



HAL
open science

Dosage du phosphore par la méthode au vert de malachite - Mode opératoire (Van Veldhoven Mannaerts, 1987) USRAVE Bordeaux MO-ANA-09

Eric Lecloux

► **To cite this version:**

Eric Lecloux. Dosage du phosphore par la méthode au vert de malachite - Mode opératoire (Van Veldhoven Mannaerts, 1987) USRAVE Bordeaux MO-ANA-09. INRAE UMR AGIR. 2022. hal-04243906

HAL Id: hal-04243906

<https://hal.inrae.fr/hal-04243906v1>

Submitted on 16 Oct 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

Préparation des réactifs 1 et 2

Dosage du phosphore par la méthode au vert de malachite

Mode opératoire (Van Veldhoven Mannaerts, 1987)

USRAVE Bordeaux MO-ANA-09

Eric Lecloux, UMR AGIR, 2022

- Tableau des réactifs à utiliser

Produit	Pureté	Danger
Molybdate d'ammonium $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$	Pur	
Polyvynil alcool $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x$	Pur	////////
Vert de malachite $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_2$	Pur	
Acide sulfurique H_2SO_4	à 95%	

Sécurité opérateur : Les produits utilisés pour la préparation des réactifs 1 et 2 comportent des mentions de danger :



Produit corrosif



Produit irritant



Dangereux pour l'environnement



Peut provoquer des maladies graves

Se munir des E.P.I. (équipements de protection individuels) : gants (1 en paire en latex ou nitrile , une épaisse et une anti chaleur) blouse, lunettes de sécurité (ou visière + manipuler sous hotte pour les produits volatils et la réaction acide / eau.

- Equipements de protection



Hotte de sécurité

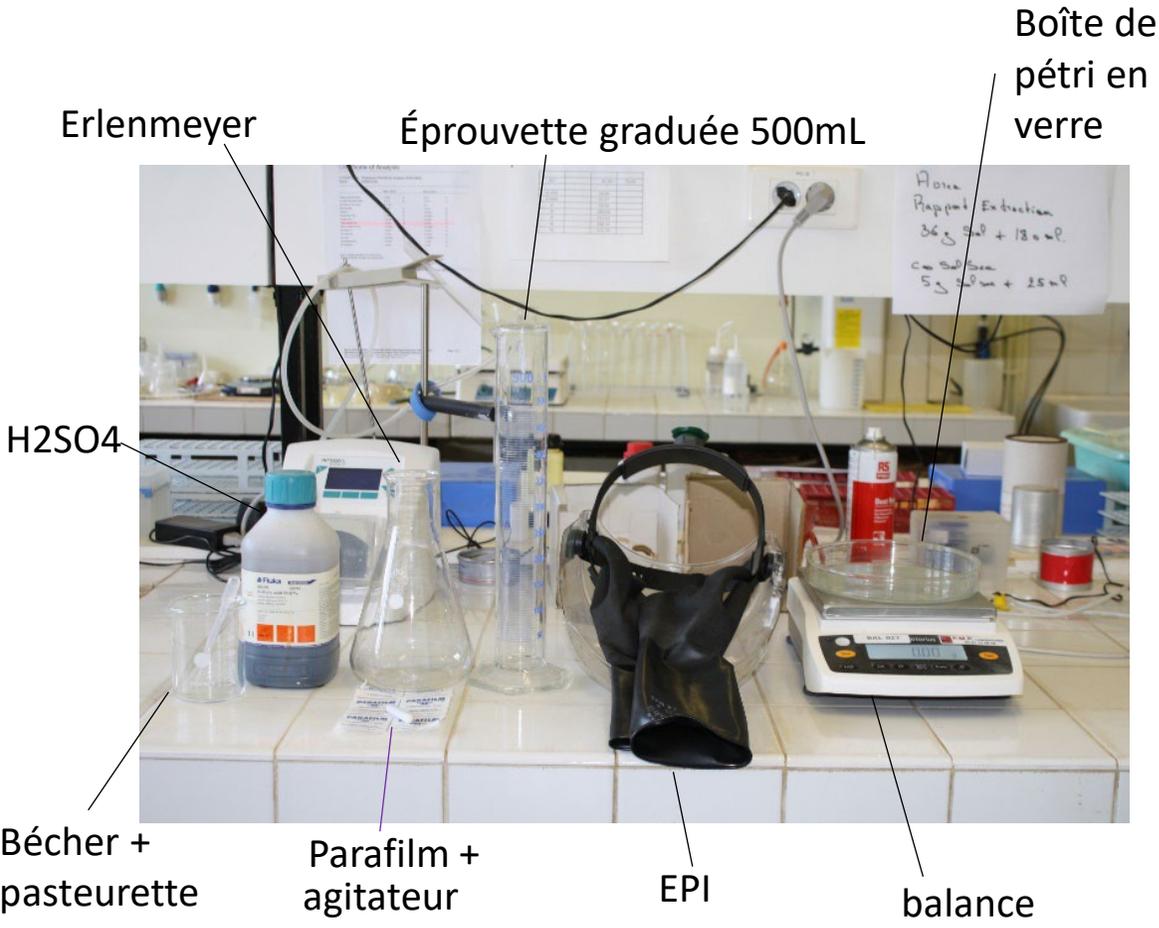


E.P.I

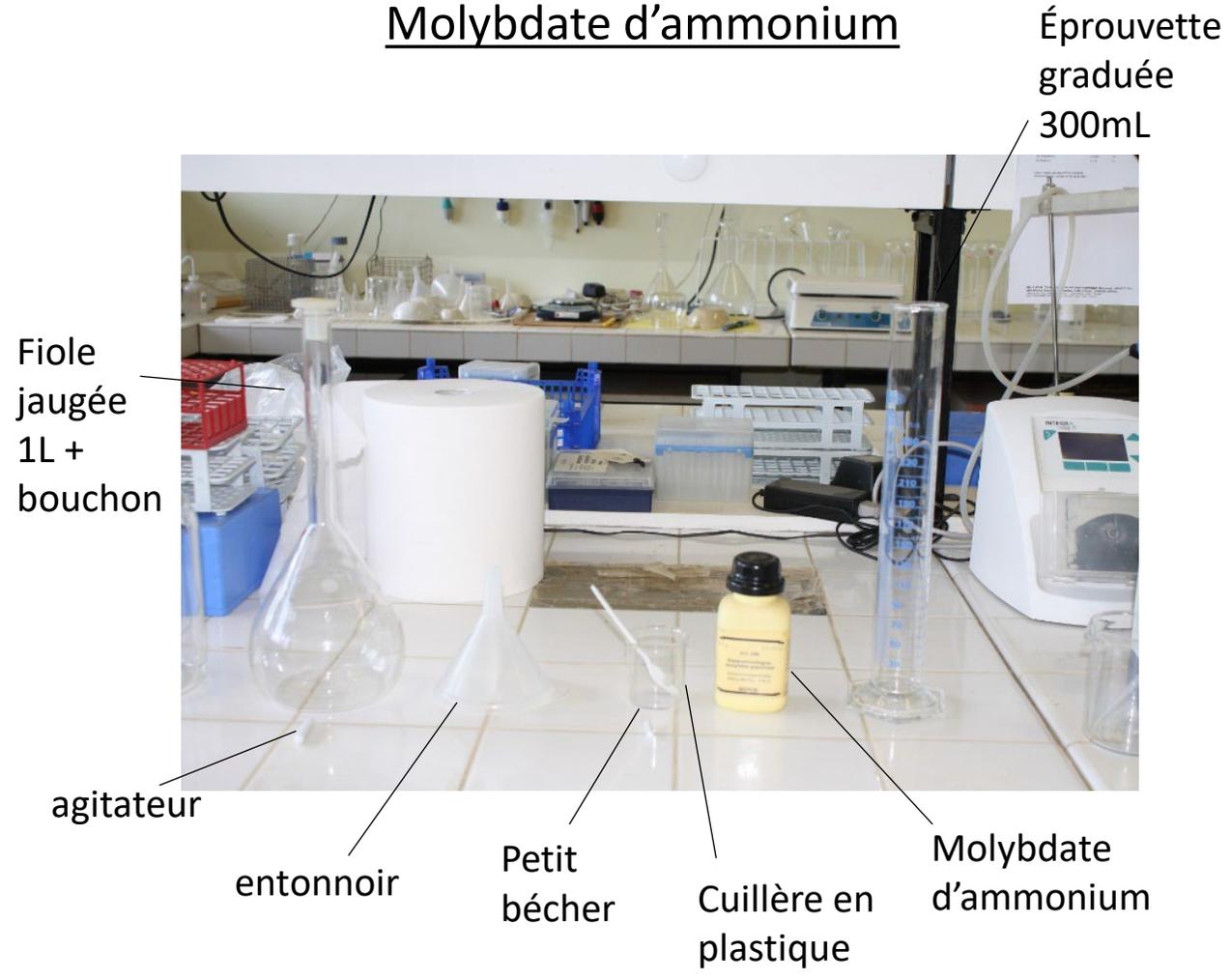
Réactif 1 :

matériels	consommables	produits	EPI	Contrôles
erlenmeyer	parafilm	H2SO4 (95%) 	Gants nitrile et Kevlar + lunette de sécurité ou visière , sorbonne et blouse	
éprouvette graduée 500mL	Pipette compte-goutte	molybdate d'ammonium	Blouse fermée	
boîte de pétri	cuillère en plastique		visière	
bécher				
agitateurs				
balance				Externe annuel Interne avant utilisation
Fiole jaugée 1L				
bouchon				
entonnoir				
petit bécher				
éprouvette 300mL				
Flacon de stockage				
Piluliers identifiés				

• **Matériel R1**



Acide sulfurique (95%)



- Réactif 1 : Acide sulfurique (95%) 



- Contrôle de la balance à faire préalablement
- $d(\text{acide sulfurique}) = 1,83$
- Diluer 168 mL d'acide sulfurique
- Donc peser très précisément $1,83 \times 168 = 307,44$ g d'acide sulfurique

- Réactif 1 : Acide sulfurique (95%) 

- Introduire 500 mL d'eau



- Verser l'acide dans l'eau



- Insérer l'agitateur + homogénéiser

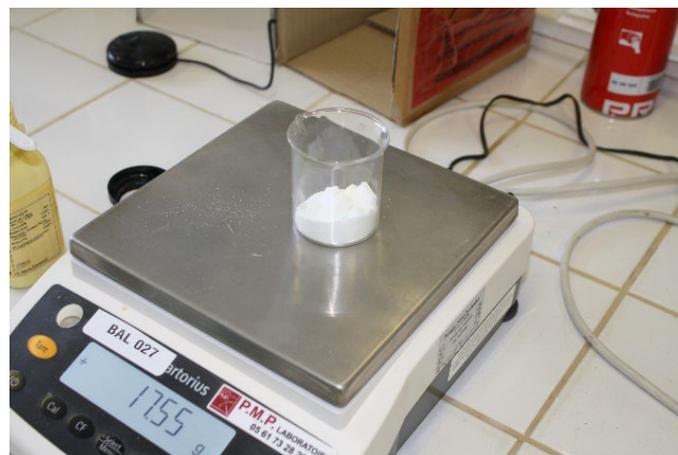


- Réaction exothermique -> porter gants



- Laisser refroidir la solution acide + eau au congélateur (-18°C)

- Réactif 1: Molybdate d'ammonium 



1. Peser 17,55 g de molybdate d'ammonium avec une cuillère en plastique

• Réactif 1 : Molybdate d'ammonium 

➤ Verser le molybdate dans la fiole jaugée



➤ Verser l'eau dans la fiole jaugée (+ rincer entonnoir et bécher)



➤ Insérer l'agitateur



➤ Homogénéiser



• Réactif 1 : Acide sulfurique + molybdate d'ammonium



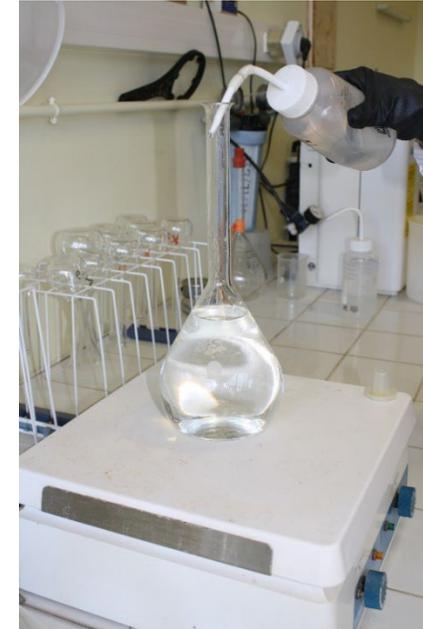
- Sortir l'erlenmeyer du congélateur (au moins une demi-heure de refroidissement)
- Retirer l'agitateur



- Récupérer la fiole de molybdate d'ammonium dissous



- Introduire la solution d'acide diluée dans la fiole jaugée de 1 L
- Température de l'acide entre 12 et 15°C avant de le verser
- Versement en rotation pour éliminer toutes les gouttes dues à la réaction



- Ajuster au trait de jauge
- Agiter



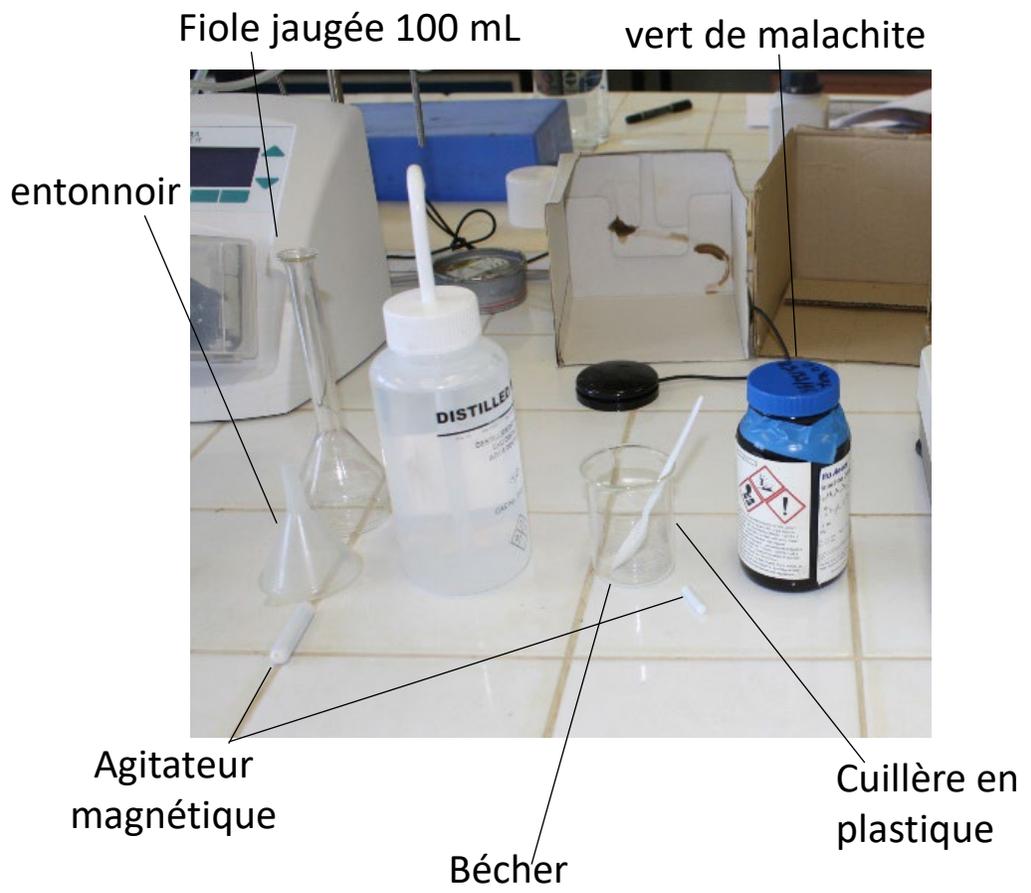
- Conditionner et identifier

Réactif 2 :

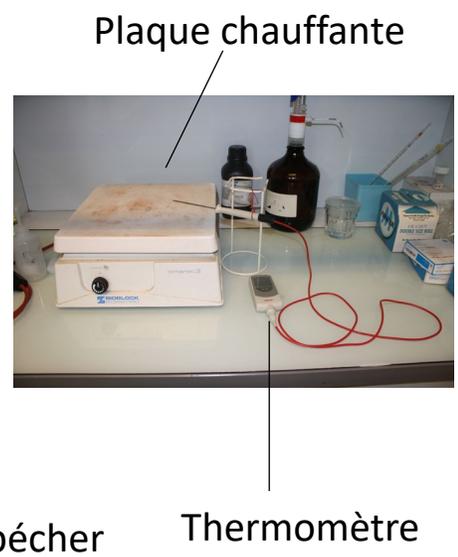
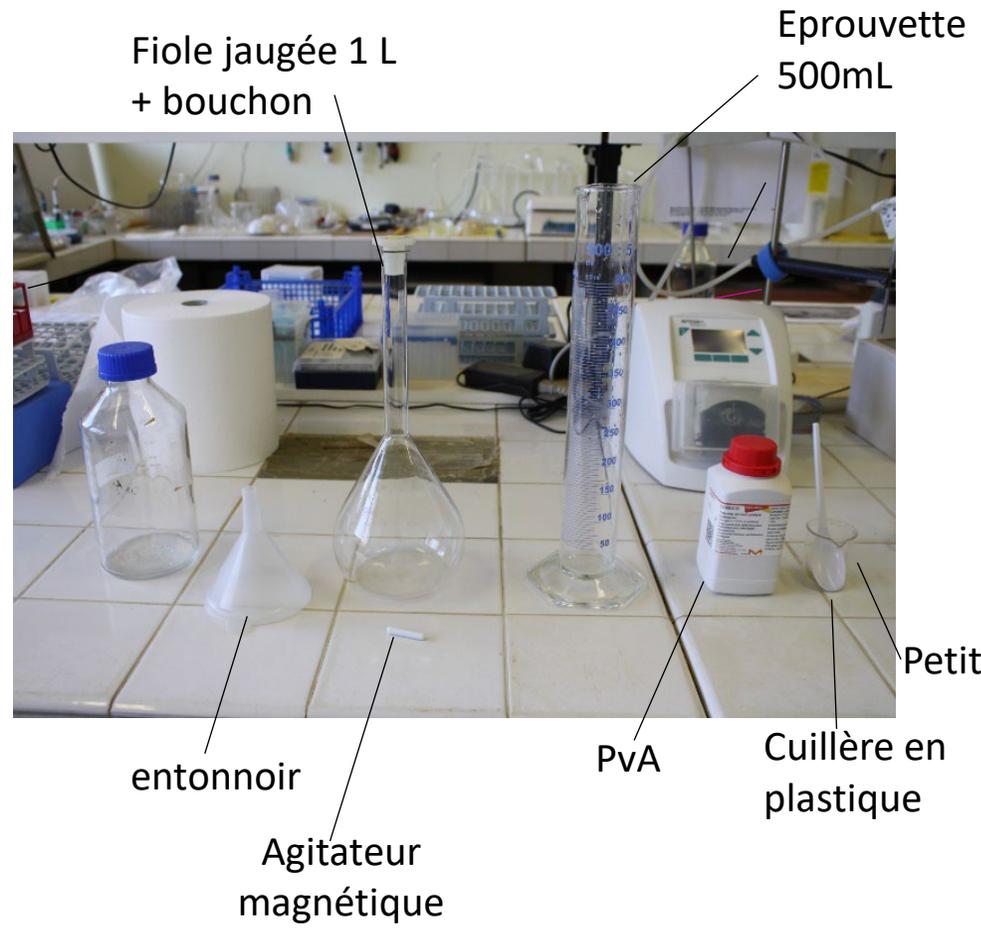
matériels	consommables	produits	EPI	Contrôles
fiole jaugée 100mL	cuillère en plastique	PvA	Gants nitrile	
entonnoir		Vert de malachite	Blouse fermée	
2 agitateurs				
bécher				
fiole jaugée de 1L				
bouchon				
éprouvette graduée 500mL				
entonnoir				
agitateur magnétique				
petit bécher				
plaque chauffante				
thermomètre				
Balance				Externe annuel Interne avant utilisation

• **Matériel R2**

Polyvinyle alcool



Vert de malachite



Petit bécher

• Réactif 2 :

Vert de malachite C.I. : 42000



- Contrôle de la balance à faire préalablement
- Peser 0,35 g de vert de malachite avec une cuillère en plastique

- Réactif 2 : Vert de malachite C.I. : 42000



- Verser dans une fiole jaugée de 100mL
- Rincer le bécher avec une pissette d'eau distillée



- Ajuster au trait de jauge
- Ajouter un agitateur



- Homogénéiser

- Réactif 2 : Polyvinyle alcool à 72000 g.mol^{-1}



- Contrôle de la balance à faire préalablement
- Peser 3,5 g de PvA

- Réactif 2 : Polyvinyle alcool à 72000 g.mol^{-1}



- Préparer 800mL d'eau distillée



- Ajouter le PVA dans la fiole jaugée de 1L



- Verser l'eau dans la fiole jaugée
- Rincer entonnoir + bécher



- Chauffer jusqu'à 90°C pour une dissolution totale
Pas d'ébullition

• Réactif 2 : Vert de malachite + Polyvinyle alcool



- Récupérer la fiole de vert de malachite



- Introduire la solution de PvA refroidie dans une fiole jaugée de 1 L, ajouter la solution de vert de malachite puis ajuster.
- Versement en rotation pour tout récupérer

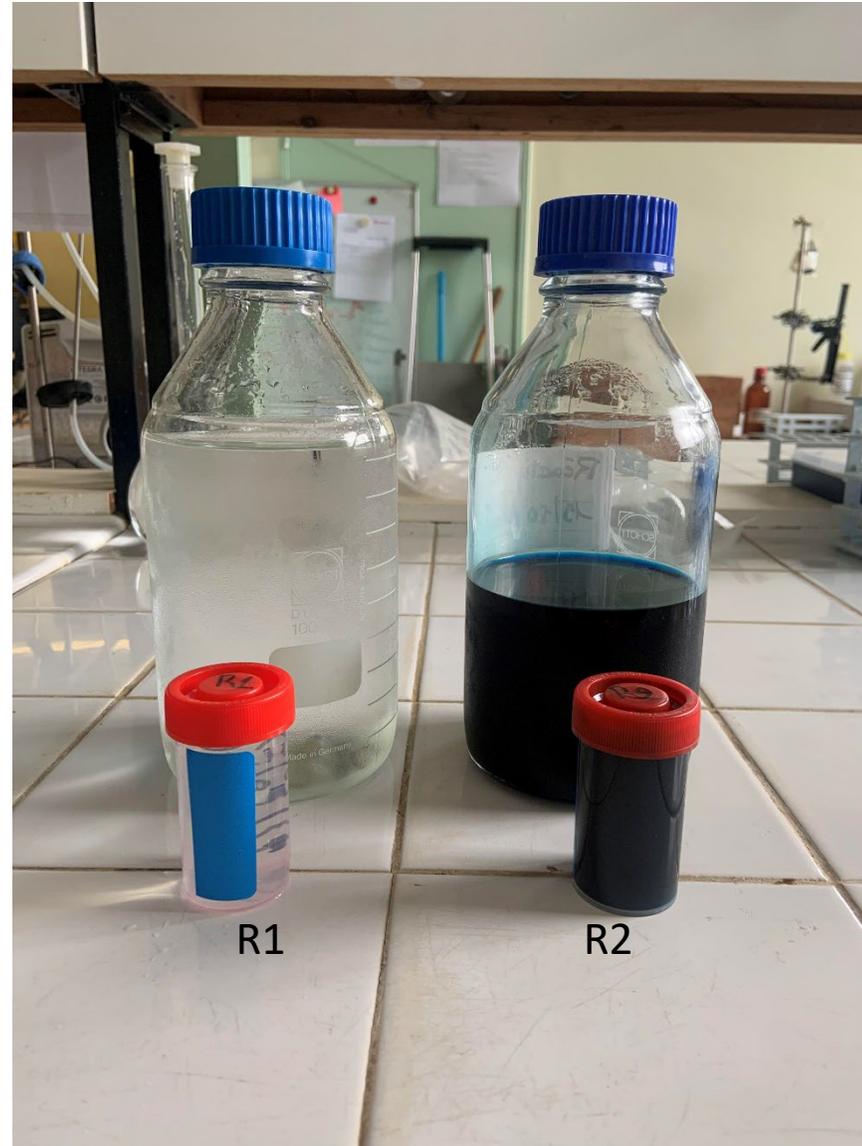


- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau distillée



- Conditionner + identifier

- Conditionnement



➤ Verser chaque réactif dans un pilulier identifié

- Conservation et utilisation des réactifs :

Solution	Durée maximale de validité	Conservation	Utilisation
R1	un à deux ans	en fiole, à environ 4°C (chambre froide)	Transférer les quantités nécessaires 24h avant utilisation (les solutions doivent être à température ambiante)
R2			