

Chapitre III:

matériel

méthode

3.1. Echantillonnage :

3.1.1. Stratégie de prélèvement :

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. L'échantillon doit être homogène, représentatif et obtenu sans modifier les caractéristiques physico-chimiques de l'eau (gaz dissous, matières en suspension, etc.) (Rodier, 2009).

Le prélèvement subira obligatoirement un certain temps de transport et une éventuelle attente au laboratoire avant la mise en route analytique, ces temps devront être réduits au minimum.

Pour les analyses physico-chimiques le prélèvement a été effectué selon les étapes suivantes :

- Préparation de deux flacons propres en plastique d'un litre pour l'échantillonnage.
- Ouvrir la vanne d'échantillonnage et permettre à l'eau de s'écouler pendant au moins 2 minutes avant la collection.
- Rinçage du flacon d'échantillonnage au moins deux fois avec de l'eau traitée.
- Remplir chaque flacon lentement avec un faible débit pour éviter les turbulences et la formation des bulles d'air.
- Fermer le flacon et s'assurer qu'il n'y a pas de vide au-dessus de l'échantillon.
- Étiquetages des flacons d'échantillonnage en déterminant le point de prélèvement, la date et l'heure.
- La détermination de la plupart des paramètres physico-chimique a été effectuée immédiatement, dans le Cas contraire les échantillons ont été conservés dans des conditions appropriées (Zouag et Belhadj, 2017).

Le transport à la température de 4 C° à l'obscurité dans des emballages isothermes permet d'assurer une conservation satisfaisante. Les échantillons sont conservés immédiatement dans une glacière portative avec une réserve de froid suffisante pour garder une température inférieure à 4C°, jusqu'à l'arrivée au laboratoire.

Dans le cadre de notre étude, nous avons effectué l'échantillonnage dans le date de

Les paramètres physiques (pH, conductivité électrique et conditions de conservation de prélèvement) nécessitent des mesures in situ (Tableau.16).

Tableau N°16 : Conditions de conservation de prélèvement et les caractéristiques a analysé.

Caractéristique analysé	a	Volume minimum du prélèvement (ml)	Température de Conservation à (°c)	Effectuer la mesure avant
pH	-	-	4	24h (obsc)
CE	-	100	4	48h (obsc)
Chlorure	-	100	-	15 jours
Sulfate	-	200	4	07 jours
Nitrate	-	-	4	48h (obsc)
Nitrite	-	-	4	48h (obsc)
Calcium	-	800	4	Plusieurs mois
Magnésium	-	-	4	Plusieurs mois
Potassium	-	-	4	Plusieurs mois
Sodium	-	-	4	Plusieurs mois
Carbonate et bicarbonate	-	500	4	Quelques jours (obsc)

3.2. Etude des paramètres physiques :

3.2.1. Température :

3.2.1.1. Mesure de la température :

3.2.1.2. Principe :

La mesure de la température a été effectuée sur terrain. Il y a lieu de déterminer la température de l'air au même endroit et au même moment (Rodier, 1996).

3.2.1.3. Mode opératoire :

La température a été mesurée au même moment et au même endroit que pour les prélèvements d'eau à l'aide d'un thermomètre Marque en respectant les précautions décrites par Rodier (1996) ; lors de la mesure de la température de l'air, nous avons évité le rayonnement solaire direct et la chaleur dégagée par l'opérateur.

3.2.2. Mesure de potentiel en hydrogène (pH) :

3.2.2.1. Introduction :

Le pH est une valeur qui nous indique la concentration en ions H_3O^+ dans l'eau, il conditionne l'agressivité, l'entartage de l'eau également sa valeur, ainsi que la solubilité des métaux lourds (Bensaci, 2007).

3.2.2.2. Principe :

La différence de potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence (calomel-KCl saturé) plongeant dans une même solution, est une fonction linéaire du pH de celle-ci. Le potentiel de l'électrode est lié à l'activité des ions H^+ (Rodier et al, 2009).

3.2.2.3. Appareil :

PH-mètre.

3.2.2.4. Lecture :

La valeur de pH s'affiche directement sur l'écran du pH-mètre.

3.2.3. Mesure de la conductivité électrique (CE) :

3.2.3.1. Introduction :

La connectivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes. La plupart des matières dissoutes dans l'eau se trouvent sous forme d'ions chargés d'électrons. La mesure de la connectivité permet donc d'apprécier la quantité de sels dissous dans l'eau. (Saadali, 2007).

La conductivité est également fonction de la température de l'eau : elle est plus importante lorsque la température augmente. Elle s'exprime en micro siemens par centimètre (Detry, 1993).

La qualité l'eau en fonction de la connectivité est définie de la manière suivante :

- Conductivité de 50 à 400 $\mu\text{S}/\text{cm}$ Qualité excellente.
- Conductivité de 400 à 750 $\mu\text{S}/\text{cm}$ Bonne qualité.
- Conductivité de 750 à 1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$Qualité médiocres mais eau utilisable.
- Conductivité de > 1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ Minéralisation excessive.

3.2.3.2. Principe :

La mesure de la conductivité permet d'évaluer rapidement mais très approximativement la minéralisation globale de l'eau et d'en suivre l'évolution (Rodier, 1996).

3.2.3.3. Appareil :

Conductimètre.

3.2.3.4. Mode opératoire :

La mesure de la conductivité est effectuée à l'aide d'un conductimètres. Pour analyser l'eau la cellule à conductivité est rincée plusieurs fois, d'abord avec de l'eau permutée puis en plongeant dans un récipient contenant de l'eau à examiner. Les résultats sont exprimés a une température de référence égale à 25 C, les résultats sont lus directement sur le cadran et sont exprimés en $\mu\text{S}/\text{cm}$ (Rodier, 1996).

3.2.3.4. Lecture :

La valeur de conductivité s'affiche directement en $\mu\text{S}/\text{cm}$.

(1 micro siemens [μS] = 0 .001 milli siemens [mS]).

3.2.4. Détermination de Résidu sec (R.s) :

3.2.4.1. Principe :

Une certaine quantité d'eau est évaporée dans une capsule tarée, le résidu desséché est ensuite pesé.

3.2.4.2. Mode opératoire :

Évaporer progressivement au bain- marie dans un bécher tarée 100ml d'eau. Le bécher n'étant rempli qu'à mi-hauteur. Après évaporation totale de l'eau ; porter le bécher à l'étuve à 105°C pendant 4 heures et laisser refroidir un quart d'heure, peser immédiatement et rapidement.

Soit P le poids du bécher. La pesée est obtenue par la méthode différentielle.

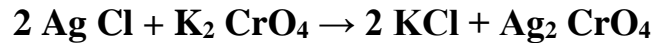
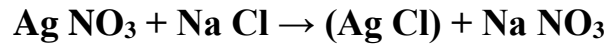
3.3. Etude des paramètres chimiques :

3.3.1. Dosage volumétrique de chlorure (Cl) :

3.3.1.1. Principe :

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium, la fin de réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent (Rodier, 1996).

La cause de changement de coloration est le début du précipité rouge d'Ag₂ CrO₄, au moment où il précipite sous forme d'Ag Cl :



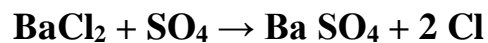
3.3.1.2. Mode opératoire :

La mesure des chlorures a été effectuée par la méthode volumétrique. A 5 ml d'eau à analyser, sont ajoutés 2 gouttes de K₂CO₄ (coloration jaunâtre), puis titrer avec Ag NO₃ (Fluka) à 0.01 N à la coloration brunâtre.

3.3.2. Dosage colorimétrique des sulfates (SO₄) :

3.3.2.1. Principe :

Les ions sulfates sont précipités et passés à l'état de sulfate de baryum en présence de BaCl₂ (Rodier, 1996).



Gomme d'acacia 0,25%

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre dans de l'eau déminéralisée (4-3-1) 0,25 g de gomme d'acacia. Ajuster au volume homogénéisé.

- Chlorure de baryum (BaCl₂, 2H₂O) en poudre.
- Solution mère de sulfate de sodium (Na₂SO₄) 200 ml.

Dans une fiole jaugée de 500 ml, contenant environ 400 ml d'eau déminéralisée (4-3-1) dissoudre 7.1025g de sulfate de sodium anhydre (Na₂SO₄). Ajuster au volume. Homogénéiser.

- Solution filles de sulfate de sodium (Na₂SO₄).

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, diluer respectivement 5, 10, 15, 20 et 25 ml de la solution mère (4-3-5) avec de l'eau déminéralisée (4-3-1), ces solutions contiennent respectivement 1, 2, 3, 4, et 5 ml. Ajuster au volume homogénéisé.

3.3.2.2. Mode opératoire :

- transférer 25 ml de l'extrait dilué (à 10 ou 100) dans une fiole jaugée de 100ml et ajouter 10 ml de la solution NaCl.HCl (4.3.2) 2ml de gomme d'acacia (4.3.3) et 1g de poudre de chlorure de baryum (4.3.4).

- Agiter à la main, ajuster au volume avec l'eau déminéralisée (4.3.1) homogénéisé.

- Préparer un témoin et les solutions filles selon le même protocole.
- En prenant le témoin comme référence, ajusté à 0,00 l'absorbance du spectrophotomètre réglé à 600 nm.
- Mesurer l'absorbance au spectrophotomètre à 600 nm pour les solutions filles et les échantillons.

3.3.3. Dosage colorimétrique du nitrate (NO_3) :

3.3.3.1. Principe :

Sodium coloré en jaune susceptible d'un dosage spectrophotométrie (Rodier, 1996).

3.3.3.2. Mode opératoire :

La mesure des nitrates a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption moléculaire. A 10 ml d'eau à analyser sont ajouté 1 ml de salicylate de sodium (Biochemchemopharma), le mélange est amené dans un évaporateur à 75 °C jusqu'à la vaporisation total du liquide. Après refroidissement, sont ajouté 2 ml d'acide sulfurique (Organics), la solution est alors laisser repos pendant 10 min pour assurer le déroulement total des réactions, puis 15 ml d'eau distillée et 15 ml de la solution de tartrate de sodium (PROLABO), et après 10 mn de repos finalement obtenue est passée au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 415 nm.

3.3.4. Dosage volumétrique du calcium (Ca) :

3.3.4.1. Principe :

Le calcium est dosé avec une solution aqueuse d'E.D.T.A à pH compris entre 12 et 13. Ce dosage se fait en présence de murexide. L'E.D.T.A Réagit tout d'abord avec les ions des calciums libres, puis avec les ions calciums combiné avec d'indicateur qui vire alors de la couleur rouge à la couleur violet, (Rodier 1996).

3.3.4.2. Mode opératoire :

A 50 ml d'eau à analyser, sont ajouté 2 ml de NaOH à 2 N (Fischer scientifique), puis du murexide (PROLABO), et titrer avec l'E.D.T.A. (MERCK) jusqu'au virage «Violet», puis notée « V_1 ».

3.3.5. Dosage volumétrique du magnésium (Mg) :

3.3.5.1. Principe :

Le magnésium est dosé avec une solution aqueuse d'E.D.T.A., ce dosage se fait en présence de noir eriochrome. L'E.D.T.A. réagit tout d'abord avec les ions du magnésium libre, puis avec les ions magnésium combiné avec d'indicateur qui vire alors de la couleur violet à la couleur bleue (Rodier, 1996).

3.3.5.2. Mode opératoire :

A 50 ml d'eau à analyser, sont ajouté du 2 ml de NH_4OH à (10.1), puis noir eriochrome (PROLABO) et titrer avec l'E.D.T.A jusqu'au virage «Bleu» puis notée « V_2 ».

-Méthode par spectrophotométrie à flamme :

a-Principe :

Cette méthode physique d'analyse utilise la propriété qu'ont les atomes neutres d'absorber à une certaine longueur d'onde un quantum.

b-Mode opératoire :

Nébuliser l'eau à analyser dans une flamme air-acétylène oxydant en intercalant de l'eau permutée entre chaque échantillon. Effectuer la lecture à la longueur d'onde de 589 nm.

3.3.6. Potassium :

3.3.6.1. Méthode par spectrophotométrie à flamme :

3.3.6.1.1. Principe :

Cette méthode physique d'analyse utilise la propriété qu'ont les atomes neutres d'absorber à une certaine longueur d'onde un quantum.

3.3.6.1.2. Mode opératoire :

Nébuliser l'eau à analyser dans une flamme air-acétylène oxydant en intercalant de l'eau permutée entre chaque échantillon. Effectuer les lectures à la longueur d'onde de 766.5 nm.

3.3.7. Dosage volumétrique de carbonates est bicarbonates :

3.3.7.1. Principe :

Les carbonates n'existant qu'à $\text{pH} > 8,3$ et les bicarbonates si le pH est compris entre 4,4 et 8,3. Au cours d'un dosage cimérique doublé d'une mesure de

pH, à quel moment ces ions sont encore présents ou non dans l'échantillon.

3.3.7.2. Mode Opérateur :

- Prélever 20 ml de la solution de l'eau + 3 gouttes de Phénolphtaléine, s'il y a une coloration rose, donc il y a les carbonates.
- Titrer avec l'acide sulfurique jusqu'à la disparition de la couleur rose.
- S'il n'y a pas une coloration de la solution => il y a les bicarbonates.
- Ajouter des gouttes (3-4) de l'indicateur coloré méthyle orange et titrer avec l'acide sulfurique jusqu'à l'apparition de la coloration orange (changement de coloration jaune à orange).

Calcul :

$$\text{Les carbonates (meq / l)} = (X * 0.05 * 1000) / Y$$

X : volume de l'acide sulfurique utilisé Y : volume de la solution du sol ou de l'eau = 20 ml.

$$\text{Les bicarbonates (meq / l)} = (2 * X * 0.05 * 1000) / Y$$

Pour la titrations.

3.3.8. Fer (Fe²⁺) :

3.3.8.1. Principe :

Après oxydation en milieu acide, le fer est réduit à l'état ferreux et dosé par spectrophotométrie en utilisant la coloration rouge donnée par les sels ferreux avec la phénonthroline 1,10 (Rodier, 1996).

3.3.8.2. Matériel spécial :

Spectrophotomètre d'absorption moléculaire.

3.3.8.3. Réactifs :

- Solution chlorhydrate d'hydroxylamine.
- Solution acétate d'ammonium.
- Solution phénonthroline 1,10.

3.3.8.4. Mode opératoire :

- Prend 20 ml d'échantillon.

- Ajouter 0.5 ml solution chlorhydrate d'hydroxylamine.
- Ajouter 1 ml solution acétate d'ammonium.
- Ajouter 1 ml solution phénonthroline 1,10.
- Conserve les fioles à l'obscurité pendant 15 min.
- Passer au spectrophotomètre $\lambda = 510$ nm.