

Dosage des phosphates. Méthode colorimétrique de Misson.

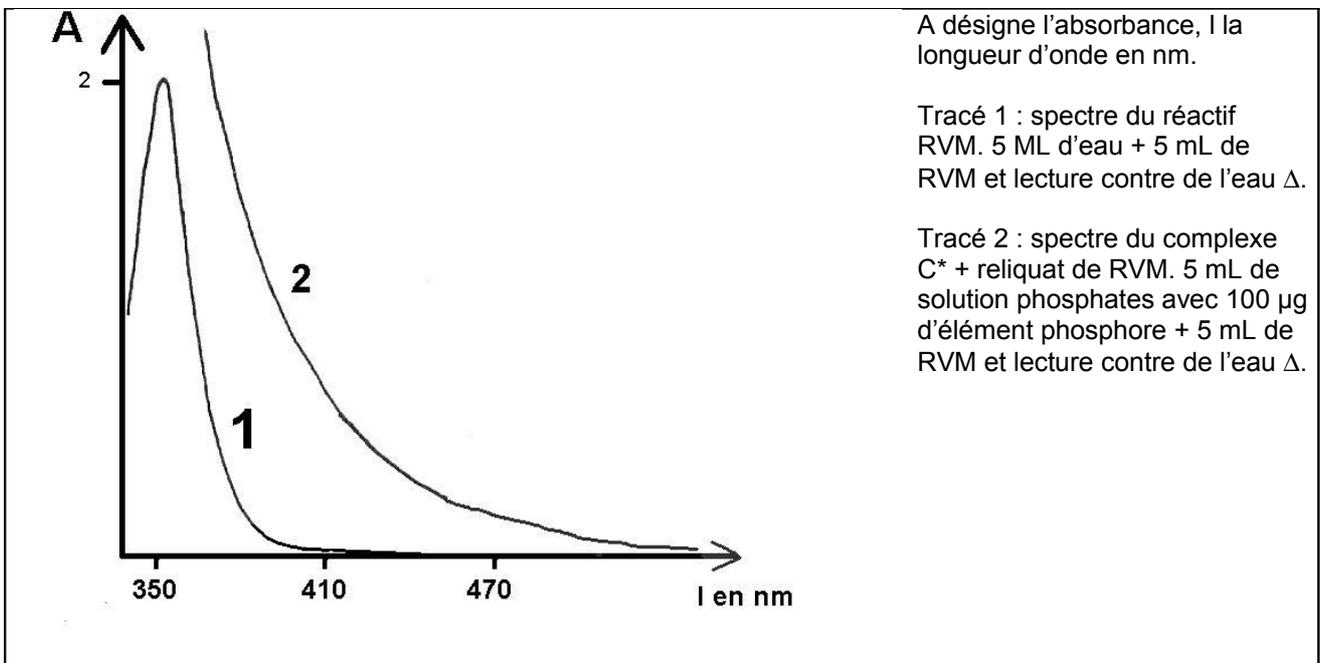
1. Réaction du dosage

Le réactif dosant est une solution acide (le solvant est une dilution au 1/5 d'acide nitrique concentré) de molybdate et de vanadate d'ammonium appelée dans la suite réactif RVM.



complexe C^* = complexe phosphovanadomolybdique = $((\text{NH}_4)_3, \text{PO}_4, \text{NH}_4, \text{VO}_3, 16\text{MoO}_3)$

Le complexe C^* est jaune intense et peut être dosé par photométrie d'absorption moléculaire vers 440 nm.



Remarques :

les substances susceptibles de précipiter avec le réactif RVM doivent être éliminées. C'est le cas des protéines.

La silice conduit à un complexe jaune avec le réactif RVM qui est cependant beaucoup moins absorbant.

Question : analyse des spectres et critique du choix de 440 nm comme longueur d'onde de dosage.

Réponse : Le complexe PVM absorbe plus que le RVM sur l'étendue des longueurs d'onde étudiées. Pour le dosage, l'idéal serait l'existence de spectres présentant un extremum pour lequel la différence de coefficient d'absorbance spécifique (ϵ) entre le complexe PVM et le RVM soit maximale. Ceci n'existe pas avec les 2 spectres proposés, on se contentera de choisir une longueur d'onde pour laquelle l'écart des ϵ est important (pour un dosage sensible) mais pour laquelle la pente des spectres est faible (pour éviter un dosage peu reproductible). 440 nm paraît être un bon compromis qui permet l'utilisation de cuves de lectures en polystyrène.

2. Mode opératoire pour le dosage des phosphates dans une boisson gazeuse de type soda-cola.

2.1 Données de sécurité

Le réactif de Misson, par son caractère très acide (acide nitrique au 1/5), est corrosif et provoque des brûlures. Il contient du vanadate d'ammonium, une substance très toxique et irritante à l'état de poudre ainsi que du molybdate, une substance irritante. Conclusion : port obligatoire d'une blouse appropriée et des lunettes de sécurité. Rejet dans le récipient prévu à cet effet dans le cadre du système de rejets du Lycée.

2.2 Étalonnage

solution de phosphates	x mL
eau distillée	1-x mL
réactif RVM	1 mL

Homogénéiser, attendre 5 minutes et lire à 440 nm.

On limitera le tube étalon de réaction le plus chargé vers 2 μmol de phosphates (la valeur de 3 μmol est possible).

Réaliser l'étalonnage en utilisant KH_2PO_4 , solide, pur, anhydre, MM = 136,09 g/mol. Préparer une solution étalon phosphates à 0,5444g/L (4,000 mmol/L) en KH_2PO_4 par pesée exacte de 0,1361 g de KH_2PO_4 pur (balance analytique au 1/10 mg) et mise en solution en eau distillée qsp 250 mL en fiole jaugée (ou pesée exacte de 0,1089 g qsp 200 mL).

Travail à réaliser et compte-rendu :

- Présenter un tableau de gamme d'étalonnage selon le mode opératoire du §2.1.2 (qui permette de travailler directement en cuves pour photométrie) ;
- Réaliser l'étalonnage en lisant les absorbances contre de l'eau distillée. Établir la fonction d'étalonnage $(A_{\text{eti}} - A_{\text{tr}}) = f(\text{quantité de phosphates en } \mu\text{mol})$ par régression linéaire. A_{eti} désigne l'absorbance d'un étalon i et A_{tr} l'absorbance du témoin réactif.

2.3 Dosage des phosphates d'un soda-cola

Les soda-cola sont généralement, au moins en partie, acidifié par introduction d'acide phosphorique (H_3PO_4).

Dégazer le soda. Doser en réalisant le(s) témoins de compensation (TCE) convenables (on dispose d'acide nitrique concentré qui a été dilué au 1/5, il sera utilisé dans les TCE car l'absorbance propre des sodas est influencée par le pH). Traiter la gamme et les essais en même temps. On demande de réaliser des prises d'essai « soda-cola » de 200 μL . Travailler avec 3 mesurages en conditions de répétabilité.

L'écart-type de répétabilité $s_r = 0,1 \text{ mmol/L}$. L'étendue critique à la confiance 0,95 est de 3,3 s_r pour 3 essais en conditions de répétabilité.

Compte-rendu

- pourquoi dégazer ?
- composition des témoins de compensation, intérêt ?
- résultats obtenus.

Bibliographie : Documents techniques et données obtenues lors du Stage métrologie TBS0101 du 12 et 13 Janvier 2006 ; Académies de Créteil et Paris. Merci aux participants.