

CHAPITRE I : MATERIELS, METHODES ET ANALYSES

1. Matérielset methodes

1.1. Analyses physico-chimiques

Il y a 2 paramètres :

- Physiques
- Chimiques

Tableau8 : méthode d'analyse physico-chimique

PARAMETRE	MATERIELS	MESURES
Physiques	Conductimètre 	<ul style="list-style-type: none">- Température- Conductivité
	pH-mètre 	<ul style="list-style-type: none">- Ph
	Turbidimètre 	<ul style="list-style-type: none">- Matières en Suspension

PARAMETRE	METHODES	MESURES
Chimiques	Colorimétrique	Nitrate ; sulfate ; fer ; uranium
	Volumétrique	./Matières organiques ; dureté totale ; dureté calcique ; Titre alcalimétrique ; Titre alcalimétrique complexe ; chlorure

Source : **JIRAMA Mandroseza , 2016**

- Les appareils (conductimètre ; pH-mètre ; turbidimètre) doivent être mis sous tension pendant 10 mn.
- Pour toutes mesures chimiques ; prendre 2 échantillons (eau brute et eau traitée) de 100 mL.
 - Si on prend un échantillon de 50 mL ; le résultat doit être multiplié par 2 (*2)
 - Si on prend un échantillon de 10 mL ; le résultat doit être multiplié par 10 (*10)

1.1.1.Matières organiques

- Prendre 2 échantillons (EB, ET) de 100mL
- Ajouter 5mL de bicarbonate de sodium (Na HCO₃)
- Bouillir
- Dès que les solutions bouillent, ajouter 10 mL de KMnO₄ N/80
- Laisser bouillir pendant 10 à 15 mn
- Laisser refroidir
- Ajouter 5 mL d'acide sulfurique (H₂SO₄) (les solutions sont de couleur rose)
- Ajouter 10 mL de sel de Mohr 5g/l (les solutions sont décolorées)
- Titrer avec KMnO₄ jusqu'à un virage rose.

$$\text{Matières Organique} = V - V_{\text{Blanc}}$$

V_{Blanc} : même processus que les deux échantillons précédents mais avec de l'eau distillée

- Prendre 100mL d'eau distillée
- Ajouter 5mL de bicarbonate de sodium (Na HCO₃)
- Bouillir
- Dès que la solution bouille, ajouter 10 mL de KMnO₄ N/80

- Laisser bouillir pendant 10 à 15 mn
- Laisser refroidir
- Ajouter 5 mL d'acide sulfurique (H_2SO_4) (la solution est de couleur rose)
- Ajouter 10 mL de sel de Mohr 5g/l (les solutions sont décolorées)
- Titrer avec $KMnO_4$ jusqu'à un virage rose.

1.1.2.Eléments minéraux

1.1.2.1.Méthode volumétrique

- **Dureté totale/ dureté calcique**

Tableau 9 : méthode d'analyse de la dureté

Dureté calcique	Dureté totale
<ul style="list-style-type: none"> - Prendre 50 mL de EB et ET - Ajouter 2 mL de NaCH - Ajouter 2 gouttes de patumreader, c'est un indicateur coloré (la couleur de la solution est rose) - Titrer par EDTA jusqu'au virage bleu <p>Les résultats sont multipliés par 2 car la prise d'échantillon est 50 mL</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Prendre 50 mL de EB et ET - Ajouter 2 mL de Tampon TH - Ajouter 2 gouttes de net, c'est un indicateur coloré (la couleur de la solution est rose) - Titrer par EDTA jusqu'au virage bleu <p>Les résultats sont multipliés par 2 car la prise d'échantillon est 50 mL</p>

Source : **JIRAMA Mandroseza, 2016**

- **TA/ TAC**

- **Titre alcalimétrique (mesure carbonate)**

- Prendre 2 échantillons 50 mL (EB et ET) *Résultat (*2)
- Ajouter 2 gouttes de phénolphaléine (couleur de la solution : rose)
- Titrer par H_2SO_4 jusqu'à un virage incolore

- **Titre alcalimétrique complet (mesure $OH^- CO_3^- HCO_3^-$)**

On continue la mesure de la TAC à partir de la solution décolorée précédente

- Ajouter de l'hélianthine à la solution décolorée (la solution devient jaune)
- Titrer par H_2SO_4 restant jusqu'au virage jaune orangé
- Prendre le volume sans soustraire le volume du TA

▪ **Chlorure**

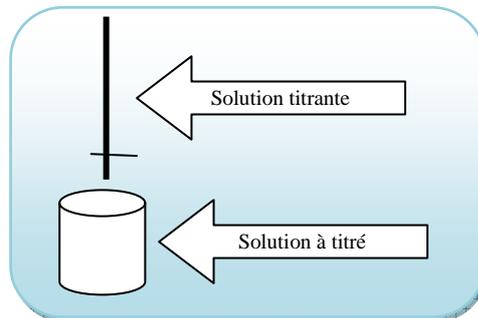
- Prendre 10 mL des 2 échantillons (EB et ET) (résultat *10)
- Ajouter 5 gouttes de chromate de potassium (la solution est jaune)
- Titrer par Nitrate d'argent (AgNO_3 N/10) jusqu'au virage jaune brique
- Formule : $V_{\text{Chlorure}} = V * 35,5$

Avec V : volume de l' AgNO_3 N/10

Nous avons fait l'analyse auprès de la JIRAMA Mandroseza. Le dosage se fait par titrage, dans ce cas il y a plusieurs types de dosage effectués. La JIRAMA utilise la méthode de dosage par précipitation.

- La solution à titré : c'est l'eau
- La solution titrante
- L'indicateur coloré
- La solution tampon/ catalyseur : optionnelle

La solution tampon peut être présente ou pas pendant le titrage. Elle sert à garder le Ph du solution à une condition voulue (soit alcalin, soit acide) pour faire fonctionner la réaction.



Principe : la solution titrante attaque en premier les paramètres correspondants dans la solution à titré. Après que tous les paramètres sont éliminés, elle entre par la solution tampon.

Tableau 10 : **principe d'analyse par dosage**

Paramètres	MO	Dureté calcique	Dureté totale	TA	TAC	chlorure
Solution à titré	<i>eau</i>	<i>Eau</i>	<i>Eau</i>	<i>Eau</i>	<i>eau</i>	<i>eau</i>
Solution titrante	KMNO_4	<i>EDTA</i>	<i>EDTA</i>	H_2SO_4	H_2SO_4	AgNO_3
Indicateur coloré		<i>Patumreader</i>	<i>NET</i>	<i>phénolphtaléine</i>	<i>héliantine</i>	<i>Chromate de potassium</i>
Solution tampon/catalyseur		<i>NaCH</i>	<i>Tampon TH</i>			

Source : **JIRAMA Mandroseza, 2016**

1.1.2.2 .Méthode colorimétrique

➤ Fer :

- Prendre 2 échantillons (EB, ET) de 100mL
- Ajouter poudre de sodium dithianite
- Agiter jusqu'à ce que le poudre se dissous
- Ajouter 2 mL d'ammoniaque
- Ajouter 2 mL de diméthylglyoxine
- Utiliser un comparateur hydrure pour comparer la couleur des échantillons aux échelles prescrites

▪ Nitrate :

- Prendre 50 mL d'échantillon et 50 mL d'eau distillée
- Ajouter 2 gouttes de NaOH (pour augmenter le pH à 9)
- Ajouter 1,25 mL de tampon concentré
- Faire passer par la réducteur par cadmium : vitesse 7 à 10 mL/mn
- Rejeter le premier 25 mL retenu et récupérer le deuxième 25 mL
- Ajouter 1 mL de réactif coloré dans la solution récupérer
- Lecture sur spectrophotométrie après 20mn



Photo 1 : Spectrophotomètre

Source : Auteur, 2016

▪ Nitrite

- Prendre 50 mL d'échantillon et 50 mL d'eau distillée
- Ajouter 1goutte d'acide phosphorique pour avoir un pH à 1
- Ajouter 1 mL de réactif coloré
- Lecture sur spectrophotométrie après 20mn

- **Ammonium**

- Rincer par HCl les béchers puis avec de l'eau distillée
- Prendre 25 mL d'échantillon et 25 mL d'eau distillée
- Préparer 10 mL de citrate de sodium 200g/l et 2,5 mL d'eau de javel dans un autre bécher
- Verser la préparation dans les échantillons
- Ajouter 2,5 mL de phénol
- Ajouter 2,5 mL de nitroprusside
- Lecture sur spectrophotométrie après 1 heure

- **Sulfate**

- Prendre 20 mL d'échantillon (sans prise d'eau distillée)
- Ajouter 2,5 mL de chlorure de barium
- Ajouter 0,5 mL de HCl
- Lecture sur spectrophotométrie après 20mn

1.2. Jar-test : (essai de floculation en laboratoire)

- **But**

Les essais sont destinés à déterminer la nature et les doses de réactif (coagulant et adjuvant éventuel) à utiliser pour assurer la clarification d'une eau.

- **Principe**

Les essais consistent à apprécier la qualité de la floculation ainsi que la turbidité minimale pour introduction de quantité croissante de coagulant en solution dans 5 béchers de 1 litre.

- **Matériels nécessaires**

- Flocculateur à vitesse réglable entre 0 et 150 trs/mn
- Cinq à six vases de 1 litre
- Un siphon
- Un chrono ou une montre
- Matériels pour mesurer le pH, fer, MO
- Turbidimètre
- Agitateur

- **Réactifs**
 - Sulfate d'alumine 10g/L (caractère acide)
 - Chaux 2g/L (stabilise le pH)
- **Mode opératoire**
 - Prélever l'EB dans un seau de 10 litres et noter son aspect.
 - Mesurer la turbidité, pH, fer
 - Agiter l'eau brute et remplir les béchers de 1L
 - Brancher le flocculateur
 - A l'aide d'une pipette, introduire dans chaque béchers les quantités croissantes de réactifs
 - Placer les béchers sur le flocculateur et abaisser les hélices dans l'eau
 - Effectuer une agitation rapide à 100trs/mn pendant 2mn puis une agitation lente de 40trs/mn pendant 20mn. Noter le temps d'apparition de premiers floccs.
 - Après 15mn d'agitation lente, on évaluera la qualité de la flocculation (aspect des floccs)
 - Laisser décanter 10 à 15 mn. Noter la vitesse et la cohésion des boues.
 - Siphonner la moitié de la hauteur d'eau de chacun des béchers.
 - Contrôler la turbidité, pH, fer sur les eaux siphonnées.
 - Noter chaque bécher selon la qualité de la flocculation.
- **Tableau des résultats**
 - Taux de réactifs mg/L
 - Temps d'apparition des floccs
 - Aspects des floccs (pas, peu visible, petit, moyen, gros)
 - Décantation des floccs
 - Cohésion
 - Turbidité eau décantée (ED)
 - pH ED
 - fer ED
 - Notation

Enfin, la dose optimale de réactif est celle qui correspond à la meilleure notation (t : taux d'ingrédient g/m³)

REMARQUES

- pH de bonne floculation : 6 à 7,2

- réaction chimique :



- Pour avoir une bonne floculation, il faut que tout le SA s'hydrolyse sous forme de Al(OH)₃

D'où l'adjonction de chaux en amont pour avoir le maximum de Al(OH)₃

- Taux de chaux en amont : variable entre 1/6 SA ; 1/5 SA ; 1/4 SA ; 1/3 SA

D'après la formule générale ci-dessous, on peut avoir la valeur du taux :

$$Q t = C D$$

Unité	Q	t	C	D
Laboratoire	L	mg/L	mg /Ml	mL
Usine	m ³ /h	g/m ³	g/L	L/h

Q: volume eau à tester

t: taux produit (déterminer à partir de la turbidité de l'EB)

C : concentration des produits (Sulfate d'alumine 10g/L ; Chaux 2g/L)

D : débit du produit à verser (à chercher)

Exemple :

- Si turbidité =11

t : 9 10 11 12 13

- Si turbidité = 29

t : 27 28 29 30 31

- **Interprétation**

- Turbidité de l'eau brute (EB) >à celle de l'eau décantée (ED) car il y a diminution de fer
- Volume du fer en EB>ED
- Minéralisation EB<ED grâce à l'utilisation des sulfates d'alumine et de la chaux

- Conductivité EB<ED car la minéralisation augmente

1.3. Analyses bactériologiques

Les germes à déterminer obligatoirement :

- **Coliformes totaux ou bactéries coliformes** : culture faite par le lactose TTC Agar, c'est un milieu de culture, à une température de 37°C.
 - On prend 100mL de l'échantillon
 - Faire passer par l'appareil de filtration par une membrane
 - Mettre la membrane dans le milieu de culture correspondante
 - Mettre dans l'incubateur à 37°C pendant 24h
 - Faire la lecture (norme : <1 pour eau potable), colonies jaunes halojaunes



Photo 2 : Milieu de culture des coliformes fécaux
Source : Auteur, 2016



Photo 3 : Membrane
Source : Auteur, 2016



Photo 4 : Appareil de filtration
Source : Auteur, 2016

- **Escherichia coli ou coliformes fécaux** : culture faite par le lactose TTC Agar, c'est un milieu de culture, à une température de 44°C.
 - On prend 100mL de l'échantillon
 - Faire passer par l'appareil de filtration par une membrane
 - Mettre la membrane dans le milieu de culture correspondante
 - Mettre dans l'incubateur à 44°C pendant 24h
 - Faire la lecture (norme : <1 pour eau potable), colonies jaunes halojaunes
- **Streptocoques fécaux ou entérocoques intestinaux** : Faite dans un milieu de culture, à une température de 37°C
 - On prend 100mL de l'échantillon
 - Faire passer par l'appareil de filtration par une membrane
 - Mettre la membrane dans le milieu de culture correspondante
 - Mettre dans l'incubateur à 37°C pendant 48h

- Faire la lecture (norme : <1 pour eau potable), colonies rouge violacées



Photo 5 : **Milieu de culture des streptocoques**
Source : **Auteur, 2016**

- **Anaérobies sulfito-réducteurs ou ASR** : faite par un milieu de culture, à une température de 37°C
 - On prend 100mL de l'échantillon
 - Faire passer par l'appareil de filtration par une membrane
 - Mettre la membrane dans le milieu de culture correspondante
 - Mettre dans l'incubateur à 37°C pendant 24h
 - Faire la lecture (norme : <1 pour eau potable), colonies noires



Photo 6 : **Milieu de culture des ACR**
Source : **Auteur, 2016**

1.4. Mesure de la DCO

- **Principe**

Après avoir complexé les ions chlorures par les H_2SO_4 , l'oxydation est réalisée au $K_2Cr_2O_7$ en milieu acide et sous le flux en ... de catalyseur d'oxydation Ag_2SO_4 .
L'excès de $K_2Cr_2O_7$ est titré au sel de mohr.

▪ **Matériels**

- Bloc d'oxydation pour DCO
- Burette graduée
- Eprouvette
- Pipette jaugée
- Tubes au ballon à réaction

▪ **Réactifs à DCO**

- H_2SO_4 à 4mol/L
500ml Eau distillée + 220ml H_2SO_4 (1,83 g/mL)
Refroidir et diluer à 1000mL
- H_2SO_4 + Ag_2SO_4
9,4g Ag_2SO_4 + 40 ml ED + 960ml H_2SO_4
Agiter (reposer 2 jours si nécessaire)
- $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe} (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ à 0,12 mol/l
47g sel de mohr + 20ml H_2SO_4
Agiter, refroidir, diluer à 1000ml ED
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
(80g H_2SO_4) + 100ml ED + 100 ml H_2SO_4
Refroidir + 11,767g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ préalablement séché à 105°C pendant 2h
Ramener à 1000ml
- $\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4$ 2,0824mmol/l (séché à 105°C)
0,4253g de hydrogénophtalate de potassium + 1000ml ED
- Ferroin
0,7g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1,5g phénoltroine – 1,10 monohydrate
Agiter et diluer à 100ml

Mode opératoire

Prendre 10ml d'échantillon + 1 pincée H_2SO_4 + 5ml $K_2Cr_2O_7$ + 15ml $AgSO_4$

Chauffer à reflux pendant 2h

Refroidir, ajuster à environ 75ml avec ED

+ 2 gouttes de ferroin

Titrer avec sel de mohr 0,12N

▪ Expression des résultats

Blanc : 10ml ED

Témoin : 10ml solution de référence $KC_8O_5H_5$

Théoriquement la concentration du DCO est égale 500mg/l

(96% de cette valeur)

$$DCO = \frac{80 \times C \times (V_1 - V_2) \times F_c}{V_0}$$

C: concentration mol/l de sel de mohr

V_0 : volume ml de la prise d'essai

V_1 : volume ml de sel de mohr pour dosage blanc

V_2 : volume ml de sel de mohr pour détermination échantillon

$$F_c = \frac{\text{Volume théorique}}{\text{Volume essai}}$$

2.Analyse chimique

Les analyses chimiques se particularisent par l'utilisation de divers réactifs chimiques (catalyseur, indicateur coloré, ...) et utilisent des appareils pour faciliter la lecture des résultats. Ces analyses chimiques ont été catégorisées en deux types:

- analyse colorimétrique (utilisation de spectromètre d'absorption)
- volumétrie (utilisation d'une solution titrante)