Code Bibliothèque FS : B.S/133/2025

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'Hamed BOUGARA Boumerdes

Faculté des Sciences

Département de Chimie

جامعة محمد بوقرة بومرداس
مكتبة
كلية العلوم

Domaine: Sciences de la Matière
Filière: Chimie

Polycopié de Travaux pratiques de Chimie Analytique Appliquée à l'Environnement

poly 54/03/25
1ex

Réalisé par: Dr. CHIKHI Sabah (Maitre de Conférences B)

Ce polycopié est destiné aux étudiants inscrits en Master (M1) spécialité Chimie Analytique

2024/2025

Avant-propos

La chimie analytique est une discipline fondamentale de la chimie, qui vise à étudier le comportement chimique et physique des composés, qu'ils soient à l'état pur ou en solution, dans des conditions variées. Elle permet d'obtenir, d'interpréter et d'exploiter les informations relatives à la nature, la composition et la structure des substances présentes dans des échantillons issus de domaines aussi divers que la médecine, l'agroalimentaire, la biochimie, la sécurité ou encore l'environnement.

Dans un contexte où l'eau, ressource naturelle essentielle à la vie, subit une dégradation préoccupante sous l'effet des activités industrielles, agricoles et urbaines, l'analyse chimique de l'eau s'impose comme un outil de premier plan pour évaluer et contrôler sa qualité. Elle permet de surveiller les paramètres physiques, chimiques et biologiques influant sur les écosystèmes aquatiques et sur la santé humaine.

Ce polycopié de Travaux Pratiques a pour objectif de former les étudiants de **Master 1** – **Spécialité Chimie Analytique** – à l'utilisation raisonnée des différentes méthodes d'analyse, qu'elles soient chimiques, physiques ou physico-chimiques. Il s'agit d'apprendre à choisir, en fonction des objectifs de l'analyse, les techniques les plus appropriées : spectroscopiques, électrochimiques, séparatives, etc. Cette formation pratique vise à doter l'analyste de demain non seulement de compétences techniques solides, mais aussi d'une compréhension approfondie des enjeux environnementaux liés à la qualité de l'eau.

TABLE DES MATIERES

QUELQUES RECOMMANDATIONS

- **Consignes de sécurité**..... 1
- **Produits dangereux et substances toxiques** 2

TP 1 : Prélèvement, conservation et transport d'échantillons d'eau..... 5

TP 2 : Analyse du pH, de la conductivité et de l'oxydabilité au permanganate de potassium de l'eau 13

TP 3 : Mesure de la turbidité et des solides en suspension dans l'eau.....20

TP 4 : Dosage des chlorures dans l'eau par la méthode argentimétrique.....26

TP 5 : Détermination de la Demande Biologique en Oxygène (DBO_5) et la Détermination de la Demande Chimique en Oxygène (DCO) 29

Références bibliographiques 33

Annexes.....35

QUELQUES RECOMMANDATIONS

➢ Consignes de sécurité

Les travaux pratiques de chimie analytique impliquent l'utilisation de réactifs potentiellement dangereux et de matériel spécialisé. Le respect strict des consignes de sécurité est essentiel pour prévenir tout risque d'accident.

1. Règles générales de sécurité

- Le port de la blouse, des lunettes de protection et des gants adaptés est obligatoire.
- Il est interdit de manger, boire ou fumer dans le laboratoire.
- Éviter tout contact direct avec les produits chimiques et ne jamais pipeter à la bouche.
- Identifier et localiser les issues de secours, les extincteurs et les kits de premiers secours avant de commencer toute manipulation.

2. Manipulation des produits chimiques

- Toujours lire l'étiquette et la fiche de sécurité (FDS) avant d'utiliser un réactif.
- Manipuler les acides, bases et oxydants puissants avec précaution, sous hotte aspirante si nécessaire.
- Verser toujours l'acide dans l'eau, jamais l'inverse, pour éviter les projections.
- En cas de contact avec la peau ou les yeux, rincer immédiatement

3. Utilisation des appareils et verrerie

- Vérifier l'état du matériel avant utilisation et signaler toute anomalie.
- Ne jamais forcer une verrerie coincée, utiliser un lubrifiant si nécessaire.
- Manipuler les solutions sous agitation et ajouter les réactifs lentement pour éviter toute réaction violente.
- Respecter les consignes d'utilisation des équipements analytiques (spectrophotomètre, électrodes, sondes...) pour éviter leur détérioration.

4. Gestion des déchets chimiques

- Ne jamais jeter de produits chimiques dans l'évier sans autorisation.

- Trier et éliminer les déchets selon les consignes affichées (déchets organiques, inorganiques, solides, etc.).
- Nettoyer immédiatement les surfaces de travail en cas de déversement accidentel.

5. Conduite à tenir en cas d'incident

- En cas de brûlure chimique : rincer abondamment à l'eau.
- En cas d'inhalation de vapeurs toxiques : évacuer la zone et alerter les secours si nécessaire.
- En cas de casse de verrerie : ne pas ramasser les morceaux à mains nues, utiliser une pelle et un balai adaptés.
- En cas d'incendie : utiliser l'extincteur adapté (CO_2 pour les équipements électriques, poudre pour les solvants...) et suivre les instructions du personnel encadrant.

➢ Produits dangereux et substances toxiques

Les produits chimiques dangereux, omniprésents en chimie analytique appliquée à l'environnement, nécessitent une manipulation rigoureuse et une connaissance approfondie des risques associés. La réglementation impose un étiquetage standardisé via des pictogrammes de danger issus du système GHS (Globally Harmonized System), permettant d'identifier rapidement les dangers liés à chaque substance.

Pictogrammes de Danger et Significations

Pictogramme	Signification	Exemples de produits concernés
	**Nocif/Irritant** : peut provoquer une irritation cutanée, oculaire ou respiratoire.	Acétone, éthanol, peroxyde d'hydrogène (dilution faible).
	**Toxique/Aiguë** : mortel en faible quantité, par inhalation, ingestion ou contact cutané.	Cyanures, chlorure de mercure, méthanol.
	**Inflammable** : peut s'enflammer facilement en présence d'une source de chaleur.	Éther, acétone, solvants organiques.
	**Cancérogène/Mutagène/Toxique à long terme** : effet néfaste sur la santé à long terme.	Benzène, formaldéhyde, plomb.
	**Corrosif** : attaque la peau, les tissus et les matériaux.	Acide sulfurique, soude, ammoniac concentré.
	**Explosif** : risque de réaction violente en présence de choc ou chaleur.	Péroxydes organiques, nitrates, azotures.
	**Gaz sous pression** : risque d'explosion en cas de rupture ou de variation de température.	Azote liquide, propane, dioxyde de carbone.
	**Dangereux pour l'environnement** : toxique pour les écosystèmes aquatiques et terrestres.	Pesticides, métaux lourds, hydrocarbures.

TP1

Prélèvement, transport et conservation des échantillons d'eau

TP1 : Prélèvement, transport et conservation des échantillons d'eau

1. Introduction

L'eau est une ressource essentielle dont la qualité est déterminante pour l'environnement et la santé humaine. Afin d'évaluer cette qualité, il est nécessaire de réaliser des analyses physico-chimiques et biologiques fiables. Toutefois, la fiabilité de ces analyses dépend en grande partie des étapes préliminaires de prélèvement, de transport et de conservation des échantillons. Ces étapes, souvent négligées, jouent un rôle clé dans la représentativité des résultats, car elles permettent de maintenir les caractéristiques chimiques et biologiques initiales de l'échantillon. Par exemple, un mauvais prélèvement peut entraîner une contamination, tandis qu'un transport inadéquat peut modifier des paramètres tels que l'oxygène dissous ou la concentration en métaux lourds.

2. Objectifs

- Acquérir les compétences nécessaires pour effectuer un prélèvement représentatif d'échantillons d'eau dans différents milieux (eaux de surface, souterraines, etc...).
- Comprendre et appliquer les bonnes pratiques de transport et de conservation des échantillons afin de préserver leur intégrité jusqu'à l'analyse en laboratoire.
- Maîtriser les techniques de conservation appropriées en fonction des paramètres physico-chimiques ou biologiques à analyser, conformément aux exigences réglementaires en matière de qualité des eaux.

3. Partie théorique

3.1. Importance de l'échantillonnage en chimie analytique

L'échantillonnage est une étape déterminante dans toute démarche analytique. Il permet d'obtenir un échantillon représentatif d'un milieu étudié, garantissant que les résultats obtenus reflètent fidèlement les propriétés du système global.

3.1.1. Principes fondamentaux de l'échantillonnage

- **La représentativité** : L'échantillon doit refléter les caractéristiques chimiques, physiques et biologiques du milieu étudié.

- **La prévention des contaminations** : Une manipulation inadéquate peut introduire des contaminants externes ou altérer les concentrations des analytes.
- **La stabilité** : Certains paramètres peuvent évoluer après le prélèvement (par ex. l'oxygène dissous peut diminuer en raison de l'activité biologique).

3.1.2. Normes et standards

Les protocoles d'échantillonnage sont encadrés par des normes internationales telles que l'ISO 5667 (normes pour l'échantillonnage des milieux aquatiques).

3.2. Les différents milieux de prélèvement

3.2.1. Eaux de surface : Incluent les rivières, lacs et réservoirs. Ces milieux sont soumis à des influences externes comme les précipitations, les rejets industriels et agricoles.

3.2.2. Eaux souterraines : Captées dans des forages ou des puits, elles sont souvent isolées des contaminations superficielles mais peuvent contenir des ions dissous ou des polluants spécifiques.

3.2.3. Eaux usées : Issues des rejets industriels ou domestiques, elles nécessitent une homogénéisation préalable avant prélèvement pour garantir leur représentativité.



Figure 1 : Différents milieux de prélèvement ; a) Eaux usées, b) Eaux de surface, c) Eaux souterraines

3.3. Conservation des échantillons

Une fois prélevés, les échantillons doivent être conservés pour éviter toute dégradation avant leur analyse. Les réactions chimiques, biologiques et physiques peuvent altérer les concentrations des analytes cibles.

3.3.1. Facteurs influençant la conservation

- **Température :** Une augmentation de la température favorise les réactions chimiques et biologiques.
- **Échanges gazeux :** L'exposition à l'air peut modifier des paramètres comme l'oxygène dissous ou le pH.
- **Microorganismes** : L'activité biologique peut consommer des nutriments ou produire des métabolites.

Tableau 1 : Techniques de conservation adaptées aux paramètres analytiques.

Paramètres	**Méthode de conservation**	**Durée maximale de conservation**
pH	Analyse immédiate (sans conservateur)	Analyse in situ ou sous 6 h
Conductivité	Refroidir à 4 °C	24 h
Turbidité	Refroidir à 4 °C	24 h
Oxygène dissous (OD)	Fixation chimique (méthode de Winkler) ou analyse immédiate	Analyse immédiate
Métaux lourds (Cu, Pb, etc.)	Acidification à HNO_3 (pH < 2)	Plusieurs semaines
DBO_5	Refroidir à 4 °C	6 à 24 h
DCO	Acidification à H_2SO_4	Plusieurs jours
Nutriments(nitrates, phosphates)	Refroidir à 4 °C	24 à 48 h
Microbiologie (coliformes)	Refroidir à 4 °C, éviter tout conservateur	6 H

3.3.2. Types de flacons et précautions spécifiques

Le choix du contenant dépend des analytes cibles :

- **Flacons en verre** : Recommandés pour les analyses de composés organiques volatils.
- **Flacons en plastique** : Utilisés pour les analyses des métaux, des nutriments et des paramètres biologiques.
- **Flacons stériles** : Obligatoires pour les analyses microbiologiques.



Figure 2 : Flacons utilisés pour les prélèvements

Précautions supplémentaires

- Rincer les flacons trois fois avec l'eau de l'échantillon (sauf pour les flacons pré-stérilisés).
- Remplir les flacons complètement pour limiter la présence d'air (notamment pour les analyses de DBO_5).
- Manipuler avec des gants pour éviter toute contamination.

3.4. Transport des échantillons

Les échantillons doivent être correctement préservés après collection. Habituellement le stockage en dessous de 4°C pour un maximum de 30 h est proportionné (bien que, pour certains paramètres l'analyse doit être faite plus tôt :par exemple, à moins de 6 heures pour les coliformes fécaux). L'utilisation à cet effet d'armoires réfrigérées ou de locaux frais et obscurs est très recommandée.



Figure 3 : Glacières pour transporter les échantillons d'eau

3.5. Traçabilité des échantillons

La traçabilité des échantillons est cruciale pour garantir l'intégrité des données analytiques. Chaque échantillon doit être étiqueté avec :

- La date et l'heure du prélèvement.
- La localisation (coordonnées GPS, site de prélèvement).
- Le type de milieu (eau de surface, souterraine, usée).
- Les paramètres à analyser.

Un formulaire de traçabilité doit accompagner les échantillons, consignant toutes les informations nécessaires pour le suivi et l'interprétation des résultats.

4. Partie expérimentale

4.1. Matériel et équipements

- Matériel de prélèvement **:**
  - Bouteilles en plastique ou en verre, stériles ou non (en fonction des analyses).
  - Perches et sondes de prélèvement pour les échantillons de surface et de profondeur.
  - Seaux propres pour le prélèvement préalable.
  - Gants et vêtements de protection.
- Équipements de terrain :
  - pH-mètre et conductimètre portables.
  - Thermomètre pour mesurer la température de l'eau.
- Conservation et transport :
  - Glacière équipée d'accumulateurs de froid.

- Conservateurs chimiques (acide nitrique HNO_3, acide sulfurique H_2SO_4, etc.).
- Étiquettes imperméables et marqueurs pour identifier les échantillons.

- Documents :

- Cahier de terrain pour noter les données et observations.
- Formulaire de traçabilité des échantillons.

4.2. Protocole expérimental

- **Préparation avant le prélèvement**

- Identifier les objectifs de l'analyse afin de définir les méthodes de prélèvement et les types de flacons nécessaires.
- Choisir les sites de prélèvement représentatifs des conditions à analyser (eaux de surface, eaux souterraines, eaux usées).
- Vérifier et nettoyer tout le matériel avant de commencer (rincer les flacons avec de l'eau déminéralisée ou l'eau de la source).
- Prendre des notes sur le contexte :

- Localisation géographique (coordonnées GPS si possible).
- Conditions climatiques (température, précipitations).
- Présence de sources de pollution potentielles.

- **Prélèvement des échantillons**

- **Eaux de surface (rivières, lacs) :**

- Prélever l'échantillon en immergeant le flacon à environ 10-20 cm sous la surface, à l'abri des zones de remous.
- Utiliser une perche ou un seau propre si le site est difficile d'accès.

- **Eaux souterraines (puits, forages) :**

- Purger le puits ou le forage en pompant une quantité d'eau suffisante avant le prélèvement (afin d'éliminer l'eau stagnante).
- Prélever directement dans un récipient propre ou utiliser une sonde pour échantillonner à différentes profondeurs.

- **Eaux usées :**

- Homogénéiser l'échantillon si le flux est hétérogène.

- Éviter les zones contenant des solides flottants ou des dépôts excessifs





Figure 4 : Modes de prélèvement et determinations des paramètres in-situ

- **Remplir les flacons selon les recommandations spécifiques**
  - Remplir complètement pour limiter la présence d'air dans les analyses nécessitant un faible contact avec l'atmosphère (par ex. oxygène dissous).
  - Éviter de rincer les flacons pré-stérilisés
- **Conservation des échantillons**
  - **Sur site**
  - Mesurer immédiatement les paramètres comme le pH, la température, la
  - conductivité, la turbidité et l'oxygène dissous à l'aide d'équipements portables.
  - **Au laboratoire**
  - Ajouter des conservateurs chimiques si nécessaire.
  - Stocker les échantillons dans une glacière ou un réfrigérateur à 4°C pour ralentir l'activité biologique et chimique.
- **Transport des échantillons**
  - Placer les flacons dans une glacière avec des accumulateurs de froid pour maintenir la température à 4 °C.
  - Identifier chaque échantillon avec une étiquette précisant :
  - Numéro de l'échantillon.
  - Date, heure et site de prélèvement.
  - Paramètres prévus pour l'analyse.
  - Compléter le formulaire de traçabilité et joindre toutes les informations nécessaires au laboratoire

TP 2

Analyse du pH, de la conductivité et de l'oxydabilité au permanganate de potassium de l'eau

TP 2 : Analyse du pH, de la conductivité et de l'oxydabilité au permanganate de potassium de l'eau

1. Introduction

Dans le cadre de l'évaluation de la qualité de l'eau, certains paramètres physico- chimiques de base permettent d'obtenir rapidement une première indication sur l'état général d'un échantillon. Le pH, la conductivité et l'oxydabilité au permanganate de potassium font partie de ces indicateurs fondamentaux. Le pH mesure l'acidité ou la basicité de l'eau, influençant la solubilité des substances et la stabilité des équilibres chimiques. Il joue un rôle clé dans les phénomènes de corrosion, la biodisponibilité des éléments traces et les réactions biochimiques dans les milieux aquatiques. La conductivité permet de quantifier la capacité de l'eau à conduire le courant électrique, ce qui est directement lié à sa teneur en ions dissous. Elle constitue un bon indicateur du degré de minéralisation de l'eau et peut révéler certaines pollutions d'origine naturelle ou anthropique. L'oxydabilité au permanganate de potassium est une méthode d'analyse chimique qui permet d'estimer la quantité de matière organique oxydable présente dans l'eau. Ce paramètre est souvent utilisé comme indicateur global de pollution organique.

2. Objectifs

- Comprendre l'intérêt de la mesure du pH et de la conductivité comme indicateurs de la qualité physico-chimique de l'eau.
- Mettre en œuvre la méthode d'analyse de l'oxydabilité au permanganate de potassium, indicateur de la matière organique oxydable dans l'eau.
- Comparer les résultats expérimentaux aux normes de qualité des eaux destinées à la consommation ou au rejet.

3. Partie théorique

3.1. pH de l'eau

3.1.1. Définition

Le pH est une mesure logarithmique de la concentration en ions hydrogène [H_3O^+], indiquant l'acidité ou la basicité d'une solution. Il est défini par :

$$\mathbf{pH = -\log [H_3O^+]}$$

- **Eau neutre** : pH = 7 ($H_3O^+ = OH^-$).
- **Eau acide** : pH < 7 (forte concentration en H_3O^+).
- **Eau basique** : pH > 7 (excès d'ions OH^-).

Une solution neutre, comme l'eau pure, a un pH de 7 à 25°C, tandis qu'un pH inférieur ou supérieur indique une acidité ou une basicité. Le pH est un Indicateur de l'acidité ou de la basicité de l'eau, il influe sur les processus biologiques et chimiques dans les écosystèmes aquatiques.

3.1.2. Importance environnementale

Les organismes aquatiques sont sensibles au pH. Par exemple, une eau avec un pH < 5 peut inhiber la croissance des poissons comme la truite. À l'inverse, un pH élevé (8,5 - 9) peut favoriser la prolifération d'algues. Les normes de l'OMS recommandent un pH entre 6,5 et 8,5 pour éviter la corrosion des canalisations et la formation de produits secondaires dangereux (exemple: le chloroformes dans les réseaux d'eau chlorée). L'eau ayant un pH en dehors de la gamme normale peut entraîner un déséquilibre nutritionnel. Elle peut également contenir des ions toxiques qui peuvent être nuisibles à la croissance et au développement de la vie aquatique.

Exemples

- Pollution acide dans les rivières : Les eaux de drainage minier acides (pH < 4) affectent les rivières proches des mines de charbon, comme le fleuve Colorado.

- Pluies acides : Environ pH = 4, causées par la dissolution de SO_2 et les NO_x émis par les industries. Elles endommagent les forêts et acidifient les lacs.

3.1.3. Méthode de mesure du pH

La mesure est réalisée à l'aide d'un pH-mètre, un appareil électronique équipé d'une électrode de verre sensible aux ions [H_3O^+].

3.2. Conductivité de l'eau

3.2.1. Définition

La conductivité est la propriété que possède une eau à favoriser le passage d'un courant électrique. Elle fournit une indication précise sur la teneur en sels dissous (salinité de l'eau). La conductivité s'exprime en micro Siemens par centimètre et elle est l'inverse de la résistivité qui s'exprime en ohm par centimètre. La mesure de la conductivité permet d'évaluer la minéralisation globale de l'eau. Sa mesure est utile car au-delà de la valeur limite de la salinité correspondant à

une conductivité de 2500 µSm/cm, la prolifération de microorganismes peut être réduite d'où une baisse du rendement épuratoire.

3.2.2. Facteurs influençant la conductivité

- Nature des ions : Les ions comme Na^+,K^+,Cl^-,SO_4^{2-} contribuent à une conductivité élevée.
- Température : La conductivité augmente d'environ 2% par degré Celsius.

- **Valeurs typiques**
  - Eaux de pluie : 10–50 µS/cm.
  - Eaux de rivière : 50–1500 µS/cm.
  - Eau potable : généralement inférieure à 1000 µS/cm.
  - Eaux usées ou polluées : jusqu'à plusieurs milliers de µS/cm.

3.2.3. Importance environnementale

- Une conductivité élevée peut révéler une pollution par des sels minéraux des engrais ou des rejets industriels.
- Une conductivité faible peut indiquer une eau déminéralisée ou peu minéralisée, souvent impropre à certaines utilisations biologiques.

Exemples

- Intrusion saline dans les eaux souterraines : Dans les zones côtières (ex. : région du Nil en Égypte), l'eau de mer augmente la conductivité au-delà de 5000 µS/cm.
- Pollution industrielle : Les effluents chimiques près des usines de textiles ou d'électrolyse augmentent la conductivité dans les rivières, atteignant parfois 10 000 µS/cm.

3.2.4. Méthode de mesure de la conductivité

La conductivité est mesurée à l'aide d'un conductimètre, qui évalue le courant électrique entre deux électrodes plongées dans l'eau.

3.3. L'oxydabilité de l'eau :

L'oxydabilité est un paramètre important dans l'évaluation de la pollution organique et inorganique dans les eaux. Elle est utilisée pour déterminer la capacité de l'eau à consommer de l'oxygène lors de processus chimiques. Elle est directement liée à la présence de substances réductrices, telles que des matières organiques et d'autres composés pouvant être oxydés par un oxydant. Lorsque ces substances sont présentes dans l'eau, elles consomment de l'oxygène, affectant ainsi la qualité de l'eau et la santé des écosystèmes aquatiques. L'oxydabilité au permanganate de potassium est un paramètre global utilisé pour estimer la quantité de

substances oxydables présentes dans l'eau, en particulier la matière organique. Elle s'inscrit dans une approche de surveillance de la qualité des eaux, qu'elles soient naturelles, traitées ou résiduaires. L'oxydabilité au permanganate de potassium est une mesure de la teneur en matière organique oxydable contenue dans une eau, par oxydation chimique. Elle est exprimée en mg O_2/L, et correspond à la quantité d'oxygène équivalente consommée lors de l'oxydation des composés organiques et minéraux réducteurs par une solution de $KMnO_4$ dans un milieu acide ou neutre.

3.3.1. Importance environnementale

- **Indicateur de pollution organique**

Elle permet d'évaluer la charge organique biodégradable ou partiellement biodégradable, en révélant la présence de composés issus de la décomposition naturelle ou d'activités humaines (rejets domestiques, industriels, agricoles).

- **Surveillance de la qualité des milieux aquatiques**

Une oxydabilité élevée peut signaler un déséquilibre écologique, une eutrophisation potentielle ou un appauvrissement en oxygène dissous dans les écosystèmes.

- **Outil de contrôle des traitements**

Utilisée dans les stations d'épuration, elle permet de vérifier l'efficacité des procédés de traitement dans la réduction de la matière organique.

3.3.2. Méthode de mesure de l'oxydabilité

L'oxydabilité peut être mesurée de plusieurs façons, mais une méthode courante est l'utilisation du permanganate de potassium, qui permet de déterminer l'oxydabilité en mesurant la quantité de permanganate consommée par les substances réductrices dans l'échantillon.

4. Partie expérimentale

4.1. Matériel et réactifs

- **Matériel**
  - pH-mètre électronique.
  - Conductimètre.
  - Agitateur magnétique.
  - Béchers (100 mL).
  - Pipettes.
  - Burette.
  - Erlenmeyer (250 mL).

- **Réactifs**
  - Tampons de calibration pour pH 4, 7, et 10.
  - Solution étalon de conductivité.
  - H_2SO_4 à 2 N.
  - $KMnO_4$ à 0,01 N.
  - $H_2C_2O_4$ à 0,01 N.

Échantillons

Eau de rivière, eau de puit, eau du robinet, eau distillée et eau de mer.

4.2. Protocole expérimental

- **Mesure du pH**

- **Calibration du pH-mètre**

  - Rincer l'électrode avec de l'eau distillée et l'essuyer délicatement avec du papier filtre.
  - Plonger l'électrode dans les solutions tampons (pH 4, 7, et 10). Régler l'appareil en suivant les instructions du fabricant.

- **Mesure du pH des échantillons**
  - Verser 50 mL de l'échantillon d'eau dans le bécher.
  - Immerger l'électrode dans l'échantillon, en s'assurant qu'elle est complètement immergée et qu'il n'y a pas de bulles.
  - Attendre la stabilisation de la lecture, noter la valeur, puis rincer l'électrode avant le prochain échantillon.

- **Mesure de la Conductivité**

- **Calibration du conductimètre**
  - Rincer la sonde avec de l'eau distillée.
  - Plonger la sonde dans une solution étalon. Régler l'appareil pour qu'il affiche la valeur correcte.

- **Mesure de la conductivité des échantillons**
  - Verser 50 mL de l'échantillon dans le bécher.
  - Plonger la sonde dans l'échantillon, éviter les bulles et assurer un bon contact entre la sonde et la solution.
  - Noter la valeur une fois stabilisée et rincer la sonde avant le prochain échantillon.

- **Mesure de l'Oxydabilité aux permanganates**

- **Mode opératoire**

Verser 100 mL d'eau à analyser dans un erlenmayer de 250 mL ; ensuite y ajouter 5 mL de H_2SO_4 à 2 N et chauffer la solution sur une plaque chauffante jusqu'à l'ébullition. Quand la première bulle d'air apparait il faut ajouter 20 mL de $KMnO_4$ à 0,01 N et faire bouillir la solution pendant 10 minutes (la solution doit avoir la couleur rouge). Verser 40 mL de $H_2C_2O_4$ à 0,01 N dans la solution chaude et la couleur doit disparaitre ; ensuite on titre l'excès de l'acide oxalique avec $KMnO_4$ à 0,01 N.

- **Calcul**

L'oxydabilité est déterminée d'aprés la formule :

$$\mathbf{X = \frac{N.V.1000.EG}{100}}$$

Où :

X : Oxydabilite en mg de $KMnO_4$/L.

100 : Volume de l'eau a analyser.

N : Normalite de $KMnO_4$.

V : Volume de $KMnO_4$.

EG : Equivalent gramme de $KMnO_4$.

TP 3

Mesure de la turbidité et des matières en suspension dans l'eau

TP 3 : Mesure de la turbidité et des matières en suspension dans l'eau

1. Introduction

La présence de matières en suspension dans l'eau constitue l'un des premiers indicateurs visibles d'une altération de sa qualité. Ces particules, d'origine naturelle (érosion, matières organiques) ou anthropique (rejets domestiques, industriels, agricoles), affectent non seulement l'aspect de l'eau, mais aussi son fonctionnement écologique, sa potabilité et ses usages.

2. Objectifs

- Mesurer la turbidité de différents échantillons d'eau à l'aide d'un turbidimètre.
- Déterminer la teneur en matières en suspension (MES) par filtration et pesée.
- Comparer les résultats obtenus avec les valeurs donnés par les normes de qualité de l'eau.

3. Partie théorique

3.1. Turbidité

3.1.1. Définition et Principe

C'est la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de matières non dissoutes. La turbidité d'eau est due à la particule en suspension, notamment colloïdales : argiles, limons, grains de silice, matières organiques, l'appréciation de l'abondance de ces particules mesure sont degré de turbidité. Celui-ci sera d'autant plus faible que le traitement de l'eau aura été plus efficace. L'intensité de la lumière diffusée à un angle de 90° est captée par un détecteur dans les turbidimètres modernes, ce qui fournit une mesure quantitative en unités néphélométriques de turbidité (UNT).

3.1.2. Origines et Types des Particules

Les particules responsables de la turbidité incluent les particules :

- **Inorganiques** : Argiles, silts, et autres sédiments minéraux.
- **Organiques** : Matières organiques en décomposition, algues.

- **Anthropiques** : Microplastiques, rejets industriels ou urbains.

3.1.3. Impact Environnemental et Sanitaire

- **Environnemental** :
  - Limitation de la pénétration de la lumière, perturbant la photosynthèse.
  - Augmentation des dépôts sédimentaires, affectant les habitats aquatiques.
- **Sanitaire** :
  - Les particules turbides peuvent transporter des micro-organismes pathogènes, affectant la qualité de l'eau potable.

3.1.4. Méthode de mesure

La mesure de la turbidité évalue la clarté d'un liquide en déterminant la quantité de lumière diffusée par les particules en suspension. Cette mesure est généralement effectuée à l'aide de turbidimètres ou de néphélomètres. Ces appareils projettent une source lumineuse à travers l'échantillon et détectent la lumière diffusée à un angle de 90 degrés par rapport au faisceau incident.



Figure 5 : Modèles de turbidimètres ; a et b portables, c et d de laboratoire

3.1.5. Normes

- Normes OMS pour l'eau potable : Turbidité ≤ 5 UNT.

3.2. Matières en Suspension (MES)

3.2.1. Définition et Types

Les matières en suspension (MES) comprennent toutes les matières minérales ou organiques qui ne se solubilisent pas dans l'eau. Elles incluent les argiles, les sables, les limons, les matières organiques et minérales de faible dimension, ainsi que d'autres micro-organismes de l'eau.

La quantité des matières en suspension varie notamment selon les saisons, le régime d'écoulement des eaux, la sédimentation et l'érosion. Ces matières affectent la transparence de l'eau et diminuent la pénétration de la lumière et, par suite, la photosynthèse.

Les matières en suspension peuvent également gêner la respiration des poissons. Par ailleurs, les matières en suspension peuvent accumuler des quantités élevées de matières toxiques (métaux, pesticides, huiles minérales, hydrocarbures aromatiques polycyclique). Les matières en suspensions sont exprimées en mg/L.

3.2.2. Méthodes de Mesure

- **Filtration Gravimétrique** : Utilisation de filtres spécifiques (pores ≤ 0,45 μm).
- **Pesée Précise** : Mesure de la masse des solides après séchage à 105°C.

4. Partie Expérimentale

4.1.Matériels

- Turbidimètre
- Filtres
- Balance analytique
- Étuve
- Flacons stériles

- **Echantillons**

eau de robinet, eau de puit, eau distillée, eau de source.

- **Mesure de la Turbidité**
  - Régler l'appareil
  - Laisser préchauffer l'appareil environ 60 minute
  - Agiter l'échantillon et remplir dans la cuvette (environ 30 mL) en prenant soin de manipuler la cuvette par la partie supérieure. Boucher la cuvette.
  - Tenir la cuvette par le bouchon et essuyer sa surface extérieure afin de ne pas laisser de film graisseux. Placer la cuvette dans le puits de mesure et fermer le capot.
  - Lire lorsque le signal est stable et noter le résultat.
- **Mesure des MES**

La méthode gravimétrique, longtemps considérée comme une méthode de référence, est d'une mise en œuvre assez longue et fait appel à une certaine expérience de la manipulation. Elle convient à des concentrations en MES supérieures à 10 mg/L. Son principe est basé sur la mesure de la masse, après séparation solide-liquide, pour l'élément recherché.

Pour l'eau brute la détermination des matières en suspension de l'eau s'effectue par filtration à 1'aide d'un dispositif de filtration sous vide (Figure 6), basée sur la séparation solide liquide, il suffit de placer le filtre, ensuite verser un volume d'eau jusqu'à filtration complète, puis

récupérer le filtre et le mettre à l'étuve à 105 °C pendant 2 heures, le filtre est pesé après refroidissement total dans le dessiccateur, le taux des matières en suspension (MES) est exprimé en milligramme par litre (mg/L).



Figure 6: Systeme de filtration sous vide pour determination des MES

Remarque : La concentration de MES de l'eau épurée est mesurée directement à l'aide d'un spectrophotomètre étalonné avec de 1'eau distillée.

- **Mode opératoire**
  - Peser les filtres secs après séchage à 105°C
  - Filtrer un volume connu d'eau (500 mL recommandé)
  - Sécher les filtres chargés à 105°C, refroidir dans un dessiccateur et peser.
- **Calcul des MES**

le taux des matières en suspension (MES), exprimé en milligramme par litre (mg/L) est donné par l'expression:

$$\mathbf{MES(mg/L)} = \frac{\mathbf{(m_1 - m_0)1000}}{\mathbf{V}}$$

Où :

m_0 : masse du filtre avant filtration (mg)

m_1 : masse du filtre après filtration et séchage (mg)

V : volume de l'échantillon d'eau utilisé (mL).

Le facteur **1000** permet de convertir des (g/mL) en (mg/L).

TP 4

Dosage des chlorures dans l'eau par la méthode argentimétrique

TP 4 : Dosage des chlorures dans l'eau par la méthode argentimétrique

1. Introduction :

Le dosage des chlorures dans les échantillons aqueux est une analyse courante et essentielle dans le domaine de la chimie analytique appliquée à l'environnement. Les chlorures sont des ions omniprésents dans les eaux naturelles, les eaux usées et les eaux potables, où leur concentration peut avoir un impact sur la qualité de l'eau et son traitement.

2. Objectif :

- Détermination de la concentration des ions chlorures contenues dans des échantillons d'eau.

3. Partie théorique :

Les ions chlorure (Cl^-) sont des constituants naturels des eaux, provenant principalement de la dissolution des sels géologiques et de l'influence des activités humaines (rejets industriels, usage domestique, agriculture). Généralement, les chlorures servent à désinfecter l'eau, la valeur directive est limitée à 350 mg/L pour les normes de l'OMS et de 200 à 500 mg/L pour les normes Algériennes. Pour des concentrations supérieures à cette valeur, le chlorure donne un mauvais goût à l'eau et aux boissons préparées à partir d'eau. La présence de cet élément dans les eaux naturelles est due soit au lessivage des roches et des sols sédimentaires, soit à la désinfection des eaux domestiques et des procédés industriels qui emploient le chlorure comme agent de blanchissement, des agents de nettoyage domestique et du sel répandu sur les routes en hiver. L'ion chlorure (Cl^-) est généralement dosé par une méthode argentimétrique, qui repose sur la réaction de précipitation entre les ions chlorure et l'ion argent (Ag^+) pour former le chlorure d'argent (AgCl), un précipité blanc insoluble.

a. Principe de la méthode argentimétrique (Méthode de Mohr)

La méthode de Mohr est un dosage par précipitation en milieu neutre. Elle est basée sur le titrage des chlorures en milieux neutre par une solution de nitrate d'argent (0,1 N) en présence

d'un indicateur coloré qui est le chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent.

4. Partie expérimentale :

- **Réactifs**
  - Acide nitrique pur.
  - Carbonate de calcium pur.
  - Solution de chromate de potassium à 10%.
  - Solution de nitrate d'argent 0,1N.
- **Mode opératoire**

Introduire 100 mL d'eau à analyser, préalablement filtrée, dans un erlenmeyer de 250 mL. Ajouter 2 à 3 gouttes d'acide nitrique pur puis une pincée de carbonate de chaux et 3 gouttes de solution de chromate de potassium à 10%. Titrer la solution de nitrate d'argent jusqu'à apparition d'une teinte rougeâtre, qui doit persister 1 à 3 minutes.

Soit V le nombre de millilitres de nitrate d'argent 0,1N utilisés.

- **Expression des résultats**

Pour une prise d'essai de 100 mL :

Teneur en chlorures T_{Cl} :

$$\mathbf{T_{Cl} = V \times 10 \times 3{,}55}$$

Teneur en chlorure de sodium T_{NaCl} :

$$\mathbf{T_{NaCl} = V \times 10 \times 5{,}85}$$

Avec :

T_{Cl} : Teneur en chlorures (mg de Cl par litre d'eau)

T_{NaCl} : Teneur en chlorure de sodium (mg de NaCl par litre d'eau)

10 : Facteur de conversion correspondant à la prise d'essai de 100 mL d'eau, ramené à 1 L (c'est-à-dire ×10).

3,55 : Facteur de proportionnalité correspondant à la masse équivalente en mg de Cl^- réagissant avec 1 mL de $AgNO_3$ N/100.

5,85 : Facteur correspondant à la masse équivalente en mg de NaCl réagissant avec 1 mL de $AgNO_3$ N/100.

TP 5

Détermination de la Demande Biologique en Oxygène (DBO_5) et de la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

TP 5 : Détermination de la Demande Biologique en Oxygène (DBO_5) et de la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

1. Introduction

L'évaluation de la pollution organique dans les eaux naturelles ou résiduaires repose sur des paramètres fondamentaux qui permettent d'en caractériser la charge et la biodégradabilité. Parmi eux, la DBO_5 et la DCO sont largement utilisées dans le cadre du contrôle de la qualité des eaux et du suivi des traitements.

2. Objectifs

- Déterminer la charge polluante organique d'un échantillon d'eau en mesurant, d'une part, la Demande Biologique en Oxygène sur 5 jours (DBO_5), et d'autre part, la Demande Chimique en Oxygène (DCO).
- Comparer les résultats de la DBO_5 et de la DCO afin d'évaluer la biodégradabilité de l'échantillon d'eau.
- Comprendre les mécanismes biologiques et chimiques impliqués dans la dégradation de la pollution organique.

3. Partie théorique

3.1. Demande biochimique en oxygène (DBO_5)

La demande biologique en oxygène exprime la quantité d'oxygène nécessaire à la destruction ou à la dégradation des matières organiques d'une eau par les micro-organismes du milieu. Ce paramètre est un bon indicateur de la teneur en matière organique biodégradable d'une eau au cours des procédés d'autoépuration.

3.1.1. Principe

Le principe de cette méthode repose sur une mesure de l'oxygène, ensemencé avec des germes au bout de 5 jours puis placé dans une enceinte à 20°C. Pour déterminer la DBO_5, deux mesures de l'oxygène dissout doivent être effectuées à l'instant : t_0= 0 jour et t_1= 5 jours.

Cette mesure est très utilisée pour le suivi de rejet de station d'épuration, car elle donne une approximation de la charge en matières organiques biodégradables. Elle est exprimée en mg/l d'O_2 consommé.

3.2. Demande chimique en oxygène (DCO)

La Demande Chimique en Oxygène (DCO) est la mesure de la quantité d'oxygène nécessaire pour la dégradation chimique de toute la matière organique biodégradable ou non contenue dans les eaux à l'aide du bichromate de potassium à 150°C. Elle est exprimée en mg O_2/L.

3.2.1. Principe

Les matières contenues dans l'eau sont oxydées par un excès de dichromate de potassium, en milieu acide et en présence de sulfate d'argent et de sulfate de mercure. L'excès de dichromate de potassium est dosé par le sulfate de fer et d'ammonium. Le calcul de la DCO se fait à partir de la quantité de dichromate réduite. La DCO est donc la concentration, exprimée en milligramme par litre, d'oxygène équivalente à la quantité de dichromate de potassium consommée par les matières dissoutes et en suspension.

4. Partie expérimentale

4.1. Matériel et réactifs

- **Matériel**
  - Appareil DBO Trak
  - Cristaux de NaOH
  - Ballon à col rodé de 500 mL
  - Réfrigérant à reflux
  - Burette
  - Pipettes jaugées
- **Réactifs**
  - Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) 0,25 N
  - Acide sulfurique concentré (H_2SO_4) contenant 5 g/L de sulfate d'argent (Ag_2SO_4)
  - Sulfate mercurique ($HgSO_4$) solide
  - Solution de fer(II) ammoniacal (sel de Mohr) 0,25 N
  - Indicateur : solution de ferroïne.

4.2. Protocole expérimental

4.2.1. Détermination de la demande biologique en oxygène (DBO_5) :

Elle est mesurée à l'aide d'un appareil DBO mètre. Une quantité d'eau est versée, dans une bouteille fermée avec un bouchon muni d'un capteur de pression, le volume choisi est en fonction de la gamme de mesures souhaitées. L'appareil de mesure DBO Trak (Figure 7) est placé dans un réfrigérateur maintenu à 20°C pendant 5 jours pour la DBO_5. La consommation d'O_2 se traduit par une diminution de la pression d'air dans les flacons, la consommation d'oxygène pour l'oxydation des matières organique par les micro-organismes provoquent la formation de CO_2 qui sera piégé par des cristaux de NaOH. Les résultats de DBO_5 seront lus directement par affichage de l'appareil DBO Trak après 5 jours, les résultats sont exprimés en mg O_2/L

Calcul

$$\mathbf{DBO_5 = D_0 - D_5}$$

Avec :

D_0 : Teneur en oxygène dissous à l'instant initial (mg O_2/L)

D_5 : Teneur en oxygène dissous après 5 jours d'incubation à 20 °C (mg O_2/L)

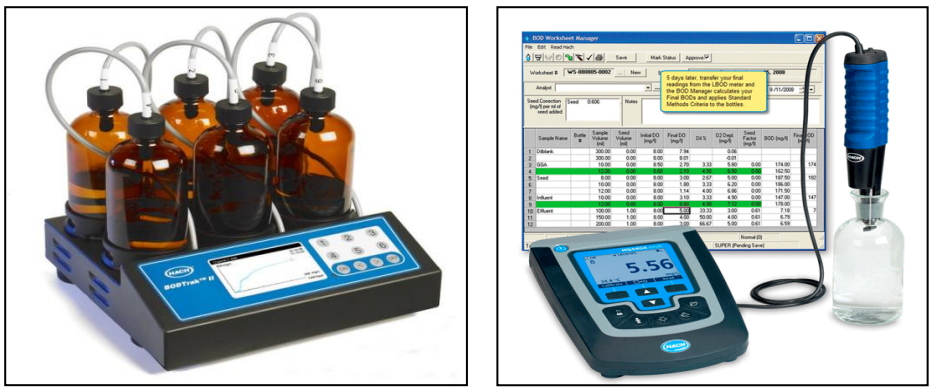

Figure 7 : Modèles des appareils de mesure de la DBO

4.2.2. Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

Introduire 50 mL d'eau à analyser soigneusement homogénéisée dans un ballon de 500 mL contenant quelques billes pour régulariser l'ébullition. Ajouter 1 g de sulfate mercurique cristallisé et 5 mL de solution sulfurique de sulfate d'argent. Ajouter 25 mL de solution de dichromate de potassium 0,25N, puis avec précaution 70 mL de solution sulfurique de sulfate d'argent en agitant par un mouvement circulaire du ballon et en refroidissant sous un courant

d'eau froide. Porter à ébullition pendant deux heures sous réfrigérant à reflux adapté au ballon. Laisser refroidir à température ambiante. Diluer à environ 350 mL avec de l'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de solution de ferroïne. Déterminer la quantité nécessaire de solution de sulfate de fer et d'ammonium pour obtenir une couleur rouge violacé. Procéder aux mêmes opérations sur 50 mL d'eau distillée.

L'expression et la lecture des résultats de la DCO se feront selon la méthode de Rodier

Calcul

$$\mathbf{DCO\ (mg\ O_2/L) = (V_B - V_E) \times N \times 8000}$$

Avec :

V_B : Volume de la solution de fer (II) utilisé pour le blanc (mL)

V_E : Volume de la solution de fer (II) utilisé pour l'échantillon (mL)

N : Normalité de la solution de fer (II) (généralement 0,25 N)

V : Volume de l'échantillon en mL

8000 : Facteur de conversion pour exprimer en mg O_2/L

Références bibliographiques

[1] **World Health Organization.** *Guidelines for Drinking-water Quality*. 4e éd., incorporant le 1er addenda. Genève : WHO, 2017.

[2] **Rodier, J., Legube, B. & Merlet, N.** *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. 9e éd. Paris : Dunod, 2009.

[3] **ISO 5667-1:2023.** *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*. Genève : ISO, 2023.

[4] **ISO 5667-3:2024.** *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*. Genève : ISO, 2024.

[5] **APHA, AWWA & WEF.** *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 23e éd. Washington DC : American Public Health Association, 2017.

[6] **Hem, J. D.** *Study and Interpretation of the Chemical Characteristics of Natural Water*. 3e éd. USGS Water-Supply Paper 2254. Charlottesville : University of Virginia, 1985. 263 p.

[7] **Diab, W.** *Étude des propriétés physico-chimiques et colloïdales du bassin de la rivière Litani, Liban*. Thèse Doctorat, Université de Lorraine, 2016. NNT : 2016LORR0063.

[8] **Metahri, M. S.** *Élimination simultanée de la pollution azotée et phosphatée des eaux usées traitées par des procédés mixtes : cas de la STEP Est de Tizi-Ouzou*. Thèse Doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2012.

[9] **Rodier, J., Legube, B. & Merlet, N.** *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. 10e éd. Paris : Dunod, 2022.

[10] **Rodier, J., Bazin, C., Broutin, J.-P., Chambon, P., Champsaur, H. & Rodi, L.** *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. 8e éd. Paris : Dunod, 1996.

[11] **World Health Organization.** *Guidelines for Drinking-water Quality : first addendum to the fourth edition*. 4e éd. Genève : WHO, 2017.

[12] **Boumalek, W.** *Études des possibilités de valorisation agricole des sous-produits d'épuration et amélioration de la gestion des processus épuratoires d'une station d'épuration*. Thèse Doctorat (LMD), École Nationale Polytechnique d'Alger, 2020.

[13] **World Health Organization.** *Guidelines for Drinking-water Quality*. 3e éd., vol. 1, incorporant les 1er et 2e addenda. Genève : WHO, 2008.

[14] **Réjsek, F.** *Analyse des eaux : aspects réglementaires et techniques*. Coll. Biologie technique : Sciences et techniques de l'environnement. Scéren (CRDP Aquitaine), 2002. 360 p.

[15] **Rodier, J.** *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. 7e éd. Paris : Dunod, 1984. 1264 p.

ANNEXES

Annexe 1 – Normes OMS pour l'eau potable

Paramètre	Valeur guide OMS	Unité
pH	6.5–8.5	-
Turbidité	≤ 5 (idéalement <1)	NTU
Nitrates (NO_3^-)	≤ 50	mg/L
Nitrites (NO_2^-)	< 0.2	mg/L
Fluorures (F^-)	≤ 1.5	mg/L
Chlore libre résiduel	0.2–0.5	mg/L
Arsenic (As, total)	≤ 0.01	mg/L
Plomb (Pb)	≤ 0.01	mg/L
Cadmium (Cd)	≤ 0.003	mg/L
Mercure (Hg)	≤ 0.006	mg/L
Manganèse (Mn)	0.08 (provisoire)	mg/L
Coliformes fécaux (*E. coli*)	0	UFC/100 mL

Annexe 2 – Normes Algériennes pour l'eau potable

Paramètre	Valeur	Unité
pH	6.5–8.5	-
Turbidité	≤ 5	NTU
Nitrates (NO_3^-)	≤ 50	mg/L
Nitrites (NO_2^-)	< 0.2	mg/L
Fluorures (F^-)	≤ 1.5	mg/L
Arsenic (As)	≤ 0.01	mg/L
Plomb (Pb)	≤ 0.01	mg/L
Chlore résiduel	≥ 0.1	mg/L

Annexe 3 – Paramètres indicatifs OMS pour eaux usées traitées

Usage/Paramètre	Valeur indicative (OMS)	Unité
Irrigation (cultures consommées crues) - Coliformes fécaux	≤ 1000	UFC/100 mL
Œufs d'helminthes (irrigation)	≤ 1	œuf/L
DBO_5 (effluent traité)	≤ 25–50	mg/L
MES	≤ 30–35	mg/L
Métaux lourds	Très faibles	mg/L

Annexe 4 – Normes OMS pour les eaux de baignade

Paramètre	Valeur guide OMS	Unité
pH	6–9	-
E. coli (recréation)	≤ 200	UFC/100 mL
Entérocoques intestinaux	≤ 100	UFC/100 mL
Coliformes totaux	≤ 500	UFC/100 mL
Turbidité	≤ 5	NTU