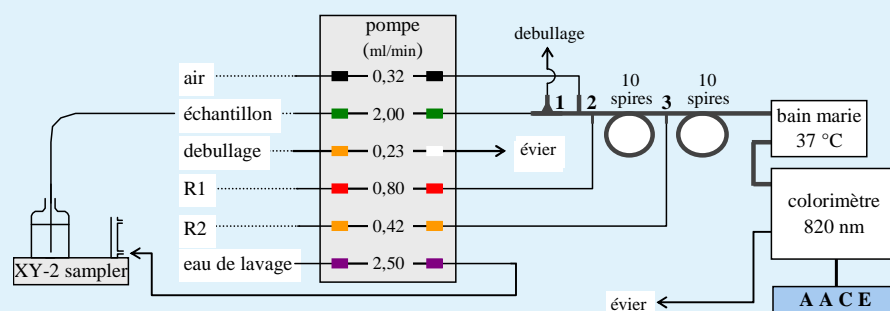
Dosage spectrophotométrique par flux continu segmenté.

Détecteur :

- Longueur d'onde de mesure : 820 nm
- Trajet optique : 1 cm
- Fréquence analytique conseillée : 25 mesures.h⁻¹.

Conditions réactionnelles du dosage :

Caractéristique	Conditions réactionnelles
H ₂ SO ₄	0,17 mol/L
Mo	4,8 mmol/L
Sb	0,063 mmol/L
H ⁺ /Mo	71
Acide ascorbique	6,1 mmol/L
pH	0,8
Température de réaction	Ambiante puis 37°C
Temps de réaction	30s puis 2 min 20s



Manifold pour les mesures de PO₄³⁻ des domaines faible et fort

Equipements¹ (modèles utilisés) :

Colorimètre AA3 HR 2 voies avec logiciel d'exploitation AACE (Seal®)
Sampler XY2 (Seal®)
Pompe AA3 (Seal®)

Type d'étalonnage

Interne à partir d'« eau de mer appauvrie » (eau de mer épuisée en nutriments après stockage de quelques mois au laboratoire dans un baril en polyéthylène à la lumière du jour)

Modèle utilisé

Linéaire

Etalons / Traceurs utilisés

Etalons de travail préparés par dilution dans de l'eau de mer appauvrie et validés par dilution d'étalons Certipur Merck (NIST)

Domaine de concentration

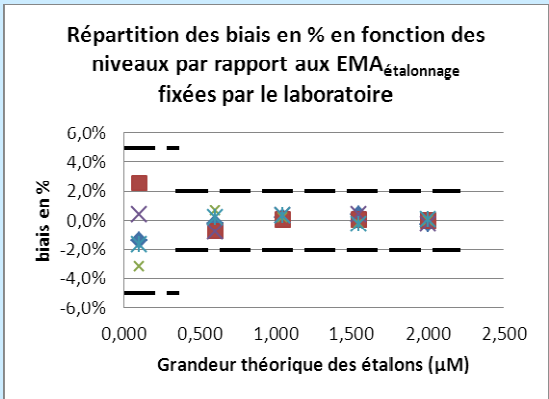
Domaine faible (« océanique et côtier ») : 0,05 ; 0,10 ; 0,60 ; 1,05 ; 1,55 ; 2,00 μmol.L⁻¹
Domaine fort (« estuarien ») : 1,00 ; 2,25 ; 3,50 ; 4,75 ; 6,00 μmol.L⁻¹

Méthode de calcul des résultats

Régression linéaire

¹ Les matériels cités ici constituent des exemples d'application satisfaisante. Ces mentions ne constituent pas une recommandation exclusive, ni un engagement quelconque de la part du rédacteur ou d'AQUAREF

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée Modèle utilisé Domaine de validation	NF T 90-210 : mai 2009 Linéaire Domaine faible (« océanique et côtier ») : 0,05 à 2,00 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine fort (« estuarien ») : 0,12 à 6,00 $\mu\text{mol.L}^{-1}$								
Matériaux de référence certifiés utilisés	Dilution de Certipur Merck (NIST)								
Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)	< LQ								
Limite de quantification (LQ)	<p>La LQ a été vérifiée selon la norme NF T90-210. Son exactitude est vérifiée pour chaque domaine par rapport à un écart maximal acceptable (EMA) de 60% de la LQ selon les critères de la norme NF T90-210.</p> <p>Domaine faible (« océanique et côtier ») : 0,05 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ avec un biais de - 7.2 %.</p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>La LQ du domaine fort (« estuarien ») est de 0,12 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ (biais de - 2.7 %). Dans la pratique, les échantillons de faible concentration sont analysés avec la gamme d'étalonnage du domaine faible.</p>								
Spécificité de la méthode	Interférent possible : salinité								
Incertitudes (%) sur les résultats - par niveau de concentration	<p>Méthode d'évaluation : NF T 90-220, approche découlant du GUM Facteur d'élargissement : $k = 2$</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr style="background-color: #D3D3D3;"> <th>Niveau ($\mu\text{mol/L}$)</th> <th>Incertitude-type composée relative (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,60</td> <td>0,8%</td> </tr> <tr> <td>2,00</td> <td>0,7%</td> </tr> <tr> <td>6,00</td> <td>0,2%</td> </tr> </tbody> </table>	Niveau ($\mu\text{mol/L}$)	Incertitude-type composée relative (%)	0,60	0,8%	2,00	0,7%	6,00	0,2%
Niveau ($\mu\text{mol/L}$)	Incertitude-type composée relative (%)								
0,60	0,8%								
2,00	0,7%								
6,00	0,2%								

Contact

Auteur	Anne Daniel
Institut	IFREMER
Adresse mail	anne.daniel@ifremer.fr