

**MILIEUX AQUEUX
DOSAGE ORTHOPHOSPHATE, PYROPHOSPHATE
METAPHOSPHATE ET TRIPOLYPHOSPHATE
CHROMATOGRAPHIE IONIQUE HAUTE PERFORMANCE**

Page 1/9

Sans restriction d'utilisation

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la séparation et le dosage des orthophosphates, métaphosphates, pyrophosphates et tripolyphosphates en milieux aqueux en régime de gradient d'élution. Elle s'applique à l'analyse des bains de dégraissage, de phosphatation et de traitements de surfaces.

2.PRINCIPE

L'échantillon est injecté puis entraîné par un éluant. Les phosphates sont séparés sur une colonne puis détectés par conductimétrie. La surface intégrée est proportionnelle à la concentration en phosphate détecté.

Le dosage est fait par étalonnage externe.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE IONIQUE,

de chez DIONEX comprenant :

- un système de détection par conductimétrie,
- une pompe à gradient,
- un micro-ordinateur.

3.2.PRECOLONNE AG11,

(4 mm x 50 mm) référence DIONEX : 44078.

3.3.COLONNE AS11,

(4 mm x 250 mm) référence DIONEX : 44076.

3.4.ION PAC ATC 1,

(9 mm x 24 mm) référence DIONEX : 37151.

3.5.MODULE DE DEGAZAGE A L'HELIUM (EDM2),

référence DIONEX : 37124.

3.6.MEMBRANE AUTO REGENERANTE (ANIONS),

référence DIONEX : 43189.

3.7.BALANCE DE PRECISION,

à 1 mg près.

3.8.FIOLES JAUGEES,

de 10, 20, 25, 50, 100, 200 ml, 1 l et 2 l de classe A.

OR : 10/03/2000

www.sepana.ir

3.9.PIPETTES DE PRECISION,

de 1, 2, 5, 10, 20 et 25 ml de classe A.

3.10.SERINGUES EN PLASTIQUE,

de 1 ou 5 ml.

4.PRODUITS**4.1.REACTIFS****4.1.1.SOLUTION DE SOUDE,**

à 50 %, référence Aldrich 41,541-3 en 25 ml (NaOH).

4.1.2.POTASSIUM DIHYDROGENO PHOSPHATE,

de chez Merck, référence 1.04873.0250 (KH_2PO_4).

4.1.3.TETRA SODIUM DI PHOSPHATE,

de chez Merck, référence 1.06591.0500 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, 10 H_2O).

4.1.4.SODIUM METAPHOSPHATE,

de chez Carlo Erba, référence 481557 (Na PO_3).

4.1.5.PENTA SODIUM TRI PHOSPHATE,

de chez Merck, référence 1.06999.0100 ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$).

4.1.6.EAU,

servant à la préparation des solutions, elle doit être bidistillée ou désionnisée (résistivité $\geq 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$).

Nota : Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité "ultra purs".

5.MODE OPERATOIRE**5.1.PREPARATION DES ETALONS****5.1.1.SOLUTION MERE**

Peser à 1 mg près avec la balance de précision (3.7.) :

0,573 g de KH_2PO_4 (4.1.2.) soit : $\text{PO}_4^{3-} = 400 \text{ mg/l}$

0,513 g de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ (4.1.3.) soit : $\text{P}_2\text{O}_7^{4-} = 200 \text{ mg/l}$

12,911 g de NaPO_3 (4.1.4.) soit : $\text{PO}_3^- = 10000 \text{ mg/l}$

0,727 g de $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ (4.1.5.) soit : $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-} = 500 \text{ mg/l}$

Les dissoudre dans de l'eau, homogénéiser et compléter à 1 l dans une fiole jaugée (3.8.).

5.1.2.SOLUTIONS ETALONS

Diluer la solution mère (5) au 1/10, au 1/20 et 1/50. Ces solutions étalons auront les concentrations suivantes :

Inhibiteur (mg/l)	Dilution 1/10	Dilution 1/20	Dilution 1/50
PO_4^{3-}	40	20	8
$\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$	20	10	4
PO_3^-	1000	500	200
$\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$	50	25	10

5.2.PREPARATION DES ELUANTS

5.2.1.ELUANT 1,

(E₁) : eau (4.1.6.).

5.2.2.ELUANT 2,

(E₂) : solution à 5 m.mole de soude soit 0,26 ml de soude à 50 % (4.1.1.) pour 1 l d'eau.

5.2.3.ELUANT 3,

(E₃) : solution à 100 m.mole de soude soit 5,25 ml de soude à 50 % (4.1.1.) pour 1 l d'eau.

5.3.ANALYSE

5.3.1.ANALYSE DE L'ECHANTILLON

Avant chaque série d'analyses, injecter une solution connue, par exemple la solution étalon diluée 1/10 pour vérifier la réponse (en temps de rétention, forme des pics et surfaces intégrées).

Injecter 3 fois à l'aide de la seringue (3.10.) l'échantillon à analyser. Si la concentration est trop élevée, diluer l'échantillon pour éviter la saturation du détecteur conductimétrique (3.1.).

5.3.2.MISE EN PLACE DE LA CHAÎNE CHROMATOGRAPHIQUE

- Mettre en marche l'appareil en suivant les instructions.
- Passer sur la gamme adéquate du conductimètre (3.1.) en général 10 $\mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$.
- Dégazer puis pressuriser les éluants à l'aide du module de dégazage (3.5.).
- Laisser le système s'équilibrer, c'est-à-dire jusqu'à l'obtention d'une ligne de base stable.
- Injecter à l'aide de la seringue (3.10.) de l'eau (4.1.6.).
- Lancer le programme d'élution.

5.3.3.PROGRAMMATION DU GRADIENT D'ELUTION

Etape	Temps (min)	Débit (ml/min)	Eluant		
			E ₁ (%)	E ₂ (%)	E ₃ (%)
1	0	2	90	10	0
2	2,5	2	90	10	0
3	6	2	0	100	0
4	25	2	20	0	80
5	27	2	90	10	0
6	35	2	90	10	0