

Table des matières

Introduction.....	1
Chapitre 1 . Présentation de l'ONEE/BO	2
I. Introduction.....	3
II. Présentation de l'ONEE/BO.....	3
III. Conclusion	5
Chapitre 2 . Traitement des eaux d'oued Sebou &Analyses	6
I. Introduction.....	7
II. Station de prétraitement.....	7
III. Traitement des eaux d'OUED SEBOU	8
II. Analyses.....	10
1. Echantillonnage et prélèvement des eaux	10
2. Types d'analyses.....	11
Chapitre 3 . Etude Bibliographie.....	13
I. Définition de l'eau	14
II. Pollution de l'eau.....	14
1. Les effets des métaux lourds	14
2. Définition et généralités sur l'Aluminium	15
3. Apport de l'aluminium par l'eau	15
4. Apports de l'aluminium par l'eau dans les eaux traitées	15
5. Toxicité de l'Aluminium.....	16
6. Dosage de l'aluminium dans l'eau :.....	16
III. La spectrométrie d'absorption atomique à four graphite	16
1. Définition	16
2. Principe de la spectrométrie d'absorption atomique à four.....	16
3. Appareillage.....	17
IV. La validation des méthodes d'analyse quantitatives au moyen du profil d'exactitude.....	18
1. Place de la validation dans le cycle de vie.....	18
2. Définition de la validation	19
3. Objectif de la validation	19
4. La validation par méthode du profil d'exactitude.....	20
5. Les critères de validation d'une méthode d'analyse.....	20

a.	Spécificité	20
b.	La linéarité	21
c.	Justesse.....	21
d.	Biais	21
e.	Fidélité	21
f.	Exactitude	22
g.	Calculs nécessaires pour élaborer un profil d'exactitude	22
h.	Limite de détection.....	23
i.	Limite quantification	23
6.	Estimation de l'incertitude	23
Chapitre 4 . Etude Expérimentale		24
I.	Introduction.....	25
II.	Dosage de l'Aluminium dans l'eau par spectroscopie SAAE à l'ONEE/BO	25
III.	Réalisation de la validation analytique.....	26
1.	Préparation de la gamme d'étalonnage et la gamme de validation	26
2.	Réalisation des gammes STD d'étalonnage, STD de validation.....	28
3.	Analyse de la fonction de réponse et le choix du modèle de régression appropriée avec $\lambda=20\%$	29
4.	Prédiction inverse des concentrations	33
5.	Etude de la spécificité.....	34
6.	Etude de la justesse	35
7.	Etude de la fidélité	35
8.	Calculs des intervalles de tolérance	36
9.	Etablissement du profil d'exactitude	37
10.	Etude de la justesse après correction	38
11.	Etude des intervalles de tolérances et du profil d'exactitude après correction	38
12.	Etude de la linéarité	39
13.	Limite de détection.....	40
IV.	Estimation de l'incertitude	42
Conclusion		43
Références bibliographique		44
Résumé.....		47

Liste des figures

Figure 1 : le dessableur	8
Figure 2 : Station de traitement des eaux d'OUED SEBOU	8
Figure 3 : Schéma représentatif de la neutralisation des charges	9
Figure 4 : Décanteur	9
Figure 5 : Filtre à sable	10
Figure 6 : schéma récapitulatif du procédé du traitement des eaux d'OUED SEBOU	10
Figure 7 : La molécule d'eau H ₂ O	14
Figure 8 : Spectromètre d'absorption atomique	17
Figure 9: Schéma explicatif du dispositif de base de la spectroscopie SAAE	17
Figure 10 : Dispositif d'injection automatique	18
Figure 11 : Schéma de cycle de vie d'une méthode analytique	19
Figure 12: Représentation graphique des concentrations introduites en fonction des concentrations retrouvées, visualisant l'effet de matrice sous ces différents aspects, additifs et multiplicatifs.....	20
Figure 13 : Estimation de la justesse	21
Figure 14 : Estimation de la fidélité.....	22
Figure 15 : Représentation schématique de l'exactitude.....	22
Figure 16 : Lampe (allumée) à cathode creuse correspond à l'Aluminium	25
Figure 17: profil d'exactitude pour le modèle logarithmique	30
Figure 18: profil d'exactitude pour le modèle pondéré 1/x	31
Figure 19: profil d'exactitude pour le modèle racine carrée	31
Figure 22: coefficients de la gamme d'étalonnage	32
Figure 23 : Représentation graphique de la concentration retrouvée en fonction de la concentration introduite	34
Figure 24: profil d'exactitude avant correction.....	37
Figure 25: profil d'exactitude après la correction	39
Figure 26. Graphe représentant le profil de la linéarité.....	40
Figure 27 : calcul des coefficients de la droite d'étalonnage.....	41

Liste des tableaux

Tableau 1: Gamme d'étalonnage	26
Tableau 2: gamme de validation	27
Tableau 3: Gamme standard d'étalonnage	28
Tableau 4: gamme de validation	29
Tableau 5: Résultats statistique obtenus au prés de chaque modèle généré	30
Tableau 6: résultats obtenues par prédiction inverse	33
Tableau 7: Résultats des concentrations récupérées après soustraction du niveau 0	34
Tableau 8: Calcul des biais et recouvrement avant correction	35
Tableau 9: calcul des critères de la fidélité	36
Tableau 10: calculs des intervalles de tolérances avant correction	36
Tableau 11: Calculs des biais et recouvrement après correction	38
Tableau 12: calculs des critères de construction du profil d'exactitude après correction	38
Tableau 13: Les paramètres de calcul de la linéarité	39
Tableau 14: série d'étalonnage	40
Tableau 15: Estimation de Limite de détection et la limite de quantification	41

Liste des abréviations

conc	Concentration en µg/l
CV	Coefficient de variation
FDA	Foud and drug alimentation
L	Limite inferieur
NPP	Nombre le plus probable
ONEE/BO	Office national d'eau et d'électricité branche eau
U	Limite supérieur
Λ-	Limite inferieur d'acceptation (en unité de concentration)
Λ+	Limite supérieur d'acceptation (en unité de concentration)

Introduction

L'eau est beaucoup plus qu'une simple boisson humaine, elle représente un élément indispensable et irremplaçable pour la continuité de la vie des Hommes, des animaux et des plantes ; Cependant cette richesse naturelle peut être en contrepartie une source nuisible de maladies grave voire mortelle à cause de sa pollution. En effet un pourcentage élevé de maladies enregistrées dans les pays en voie de développement, sont liées à la consommation de l'eau. « L'eau y étant un vecteur de maladies graves voire mortelles » [1]

Dans l'objectif d'avoir une eau saine, limpide et de répondre aux réglementations nationales et internationales, l'Office National d'Electricité et d'Eau potable (ONEE/BO) a été mis en service, permettant la réalisation des traitements efficace à la rigueur de sa responsabilité d'assurer l'essentiel de la gestion et de la production en eau potable. Pour atteindre cet objectif le laboratoire doit mettre en place des outils et techniques d'analyses précises afin d'assurer des résultats fiable et conforme. Chose qui ne peut être atteinte qu'à travers l'utilisation des méthodes statistiques de validation.

C'est ainsi que le laboratoire régional du contrôle de la qualité de l'eau potable de Fès donne actuellement une grande importance à ces méthodes par l'utilisation des procédures de contrôle interne de qualité. C'est dans cette perspective qu'on essayera, à travers ce stage de fin d'étude de valider une méthode d'analyse d'Aluminium présent dans l'eau par la spectroscopie d'absorption atomique à four graphite en se basant sur le profil d'exactitude.

Pour ce faire, le présent rapport sera scindé en trois grandes parties :

- ◆ La première partie sera dédiée à la présentation de l'organisme d'accueil et les différentes analyses ;
- ◆ La deuxième partie sera dédiée pour effectuer une étude bibliographique du sujet ;
- ◆ Troisième partie sera consacrée à la présentation de la partie pratique et des résultats obtenus.

Chapitre 1 . Présentation de l'ONEE/BO

I. Introduction

Ce chapitre sera consacré à une brève présentation de l'Office national de l'eau et de l'électricité (ONEE/BO). A savoir :

- Son historique ;
- Ses missions principales ;
- Ses directions principales ;
- Identification de la direction de Centre Nord-Fès (DR5).

II. Présentation de l'ONEE

L'office national d'électricité et de l'eau potable/BO est un organisme gouvernemental servant à assurer l'essentiel de la gestion, de la production, de la distribution de l'eau potable et l'assainissement liquide au Maroc. C'est un établissement public à caractère industriel et commercial [2], il représente l'un des véritables piliers de l'économie Marocaine.

1. Historique

1929 : date de création de REIP (Régie d'Exploitation Installation et Planification)

1972 : date de prise du nom l'Office National de l'Eau Potable ONEP

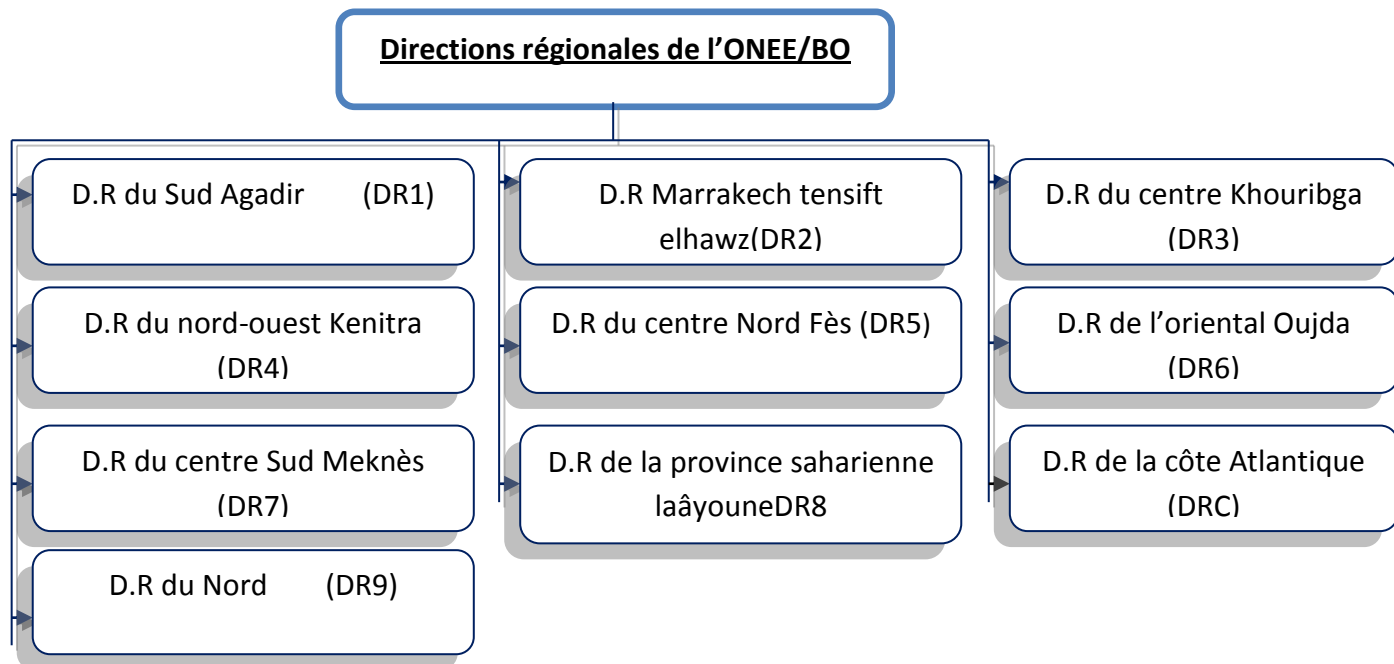
2012 : date du regroupement entre l'Office National de l'Électricité (ONE) l'Office National de l'Eau Potable (ONEP) suite à ce regroupement L'Office National de l'Electricité et de l'Eau potable (ONEE) a été créé le 24/04/2012

2. Missions principales :

- ◆ Planifier l'approvisionnement en eau potable du Royaume et la programmation des projets ;
- ◆ Etudier l'approvisionnement en eau potable et assurer l'exécution des travaux des unités de productions et de distribution ;
- ◆ Gérer la production d'eau potable et assurer sa distribution ;
- ◆ Contrôler la qualité des eaux produites et distribuées ;
- ◆ Participer aux études des projets de textes législatifs et réglementaires nécessaires à l'accomplissement de sa mission.

3. Directions régionales de l'ONEE/BO

Il est constitué de 10 directions régionales qui sont répartit aux différentes régions du Maroc. La figure ci-dessous résume ces différentes directions de l'ONEE/BO



Directions régionales de l'ONEE/BO

4. Identification de la Direction de Centre Nord - Fès (DR5)

La Direction régionale du centre nord Fès a été créée en juillet 1979. Elle a pour mission l'alimentation en eau potable des zones dépendantes de son territoire.

Elle supervise aussi l'exploitation et la maintenance des installations existantes dans les centres de production et de distribution qui sont sous sa responsabilité. Les ressources utilisées par l'ONEE de Fès, pour la production de l'eau potable sont :

- ◆ Ressources souterraines : principalement les forages situés dans la plaine du Saïs.
- ◆ Ressources superficielles : les eaux d'Oued Sebou [2].

5. Description du complexe de production

Le complexe est constitué de 4 stations :

- ◆ Station de prétraitement ;
- ◆ Station de pompage d'eau brute de l'Oued Sebou ;
- ◆ Station de traitement ;
- ◆ Station de pompage d'eau traitée Ain Nokbi vers la RADEEF

6. Description du laboratoire régional

Le laboratoire est constitué de deux parties, qui lui permettent d'effectuer les différentes analyses chimiques, physico-chimique et analyses bactériologique :

Le Laboratoire pour les analyses bactériologique est composée de :

- ◆ Une salle d'analyses,
- ◆ une salle de confirmation,
- ◆ une salle d'incubation ;
- ◆ Une salle de lavage et de stérilisation ;

- ◆ une salle pour la préparation des milieux de cultures ;

Le laboratoire pour les analyses chimique et physico-chimique est composé de :

- ◆ Une salle des analyses physico-chimiques ;
- ◆ Une salle des analyses par spectrométrie d'absorption moléculaire ;
- ◆ Une salle pour les analyses des éléments traces par spectrométrie d'absorption atomique ;
- ◆ Une salle de lavage et de stérilisation.

III. Conclusion

L'ONEE est donc chargée de la gestion, la production et la distribution de l'eau potable dans tout le royaume du Maroc. Cette eau pour qu'elle soit consommable elle ne doit contenir en quantité dangereuse ni micro-organismes ni substance chimique nocifs pour la santé ; en outre, elle doit être aussi agréable à boire que les circonstances le permettent. Les eaux d'alimentation humaine doivent satisfaire aux exigences de qualité (NM 03.7.001)

Chapitre 2 . Traitement des eaux d'oued Sebou &Analyses

I. Introduction

L'Oued Sebou draine l'un des principaux bassins versants du Maroc, du point de vue de l'importance de ses ressources hydriques et de sa forte anthropisation. Les eaux du Sebou connaissent depuis plusieurs années une dégradation notable de leur qualité à cause des différentes pollutions (domestique, agricole, industrielle... [3]). Un cycle de traitement et de prétraitement est donc nécessaire pour avoir une eau répondant aux besoins nécessaires.

La chaîne de production d'eau potable d'OUED SEBOU se passe dans deux stations principales :

- une station de prétraitement pour éliminer les grands débris tel que les roches, les branches d'arbres..., et la matière en suspension d'une concentration dépassant 2g/l ;
- une station de traitement permettant de produire une eau traitée destinée à la consommation humaine.

Le présent chapitre a été consacré à la description du procédé de traitement des eaux d'OUED SEBOU.

II. Station de prétraitement

Elle est mise en service selon le taux des matières en suspension « M.E.S », donc il s'agit d'un traitement préliminaire dans le but d'extraire de l'eau une quantité maximale des M.E.S jusqu'à avoir une valeur inférieure à 2g/l et de la refouler jusqu'à la station de traitement.

Cette élimination des M.E.S se fait selon un certain nombre d'opérations :

1. Dégrillage

Première étape dans le prétraitement, l'eau brute passe à travers des grilles (figure 2) constitués de barreaux placés verticalement, courbés ou inclinés de 60° à 80° sur l'horizontale : les dégrilleurs. Ces grilles assurent la séparation des éléments volumineux contenus dans les eaux (Branches d'arbre, bouteilles plastiques, feuilles mortes...). Il est alors nécessaire d'enlever des eaux brutes les déchets grossiers dès le début du traitement, pour limiter d'une part la pollution visuelle et, d'autre part, protéger les équipements placés en aval [4].

2. Relevage

Le relevage est assuré par trois vis d'Archimède qui permettent le pompage de l'eau du fleuve vers les dessableurs.

3. Dessablage

Le dessablage est un prétraitement physique qui permet de retirer les particules minérales de diamètre supérieur à 0,2 mm, L'élimination des sables sert à :

- Eviter les dépôts dans les canalisations conduisant à leur bouchage ;
- Protéger les pompes et autres organes mécaniques contre l'abrasion ;
- Eviter de perturber les autres stades du traitement
- Réduire la production des boues.



Figure 1 : le dessableur

4. Débourbage

Les débourbeurs, comme leurs noms l'indiquent, permettent d'éliminer les boues. C'est une opération effectuée généralement sur des eaux particulièrement chargées (dépassant une teneur de 2g/l en M.E.S). C'est une pré-décantation ayant pour but d'éliminer les sables fins jusqu'à avoir une charge en M.E.S de l'ordre de 100 à 1000mg/l selon les cas.

III. Traitement des eaux d'OUED SEBOU

Après avoir diminué la charge de l'eau en matière en suspension ($MES > 2g/l$), on procède à la phase de traitement. L'objectif de ce traitement est l'élimination des matières qui se trouvent dans l'eau sous forme colloïdales et qui ont besoin au procédé de pré-chloration, coagulation-floculation, décantation, filtration et désinfection.



Figure 2 : Station de traitement des eaux d'OUED SEBOU

1. Pré- chloration

Certains oxydants et notamment le chlore, peuvent réagir sur les substances organiques et minérales des eaux [5]. L'utilisation du chlore permet de plus la réduction de micro-organismes, l'oxydation suffisamment rapide de l'hydrogène sulfuré et des ions de fer et de manganèse pour les décanter sous forme d'un précipité.

2. Coagulation-floculation

La coagulation-floculation est un procédé physico-chimique qui vise à la neutralisation des colloïdes présentés dans l'eau [6], puis la formation de floes par absorption et agrégation. Les floes ainsi formés seront décantés et filtrés par la suite.

Cette étape clé dans le processus de potabilisation, elle consiste d'abord à une décharge des particules colloïdales, par l'ajout des sulfates d'aluminium, afin d'éviter les répulsions entre eux (Coagulation), ensuite les agglomérer pour augmenter leur masse (Floculation).

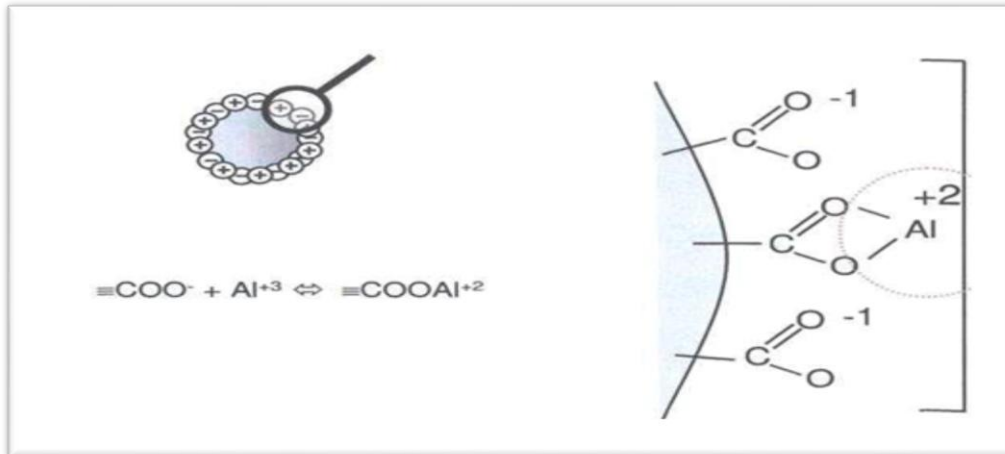


Figure 3 : Schéma représentatif de la neutralisation des charges

5. Décantation

La décantation a pour objet d'éliminer les particules en suspension dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Les particules s'accablent au fond du bassin de décantation d'où on les extrait périodiquement. L'eau clarifiée, située près de la surface, est dirigée vers l'unité de filtration.



Figure 4 : Décanteur

6. Filtration sur sable

Le but de la filtration est d'opérer à la séparation la plus complète possible entre l'eau et les fines particules n'ayant pu être récupérées par la décantation. La filtration sur sable est le type de filtration le plus répandu. L'eau à filtrer passe donc à travers le lit de sable et se débarrasse des particules en suspension non éliminées par la décantation.



Figure 5 : Filtre à sable

7. Désinfection

La désinfection permet d'éliminer ou de désactiver des microorganismes pathogènes. On utilise pour cela soit des désinfectants chimiques tels que le chlore, l'ozone ou le permanganate de potassium, soit des désinfectants physiques tels que les rayonnements ultraviolets ou la chaleur. Le chlore est le désinfectant utilisé à la station de traitement pour la désinfection.

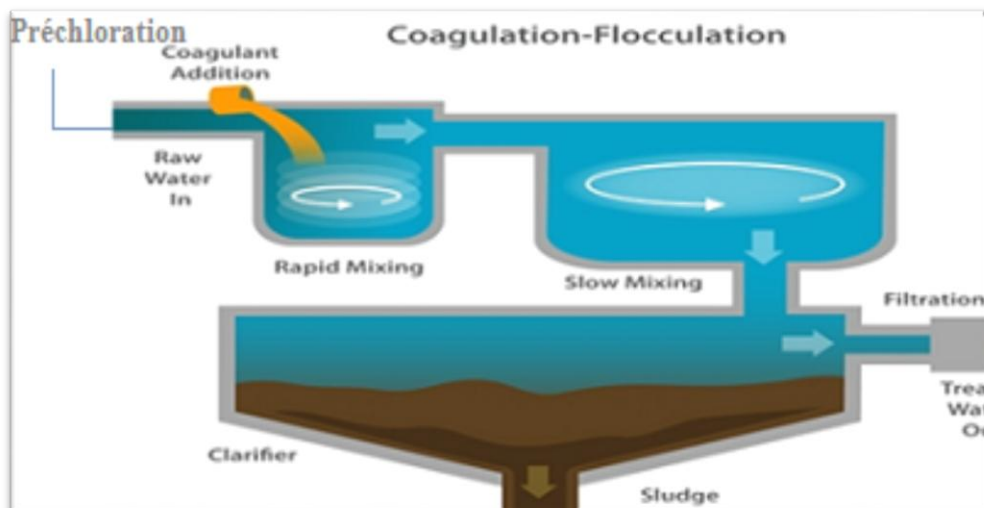


Figure 6 : schéma récapitulatif du procédé du traitement des eaux d'OUED SEBOU

II. Analyses

1. Echantillonnage et prélèvement des eaux

Le prélèvement d'un échantillon d'eau est une opération délicate à laquelle le plus grand soin doit être apporté ; il conditionne les résultats analytiques et l'interprétation qui en sera donnée [7]. L'échantillon doit être homogène, représentatif et obtenu sans modifier les caractéristiques physico-chimiques de l'eau.

2. Types d'analyses

a. Analyses organoleptiques

Les paramètres concernés sont : la couleur, le goût et l'odeur. Une eau doit avoir une odeur et goût particuliers pour être consommable selon la norme marocaine NM03.07.001

- L'odeur : La qualité de cette sensation particulière est provoquée par chacune de ces substances.
- Le goût : L'ensemble des sensations gustatives, olfactives et de sensibilité chimique commune perçue par les organes gustatifs lorsqu'ils sont en contact avec l'eau à tester.
- La couleur :
 - Couleur réelle : c'est la couleur due aux substances en solution dans l'eau.
 - Couleur apparente : c'est la couleur due aux substances en suspension dans l'eau.

b. Analyses bactériologique

L'objectif de l'analyse bactériologique d'une eau n'est pas d'effectuer un inventaire de toutes les espèces présentes, mais de rechercher celles qui sont susceptibles d'être pathogènes. L'analyse commence par l'acte de prélèvement en assurant l'absence de contamination de l'échantillon et la survie bactérienne (conditions de conservation) [7]. L'existence de bactéries n'est pas tolérée, car elle présente des risques pour la santé de l'homme. Cette analyse est donc importante car la qualité bactériologique d'une eau n'est pas un paramètre stable, mais au contraire sujet à fluctuation, par pollution accidentelle, nécessitant des contrôles permanents et représentant la cause la plus fréquente de non potabilité de l'eau.

- Les analyses de l'eau brute se fait par la méthode de NPP
- Les analyses de l'eau traitée sont réalisées par la méthode de membrane filtrante et l'incorporation sur gélose.

c. Analyses physico-chimiques

Il est nécessaire de réaliser quelques analyses physicochimiques qui sont essentielles pour la potabilité de l'eau. Ces analyses comprennent :

i. Température

La mesure de la température doit être faite sur place au moment de prélèvement à l'aide soit d'un thermomètre soit d'une sonde (en °C).

ii. Le potentiel d'hydrogène (pH)

Le pH est dû à la concentration des protons H^+ contenus dans l'eau. Il résume la stabilité de l'équilibre établi entre les différentes formes de l'acide carbonique et il est lié au système tampon développé par les carbonates et les bicarbonate [8,9,10]. La nature de la mesure effectuée au laboratoire est potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre.

pH < 5	Acidité forte : présence d'acides minéraux ou organiques dans les eaux naturelles
pH = 7	Eau neutre
7 < pH < 8	Neutralité approchée : majorité des eaux de surface
5.5 < pH < 8	Majorité des eaux souterraines
pH=8	l'alcalinité est forte, cela est en générale du a une évaporation intense

iii. Conductivité

La conductivité électrique permet d'avoir une idée sur la salinité de l'eau son unité est $\mu\text{s/cm}$

iv. Turbidité

La turbidité se définit comme étant l'expression de la propriété optique qui fait que la lumière est dispersée et absorbée plutôt que transmise en ligne droite à travers un échantillon, cette dispersion étant provoquée par l'interaction de la lumière avec les particules en suspension dans l'échantillon.

v. Oxydabilité au permanganate de potassium

L'oxydabilité au permanganate de potassium (KMnO_4), mesurée après 13 minutes en milieu acide, à chaud, doit être inférieure ou égale à 5 mg/l en oxygène (NM03.07.001). Son augmentation indique une contamination de l'eau par la matière organique (végétaux en décomposition, bactéries,...).

vi. Dureté de l'eau

La « dureté » de l'eau à deux origines :

La dureté due aux espèces carbonatées (ions carbonates et ions bicarbonates) évaluée par le T.A. (titre alcalimétrique) et le T.A.C. (titre alcalimétrique complet) ;

La dureté due aux ions calcium et magnésium évaluée par le T.H. (titre hydrotimétrique).

Chapitre 3 . Etude Bibliographie

I. Définition de l'eau

L'eau est un corps, incolore, inodore et sans saveur, c'est un composé chimique de formule brute H_2O , c'est-à-dire que chaque molécule d'eau est constituée d'un atome d'oxygène relié à deux atomes d'hydrogène par deux liaisons covalentes simples, formant un angle de $104,5^\circ$. Elle peut être sous forme liquide, solide ou gazeuse. L'eau recouvre près de 70 % de la surface de la Terre dont 97 % est salée, essentiellement sous forme d'océans et mer, et 3% est douce.

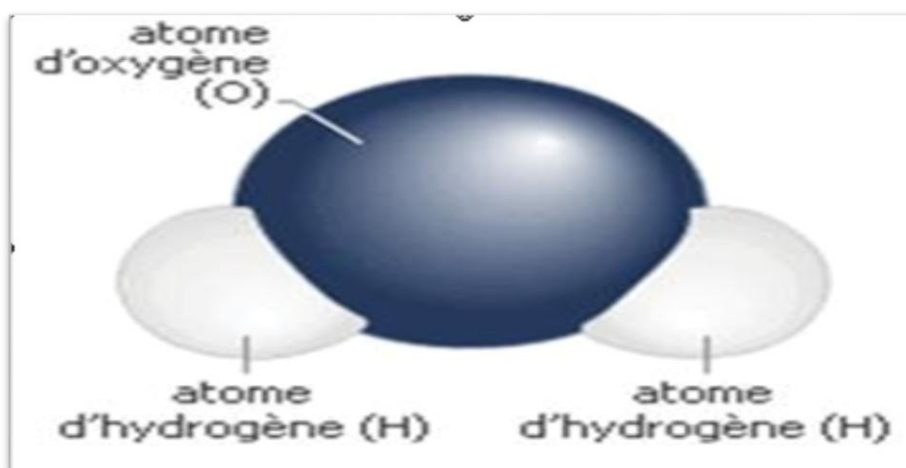


Figure 7 : La molécule d'eau H_2O

La composition chimique de l'eau induit son origine et son usage. Suivant cette composition plusieurs types peuvent être différenciés, à savoir :

Eau brute : L'eau brute est une eau à l'état où elle est prélevée et qui n'a pas été ni traitée ni introduite dans le réseau de distribution.

Eau traitée : eau qui a subi des traitements avant sa distribution.

Eau d'alimentation humaine est une eau qui ne doit contenir en quantité dangereuse, ni micro-organismes ni substance chimique nocif pour la santé en outre elle doit être aussi agréable à boire que les circonstances le permettent(NM.03.07.001)

II. Pollution de l'eau

La pollution de l'eau désigne la présence dans l'eau, de produits chimiques, de minuscules organismes extérieurs et/ou de déchets industriels. Elle entraîne une dégradation de la qualité de l'eau et perturbe l'écosystème aquatique [11]. Cette pollution peut être due à différentes origines, on va détailler ci-dessous la pollution par les métaux lourds surtout l'Aluminium.

1. Les effets des métaux lourds

Les métaux sont omniprésents dans les eaux de surface, toutefois leurs concentrations sont en général très faibles ce qui explique leur dénomination de « métaux traces » ou « éléments traces métalliques » (ETM). Les ETM sont présents couramment dans la croûte terrestre, aussi l'altération et l'érosion des roches alimentent naturellement les eaux de surface en ETM [12]. En effet, des facteurs anthropiques comme l'activité industrielle peuvent causer une augmentation considérable des concentrations en métaux dans les eaux de surface.

Généralement les métaux lourds ont des effets très différents sur le milieu vivant. Quelques-uns sont indispensables pour les organismes ; bien qu'à des fortes concentrations, ils peuvent être nocifs, c'est pourquoi il existe des guides pour la qualité des eaux et des sédiments qui fixent le seuil de leur concentration. Ces guides fixent également des limites sur la présence des autres métaux lourds qui ne sont pas considérés comme essentiels. généralement ont un seuil de concentration beaucoup plus bas pour devenir toxiques [13,14,15].

2. Définition et généralités sur l'Aluminium

L'aluminium est très abondant dans l'écorce terrestre. C'est un métal blanc, léger, solide, de numéro atomique 13 et de masse atomique 26,98154 g/mol, il figure dans le groupe III (configuration électronique $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^1$) du tableau de classification périodique des éléments de Mendeleïev [16,17]. L'ion aluminium en solution aqueuse est caractérisé par la solvatation qui produit initialement l'ion hexa-aquo-aluminium ($Al(H_2O)_6^{3+}$).

L'aluminium forme des complexes avec les bases comme OH^- , F^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , CH_3COO^- , ROH , RO^- , et RNH_2 [18,19,20]. Les propriétés physico-chimiques de l'aluminium font de lui un métal mou et pliable et très utilisé dans plusieurs applications [21].

3. Apport de l'aluminium par l'eau

Les concentrations en aluminium des eaux de surface peuvent varier de manière significative, en fonction des divers facteurs physico-chimiques, minéralogiques et environnementaux. L'aluminium peut provenir dans les eaux de surfaces de :

a. L'atmosphère.

Cette contribution est peu importante sauf dans le cas des eaux stagnantes et lors des pluies acides.

b. Flux de matière sol-eau

La matière particulaire des sols et des divers sédiments représente la plus grande source d'aluminium des eaux de surface

c. Formes dissoutes.

Divers facteurs influencent la régulation de la quantité d'aluminium dissout : température, climat, végétation, nature du sol, circulation de l'eau. La faible solubilité des minéraux contenant de l'aluminium, les valeurs de pH des eaux naturelles et les faibles concentrations de complexes entraînent des concentrations en aluminium dissout dans l'eau généralement faibles

4. Apports de l'aluminium par l'eau dans les eaux traitées

Les particules en suspension peuvent être en grande quantité, ce qui altère la qualité des eaux et mène à la modification de la coloration et la turbidité de l'eau lui donnant un goût désagréable à la consommation [22]. Pour remédier à ce phénomène des sels d'aluminium solubles sont utilisés comme agents clarifiants tels que les sulfates d'aluminium [22]. Ces composés à base d'aluminium, permettent l'élimination des microorganismes nocifs de l'eau.

Le traitement des eaux par ces sels d'aluminium va aider à avoir une eau plus potable mais en contrepartie, il va augmenter leur concentration en aluminium soluble, facilement absorbable [22]. En effet, la mal utilisation des sels d'aluminium, peut être la cause des teneurs très élevées d'aluminium résiduel dans l'eau potable [23,24].

5. Toxicité de l'Aluminium

En fait, ce n'est pas la quantité d'aluminium contenue dans ce que nous consommons qui est importante, mais celle qui est susceptible d'être absorbée par l'organisme [25]. L'aluminium peut pénétrer dans l'organisme, et peut causer de nombreux problèmes sur la santé, il entraîne l'inhibition de plusieurs enzymes participant dans le cycle de Krebs [26]. Notamment chez les gens souffrant des problèmes de reins.

Par l'intermédiaire des phosphates, l'aluminium peut se fixer sur de nombreux substrats tels que les nucléosides mono, di ou triphosphates (ATP, ADP, AMP), et ainsi interférer avec de nombreux processus biologiques [27].

a. Action au niveau du système nerveux

Le système nerveux central (CNS) est notamment influencé par les effets toxiques de l'aluminium. Il a été prouvé que ce métal est capable de pénétrer la barrière hémato-méningée, probablement en détruisant des phospholipides de la membrane [28,29]. Ainsi quelques études ont montré que l'aluminium est capable de se complexer avec les acides aminés permettant à l'aluminium de traverser les membranes et de pouvoir pénétrer dans le cerveau, [20,27,30]. L'Aluminium peut endommager les nerfs et accentuer les risques d'allergie.

b. Action au niveau de l'ADN

Différentes études ont prouvé que l'aluminium se fixe sur l'ADN, à l'intérieur du noyau [31,32]. La pénétration de concentrations élevées d'aluminium dans le noyau cellulaire entraîne une diminution de la synthèse d'ADN et une détérioration du pool d'ARNm, par une inhibition de l'ARN polymérase A et B des neurones et une accumulation d'erreurs lors de la réplication de l'ADN [33].

D'autres études ont montré que l'aluminium puisse être l'origine de malformations génétiques en effet des concentrations d'aluminium, de l'ordre de 10^{-9} Molaire (Mol/l), sont capables de désenrouler irréversiblement les portions d'ADN impliquées dans les fonctions génétiques.

6. Dosage de l'aluminium dans l'eau :

L'analyse des métaux lourds présentés dans l'eau peut être effectuée selon de multiples techniques, la plus couramment utilisée est la spectrométrie d'absorption atomique à four graphite.

III. La spectrométrie d'absorption atomique à four graphite

1. Définition

La spectrophotométrie d'absorption atomique est une méthode d'analyse quantitative qui permet beaucoup mieux la détermination des traces qu'à celle des composants majeurs.

- ◆ Avantages : haute sensibilité, grande spécificité, rapidité, faible quantité d'échantillon nécessaire pour l'analyse ;
- ◆ Inconvénients : nécessité de changer la lampe pour chaque élément (surtout cas d'absence de lampes multiéléments).

2. Principe de la spectrométrie d'absorption atomique à four

Elle convient à l'étude des absorptions ou des émissions de la lumière par l'atome libre, ce passage de l'état fondamental à l'état excité est due à une différence d'énergie entre le niveau

excité E_n et le niveau fondamental E_0 . Ainsi la mesure des absorbances se fait à une longueur d'onde spécifique de l'élément dosé.



Figure 8 : Spectromètre d'absorption atomique

L'utilisation d'un four à graphite à la place d'une flamme correspond à la technique de spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique (SAAE). Dans ce four un cycle de chauffage comportant une montée graduelle en température permet à 3 étapes de se dérouler successivement : le séchage de l'échantillon, sa décomposition par pyrolyse puis son atomisation.

3. Appareillage

La spectrométrie d'absorption atomique comprend notamment :

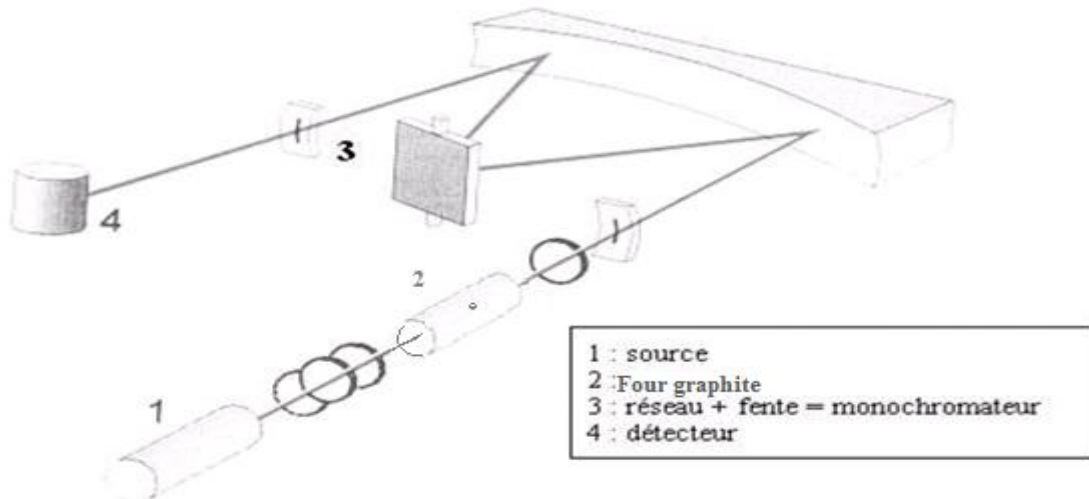


Figure 9: Schéma explicatif du dispositif de base de la spectroscopie SAAE

- **Un monochromateur** : dont le pouvoir de résolution doit permettre l'obtention d'une bande passante minimum égale à 0,2 nm.
- **Un dispositif de correction de l'absorption non atomique**
- **Un dispositif de réception photo-électrique** et de mesure dont le temps de réponse ne doit pas dépasser une dizaine de millisecondes ;

- **Un dispositif de traitement** des mesures permettant d'enregistrer le signal et d'afficher l'absorbance maximale et/ou l'absorbance intégrée ;
- **Une source lumineuse** émettant le spectre caractéristique de l'élément analysé ;
- **Atomiseur électrothermique** (un four tubulaire en graphite, maintenu dans une atmosphère inerte, pour éviter sa destruction par oxydation lorsqu'il est porté à haute température), placé dans l'axe optique du spectromètre, chauffé par effet de joule.
- **Ensemble de commande**

Un dispositif électrique ou électronique associé doit permettre de programmer de façon reproductible la montée en température du four ;

- **Un dispositif d'injection automatique**

Qui permet d'obtenir une bonne reproductibilité et afin de réduire les risques de contamination.



Figure 10 : Dispositif d'injection automatique

IV. La validation des méthodes d'analyse quantitatives au moyen du profil d'exactitude

1. Place de la validation dans le cycle de vie

D'abord, il est nécessaire de préciser à quel moment il faut valider une méthode. En effet, comme tout processus, les méthodes d'analyse naissent, évoluent et disparaissent. Ce périple peut être résumé sous la forme d'un cycle de vie. La figure ci-dessous résume le cycle de vie d'une méthode d'analyse.

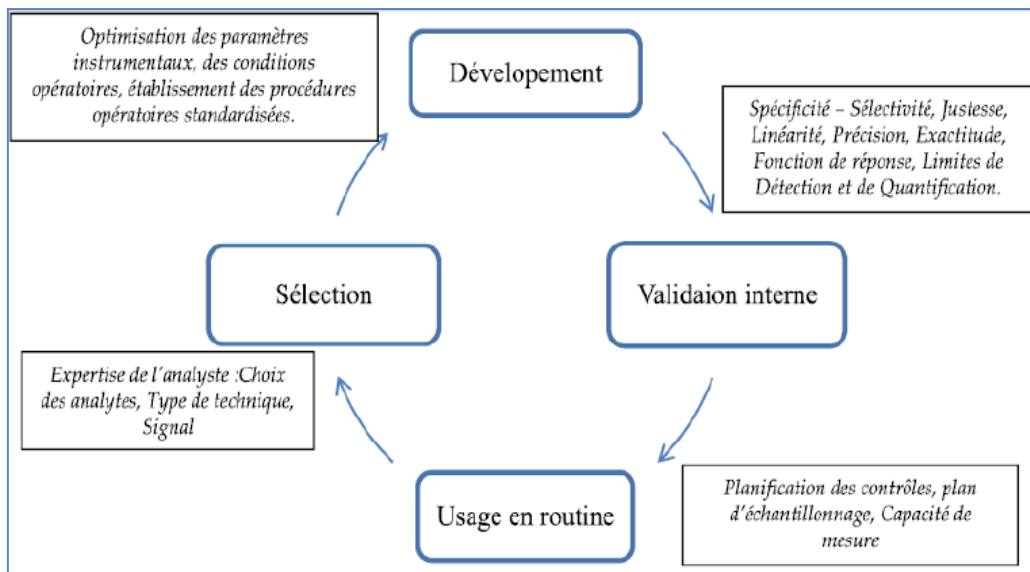


Figure 11 : Schéma de cycle de vie d'une méthode analytique

- ◆ **Etape 1 :** Sélection de la méthode : il faut sélectionner une technique analytique qui permet de résoudre le problème analytique posé ;
- ◆ **Etape 2 :** Développement de la méthode : optimiser les étapes du mode opératoire pour les adapter à la matrice et aux conditions pratiques où elle sera utilisée ;
- ◆ **Etape 3 :** Validation de la méthode : la validation ne doit intervenir que sur une méthode totalement mise au point. Dont le but est de démontrer que la méthode employée permet effectivement d'atteindre les objectifs de performance exigés ;
- ◆ **Etape 4 :** Utilisation en routine : La vie de la méthode se poursuit par son utilisation en routine. L'obligation de maîtrise de la qualité implique un contrôle des performances dans le temps.

2. Définition de la validation

La validation se définit selon :

La FDA : valider c'est établir à l'évidence, avec un degré de confiance élevé et sous une forme documentée, qu'un procédé déterminé permet d'obtenir un produit (ou service) qui atteint des spécifications définies à l'avance. [34]

La norme ISO : elle définit la validation comme étant la confirmation par examen et fourniture de preuves réelles que les exigences particulièrement d'un usage projeté donné sont remplies. [35]

3. Objectif de la validation

La validation des méthodes d'analyse figure parmi les mesures universellement reconnues comme faisant nécessairement partie d'un système exhaustif d'assurance qualité dans le domaine de la chimie analytique. Elle est l'étape ultime du développement d'une nouvelle méthode analytique avant son application en analyse de routine, elle doit permettre d'évaluer les performances de la méthode par l'étude d'un certain nombre de paramètres appelés « critères de validation » au moyen d'outils statistiques appropriés.

4. La validation par méthode du profil d'exactitude

L'ISO 5725 se base sur deux termes «justesse» et «fidélité» pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» représente à l'étroitesse de l'accord entre la moyenne arithmétique d'un grand nombre de résultats d'essai et la valeur de référence vraie ou acceptée. La «fidélité» se réfère à l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'essai (NF ISO 5725, 1994).

D'un point de vue pratique, le profil d'exactitude est la combinaison, sous la forme d'un graphique, de plusieurs intervalles de tolérance (β -IT) calculés à partir de mesures réalisées sur des échantillons à différents niveaux de concentration. Le principe de cette stratégie de validation stipule que la différence entre une mesure (x) et sa vraie valeur (μ) doit être inférieure à la limite d'acceptation (λ) définie a priori.

$$-\lambda < x - \mu < \lambda \iff |x - \mu| < \lambda$$

Une normalisation complète de cette méthodologie a été réalisée, d'une part, par la Société des sciences et techniques pharmaceutiques (SFSTP) [36], d'autre part par l'Afnor [37].

5. Les critères de validation d'une méthode d'analyse

a. Spécificité

Avant de démarrer la validation, il faut vérifier la spécificité. Une procédure d'analyse est dite « spécifique » lorsqu'elle permet de garantir que le signal mesuré provient seulement de la substance à analyser. Le critère de spécificité est à l'origine d'un manque de justesse et participent quantitativement à ce qu'on appelle globalement l'erreur de mesure ou erreur totale.

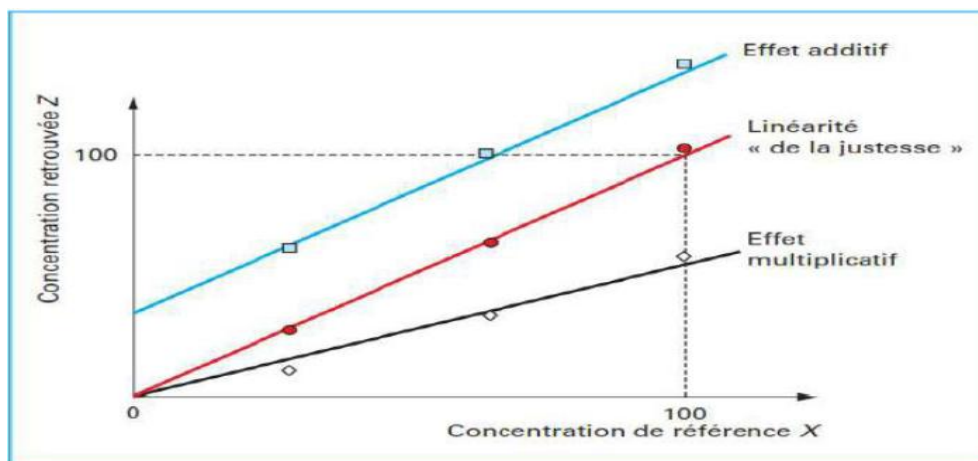


Figure 12: Représentation graphique des concentrations introduites en fonction des concentrations retrouvées, visualisant l'effet de matrice sous ces différents aspects, additifs et multiplicatifs

- Les cercles pleins produisent une droite confondue avec la première bissectrice ; la spécificité est parfaite ;
- Les carrés illustrent un décalage systématique des concentrations retrouvées ; on parle d'effet additif ;
- ▽ Les losanges illustrent une situation dans laquelle le biais est proportion à la concentration ; on parle d'effet multiplicatif

b. La linéarité

La linéarité d'une méthode d'analyse est sa capacité à l'intérieur d'un certain intervalle (domaine d'utilisation), de donner des résultats qui sont directement proportionnels à la concentration (quantité) de la substance analysée dans un échantillon [38].

c. Justesse

Étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée. La mesure de la justesse est généralement exprimée en termes de biais.

d. Biais

Différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essai et une valeur de référence acceptée. Le biais est l'erreur systématique totale

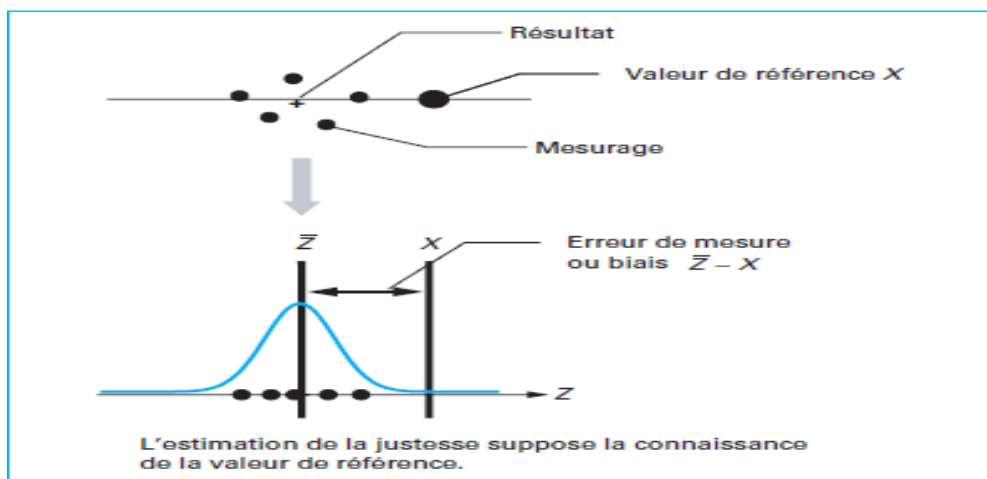


Figure 13 : Estimation de la justesse

e. Fidélité

Étroitesse d'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus sous des conditions stipulées. La fidélité dépend uniquement de la distribution des erreurs aléatoires et n'a aucune relation avec la valeur vraie ou spécifiée. La mesure de fidélité est exprimée en termes d'infidélité et est calculée à partir de l'écart-type des résultats d'essais. Une fidélité moindre est reflétée par un plus grand écart-type.

- **Répétabilité :**

Fidélité sous des conditions de répétabilité. Qui sont des conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus par le même opérateur, et par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire. Utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps.

- **Reproductibilité :**

Fidélité sous des conditions de reproductibilité. Conditions où les résultats d'essai sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essais identiques dans différents laboratoires, avec différents opérateurs et utilisant des équipements différents.

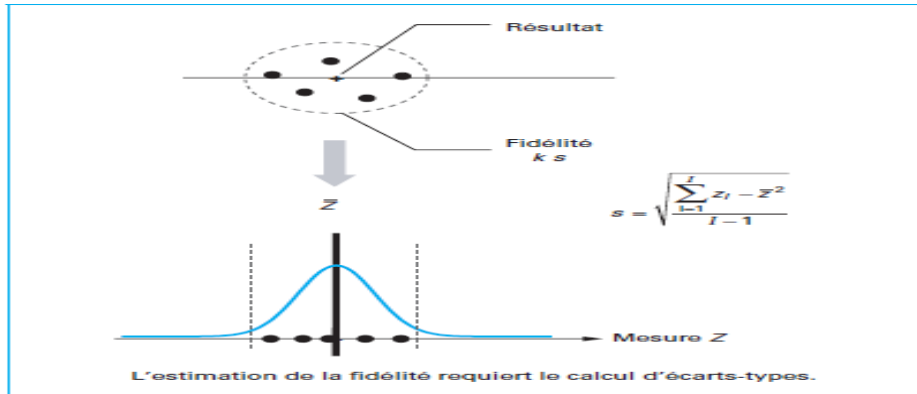


Figure 14 : Estimation de la fidélité

f. **Exactitude**

Étroitesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée ; Le terme «exactitude», appliqué à un ensemble de résultats d'essai, implique une combinaison de composantes aléatoires et d'une erreur systématique commune ou d'une composante de biais.

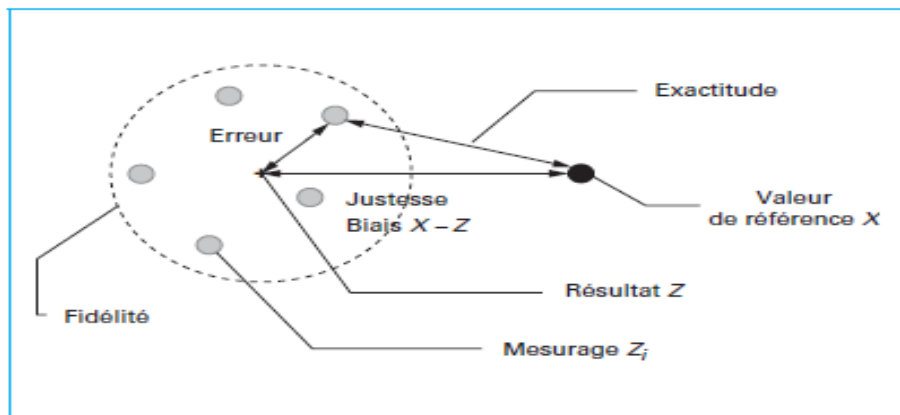


Figure 15 : Représentation schématique de l'exactitude

g. **Calculs nécessaires pour élaborer un profil d'exactitude**

- ◆ Biais absolu : (mg/l) = Moyenne générale (X trouvé par un niveau)-X introduite
- ◆ Biais relatif : (%) = [(Moyenne générale-X introduit)*100]/ X introduite
- ◆ Recouvrement : $R(\%) = \frac{\text{moyenne générale du niveau}}{X \text{ introduit}} \times 100$
- ◆ La variance de répétabilité $S^2_w = S^2_{\text{rép}}$
- ◆ L'écart-type de répétabilité : $S_w = \sqrt{S^2_w}$
- ◆ Coefficient de variation de répétabilité : $CV_w = \frac{S_w}{\text{Moyenne générale du niveau}} \times 100$

- ◆ variance inter-séries $S^2B = \frac{CMs - CMr}{n}$
- ◆ La variance de la fidélité intermédiaire $S^2FI = S^2B + S^2r\acute{e}p$
- ◆ L'écart-type de la fidélité intermédiaire : $SFI = \sqrt{S^2FI}$
- ◆ Coefficient de variation de la FI : $CVFI = \frac{SFI}{\text{Moyenne g\^enerale du niveau}} \times 100$
- ◆ Rapport : $R_j = S^2B / S^2w$
- ◆ Ddl : $V = \frac{(R+1)^2}{\frac{(R + \frac{1}{n})^2}{p-1} + \frac{1 - (\frac{1}{n})}{p \times n}}$
- ◆ Quantile : $Q_t = \text{loi.student.inverse}(\frac{1+\beta}{2}; \nu)$
- ◆ $[\text{Biais}\% \pm Q_t \sqrt{1 + \frac{1}{pnB^2} \times CVF}]$

h. Limite de d\^etection

La limite de d\^etection d'une proc\^edure d'analyse est la plus petite quantit\^e d'analyte dans un \^echantillon pouvant \^etre d\^etect\^ee, mais non quantifi\^ee comme une valeur exacte dans les conditions exp\^erimentales d\^ecrites dans la proc\^edure [39].

i. Limite quantification

La limite de quantification ou limite de dosage d'une proc\^edure est la plus petite quantit\^e d'analyte dans un \^echantillon pouvant \^etre dos\^ee dans les conditions exp\^erimentales d\^ecrites avec une exactitude d\^efinie [39]. Il existe 4 m\^ethodes pour la d\^etermination des limites de d\^etection et limite de quantification, celle qui va \^etre utilis\^ee dans notre cas est la m\^ethode par d\^etermination sur blanc

6. Estimation de l'incertitude

L'incertitude, d'une mesure est la zone qui peut contenir probablement la valeur vraie [40]. C'est un indicateur de qualit\^e car elle est li\^ee \^a la qualit\^e d'un mesurage, d'un instrument ou d'une m\^ethode employ\^ee. Cette zone est d\^efinie par une dispersion et se quantifie par un \^ecart type. Selon le guide EURACHEM l'incertitude est d\^efinie comme « param\^etre associ\^e au r\^esultat d'un mesurage, qui caract\^erise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement \^etre attribu\^e au mesurande ».

- L'incertitude de la mesurande Z est $u(Z) = \frac{Up - Lo}{2 \cdot t}$
- L'incertitude expended $u(\text{expended}) = 2 \cdot u(Z)$
- L'incertitude relative $U(\%) = \frac{u(\text{expended})}{Ci} \cdot 100$

Chapitre 4 . Etude Expérimentale

I. Introduction

Vue l'importance majeure de la validation comme moyen pour avoir une assurance qualité et une fiabilité des mesures, on a procédé dans ce travail de montrer la mise en place d'une étude complète de la validation du dosage de l'aluminium par spectroscopie d'absorption atomique à four graphite.

Pour ce faire on a fixé 20% comme critère d'acceptabilité.

Cette partie expérimentale sera divisée en deux axes principaux ; le premier axe concernera les réactifs et le mode opératoire de la méthode de dosage de l'aluminium dans l'eau ; Le deuxième axe concernera la validation de la méthode d'analyse de ce métal.

II. Dosage de l'Aluminium dans l'eau par spectroscopie SAAE à l'ONEE/BO

1. Matériels du dosage

La verrerie utilisée (Fioles jaugées, Bêchers, Pipettes jaugées) doit être soigneusement nettoyée avant tout dosage des éléments en traces, en la rinçant avec de l'acide nitrique dilué (par ex. HNO_3 10 %) puis plusieurs fois avec de l'eau ultrapure.

Le dosage s'effectue comme indiqué ci-dessus à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique équipé d'un dispositif d'atomisation électrothermique, d'une lampe à cathode creuse, d'un dispositif de correction automatique du bruit de fond, d'un affichage informatisé et d'un système automatisé d'introduction de l'échantillon, permettant de délivrer des volumes fixes allant jusqu'à 50 μl .

L'élément dosé est l'Aluminium, une lampe à cathode creuse (la source des raies atomiques) correspondante à cet élément a été choisie, la désexcitation de l'atome entraîne l'émission d'un photon caractéristique du métal.



Figure 16 : Lampe (allumée) à cathode creuse correspond à l'Aluminium

- ◆ **Domaine d'application :** Cette méthode sert à déterminer la concentration de l'aluminium présent dans les eaux naturelles et /ou potable. La plage d'étalonnage se situe entre 5 et 50 $\mu\text{g/l}$.

2. Réactifs utilisés

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, au cours de l'analyse et pour la préparation des réactifs.

Les échantillons ont été prélevés dans des flacons de polyéthylène (250ml) et acidifiés à $\text{pH} < 2$

- ◆ L'eau utilisée pour la préparation des solutions étalons est de l'eau déminéralisée ultrapure.
- ◆ Acide nitrique (HNO_3) de très haute pureté pour assurer un apport incontrôlé d'élément à doser au moment de l'acidification des échantillons.
- ◆ Solution étalons de l'Aluminium de concentration 1g/L.

III. Réalisation de la validation analytique

1. Préparation de la gamme d'étalonnage et la gamme de validation

a. Gamme d'étalonnage

Préparation de 100 ml de solution étalon 1mg/L :

- Prise de 0,1 ml de la solution étalon 1 g /L
- Ajout de 99,9 ml de l'eau distillée

Une solution diluée de 1mg/L a été préparée à partir d'une solution d'étalonnage de 1g/L, ensuite, des dilutions successives ont été préparées en vue d'obtenir plusieurs solutions filles aux niveaux de concentration tels que mentionnés dans le tableau suivant. Ces solutions ont été utilisées comme standards d'étalonnage. Chaque solution a été analysée trois fois

Tableau 1: Gamme d'étalonnage

Concentration des étalons en $\mu\text{g/l}$	Méthode de préparation
5	Introduire 0,25ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
10	Introduire 0,5ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
20	Introduire 1 ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
50	Introduire 2,5ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.

b. Gamme de validation

La préparation des solutions de la gamme de validation s'effectue en ajoutant les mêmes concentrations préparées au niveau de la gamme d'étalonnage et un volume constant de l'eau ayant une concentration inconnue de l'Aluminium. Les dilutions sont effectuées à partir d'une solution étalon de concentration 50µg/l.

Tableau 2: gamme de validation

Concentration des étalons en µg/l	Méthode de préparation
0	Introduire 10 ml de l'eau à analyser et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
5	Introduire 0,25ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, 10 ml de l'eau à analyser et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
10	Introduire 0,5 ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, 10 ml de l'eau a analysée et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
15	Introduire 0,75ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, 10 ml de l'eau a analysée et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
20	Introduire 1 ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, 10 ml de l'eau a analysée et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.
50	Introduire 2,5 ml de la solution étalon de l'Aluminium 1mg/L, 10 ml de l'eau a analysée et compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 50ml.

2. Réalisation des gammes STD d'étalonnage, STD de validation

a. Standard d'étalonnage

Les solutions de STD d'étalonnage ont été analysées pendant trois jours différents ($p=3$), avec des niveaux de concentration ($m=4$), chaque niveau étant répété trois fois ($n=3$), les concentrations introduites sont exprimées en $\mu\text{g/L}$.

Les résultats obtenus d'après l'analyse sont :

Tableau 3: Gamme standard d'étalonnage

Niveau	Conc($\mu\text{g/ml}$)	Réponse analytique (Aire)		
		Série n°1	Série n°2	Série n°3
1	5	0,070	0,064	0,064
	5	0,066	0,074	0,075
	5	0,063	0,062	0,063
2	10	0,117	0,119	0,120
	10	0,130	0,116	0,115
	10	0,123	0,119	0,118
3	20	0,239	0,230	0,238
	20	0,248	0,237	0,236
	20	0,247	0,232	0,234
4	50	0,506	0,488	0,490
	50	0,512	0,500	0,500
	50	0,506	0,503	0,510

b. Standard de validation

Les solutions de standard de validation ont été analysées selon les mêmes conditions de celles d'étalonnage.

6 concentrations ont été préparées et réparties sur l'intervalle d'étude avec 3 essais par niveau (dopé par la solution étalon) plus le blanc qui comporte l'échantillon seul (sans ajout).

Les résultats obtenus d'après l'analyse sont :

Tableau 4: gamme de validation

Niveau	Conc($\mu\text{g/l}$)	Réponse analytique		
		Série n°1	Série n°2	Série n°3
0	0	0,078	0,084	0,08
	0	0,083	0,065	0,067
	0	0,066	0,074	0,07
1	5	0,122	0,126	0,127
	5	0,128	0,129	0,125
	5	0,144	0,141	0,14
2	10	0,177	0,176	0,179
	10	0,187	0,185	0,187
	10	0,185	0,187	0,186
3	15	0,244	0,234	0,228
	15	0,245	0,236	0,237
	15	0,243	0,238	0,236
4	20	0,292	0,292	0,293
	20	0,293	0,292	0,291
	20	0,289	0,288	0,29
5	50	0,632	0,609	0,600
	50	0,629	0,617	0,615
	50	0,630	0,625	0,637

3. Analyse de la fonction de réponse et le choix du modèle de régression appropriée avec $\lambda=20\%$

La fonction de réponse (ou courbe d'étalonnage) d'une méthode analytique est, à l'intérieur de l'intervalle de dosage, la relation existante entre la réponse (signal) et la concentration de la substance à analyser dans l'échantillon.

En utilisant les données de la gamme des STD d'étalonnage, différents modèles de calibration ont été générés dans l'objectif de choisir le plus adéquat. Le tableau suivant regroupe les résultats statistiques des modèles générés

Tableau 5: Résultats statistique obtenus au prés de chaque modèle généré

Modèle	séries N°	a0	a1	a2	R ²	p-value pente
Simple	1	0,029	0,010	-	0,995	1,97E-12
	2	0,027	0,010	-	0,996	2,41E-13
	3	0,027	0,010	-	0,995	5,55E-13
simple pondéré	1	12,296	-0,234	-	0,662	1,28E-03
	2	12,490	-0,236	-	0,679	9,78E-04
	3	12,412	-0,235	-	0,682	9,37E-04
racine carrée	1	0,055	0,094	-	0,995	7,38E-13
	2	0,054	0,093	-	0,997	9,69E-14
	3	0,054	0,093	-	0,996	2,34E-13
Ln	1	-1,796	0,892	-	0,996	1,55E-13
	2	-1,797	0,882	-	0,995	2,43E-13
	3	-1,795	0,883	-	0,995	5,65E-13
Quadratique	1	-0,002	0,013	0,000	0,999	7,17E-15
	2	0,003	0,012	0,000	0,999	2,94E-14
	3	0,002	0,013	0,000	0,999	1,20E-13

- Concernant la p-value de la pente, des valeurs inferieurs à 0,05 ont été remarqués dans tous les modèles, donc l'existence d'une pente significative a été déduite.
- Les valeurs du coefficient de détermination sont tous proche de 1.

Dans le but de choisir le modèle le plus adéquat pour la prédiction des concentrations, plusieurs modèles ont été générés. Les profils d'exactitude obtenus pour chaque modèle sont :

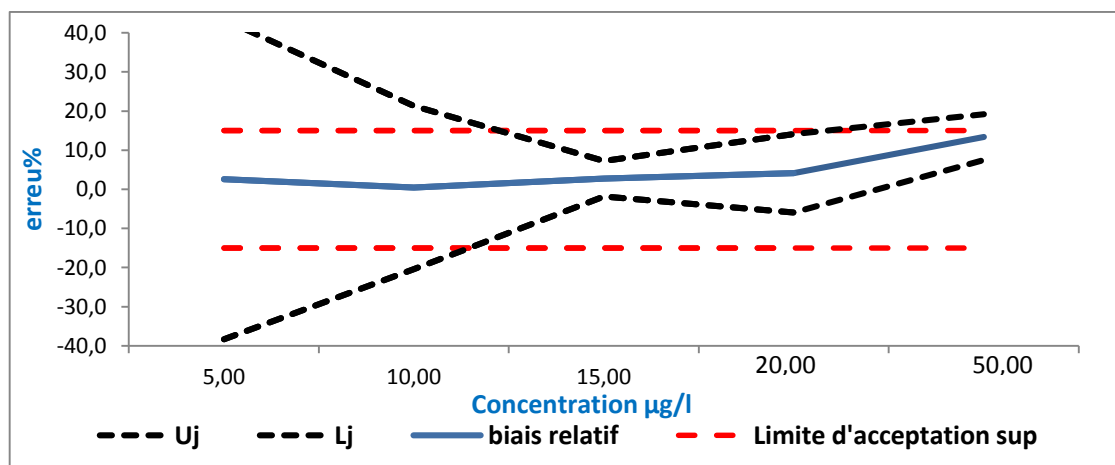


Figure 17: profil d'exactitude pour le modèle logarithmique

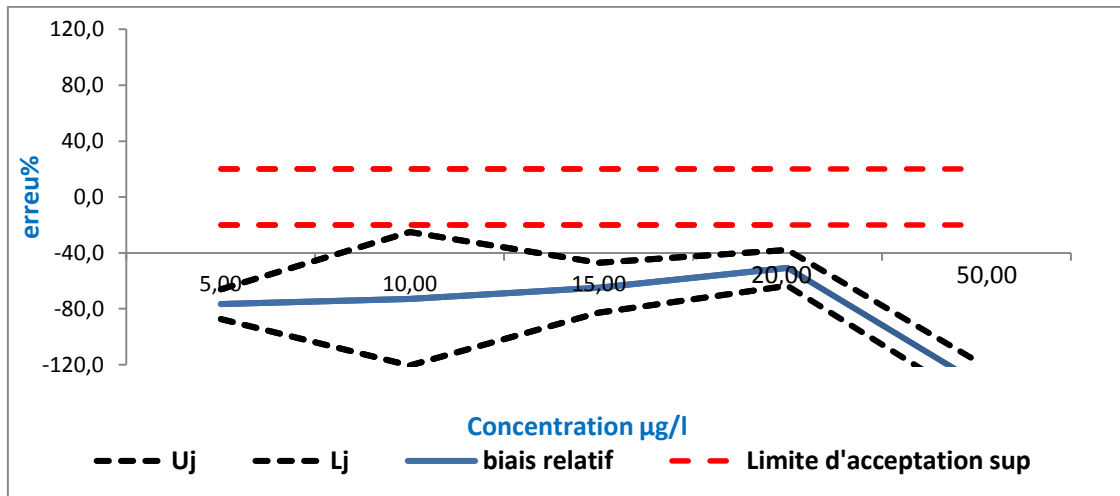


Figure 18: profil d'exactitude pour le modèle pondéré 1/x

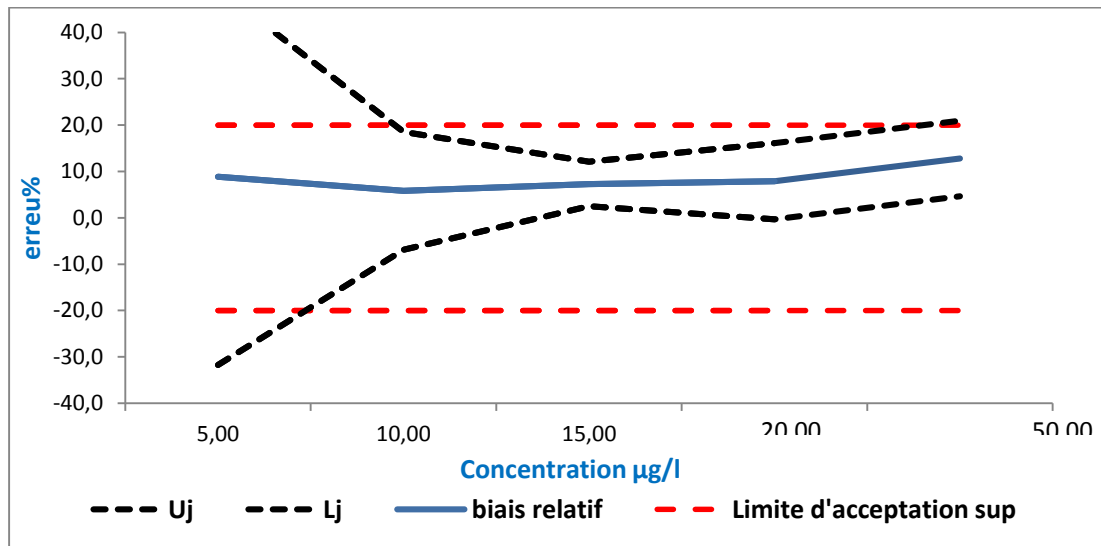


Figure 19: profil d'exactitude pour le modèle racine carrée

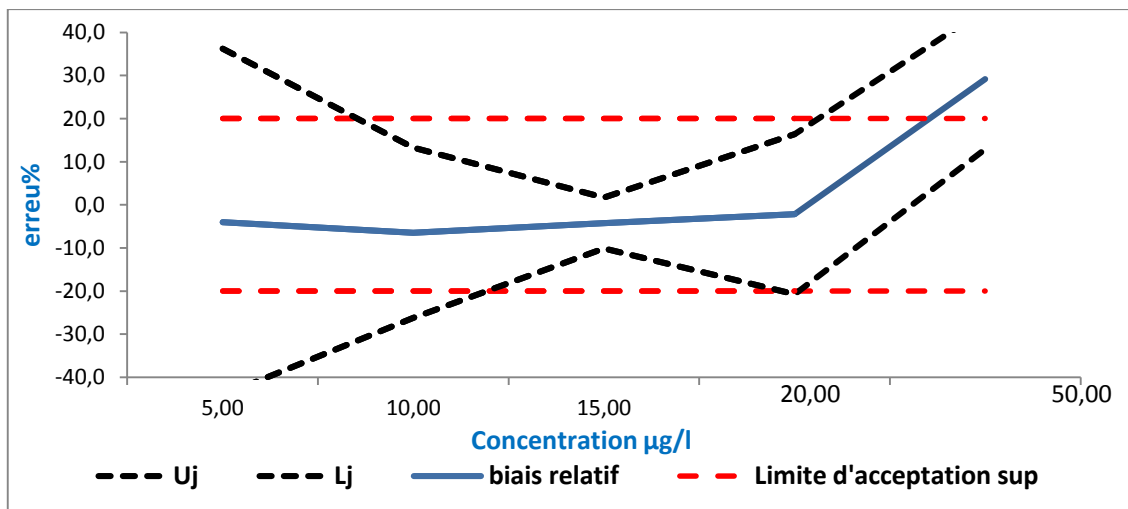


Figure 20: Profil d'exactitude du modèle quadratique

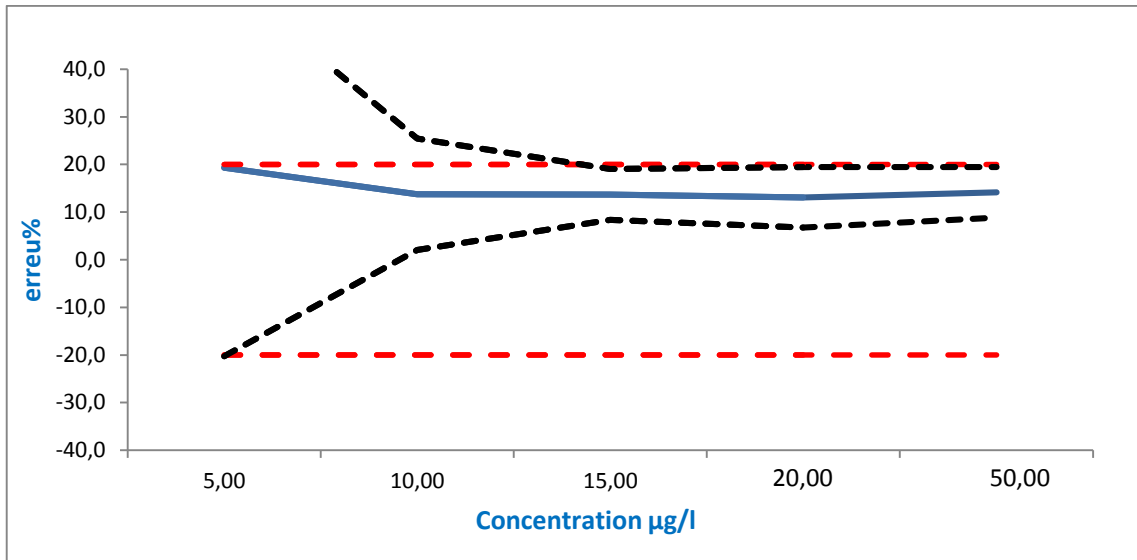


Figure 21: profil d'exactitude pour le modèle linéaire simple

Le profil d'exactitude le plus adéquat sera celui qui permet de trouver des recouvrements par niveau proches de 100%, et des biais proche de (0), ainsi un intervalle de tolérance situé à l'intérieure des limites d'acceptation.

Après avoir généré les profils des différents modèles, et d'après les profils d'exactitude ci-dessus, les deux modèles qui ont été choisis, parce qu'ils répondent à nos objectifs, sont :

- Le modèle linéaire simple
- Le modèle racine carrée

En effet nous avons opté pour le modèle linéaire simple ; les coefficients de modèle sont obtenus par régression linéaire :

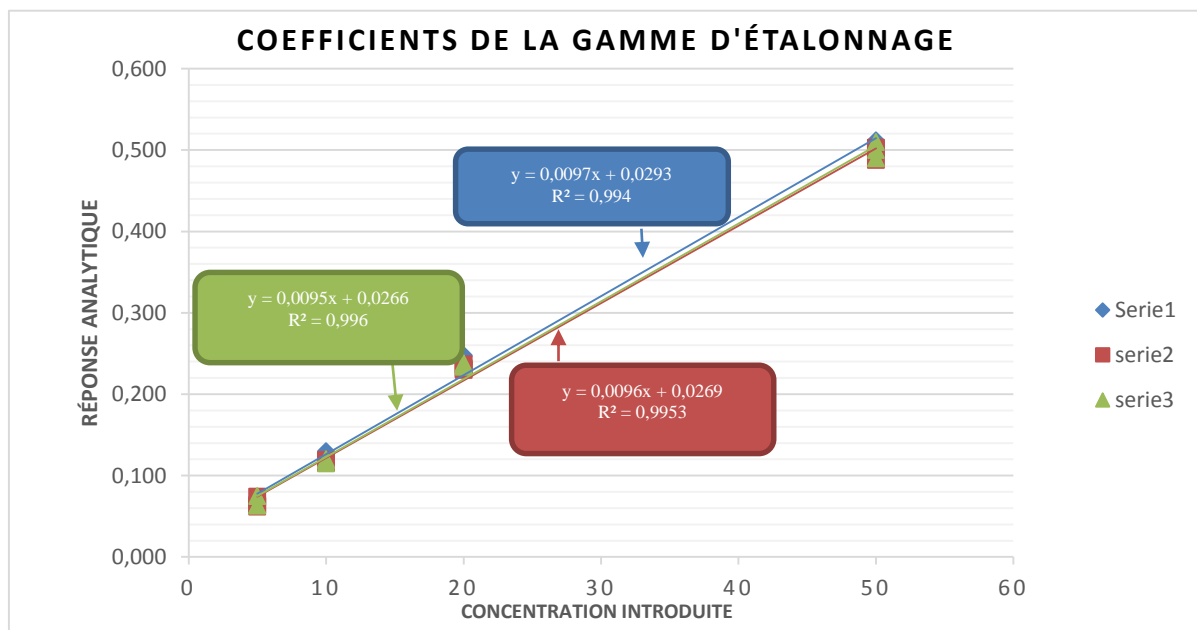


Figure 22: coefficients de la gamme d'étalonnage

4. Prédiction inverse des concentrations

Après avoir généré le modèle linéaire simple, Les concentrations obtenues par prédiction inverse sont :

Tableau 6: résultats obtenues par prédiction inverse

Niveau	Conc(µg/L)	Concentration retrouvées		
		Série n°1	Série n°2	Série n°3
1	0	5,02	6,03	5,55
		5,54	4,03	4,19
		3,78	4,98	4,50
2	5	9,55	10,45	10,46
		10,17	10,77	10,25
		11,82	12,03	11,82
3	10	15,22	15,71	15,89
		16,25	16,66	16,73
		16,04	16,87	16,63
4	15	22,12	21,85	20,99
		22,20	22,03	21,94
		21,97	22,18	21,84
5	20	27,06	27,91	27,81
		27,16	27,91	27,60
		26,75	27,49	27,49
6	50	62,04	61,30	59,88
		61,81	62,14	61,41
		61,86	62,98	63,78

Après la prédiction inverse des concentrations, on réalise la soustraction du blanc (échantillon seul contenu dans la matrice) de la concentration prédite (échantillon + étalon), d'après la relation suivante :

$$[C]_{\text{récupérée}} = [C]_{\text{prédite}} - [C]_{\text{blanc}}$$

Les résultats sont représentés dans le tableau 8, sont dû seulement à la concentration des étalons

Tableau 7: Résultats des concentrations récupérées après soustraction du niveau 0

Niveau	Conc(µg/L)	Z retrouvées		
		Série n°1	Série n°2	Série n°3
1	0	-	-	-
		-	-	-
		-	-	-
2	5	4,77	5,43	5,71
		5,39	5,75	5,50
		7,04	7,01	7,07
3	10	10,44	10,69	11,15
		11,47	11,64	11,98
		11,26	11,85	11,88
4	15	17,34	16,84	16,25
		17,42	17,02	17,20
		17,19	17,16	17,09
5	20	22,28	22,90	23,06
		22,38	22,90	22,85
		21,97	22,47	22,75
6	50	57,26	56,28	55,13
		57,03	57,12	56,66
		57,08	57,96	59,03

5. Etude de la spécificité

Une procédure d'analyse est dite « spécifique » lorsqu'elle permet de garantir que le signal mesure est du seulement à la substance à analyser.

En effet la cause principale d'une « non-spécificité » est la présence d'interférences. Donc, le manque de spécificité ou les interférences sont une des causes de biais.

Dans notre cas où le dosage est effectué dans une matrice qu'on ne maîtrise pas des composantes, la méthode graphique reste la meilleure solution pour démontrer l'absence ou présence d'interférences. L'estimation de la spécificité a été faite par la méthode des ajouts dosés.

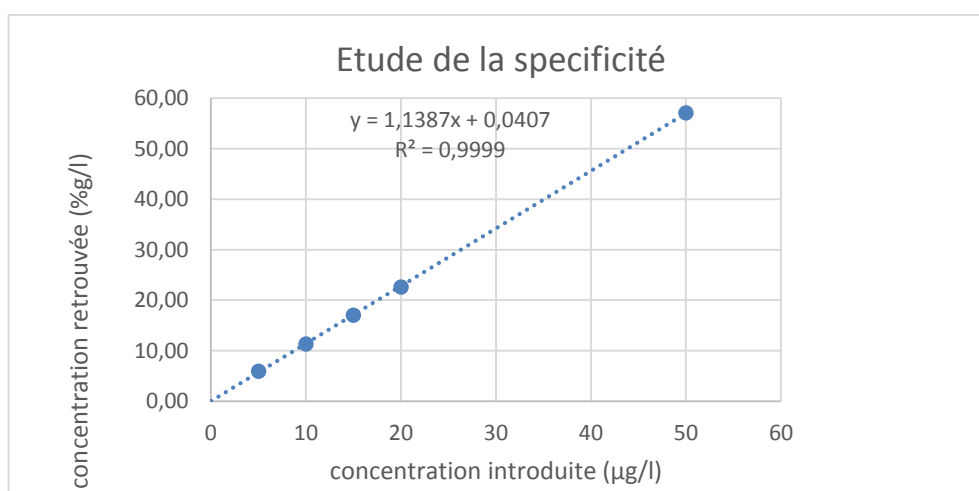


Figure 23 : Représentation graphique de la concentration retrouvée en fonction de la concentration introduite

D'après le graphe ci-dessus, un décalage systématique a été remarqué entre la concentration retrouvée et la concentration introduite. Ainsi la relation entre les deux concentrations s'écrit sous forme $Y = ax + b$ ce qui implique la présence d'un effet additif et multiplicatif, une correction doit être apportée pour surmonter ce problème. Cette correction va être réalisée par la multiplication des concentrations retrouvées par un facteur de correction :

$$F.C = \frac{1}{\text{pente}} = \frac{1}{1,1387} = 0,8$$

6. Etude de la justesse

Comme déjà indiqué, la justesse donne une indication sur les erreurs systématiques de la procédure d'analyse. Elle s'exprime soit en termes de biais ($\mu\text{g/L}$) ou encore de biais relatif(%). Elle a été estimée au moyen des standards de validation dans la matrice à 6 niveaux de concentrations.

Tableau 8: Calcul des biais et recouvrement avant correction

Niveau	Conc($\mu\text{g/L}$)	Zmoy	B%	R
1	0	-	-	-
2	5	5,96	19,3	119,3
3	10	11,37	13,73	113,73
4	15	17,06	13,7	113,7
5	20	22,62	13,09	113,09
6	50	57,06	14,12	114,12

Comme l'indique le tableau ci-dessus, les biais % de la méthode, trouvés avant la correction ont des valeurs comprises entre 13,09 et 19,3%, ainsi le taux de recouvrement dépasse 100%, il s'agit donc d'une surestimation des concentrations.

7. Etude de la fidélité

La fidélité est estimée par le calcul de la répétabilité et de la fidélité intermédiaire à chaque niveau de concentration de la gamme de validation.

Ci-dessous le tableau représentant les calculs de fidélité :

Tableau 9: calcul des critères de la fidélité

niveau	Concentration introduite	Z moyenne	S ² w	Sw	C.Vw	S ² B	S ² F.I	SF.I	CVF.I
1	5	5,24	0,72	0,85	16,18	0,00	0,72	0,85	16,18
	5								
	5								
2	10	9,99	0,23	0,48	4,77	0,00	0,23	0,48	4,77
	10								
	10								
3	15	14,98	0,08	0,28	1,87	0,02	0,10	0,31	2,07
	15								
	15								
4	20	19,86	0,03	0,18	0,92	0,09	0,12	0,35	1,75
	20								
	20								
5	50	50,11	1,18	1,09	2,17	0,00	1,18	1,09	2,17
	50								
	50								

Pour le premier niveau, le coefficient de variation est important de l'ordre de 16,18%, montre une grande variation entre les résultats ;

Les coefficients de variation de répétabilité (fidélité intra-jour) pour les autres niveaux de concentration ne dépassent pas 4,77%. Pour la fidélité intermédiaire, les coefficients de variation sont compris entre 1,75% et 4,77 %. Ces valeurs sont identiques à ceux après la correction.

8. Calculs des intervalles de tolérance

Les calculs des intervalles de tolérance ont été effectués à partir des résultats de calcul de la justesse et de la fidélité. Le tableau suivant résume les résultats obtenus :

Tableau 10: calculs des intervalles de tolérances avant correction

Niv	Conc. Int	Biais%	Lj	Uj	Limite Accep inf	Limite d'accep Sup
0	-	-	-	-	-	-
1	5,00	19,30	-20,28	58,88	-20	20
2	10,00	13,73	2,05	25,41	-20	20
3	15,00	13,70	8,38	19,03	-20	20
4	20,00	13,09	6,74	19,43	-20	20
5	50,00	14,12	8,82	19,43	-20	20

9. Etablissement du profil d'exactitude

L'exactitude se réfère à l'étroitesse d'agrément entre le résultat obtenu et la valeur de référence acceptée, notamment par convention ou « la vraie valeur ». L'exactitude de la méthode est représentée à partir du profil d'exactitude tel qu'illustré à la figure suivante :

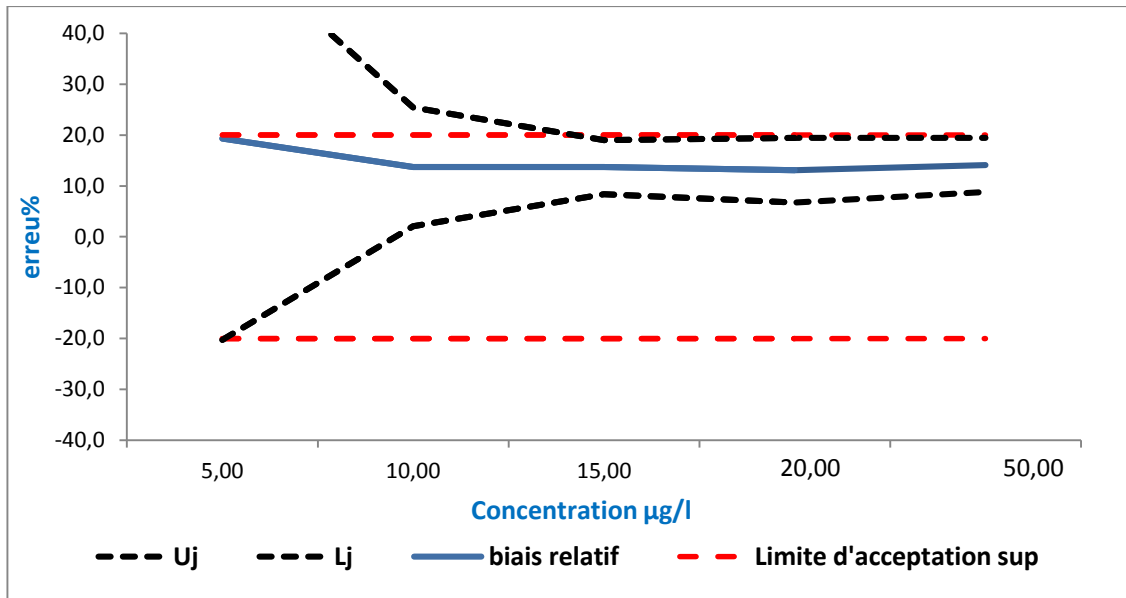


Figure 24: profil d'exactitude avant correction

- ◆ La ligne continue bleu concerne le biais ;
- ◆ Les lignes discontinues rouges représentent les deux limites d'acceptation (inférieur et supérieur) ;
- ◆ les lignes discontinues noires définissent les limites de l'intervalle de tolérance attendues au niveau β .

On observe que les limites de tolérance pour le premier niveau dépassent les limites d'acceptabilité, et pour les autres niveaux elles sont attachées aux limites d'acceptation. Pour cette raison, un facteur de correction a été appliqué dans l'objectif de remédier ce problème. Le facteur de correction est égal à l'inverse de la pente représentant la concentration retrouvée en fonction de la concentration introduite.

$$F.C = \frac{1}{1,1387} = 0,88$$

On va procéder donc à la multiplication des concentrations retrouvées par prédiction inverse par ce facteur FC, pour évaluer à nouveau les critères nécessaires pour la construction du profil d'exactitude.

10. Etude de la justesse après correction

Tableau 11: Calculs des biais et recouvrement après correction

Niveau	Conc (µg/L)	B %	R%	z-moyenne
2	5	4,76	104,8	5,24
3	10	-0,13	99,9	9,99
4	15	-0,15	99,8	14,98
5	20	-0,70	99,3	19,86
6	50	0,21	100,2	50,11

Comme le montre le tableau, Une diminution des biais a été remarquée ce qui montre l'efficacité du facteur de correction à minimiser les biais et les taux de recouvrement qui sont devenus après la correction proche de 0% et de 100% respectivement.

11. Etude des intervalles de tolérances et du profil d'exactitude après correction

Le calcul est effectué par l'intermédiaire des résultats obtenus dans le calcul des critères de la fidélité et de la justesse par niveau, indépendamment pour chaque niveau de concentration. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 12: calculs des critères de construction du profil d'exactitude après correction

Niveau	Conc. Int(µg/l)	Biais%	L%	U%	Limite Accep inf	Limite d'accep Sup
0	-	-	-	-	-	-
1	5,00	4,76	-34,82	44,34	-20	20
2	10,00	-0,13	-11,81	11,55	-20	20
3	15,00	-0,15	-5,48	5,17	--20	20
4	20,00	-0,69	-7,04	5,65	-20	20
5	50,00	0,21	-5,09	5,52	-20	20

Le profil obtenu après la correction est le suivant :

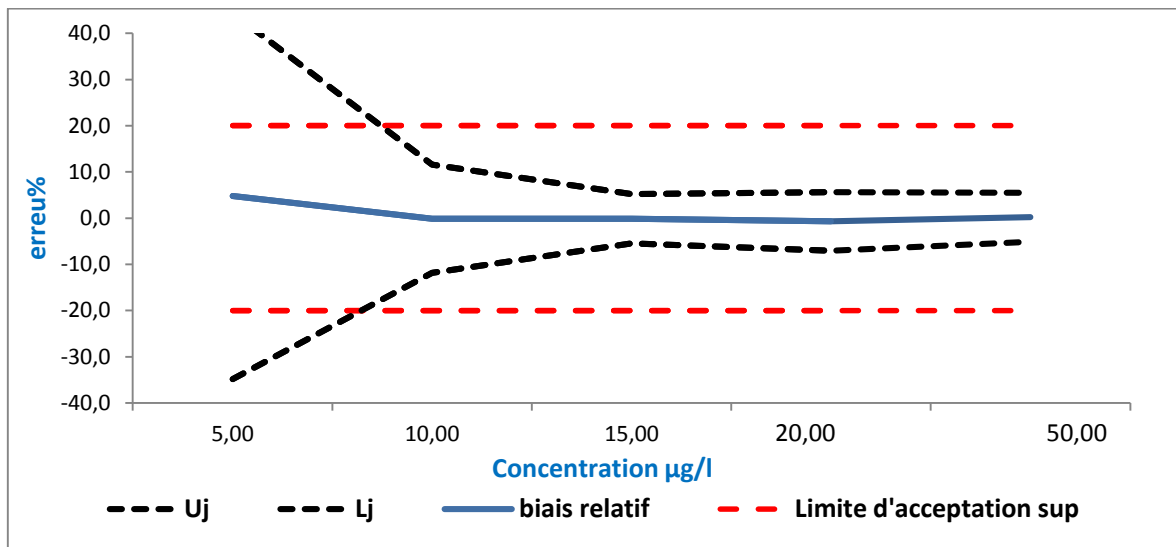


Figure 25: profil d'exactitude après la correction

Au vu des résultats présentés, la méthode de la spectroscopie d'absorption atomique à four graphite est non valide pour des concentrations inférieures à 5 µg/l, et elle est exacte entre 10 et 50µg/l étant donné qu'à chaque niveau de concentration, les différentes limites de tolérance des résultats restent incluses dans les limites d'acceptation de $\pm 20\%$, et avec un niveau de confiance $\beta=80\%$.

12. Etude de la linéarité

Les résultats ont été présentés et analysés sous forme graphique. Le type de graphique utilisé est la représentation des valeurs calculées en fonction des valeurs acceptées de matériaux de référence.

La vérification de la linéarité est réalisée par la construction d'un profil de linéarité qui prend en considération l'intervalle de tolérance attendu au niveau β exprimé en valeur absolue. La méthode est considérée comme linéaire, là où l'intervalle de tolérance absolu, est à l'intérieur des limites d'acceptation en unité de concentration.

Tableau 13: Les paramètres de calcul de la linéarité

Ci (µg/l)	C corrig(µg/l)	K	Sfi	$\lambda\%$	$\lambda-$	$\lambda+$	L (µg/l)	U (µg/l)
5	5,24	2,45	0,85	0,2	4	6	3,16	7,31
10	9,99	2,45	0,48	0,2	8	12	8,82	11,15
15	14,98	2,58	0,31	0,2	12	18	14,18	15,77
20	19,86	3,62	0,35	0,2	16	24	18,60	21,12
50	50,11	2,45	1,09	0,2	40	60	47,45	52,76

Ci-dessous la représentation graphique du profil de la linéarité :

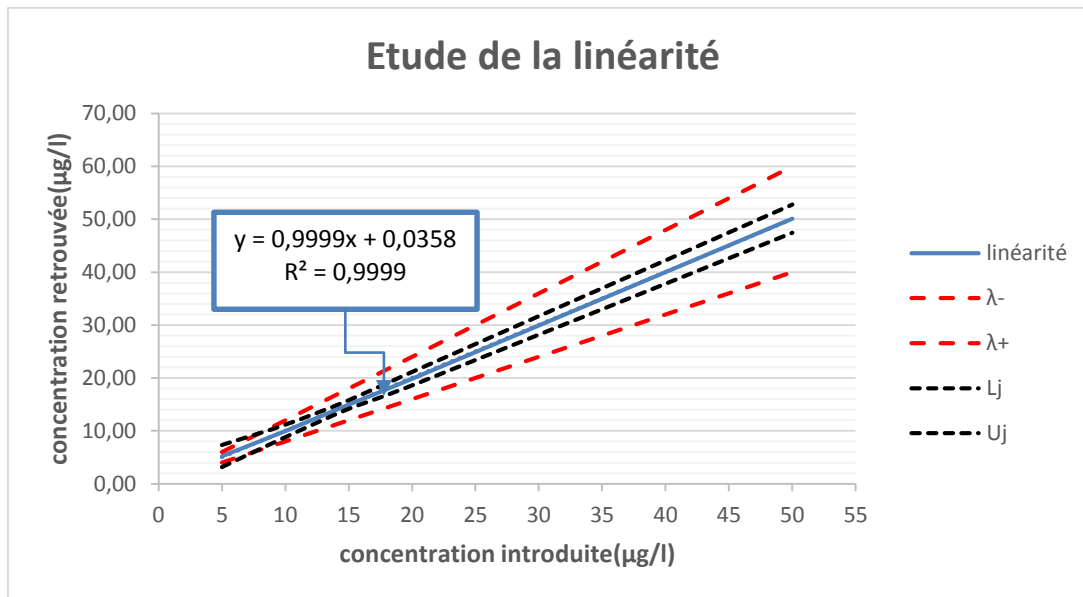


Figure 26. Graphe représentant le profil de la linéarité

- ◆ Le modèle de régression linéaire ajusté sur les concentrations mesurées en fonction des concentrations introduites a permis l'obtention de l'équation suivante : $[C]_{\text{retrouvée}} = 0,0358 + 0,9999 [C]_{\text{introduite}}$ avec un coefficient de détermination (R^2) égale à 0.9999.
- ◆ Les limites de tolérance exprimées en valeur absolu, sont en dehors des limites d'acceptation sur l'intervalle de concentration compris entre 5 et 10µg/l, donc la méthode est déclarée non linéaire à cet intervalle. Par contre la linéarité du modèle est démontrée sur l'intervalle compris entre 10 et 50µg/l, car les limites de tolérance exprimées en absolu sont incluses dans les limites d'acceptation.

13. Limite de détection

La méthode qui a été suivie pour calculer la limite de détection est la méthode du blanc, qui se base sur l'analyse d'un nombre d'échantillon ≥ 10 sur un blanc quand son analyse représente un écart-type non nul ou un échantillon de très faible concentration.

Tableau 14: série d'étalonnage

conc	réponse
5	0,070
5	0,064
5	0,064
10	0,129
10	0,116
10	0,118
20	0,239
20	0,232
20	0,236
50	0,512
50	0,488
50	0,49

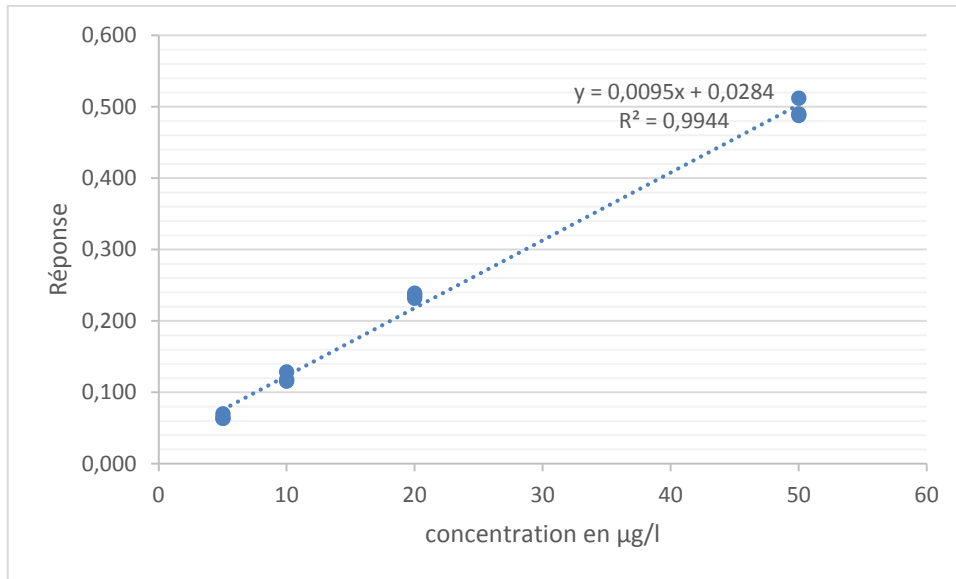


Figure 27 : calcul des coefficients de la droite d'étalonnage

Une série d'étalonnage a été réalisée pour extraire de sa droite les deux coefficients a_0 et a_1 correspondent respectivement à l'ordonnée à l'origine et la pente. On obtient donc l'équation de la droite de calibration suivante :

$$\text{Réponse} = a_0 + a_1[C] = 0,01[C] + 0,029$$

Alors, la limite de détection est l'abscisse du point correspondant au signal d'une série d'analyse de 10 échantillons du blanc.

Tableau 15: Estimation de Limite de détection et la limite de quantification

méthode de blanc		méthode de blanc	
Mesure n°	Réponses	Mesure n°	Réponses
1	0,048	6	0,05
2	0,049	7	0,048
3	0,051	8	0,051
4	0,049	9	0,049
5	0,048	10	0,048

- $X_{bl\ barre} = \frac{\text{moyenne du blanc} - a_0}{a_1}$
- $X_{ld} = X_{bl\ barre} + t(nB-1; 95\%) \times \frac{\text{Ecarttype du blanc}}{a_1}$

Les résultats des calculs :

- ◆ Moyenne : 0,049
- ◆ Ecart-type : 0,001
- ◆ $T(9; 95\%)$: 1,833
- ◆ $X_{barre\ bl}$: 2,044

La limite de détection = 2,270 µg/l → donc la plus petite concentration qui peut être détectée est 2,270 µg/l

La limite de quantification = $10/3 * XLD = 7,567 \mu\text{g/l}$ → donc la plus petite concentration qui peut être quantifiée avec exactitude est 7,567 µg/l

IV. Estimation de l'incertitude

Le calcul de l'incertitude peut être réalisé soit directement par l'intermédiaire des intervalles de tolérance en unité de concentration c.à.d en µg/l soit de façon relative en ramenant cette incertitude relative à la valeur de référence. Le tableau qui suit rassemble les résultats obtenus :

Tableau 16: Estimation de l'incertitude

Concentration Introduite	Lo (µg/l)	Up (µg/l)	T	u(µg/l)	U expended (µg/l)	U%
5	3,16	7,31	2,321	0,89	1,79	35,73
10	8,82	11,15	2,321	0,50	1,01	10,05
15	14,18	15,77	2,4	0,33	0,66	4,43
20	18,60	21,12	3,209	0,39	0,79	3,93
50	47,45	52,76	2,321	1,14	2,29	4,58

Le tableau montre une incertitude élevée pour la concentration 5µg/l qui atteint une valeur de 35,73%. Pour les incertitudes des autres niveaux des valeurs inférieures à 20% sont remarquées.

Conclusion

Dans le cadre du projet de fin d'études, réalisé au laboratoire régional de l'ONEE/BO, nous avons travaillé sur la validation analytique du dosage de l'Aluminium par spectroscopie d'absorption atomique à four graphite.

La nouvelle démarche, de la validation par le profil d'exactitude, nous a permis de donner des résultats immédiatement en commençant par la décision de la limite d'acceptation qui est dans notre étude $\pm 20\%$.

L'étude des différents modèles générés a révélé que le modèle linéaire simple est le plus adéquat pour avoir des résultats fiables.

Le diagnostic statistique nous a permis de confirmer, par l'intermédiaire du profil d'exactitude, qui prend en compte de façon associée, l'erreur totale : le biais + l'écart type, que la première concentration est non valide car le biais se trouve en dehors des limites d'acceptations. Par contre à partir de la concentration $10 \mu\text{g/L}$ les biais sont à l'intérieur des limites ainsi les limites de tolérance ne dépassent pas les limites d'acceptabilité donc la méthode est déclarée valide dans l'intervalle de concentration compris entre 10 et $50 \mu\text{g/L}$. Nous pourrions donc garantir que 80% des futures mesures fournies par celle-ci seront comprises dans les limites d'acceptation fixées à 20% .

Références bibliographique

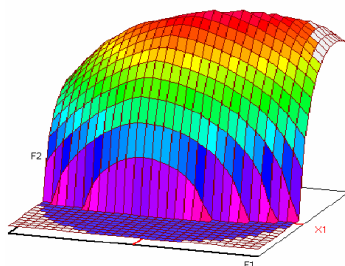
- [1] KH EL KHOKH. – 2011 : caractérisation physico-chimique des eaux de usées urbaines de la ville de Mechraa Belksiri
- [2] <http://www.onep.ma/>
- [3] E. Derwich et al., 2010: / Larhyss Journal, 8 (2010).
- [4] Sidwick J.-M. (1991). The preliminary treatment of wastewater. Journal of Chemical Technology & Biotechnology.
- [5] DORE, M., 1989 : Chimie des oxydants, traitement des eaux, Ed. Lavoisier, Paris.
- [6] Hernández De León H.R., 2006 : Supervision et diagnostic des procédés de production d'eau potable, Mémoire pour l'obtention de diplôme de Docteur de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- [7] Rodier.J, Lecube.B, MERLETE.N et COLLE : l'analyse de l'eau, 9^{ième} édition ; 2009
- [8] EZZAOUAQ M. (1991). Caractérisation hydrodynamique, physico-chimique et bactériologique des eaux superficielles de l'estuaire du Bouregreg (Maroc) soumis aux rejets des villes de Rabat-Salé. Thèse D.E.S. Fac. Sci. Rabat.
- [9] HIMMI N., FEKHAOUI M., FOUTLANE A., BOURCHIC H., EL MMAROUFY M., BENAZZOUT T., HASNAOUI M. (2003). Relazione plankton-parametri fisici chimici in un bacino dimaturazione (laguna mista Beni Slimane – Morocco. Rivista Di Idrobiologia. Universitadegli studi di perugia, Dipartimento di Biologia Animale ed Ecologia laboratorio Di Idrobiologia "G.B. Grassi".
- [10] EL BLIDI S., FEKHAOUI M. (2003). Hydrologie et dynamique marégraphique de l'estuaire du Sebou (Gharb, Maroc). Bull. Inst. Sci., 25.
- [11] <https://www.mediaterre.org/afrique-ouest/actu,20150830173937.html>
- [12] Elder, J.F., 1988. Metal Biogeochemistry in Surface-Water system- A review of Principles and Concepts. 1013, United States Geological Survey.
- [13] Ingersoll, C.G., MacDonald, D.D., Wang, N., Crane, J.L., Field, L.J., Haverland, P.S., Kemble, N.E., Lindskoog, R.A., Severn, C. et Smorong, D.E., 2000. Prediction of sediment toxicity using consensus-based freshwater sediment quality guidelines, U.S. Environmental Protection Agency (USEPA), Chicago.

- [14] O.-P.-S., 1987. Guías para la Calidad del Agua Potable. Criterios relativos a la salud y otra información de base. Publicación científica 506. Organización Panamericana de la Salud, Washington.
- [15] Alloway, B.J. et Ayres, D.C., 1997. Chemical Principles of Environmental Pollution. Blackie Academic and Profesional, an imprint of Chapman and Hall, London.
- [16] Lanthony J. L'Aluminium et les alliages légers. Paris : Presses Universitaires de France, 1960 .
- [17] Breuer H. Généralités et chimie minérale. In : Breuer H, ed. Atlas de la chimie. Paris : Librairie Générale Française, 2000.
- [18] Moody GH, Southam JC, Buchan SA and Farmer JG. Aluminium leaching and fluoride. British Dental Journal. 1990
- [19] Shoop DM, Lambrecht RM and Rack EP. Radiochemistry of aluminium. J radioanal nucl chem. 1996.
- [20] Yokel RA. Aluminium chelation : chemistry, clinical, and experimental studies and the search for alternatives to deferoxamine. J Toxicol Environ Health. 1994;
- [21] Lanthony J. L'Aluminium et les alliages légers. Paris : Presses Universitaires de France, 1960
Jolivet Jean-Pierre. De la solution à l'oxyde, Savoirs Actuels, Paris, CNRS Editions, 1994.
- [22] Scott N. l'Aluminium et la santé. ARAP, Agriculture and Agri- Food, Canada, Ottawa, 2003;
- [23] Jansson ET. Aluminum exposure and Alzheimer's disease. Journal of Alzheimer's Disease. 2001;
- [24] Bérubé D and Brûlé DG. A field aluminium speciation method to study the aluminium hazard in water. Fresenius J Anal Chem. 1999.
- [25] Biego GH, Joyeux M, Hartemann P and Debry G. Daily intake of essential minerals and metallic micropollutants from foods in France. Sci Total Environ. 1998;
- [26] L'Écuyer L. Intoxication. Québec. Institut de vie parfaite. 2002
- [27] Martin RB. The chemistry of Aluminium as Related to Biology and Medicine. Clin Chem. 1986;
- [28] Krishnan SS, McLachlan DR, Krishnan B, Fenton SS and Harrison JE. Aluminum toxicity to the brain. Sci Total Environ. 1988;
- [29] Zatta PF, Nicolini M, and Corain B. Aluminium (III) Toxicity and Blood-Brain Barrier Permeability. In : Nicolini M, Zatta PF, Corain B, eds. Aluminium in chemistry, Biology, and Medicine. Cortina international, Verona (Raven Press, New York), 1991.

- [30] Aikoh H, Nakamura K, Yamato M and Shibahara T. Studies on the amount of aluminum and calcium in urine following aluminum administration with and without amino acids. *Physiol Chem Phys Med NMR*. 2005
- [32] Karilik SJ, Eichhorn GL, Lewis PN and Crapper DR. Interaction of Aluminium Species with Deoxyribonucleic Acid. *Biochemistry*. 1980.
- [32] Wu J, Du F, Zhang P, Khan IA, Chen J and Liang Y. Thermodynamics of the interaction of aluminum ions with DNA: implications for the biological function of aluminum. *J Inorg Biochem*. 2005.
- [33] Kosagi S, Jagannatha R, Bachoti Sridhara R, Daesety V and Kanteti VSP. Alteration of superhelical state of DNA by Aluminium(Al). *Biochim Biophys Acta*. 1993.
- [34] Code of Federal Regulations – Parts 210 and 211, FDA.
- [35] NF EN ISO 17025 (2005) Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais, ISO, Genève
- [36] COMMISSION SFSTP : HUBERT (P.), NGUYEN-HUU (J.-J.), BOULANGER (B.), CHAPUZET (E.), COHEN (N.), COMPAGNON (P.-A.), DEWÉ (W.), FEINBERG (M.), LAURENTIE (M.), MERCIER (N.), MUZARD (G.) et VALAT (L.). – Validation des procédures analytiques quantitatives, harmonisation des démarches
- [37] AFNOR. – Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude. NF V03-110:2010.
- [38] ICH harmonised tripartite guideline. Validation of analytical procedures, 2005.
- NM03.07.001,2006 ;Norme marocaine relative à la qualité des eaux d'alimentation humaine, version 2006.
- [39] Ph. Hubert, J.J. Nguyen-Hun, B. Boulanger, E. Chapuzed, N.Cohen, P.A. Compagnon, W. Dewé, M. Feinberg, M. Laurenti, N. Mercier, G. Muzard, L. Valat, E. Rozet, Harmonization of strategies for the validation of quantitative analytical procedures A SFSTP proposal-part III. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, 2007.45.
- [40] Thèse “ Evaluation des différentes approches pour l'estimation de l'incertitude des mesures analytiques“ ROLAND MARINI DJANG'EING'A Année académique : 2005-2006, université de Liège, Faculté de médecine –Unité de recherche de chimie bio-analytique service de chimie analytique.

Master ST CAC Ageq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques



Nom et prénom : HARBIL Assia

Année Universitaire : 2018/2019

Titre : validation du dosage de l'Aluminium par spectroscopie d'absorption atomique à four graphite

Résumé

La validation des méthodes d'analyse figure parmi les mesures universellement reconnues comme étant une partie indispensable d'un système exhaustif d'assurance qualité dans le domaine d'alimentation et surtout l'eau.

D'après la nouvelle approche le profil d'exactitude est un outil de décision basé sur l'étude de l'erreur totale (la justesse + fidélité). C'est ainsi que ce profil peut servir à accepter ou rejeter une méthode analytique suivant l'usage attendu. Par ailleurs, il peut également être utilisé comme outil de diagnostic. Par exemple, il peut être utilisé pour sélectionner le modèle de régression le plus adéquat pour la calibration.

Cette étude, effectuée au laboratoire régional ONEE/BO, consiste, en une présentation détaillée des aspects expérimentaux, à valider la méthode de dosage de l'Aluminium présent dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique à four graphite(SAAE).

L'ensemble des résultats obtenus, confirme que notre méthode analytique est déclarée valide et fiable pour quantifier les échantillons, que le laboratoire aura à analyser, d'une manière exacte et fidèle.

Mots clés : SAAE, Validation, justesse, fidélité, profil d'exactitude