I. CADRE D'ETUDE

Pour cette étude les prélèvements des échantillons ont été effectués exclusivement au niveau de la capitale sénégalaise : la région de Dakar.

Les prélèvements ont été effectués dans les supermarchés, stations de service, boutiques et enfin dans les marchés.

Le choix de la région de Dakar se justifie par :

- ✓ Sa démographie ; en effet la population de la région de Dakar est de 2.592.191 habitants représentant 20,7% de la population soit une densité de 4.748 habitants/Km² comparé à la région qui vient en deuxième position en terme de population qui est la région de Thiès qui a une population de 1.658.445 habitants représentant 13,3 % de la population soit une densité de 251 habitants/Km² [1]
- ✓ La relative cherté de l'eau minérale (leurs prix variant de 250f pour la Kirène à 550f pour l'Evian pour la bouteille de 50cL)
- ✓ Le pouvoir d'achat relativement important de sa population par rapport aux autres régions.
- ✓ Et aussi du trafic important des touristes.

Les analyses ont été effectuées principalement au Laboratoire de Chimie Analytique et de Bromatologie de l'UCAD et au centre commun de mesure de l'Université du Littoral Cote d'Opale en France.

Cette étude s'est déroulée durant la période de Mai à Juillet 2012.

II. MATERIELS ET METHODES

II.1. Échantillonnage

L'échantillonnage des différentes marques d'eaux minérales a été réalisé après achat de chaque marque au niveau des différents points de vente de Dakar (marché, supermarché, station de service et boutique) selon la disponibilité de la marque sur chaque point de vente.

L'étude a porté sur 22 marques d'eaux minérales réparties comme suit:

- ✓ 03 marques d'eaux minérales embouteillées au Sénégal
- ✓ 19 marques d'eaux minérales importées

Critère d'inclusion :

- ✓ Ont été inclus dans notre étude toutes les eaux en bouteilles ayant la dénomination « Eau minérale naturelle » sur leurs étiquettes.

Critère de non inclusion :

- ✓ Nous n'avons pas pris en compte les eaux en sachets et les eaux en bouteilles ayant une dénomination autre que « eau minérale naturelle ».

II.2. Matériels

II.2.1 Appareillage

- ✓ Chromatographie ionique :

Les analyses des anions (Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-}) et des cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) ont été réalisées à l'aide d'un système de chromatographie ionique constitué d'un appareil Dionex DX 100® modèle DX1-03 (Dionex corporation, Sunnyvale, California, USA) couplé à un Dionex modèle ICS 900® (Dionex corporation, Sunnyvale, California, USA).

- ✓ Agitateur magnétique
- ✓ Aimant
- ✓ Balance de précision
- ✓ pH-mètre METTLER TOLEDO 355
- ✓ étuve
- ✓ plaque chauffante
- ✓ conductimètre

II.2.2. Verrerie et petit matériel de laboratoire

Ballons de 100 ml

Béchers de 50 ml

Burette de 10 ml

Entonnoirs

Erlenmeyers

Éprouvettes de 25 ml, 50 ml, 100ml

Fioles jaugées en verre et en plastique

Flacons de 500 ml

Pipettes de 2 ml, 5 ml, 10 ml

Pissettes

Capsule en porcelaine

II.2.3. Réactifs

Ce sont principalement :

- ✓ Solution sulfo-chromique
- ✓ Eau déminéralisée
- ✓ Acide chlorhydrique 0,05N
- ✓ Vert de bromocresol

II.2.4. Standards et solvants utilisés

Ils sont de qualité pour analyses et sont constitués :

- ✓ D'acide méthane sulfonique extra pur (99%),
- ✓ De bicarbonate de sodium (99,7%),
- ✓ D'hydrogénocarbonate de sodium (95%),
- ✓ De substances anioniques et cationiques de référence de pureté supérieure ou égale à 99% (Na_2SO_4 , NaCl , NaNO_3 , KCl , NH_4Cl , $\text{MgCl}_2(6\text{H}_2\text{O})$ et CaCl_2). Ils ont été fournis par Sigma-aldrich Chimie, St. Quentin Fallavier, France.

II.3. Méthodes d'analyses

II.3.1. Détermination de la conductivité

II.3.1.1. Principe

Il est basé sur le fait qu'une solution a des propriétés électriques déterminées par sa nature, sa concentration et sa température. Toute variation de

constitution de la solution entraînera une variation de la conductivité (pH également) mesurable à l'aide d'un conductimètre. [46]

Pour la cellule :

$$RC = \text{résistance} = \frac{1}{CC} - \frac{1}{S} = \frac{H}{X} \text{ (en ohms)}$$

Ou

$$CC = \text{conductance} = \frac{X}{K} \text{ (en siemens)}$$

K : constante de la cellule

$\frac{1}{S}$: Caractéristique de la géométrie de la cellule

Pour le pont de la mesure : $RC = mR$ (ohms) en équilibre

m : coefficient d'ampliation

R : résistance variable, solidaire d'un cadran ou d'un dispositif d'affichage numérique

II.3.1.2. Mode opératoire

La conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métallique de 1 cm^2 de surface et séparées l'une de l'autre par 1 cm . Elle est l'inverse de la résistance électrique et peut se mesurer directement.

On opère avec de la verrerie rigoureusement propre et rincée avant usage avec de l'eau bidistillée ou distillée. Après on le plonge dans le récipient contenant l'eau à examiner.

Faire la mesure dans un deuxième récipient en prenant soin que les électrodes de platines soient complètement immergées.

Agiter le liquide afin que la concentration ionique entre les électrodes soit identique à celle du liquide ambiant.

La température ne doit en aucun cas varier pendant la mesure, l'utilisation d'un bain thermostaté facilite l'équilibre thermique et améliore les résultats de la mesure.

Faire varier la résistance R jusqu'à ce que le galvanomètre indique « zéro mV ». Noter le chiffre R donné par le pont.

La conductivité de l'eau est donnée par l'expression :

$$C = \frac{K}{R}$$

K : constante d'étalonnage de la cellule

C s'exprime en $\mu\text{S}/\text{cm}$

II.3.1.3. Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en $\mu\text{S}/\text{cm}$

II.3.2. Détermination du pH

II.3.2.1 Principe

La différence de potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode (calomel-KCl saturé) plongeant dans une même solution est une fonction linéaire du pH de celle-ci.

Selon l'équation de NERNST, le potentiel de l'électrode est lié à l'action des ions H^+ présents par la relation. [46]

$$E = E_0 + 2,3 \frac{RT}{nF} \log aH$$

E : potentiel mesuré

E_0 : constante dépendant du choix de l'électrode de référence et des solutions internes

R : constante des gaz parfaits (J/C)

T : température absolue (°C)

n : charge de l'ion

F : constante de FARADAY 9600°C

aH : activité de l'ion dans l'échantillon (H^+)

II.3.2.2. Réactifs

- ❖ Solution tampon A : pH=6,8
 - Phosphate de potassium monobasique : KH_2PO_49,08g
 - Phosphate de sodium dibasique.....23,9g
 - Eau distillée qsp.....1000ml
- ❖ Solution tampon B : pH= 3,40
 - Tartrate de potassium : $KH_5C_4O_6$ 4g
 - Eau distillée 1000ml

II.3.2.3. Mode opératoire

- Étalonner l'appareil en introduisant l'électrode de verre et l'électrode au calomel (ou électrode combinée) dans deux solution étalons.

- Vérifier selon qu'il ait ou non un régulateur (compensateur) de température pour les mesures effectuées en dehors de 20°C
- Amener l'eau à examiner au contact de l'électrode de circulation.
- Faire la lecture après stabilisation du pH.

II.3.2.4. Expression des résultats

Les mesures sont exprimées en unité de pH ; ceci en fonction de la température.

II.3.3 Détermination de résidu sec à 180°C

II.3.3.1. Principe

Il consiste à une évaporation au bain d'eau bouillante d'un volume d'eau brute choisi en fonction des quantités de matières fixes présentes, dessiccation à l'étuve à température donnée et pesée du résidu. [42]

II.3.3.2. Mode opératoires

❖ Prise d'essai

Prélever dans fiole jaugé, un volume d'eau brute, probablement débarrassée des matières en suspension, tel qu'il conduise à un résidu sec d'au moins 10 mg et de préférence compris entre 100 et 200 mg

❖ Détermination

Nettoyer la capsule à l'acide chlorhydrique ou a acide nitrique dilués (HCl ou HNO₃ dilué au 10^{ème}) et tièdes, puis à l'eau distillée. La sécher par passage l'étuve puis la calciner dans le four réglé à 525±25°C. Laisser refroidir presque jusqu'à la température ambiante puis placer dans un dessiccateur pendant une ¼ heure environ et peser. Soit M₀ la masse de la capsule vide.

Faire évaporer progressivement au bain d'eau bouillante la prise d'essai introduite, éventuellement en plusieurs fractions successives dans la capsule. Vers la fin de l'opération, rincer à l'eau distillée la fiole jaugée qui a servi à mesurer la prise d'essai et verser les eaux de lavage dans la capsule. Une fois l'eau évaporée, placer la capsule dans l'étuve réglée à 100-105°C et l'y laisser pendant 1 heure.

- Si l'essai a pour objet la détermination du résidu sec à 175-185°C poursuivre la dessiccation en plaçant la capsule pendant 2 heures dans l'étuve à 175-185°C puis la laisser refroidir presque jusqu'à la température ambiante pour la placer ensuite dans un dessiccateur pendant un $\frac{1}{4}$ heure environ et peser. Recommencer le cycle chauffage à 175-185°C – refroidissement – pesée jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,5mg. Soit M_1 la masse trouvée.

[42]

II.3.3.3. Expression des résultats

Soient :

V : le volume en ml de la prise d'essai

M_0 : la masse en mg de la capsule vide

M_1 : la masse en mg de la capsule et de son contenu après étuvage

Le résidu sec à 175-185°C, exprimé en mg/l, est donné par l'expression :

$$\frac{(M_1 - M_0)1000}{V}$$

II.3.4. Dosage des ions bicarbonates

II.3.4.1. Principe

Il consiste à ajouter un volume précis d'une solution de concentration connue à une solution de concentration inconnue.

Le choix des solutions utilisées pour les titrages est déterminé par deux conditions d'une part la réaction doit être totale et d'autre part la fin de la réaction doit être marquée par un changement brusque d'une propriété physique observable en présence d'un indicateur.

II.3.4.2. Mode opératoire

✓ Titrage par pH-métrie

Etalonner le pH-mètre.

Remplir une burette graduée avec une solution d'acide chlorhydrique de concentration $CA = 0,05 \text{ mol.L}^{-1}$.

Introduire $V_0 = 50 \text{ mL}$ d'eau minérale mesurés avec une fiole jaugée et un barreau aimanté dans un bécher.

Placer celui-ci sur un agitateur magnétique. Plonger dans cette eau la sonde du pH-mètre et mesurer son pH.

Préparer les axes du graphe $\text{pH} = f(\text{VA})$ sur une feuille de papier millimétré. Ajouter, millilitre par millilitre, la solution d'acide chlorhydrique contenue dans la burette et mesurer le pH après chaque ajout. Resserrer les mesures lorsque les variations de pH augmentent. Tracer le graphe $\text{pH} = f(\text{VA})$

✓ Titrage avec un indicateur coloré

Dans un bécher introduire 50 ml de l'eau à analyser ; ajouter quelques gouttes de vert de bromocresol (15 gouttes) afin que le mélange soit légèrement bleu.

Titre avec la solution d'acide chlorhydrique de concentration 0,05 mol/l jusqu'à avoir un changement de couleur de la solution, passant par le vert puis au jaune.

Faire un blanc avec de l'eau distillée en suivant le même procédé.

II.3.4.3. Expression des résultats

Soient :

Ca : la concentration d'acide chlorhydrique (HCL)

Va : le volume d'acide chlorhydrique (HCL)

Vb : le volume d'eau minérale

Cb : la concentration des ions bicarbonates à doser

A l'équivalence nous avons :

$$CaVa = CbVb$$

$$Cb = \frac{CaVa}{Vb}$$

II.3.5. Dosage des principaux minéraux présents dans l'eau

Les principaux minéraux retrouvés dans les eaux minérales commercialisées au Sénégal sont :

- ✓ Les chlorures (Cl⁻)

- ✓ Les nitrates (NO_3^-)
- ✓ Les sulfates (SO_4^{2-})
- ✓ Le sodium (Na^+)
- ✓ Le potassium (K^+)
- ✓ Le magnésium (Mg^{2+})
- ✓ Le calcium (Ca^{2+})

Le dosage s'est fait par chromatographie ionique.

La chromatographie ionique :

- Conditions chromatographiques
 - Analyse des anions

L'analyse de anions a été réalisée sur une colonne IonPac® AS14A (250 x 4 mm) contenant une phase stationnaire constituée de billes de silice sulfonée de 5 μm de diamètre sur lesquelles sont greffées chimiquement des billes de latex porteuses de groupements ammonium quaternaires sur une épaisseur de l'ordre de 0,1 μm . Celle-ci est précédée d'une colonne de garde IonPac® AG14A (4 x 50 mm) de même composition de phase stationnaire. L'éluant est constitué de bicarbonate de sodium (Na_2CO_3 : 3,5 mm) et d'hydrogencarbonate de sodium (NaHCO_3 : 1 mm). Un suppresseur ASRS 300® auto-régénérant a été utilisé pour éliminer le bruit de fond résultant de la conductivité de la phase mobile. Une boucle rhéodyne de 25 μL a permis l'introduction des échantillons entraînés par la phase mobile à un débit de 1,2 mL/min. Les composés recherchés ont été détectés par conductimétrie à l'aide d'un DS5 conductivity detector. L'étalonnage a été réalisé sur une gamme de concentration allant de 0,5 à 20 ppm (0,5; 1; 5; 10 et 20 ppm).