



جامعة سيدي محمد بن عبد الله بفاس
+08.0044 0484 232208 01 4088800 1 200
UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH DE FES



كلية العلوم والتقنيات فاس
+040.011 110.0011 8 10148411 - 200
FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FÈS



PROJET DE FIN D'ETUDES

Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse et contrôle de qualité (T.A.C.Q)

Détermination des concentrations des silicates et validation de la méthode

Présenté par :

- MOHAMED AMINE KHEDIDJ

Encadré par :

- Pr EL GHAZOUALI AHMED (FST)
- Mme ANNOUH FOUZIA (ONEP fès)

Soutenu, Le 04 /07/2022 devant le jury composé de:

- Pr. EL GHAZOUALI AHMED
- Pr.IDRISSI KANDRI. NOUREDDINE
- Pr. ZEROUAL AZIZ

Stage effectué à l'ONEE/ BO Fès.

Année Universitaire 2021 / 2022

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

Ligne Directe : 212 (0)535 61 16 86 – Standard : 212 (0)535 60 82 14

Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>

REMERCIEMENTS :

Je tiens à remercier au terme de ce travail, la direction de l'ONEE branche d'eau de m'avoir accepté au sein de cet établissement dans le but de réaliser mon stage de fin d'études.

Tout d'abord, j'adresse mes remerciements au chef de la filière Techniques d'analyses et contrôle de qualité FARAH Abdellah pour ces nombreux conseils.

Je remercie également Madame FOUZIA ANNOUH, et madame responsable de laboratoire pour son accueil, ses remarques et ses suggestions.

Mes sincères remerciements à monsieur *EL GHAZOUALI AHMED* professeur au sein de la FST qui a assuré le suivi de ce travail, je la remercie très vivement pour sa bienveillance, son aide et son soutien moral.

Je souhaite remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce projet ainsi qu'à la réussite de ce parcours universitaire.

Je tiens remercier les membres de jury le professeur NOURDIN IDRRSI KANDRI et le professeure AZIZ ZEROUALE

DEDICACE

Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude le respect et la reconnaissance c'est tous simplement que je dédie ce projet a :

A ma mère

Qui m'a donné la vie la tendresse et le courage pour réussir tous ce que je peux lui offrir ne pourra exprime l'Amour et la reconnaissance que je lui porte aucun dédicace ne saurait exprimer mes sentiments

A mon père

L'épaule solide, loeil attentif et la personé la plus digne de mon estime et mon respect

A mes frères

En témoignage je leur offre ce modeste travail pour les remercier

Et sans oublier mes chères amies :RABAB , Yahya , Mokhtar , Sofiane , Ayoub , Oumaima youssra ,Amine , Mustapha ,koutar , Ayoub

Liste des figures :

Figure 1: Découpage régionale administratif	2	
Figure 2: Station de traitement Ain nokbi Fès	3	
Figure 3: Schéma récapitulatif des différentes étapes du traitement de l'eau d'oued Sebou.....	8	
Figure 4: Extrait de quelque paramètre de la norme marocaine (03.7.001) sur lesquels on va travailler	9	
Figure 5: conductimétrie	11	
Figure 6: comparateur du chlore	Figure 7: DPD comprimé	13
Figure 7: Etalon (Silicone)	18	
Figure 8: Schéma du principe du spectrophotomètre UV-visible, mono faisceau	19	

Liste des tableaux :

Tableau 1: Résultat pH-mètre	11
Tableau 2: Résultat de conductivité	12
Tableau 3: classification de l'eau selon leur turbidité	12
Tableau 4: Résultat de turbidité	13
Tableau 5 LES ANALYTES D'ABSORBANCE DES SILICATES	16
Tableau 6: Dosage	20
Tableau 7: courbe d'étalonnage des silicates	20
Tableau 9: Critère d'acceptabilité	24
Tableau 10: Résultat des absorbances	26
Tableau 11: les résultats analytiques	27
Tableau 12: les mesures limite de détection de la méthode	27
Tableau 13: Résultat des Réplicabilité	28
Tableau 14: les résultats de la répétabilité	29
Tableau 15: les mesures de la justesse	30
Tableau 16: les résultats de la sensibilité	31
Tableau 17: Récapitulatif des Critères d'acceptation des données de validation	31

LISTE DES ABREVIATIONS

ONEE/BO	Office nationale d'électricité et d'eau potable / Branche D'eau
MES	Matière en suspension
NTU	unité néphélogétrie de turbidité
TA	Titration alcalimétrique
TAC	Titration alcalimétrique complète
(2) Ratio	résultats analytiques moyens sur la limite de détection
Déviations standard	(écart type) pour un échantillon.

SOMMAIRE

• Introduction.....	1
• Chapitre I: Description de la société ONEP AIN NOUKBI.....	2
I. Présentation générale	2
I.1 Description :	3
Chapitre II: <i>DIFFERENT TRAITEMENT D'EAU POTABLE A LA STATION AIN NOKBI</i>	4
I. Procèdes de traitement de l'eau	4
I.1 Station de pré traitement (oued Sebou).....	4
a) Dégrillage	4
b) Relevage :.....	5
c) Dessablage	5
d) Débourbage :	5
I.2 Station de traitement (Ain nokbi).....	5
a) Pré chlorations :	5
b) Coagulations – floculations :.....	6
c) Décantation	6
d) Filtration :	7
e) Désinfection :.....	7
Chapitre III : ANALYSES EFFECTUES AU LABORATOIRE DE LONEE	9
I. Les méthodes d'analyses	9
I.1 Présentation	9
I.2 La norme marocaine de qualité de l'eau (NM 03.7.001).....	9
a) Exigence de la qualité :	9
II. Contrôle de la qualité au niveau du laboratoire (station Ain nokbi).....	10
II.1 Analyses organoleptique	10
II.2 Analyse physico chimique	10
• Analyse physique :	10
a) La température :.....	10
b) Le pH (Potentiel hydrogène) :	11
c) Conductivité :.....	11
d) Turbidité :.....	12
e) Chlore résiduel libre :.....	13
• Analyse chimique	13
a) Oxydabilité au permanganate de potassium :	13

b)	Détermination de l'Alcalinité : Titre Alcalimétrique Simple (TA) :	13
c)	Détermination de l'Alcalinité : Titre Alcalimétrique complet (TAC) :	14
d)	Détermination des nitrates (NO_3^-) et silicates(SiO_2) :	14
CHAPITRE IV: VALIDATION DE LA METHODE D'ANALYSE PAR UV DES SILICATES ...		17
I.	Principe :.....	17
I.1	Préparations des réactifs et étalons :.....	17
I.2	Courbe détalonnage.....	19
•	Expression du résultat :	21
II.	Validations d'une méthode d'analyse :	22
II.1	Exigences de la norme ISO/CEI 17025.....	22
II.2	CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	24
II.3	Un échantillon ouled M'koudou.....	24
II.4	Tableau de validations :.....	27
a)	Limite de détection de la méthode	27
b)	Répliquabilité	28
Résultat de l'échantillon c'est le moyen des résultats analytique(0,21) et pour le résultat du duplicata c'est l'écart type (0,006).....		29
c)	Répétabilité :.....	29
d)	Justesse :.....	30
e)	Sensibilité:.....	31
•	Résumé :.....	31
•	Conclusion générale.....	32

INTRODUCTION GENERALE

- **Introduction**

L'importance de l'eau pour la vie et comme composant de l'écosystème mondiale n'est plus à démontrer, de ce fait elle doit être considérée comme un trésor naturel faisant partie commun de l'humanité.

L'eau potable répond à de très grandes exigences de qualité. Cependant, les eaux brutes qu'elles soient souterraines ou superficielles ne remplissent pas toujours les critères requis en termes de qualité chimique et microbiologique. C'est la raison pour laquelle l'eau doit être traitée avant d'être consommée. Souvent pourtant comme le savent bien les responsables de stations de traitement, les services cantonaux concernés et les bureaux d'ingénieurs conseil - choisir le traitement le mieux adapté à un type d'eau peut poser problème, car il existe en général plusieurs procédés possibles, chacun avec ses traitements qu'elle subit l'eau peut enregistrer régulièrement des dépassements de valeurs de tolérance, surtout en matière de microorganismes.

Ce stage a été effectué à la station de traitement de l'eau d'Oued Sebou, dont l'objectif est de connaître les étapes de traitement de l'eau potable ainsi que les différentes analyses effectuées afin de contrôler la potabilité de cette eau et qu'elle doit être dans les normes

Ce rapport comporte quatre chapitres, dont le premier est consacré à la description de l'ONEP et le deuxième montre les différentes étapes de traitement des eaux de surface. Dans le troisième et quatrième chapitre, on détermine les concentrations des silicates dans l'eau potable, et la validation de la méthode en basant sur les paramètres statistiques (fidélité, justesse, sensibilité)

Chapitre I: Description de la société ONEP AIN NOUKBI

PRESENTATION GENERALE DE L'ONEE/ BO

I. Présentation générale

Historique : L'Office National d'électricité de l'Eau Potable de Fès (ONEE/BO) est un établissement public à caractère industriel, commercial doté de la personnalité civile et de l'autonomie financière depuis 1995, est un organisme gouvernemental servant à assuré l'essentiel de la gestion ; de la production, de la distribution de l'eau potable et l'assainissement liquide au Maroc

La création de l'ONEP par dahir a été en 1929 sous le nom de REIP (Régie d'exploitation installation et planification), puis REP (Régie d'exploitation et planification), et enfin le nom ONEP en 1972, Et en 2012 date de regroupement entre l'Office nationale de l'électricité suite à ce regroupement l'office national de électricité et de l'eau potable (ONEE) a été créé le 24/04/2012

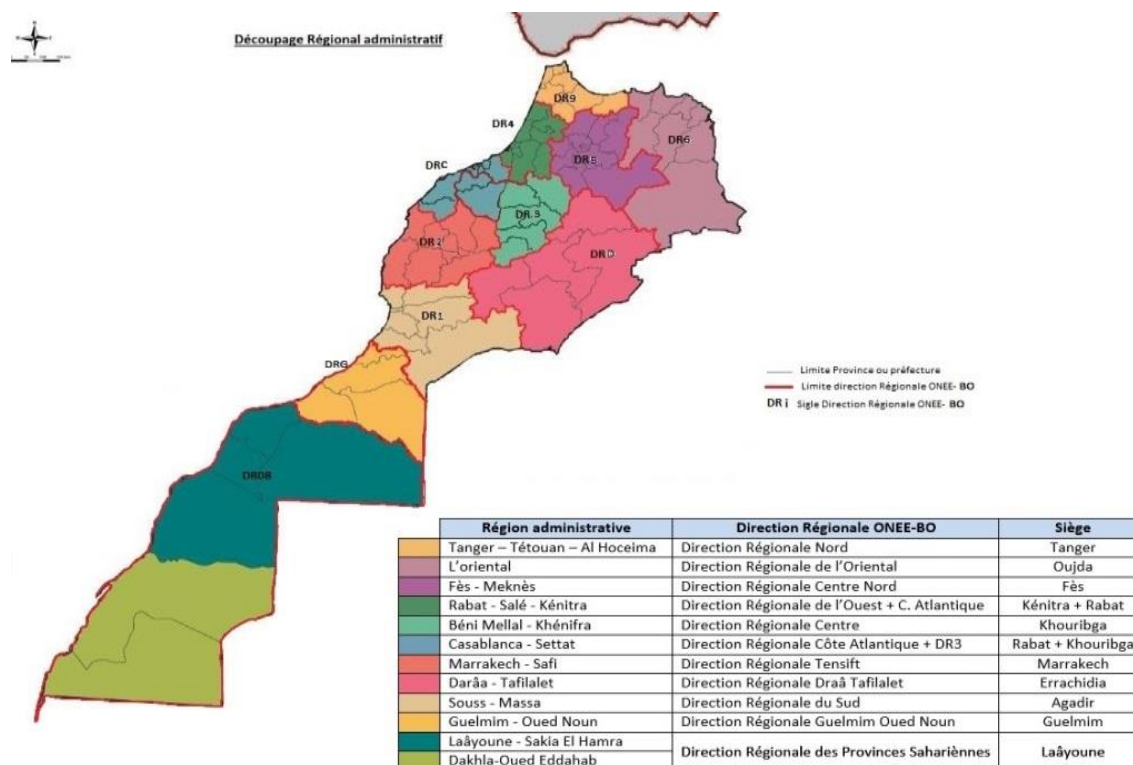


Figure 1: Découpage régionale administratif

↪ Principales activités de l'ONEP :

- 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.

↪ L'ONEP dispose d'un Complexe de production d'Oued Sebou qui inclut deux stations :

• **La station de prétraitement située à Sebou** : Sa construction remonte à 1989 son rôle est l'extraction de l'eau brute et la diminution du taux de matière en suspension jusqu'à une valeur inférieure à 2g/l et de la refouler jusqu'à la station de traitement.

• **La station de traitement Ain Noukbi** : édifée le 19 mars 1987 Elle a pour missions :

- ✓ le traitement des eaux reçues de la station de prétraitement.
- ✓ Le contrôle de la qualité des eaux traitées (dans le laboratoire régional).
- ✓ Refoulement des eaux vers le réservoir BAB HAMRA.



Figure 2: Station de traitement Ain nokbi Fès

1.1 Description :

Le laboratoire est composé de :

- Une première salle pour le lavage du différents matériel (flacons, tubes, produits chimique etc.).
- Une deuxième salle pour les analyses physico-chimiques ; mesure de la turbidité, le pH, la conductivité, l'oxydabilité au permanganate de potassium, le chlorure (Cl-), le titre alcalimétrique (TA), le titre alcalimétrique complet (TAC), le titre hydrotimétrique (TH), l'oxygène dissous, essai de traitable (jar test), odeur, gout etc.

- Une troisième salle : spécifique pour les analyses par Spectroscopie d’Absorption Moléculaire et pour les analyses organiques par ultra-violet.
- Une quatrième salle pour les analyses des métaux et les éléments toxiques par absorption atomique.
- Une cinquième Salle pour les analyses bactériologiques.

Chapitre II: DIFFERENT TRAITEMENT D’EAU POTABLE A LA STATION AIN NOKBI

I. Procèdes de traitement de l’eau

1.1 Station de pré traitement (oued Sebou)

Les prés traitement ont pour objectif d’éliminer les éléments les plus grossiers Ces éléments sont en générale les déchets de grands taille et aussi pour réduire la concentration des matières en suspension (MES) jusqu’ à une concentration inférieure ou égale à 2g/l.

- **Si MES < 2 g/L** : l’eau brute est pompée directement vers la station de traitement.
- **Si 2 g/l < MES < 50 g/L** : l’eau brute passe par un prétraitement avant d’être pompée vers la station de traitement.
- **Si MES est supérieure à 50 g/L** : (arrêt totale des deux stations).

Ce prétraitement comporte 4 opérations majeures :

- ❖ **Le dégrillage**
- ❖ **Le relevage**
- ❖ **Le dessablage**
- ❖ **le débouillage**

a) Dégrillage

Le dégrillage permet de retirer de l’eau les gros déchets tels que les branches, les plastiques, les bouteilles... En effet, ces déchets ne pouvant pas être éliminés par un traitement biologique ou physico-chimique, il faut donc les éliminer mécaniquement. Pour ce faire, l’eau passe à travers une ou plusieurs grilles dont les mailles sont de plus en plus serrées. Celles-ci sont en général équipées de système automatiques de nettoyage pour éviter leur colmatage, et aussi pour éviter le dysfonctionnement des pompes.

b) Relevage :

La vis d'Archimède est une construction mécano soudée, constituée d'un noyau central sur lequel sont rapportées une ou plusieurs spires. La vis est supportée par deux paliers par l'intermédiaire de plateaux : un palier immergé en pied de vis et un palier supérieur positionné hors d'eau.

c) Dessablage :

Le dessabler permet d'éliminer les particules solides charriées par les eaux et les matières en suspension de granulométrie (le sable) comprise entre 200 et 500µm : sables, graviers, etc.

d) Débourbage :

Il permet d'éliminer les boues et les particules en suspension. Il constitue une pré-décantation. Cette technique est utilisée quand la teneur en matières en suspension est supérieure à 2 g/l pour éviter d'engorger les ouvrages de pompage et de traitement par les boues.

I.2 Station de traitement (Ain nokbi)

Le traitement d'une eau brute dépend de sa qualité, laquelle est fonction de son origine et peut varier dans le temps. L'eau à traiter doit donc être en permanence analysée, car il est primordial d'ajuster le traitement d'une eau à sa composition et, si nécessaire, de le moduler dans le temps en fonction de la variation observée de ses divers composants. Il peut arriver cependant qu'une pollution subite ou trop importante oblige la station à s'arrêter momentanément.

Le traitement classique et complet d'une eau s'effectue en plusieurs étapes dont certaines ne sont pas nécessaires aux eaux les plus propres.

a) Pré chlorations :

La première étape du traitement est constituée par une pré-chloration de l'eau brute et le produit généralement utilisé est le chlore Cl₂.

Cette étape répond à de nombreux objectifs et présente de nombreux avantages notamment :



✚ Une oxydation des minéraux tels que : le Fer et le Manganèse.

- + Une décoloration de l'eau.
- + Détruire les matières organiques. (Améliorer le goût et l'odeur de l'eau).

b) Coagulations – floculations :

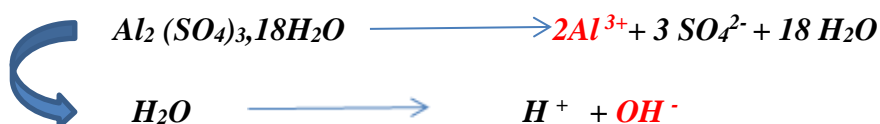
La coagulation-floculation est un procédé de traitement physico-chimique d'épuration de l'eau. Son principe repose sur la difficulté qu'ont certaines particules à se décanter naturellement : les colloïdes.

Ces colloïdes sont caractérisés par leur très faible diamètre et sont notamment responsables de la couleur et de la turbidité de l'eau de surface.

- ✓ **La coagulation :** *consiste à déstabiliser ces colloïdes en éliminant la charge électrostatique (négative) afin de favoriser leur rencontre par addition de sulfate d'alumine de formule $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$.*
- ✓ **La floculation :** est l'agglomération de particules déstabilisées en micro floc et ensuite en flocons plus volumineux que l'on appelle floccs.
Les floculons les plus utilisés sont :

- Les polymères (le poly électrolyte) / l'alginate .

Réaction chimique :(coagulation) formations de $Al(OH)_3$



c) Décantation

Après l'étape de l'ajout des réactifs, l'eau est acheminée dans des bassins dits de décantation. Là, sous l'effet de leur poids, les particules gravitent vers le fond où elles se déposent.

Il existe de nombreux types de décanteurs, ceux utilisés à la station sont au nombre de six, chacun possède un débit à traiter de 900 m³/h.

La décantation permet aux floccs de s'agglomérer pour former de la boue qui sera récupérées au fond du cône, tandis que l'eau traitée est évacuée par le haut, par débordement puis sera ensuite acheminée vers les filtres qui enlèveront les plus petites particules qui n'auront pas sédiments ou décanté .

Plus de 95% des matières en suspension sont éliminées lors de cette étape.

d) Filtration :

La filtration est un procédé réalisé par des filtres à sable, pour retenir les floccs qui n'ont pas été piégés lors des étapes précédentes. (Il existe de nombreux types de filtres, ceux utilisés à la station sont au nombre de 12) Le filtre peut jouer un double rôle: d'une part, il retient les matières en suspension par filtration et d'autre part, il permet un traitement biologique, c'est à dire une consommation des matières organiques, de l'ammoniaque, de fer et du manganèse, par les bactéries qui sont développées sur le sable.

Le filtre à sable nécessite un nettoyage périodique qui se fait par l'envoi d'eau et d'air à contre-courant pour éliminer les matières retenues entre les grains de sable et éviter ainsi le risque de colmatage.

e) Désinfection :

La désinfection est l'étape terminale du traitement de l'eau, elle a pour but d'assurer la destruction des micro-organismes pathogènes, on utilise pour cela une nouvelle chloration (si nécessaire).

Il existe plusieurs désinfectants tels que le chlore, l'ozone, le dioxyde de chlore, le rayonnement UV.

L'agent de désinfection utilisé dans la station de traitement d'ONEE-BO de Fès est le chlore

↳ Désormais l'eau est devenue potable et prête à être acheminée vers le réservoir de Bâb El Hamra de la RADEEF.

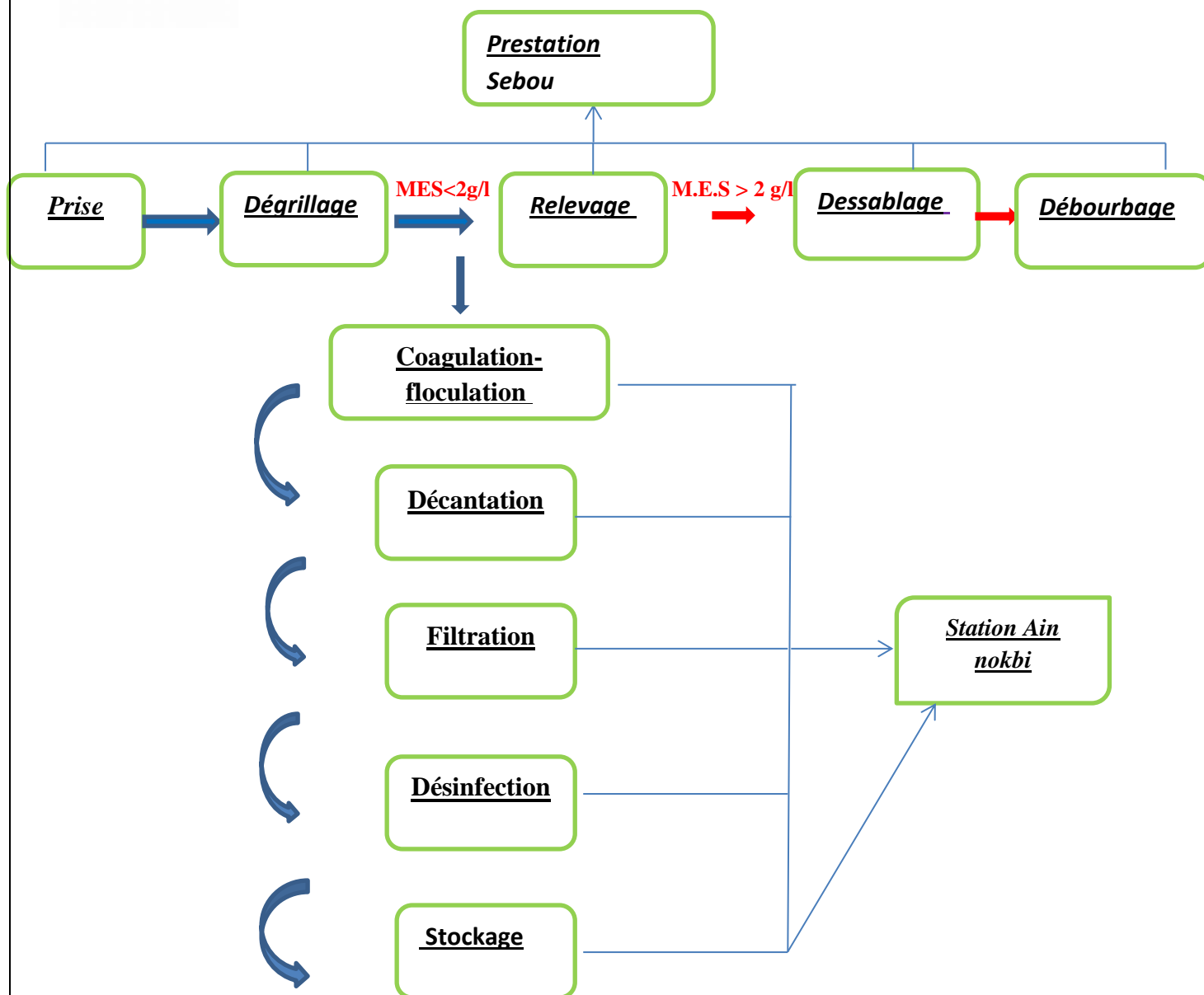


Figure 3:Schéma récapitulatif des différentes étapes du traitements de l'eau d'oued Sebou

Chapitre III : ANALYSES EFFECTUES AU LABORATOIRE DE LONEE

I. Les méthodes d'analyses

I.1 Présentation

Le laboratoire régional de Fès est un service de contrôle de qualité et le réseau des laboratoires décentralisés de l'ONEE ont pour mission essentielle de contrôler la qualité des ressources en eau ainsi que la qualité de l'eau potable distribuée. Ils s'assurent que l'eau potable ne contient ni substances gênantes ou toxiques, ni germes pathogènes et ils vérifient qu'elle est bien conforme aux normes de potabilité Norme marocaine (NM 03.7.001).

I.2 La norme marocaine de qualité de l'eau (NM 03.7.001).

a) Exigence de la qualité :

Les normes visent à fournir aux consommateurs une eau qui ne constitue pas un risque pour la santé, on propose également des objectifs esthétiques, une mauvaise qualité esthétique découle souvent d'une contamination chimique ou bactériologique.

En effet, l'eau d'alimentation humaine ne doit contenir ni substance chimique ni microorganisme nocifs pour la santé.

La Norme 03.7.001 Devise les paramètres à analyser en 2 partis :

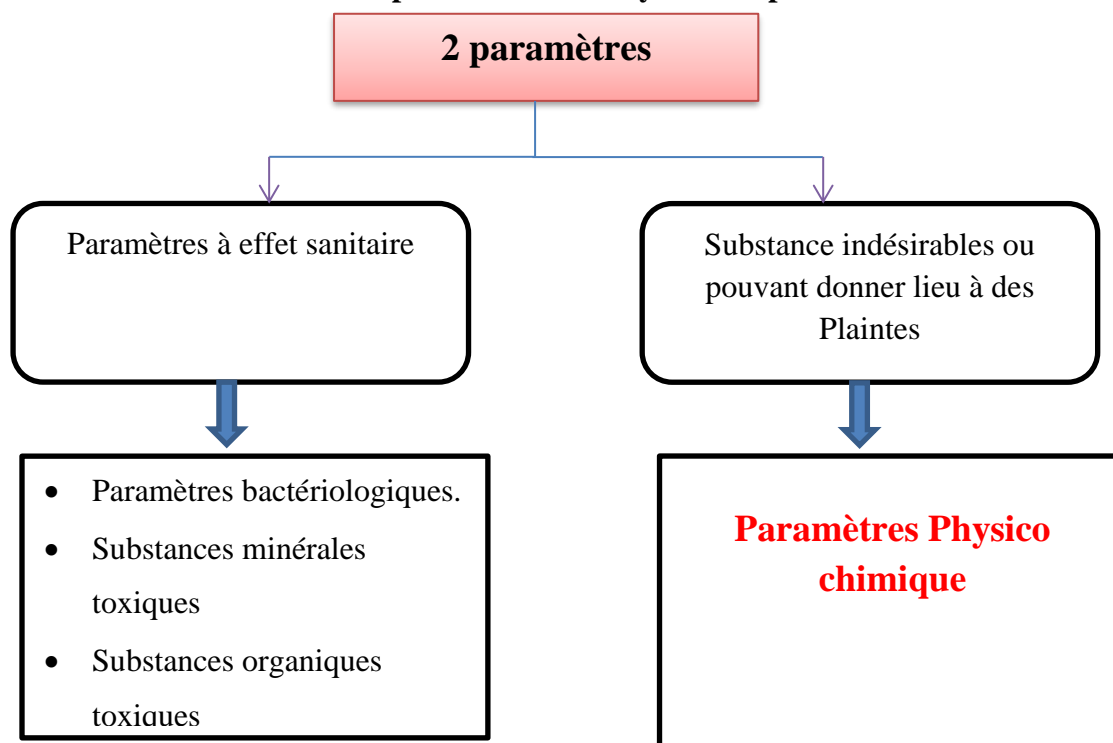


Figure 4:Extrait de quelque paramètre de la norme marocaine (03.7.001) sur lesquels on va travailler

II. Contrôle de la qualité au niveau du laboratoire (station Ain nokbi)

II.1 Analyses organoleptique

Ces paramètres concernent : la couleur, le goût et l'odeur de l'eau mais ces critères n'ont pas une valeur sanitaire directe une eau peut avoir une odeur et goût particulière et être consommable selon la norme marocaine (03 -07-001)

- L'odeur : on dilue l'eau à examiner jusqu'à ce qu'elle ne présente plus d'odeur perceptible, l'échantillon d'eau prélevé doit être conservé à l'abri de l'air pour ne pas perdre son odeur.
- Le goût : le goût peut être défini comme 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

Le principe : l'eau à examiner est diluée par une eau sans goût dite eau de référence jusqu'à ce qu'elle ne présente plus le goût perceptible.

- La couleur :

La 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

II.2 Analyse physico chimique

- **Analyse physique :**

Parmi les paramètres physiques que j'ai contrôlés dans ce stage c'est :

- a) **La température :**

La mesure de la température doit être faite sur place au moment de prélèvement de l'eau soit l'eau décanté ou l'eau filtré et l'eau traitée à l'aide soit d'un thermomètre soit d'une sonde en °C.

La connaissance de la température est utile dans de nombreux cas. Elle gouverne les solubilités, en particulier celles des gaz. Elle joue également un rôle important dans la floculation

La réglementation marocaine préconise une température acceptable (NM 03.7.001).

b) Le pH (Potentiel hydrogène) :

Le pH mesure la concentration d'une solution aqueuse en ion H_3O^+ . Il traduit ainsi la balance entre acide et base sur une échelle de 0 à 14, 7 étant le pH de neutralité. Ce paramètre dépend de facteurs multiples, dont l'origine de l'eau.

- Dans le laboratoire on mesure le pH par un pH-mètre.

✓ Résultat :

Tableau 1: Résultat pH-mètre

Date de prélèvement	Eau brute	Eau décantée	Eau filtrée	Eau traitée
09 /05 /2022	8.20	7.38	7.40	7.47
12 /05 /2022	8.22	7.47	7.50	7.67

✓ Interprétation des résultats :

- on constate qu'il y a une diminution de la valeur du pH de l'eau traitée par rapport à l'eau brute.
- Pour l'eau traitée, on trouve toujours des valeurs dans les normes.
- VMA : $6.5 < \text{pH} < 8.5$

c) Conductivité :

La conductivité électrique permet d'avoir une idée sur la salinité de l'eau. Une conductivité élevée traduit soit des pH anormaux, soit une salinité élevée due au fait que la majorité des matières dissoutes dans l'eau se trouvent sous forme d'ions (Calcium(Ca^{2+}), magnésium (Mg^{2+}), sodium (Na^+), potassium (K^+), bicarbonate (HCO_3^-), sulfate (SO_4^{2-}), chlorure (Cl^-), et Fluorure (F^-), plus elle est capable de conduire un courant électrique et donc présente une conductivité élevée), elle permet donc d'approcher la quantité de sels dissous dans l'eau.

✓ **Résultat :**

Tableau 2:Résultat de conductivité

Date	Eau brute	Eau traite
07/05/2022	1030	1070
20/05/2022	1045	1075

✓ **Interprétation des résultats :**

- La conductivité de l'eau brute est supérieure à celle de l'eau traitée. Cela est dû d'une augmentation des concentrations en ions.
- VMA : 1075

d) Turbidité :

Sa mesure permet de préciser les informations visuelles sur l'eau. Elle traduit la présence de particules en suspension dans l'eau (particules de sol, matières ou débris organiques, organismes microscopique...).

Il est recommandé d'effectuer la mesure de la turbidité aussi rapidement que possible après le prélèvement, la mesure est effectuée à l'aide d'un **turbidimètre**.

Le turbidimètre de laboratoire mesure la turbidité de 0 à 5,000 NTU (**unité néphélobométrique de turbidité**). On peut classer les eaux selon leur turbidité suivant ce tableau :

Tableau 3:classification de l'eau selon leur turbidité

Pour l'eau décantée :	≤ 5 NTU
Pour l'eau filtrée :	≤ 0.5 NTU
Pour l'eau traitée :	≤ 0.5 NTU

La turbidité de l'eau traité est généralement ≤ 0.5 NTU cela démontre l'efficacité des traitements effectués au sein de la station.

✓ **Résultats :**

Tableau 4: Résultat de turbidité

Date de prélèvement	Eau brut	Eau décantée	Eau filtrée	Eau traité
<u>10 /05/2022</u>	78	3.3	0.29	0.25
<u>27 /04/2022</u>	50,33	2.95	0.47	0.30

e) Chlore résiduel libre :

La présence de chlore libre résiduel dans le réseau de distribution constitue une assurance qualité. Pour le mesurer, on utilise le DPD (diméthyle-para-phényle diamine) sous forme de comprimé donne en présence de chlore résiduel une coloration rose susceptible d'un dosage colorimétrique.



Figure 6:comparateur du chlore



Figure 7:DPD comprimé

• **Analyse chimique**

Parmi les analyses chimiques effectuées sur l'eau potable c'est :

a) Oxydabilité au permanganate de potassium :

✚ **Principe :** Consiste à oxyder les matières oxydables contenues dans un échantillon par un excès de permanganate de potassium en milieu acide et à ébullition.

L'ajout de l'acide oxalique permet la réduction de permanganate de potassium.

b) Détermination de l'Alcalinité : Titre Alcalimétrique Simple (TA) :

✚ **Principe :**

Le titre alcalimétrique (TA) correspond à la neutralisation de la totalité des ions hydroxydes OH^- et à la transformation de la moitié des ions carbonates en hydrogénocarbonates par un acide fort (HCl).

Deux cas peuvent se présenter :

- Une coloration rose : cela veut dire que le $\text{pH} > 8.3$ ($\text{TA} \neq 0$), on passe alors au dosage avec HCL jusqu'à la décoloration de la solution par l'acide chlorhydrique correspond à la neutralisation des ions OH^- et à la transformation de la moitié des ions CO_3^{2-} en HCO_3^- .
- S'il ne produit pas de coloration rose : cela veut dire que le $\text{pH} < 8.3$, donc le TA est nul.

→ **N.B.** : Si $\text{pH} < 8,3 \Leftrightarrow \text{TA} = 0$

Expression des résultats :

Avec :

$$\text{TA (en méq /l)} = V \text{ (ml)}$$

V: le volume de l'acide chlorhydrique versé en ml

c) Détermination de l'Alcalinité : Titre Alcalimétrique complet (TAC) :

✚ Principe :

Le Titre alcalimétrique complet (TAC) Correspond à la neutralisation par un acide fort des ions carbonates et hydrocarbonates (CO_3^{2-} et HCO_3^-).

Interprétation des résultats :

Le TAC de l'eau brute est supérieur à celui de l'eau potable. Ceci s'explique que dans l'eau brute les

Ions dissous sont plus chargés que dans l'eau potable.

Peu chargée en ions Ca^{2+} et Mg^{2+} .

d) Détermination des nitrates (NO_3^-) et silicates (SiO_2) :

✚ Principe :

Le principe de ce dosage est basé sur la réduction des nitrates présents dans les eaux d'alimentation humaine en nitrites dans une colonne de cadmium. Les nitrates sont presque quantitativement réduits en nitrites par du cadmium recouvert d'une couche de cuivre

produite après traitement au sulfate de cuivre CuSO_4 . Les nitrites ainsi produits forment avec l' amino-4-benzene Sulfamide un composé diazoïque,

Ainsi que le silicium qui est considéré le deuxième élément en abondance après l'oxygène il se présente principalement sous forme d'oxydes dans les minéraux

Les silicates sont faiblement solubles Dans l'eau et proviennent de la dégradation des minéraux silicatés. Dans l'eau, on les trouve sous forme colloïdale ou soluble, et leur concentration varie normalement entre 5 et 25 mg/l. Dans les eaux salées, le silicium est essentiel à la croissance des diatomées et du plancton, à la base de la chaîne alimentaire.

Dans ce cas Il existe plusieurs méthodes de dosage de la silice dans l'eau, dont l'absorption atomique, la méthode colorimétrique et la spectrométrie de masse au plasma. La méthode colorimétrique permet de doser la silice réactive, soit uniquement la portion de silice qui réagit avec le molybdate, dans les eaux naturelles et dans l'eau potable.

Alors mon objectif dans ce stage c'est déterminer les concentrations des silicates dans l'eau potable par UV visible et valider cette méthode d'après des notions de validations.

Le tableau suivant représente des analyses d'absorbance des silicates trouvés au laboratoire pour différents jours

Tableau 5 LES ANALYTES D'ABSORBANCE DES SILICATES

<u>Les échantillons :</u>	<u>Absorbance</u>									
	<u>01/06</u>	<u>27/05</u>	<u>31/05</u>	<u>10/06</u>	<u>23/05</u>	<u>31/05</u>	<u>14/06</u>	<u>16/06</u>	<u>17/06</u>	<u>20/06</u>
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,212	0,082	0,182	0,202	0,282	0,182	0,062	0,082	0,082	0,200
2	0,197	0,084	0,184	0,204	0,284	0,186	0,074	0,084	0,084	0,203
3	0,191	0,083	0,183	0,231	0,283	0,189	0,093	0,083	0,083	0,224
4	0,188	0,092	0,192	0,222	0,292	0,197	0,072	0,092	0,092	0,204
5	0,205	0,076	0,176	0,206	0,276	0,176	0,096	0,076	0,076	0,201
6	0,201	0,080	0,180	0,200	0,280	0,184	0,090	0,080	0,080	0,208
7	0,234	0,076	0,176	0,206	0,276	0,179	0,086	0,076	0,076	0,211
8	0,197	0,084	0,184	0,234	0,284	0,189	0,084	0,084	0,084	0,210
9	0,205	0,083	0,187	0,203	0,283	0,188	0,083	0,083	0,083	0,197
10	0,214	0,073	0,173	0,213	0,273	0,170	0,093	0,073	0,073	0,232

CHAPITRE IV: VALIDATION DE LA METHODE D'ANALYSE PAR UV DES SILICATES

La présente norme spécifique une méthode de dosage des silicates dans les eaux potables, les eaux brutes et les eaux résiduaires par spectrométrie d'absorption moléculaire.

La silice peut exister dans l'eau sous deux états différents : l'état ionique et l'état colloïdal. La méthode colorimétrique s'applique à la forme ionique ortho silicate et convient pour les teneurs de quelque milligramme par litre (mg/l), Cette méthode sert à déterminer la concentration de la silice réactive dans les eaux naturelles et dans l'eau potable. La plage d'étalonnage se situe entre 0 et 15 mg/l. Le domaine d'application peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées

I. Principe :

L'acide molybdique (H_2MoO_4) en présence d'ions silicatés a un pH=1,2 produit une coloration jaune due au complexe silico-molybdique susceptible d'un dosage colorimétrique a la longueur d'onde de 410 nm.

Etendue du dosage :

La méthode est applicable pour la détermination de concentration en silicate jusqu'à 50 mg(SiO_3)/L Pour les échantillons contenant plus de 50 mg/L de silicates ils doivent être dilués avant l'analyse.

1.1 Préparations des réactifs et étalons :

On utilise uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ayant une teneur en silicate inférieure à 0,025 mg/l.

➤ Solutions de molybdate d'ammonium à 10 %

Dissoudre 100 g de molybdate d'ammonium ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) dans 1000 ml de l'eau conserver dans un flacon brun cette solutions est stable pendant une semaine.

➤ **Solutions d'acide chlorhydrique de concentrations 3,85 mol /l.**

Introduire 500 ml d'eau distillée dans un bécher de 1 litre ajouter avec précaution sous agitations continue 500 ml d'acide chlorhydrique (HCL) concentré ($d=1,19\text{g/l}$)

➤ **Solutions d'acide oxalique à 10 % :**

Dissoudre 10 g d'acide oxalique ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) dans 100 ml D'eau distillée conservé dans un flacon en poly éthylène.

L'utilisation d'acide oxalique permet d'éliminer les interférences causées par les phosphates et de diminuer celles causées par les tannins.

➤ **Solution mère étalon a 1g /l de silice :**

On prépare à partir d'une solution commerciale pour la préparation se réfère à la notice de fournisseur.

Cette solution est stable pendant au moins 6 mois si elle est conservée dans une bouteille en polyéthylène à une température entre 2 et 10 °C

➤ **Solution étalon intermédiaire correspond à 100 mg/l de silice**

On introduit 5ml des solutions mères (silicone) dans une fiole jaugée de 50 ml et on complète au volume avec l'eau distillée.

NB : on prépare cette solution le jour de l'emploi



Figure 8:Etalon(Silicone)

1.2 Courbe détalonnage

➤ **Matérielle utilisé :** Le matérielle de laboratoire doit être en polyéthylène ce matériel, doit être lave a l'acide chlorhydrique et rince avec l'eau distillée avant l'emploi

- ❖ 6 fioles de jauge de 100 ml.
- ❖ 6 fioles de jauge de 200 ml.
- ❖ Pipette jaugée classe A de 1 ml, 5ml, 10 ml, 15ml.
- ❖ Solution Elton intermediaries (50mg/l).
- ❖ React if prepare (HCl, H₂C₂O₄, molybdate d'ammonium).

➤ **Appareillage utilise :**

Un spectromètre **UV visible** permettant des mesurages a une longueur d'onde 410 nm équipé de porte cuves optiques de 10mm d'épaisseur.

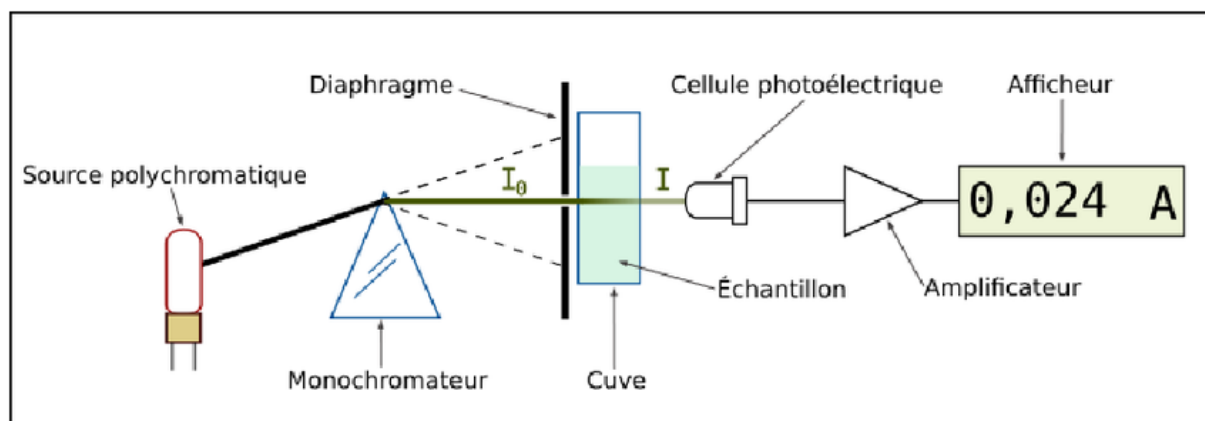


Figure 9:Schéma du principe du spectrophotomètre UV-visible, mono faisceau

✓ **Mode opératoires :**

Préparation des étalons : Solution étalon mère à 1g/l de silice : Solution préparée à partir d'une solution commerciale Solution étalon intermédiaire à 100mg/l : Introduire 5ml de la solution étalon 100mg/l dans une fiole de 50ml et compléter avec de l'eau distillée. Préparer des étalons de concentration de : 0, 0.5, 1, 5, 10, et 15mg/l de silice.

Dans une série de fioles jaugées numérotés, introduire successivement les réactifs : voire le tableau :

Tableau 6: Dosage

Numéro des fioles	T	I	II	III	IV	V
Concentration de (si) mg/l	0	0.5	1	5	10	15
Solution étalon intermédiaire (50 mg/l) ml	0	0.5	1	5	10	15
Eau distillée ml	100	99,5	99	95	90	85
Molybdate d'ammonium ml	4	4	4	4	4	4
Acide chlorhydrique ml	2	2	2	2	2	2
Agiter et attendre 5 minutes						
acide oxalique	3	3	3	3	3	3
Agiter et attendre 1 minute						

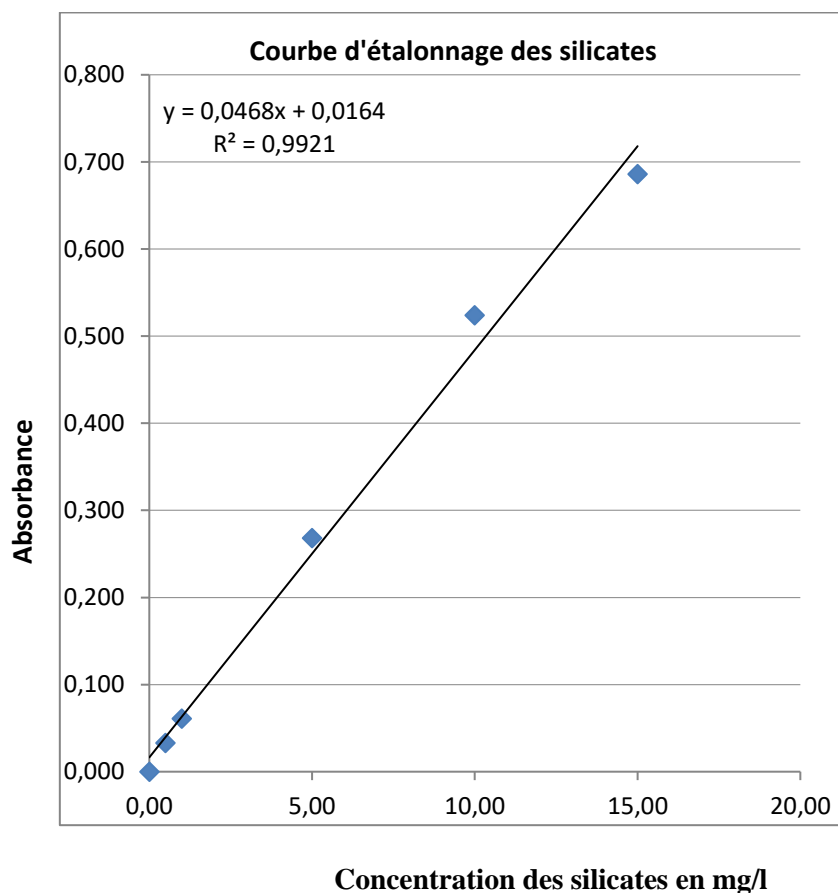
Dosage : Mettre le spectrophotomètre sous tension et effectuer les mesures, fixer la longueur d'onde à 410 nm

✓ **Résultat**

Tableau 7: courbe d'étalonnage des silicates

Points de la courbe	Concentration	Absorbance
	Ci (mg/l)	
1	0	0,000
2	0,5	0,033
3	1	0,061
4	5	0,268
5	10	0,524
6	15	0,686

✓ Traçage de la courbe : la date de 27/05/2022



✚ Expression du résultat :

La concentration en silice C(SiO₂) exprime en mg /l est donne par la formule :

$$C(\text{SiO}_2) \text{ mg /l} = K \cdot A$$

Ou K est le coefficient déterminé grâce à la courbe d'étalonnage

A est l'absorbance de l'échantillon analysé en D.O.

% SiO₂ = C(SiO₂) mg/L * coefficient de dilution / m (g)

$$K = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} = \frac{0,500 - 0,300}{10,1 - 6} = 0,073$$

Tableau 8: les concentrations des SiO₂

Echantillon	Blanc (0 ions des silicates)	Ech1	Ech1	Ech2	Ech3	MR
Résultats en SiO ₂ mg/l	0,000	0,002mg/l	0,004mg/l	0,019mg / l	0,038 mg/l	0,050mg/l

II. Validations d'une méthode d'analyse :

II.1 Exigences de la norme ISO/CEI 17025

La norme ISO/CEI 17025 prescrit que les laboratoires doivent valider leur méthode lorsqu'il s'agit de :

- ✓ Méthode non normalisée
- ✓ Méthode normalisée modifiée
- ✓ Méthode conçue et développée par le laboratoire

Définition :

La validation est la confirmation par examen et l'apport de preuve objective du fait que les prescriptions particulières en vue d'une utilisation prévue déterminée sont remplies

➡ Objectif de la validation : démontrer que les méthodes d'analyses utilisées conviennent aux usages auxquels on les destine (environnement, médicale, agroalimentaire, industrie chimique)

Types de validation :

- ✓ Validation Externe
- ✓ **Validations interne (objet de l'expose)**
- ✓ Validation continue

Validation interne

La validation interne d'une méthode consiste à évaluer un certain nombre de caractéristiques

Les paramètres les plus fréquemment citées sont

- Limite de détection et de quantification (LDM, LQM)
- Réplicabilité
- Répétabilité
- Justesse
- Sensibilité

LDM-LQM:

La limite de détection est la plus petite concentration ou teneur de l'analyte pouvant être détecté, avec une incertitude acceptable mais non quantifiée dans les conditions expérimentales décrites de la méthode

La limite de quantification est la plus petite concentration au teneur de l'analyte pouvant être quantifiée, avec une incertitude acceptable, dans les conditions expérimentales décrites de la méthode.

La justesse :(exactitude) permet de se prononcer sur les erreurs systématique d'une méthode elle mesure la concordance entre la valeur déterminée et une valeur considère comme exacte la justesse est déterminée à l'aide de matériau de référence certifié

La sensibilité d'une méthode est définie comme étant les modifications de la concentration de l'espèce à analyser elle exprimée par la pente de calibration

Méthode d'estimation de la LDM et la LQM (les calculs mis en jeu dans la validation)

- Préparer 10 répliques à partir de l'échantillon (blanc fortifié ou échantillon de matrice réelle)
- Chaque échantillon doit subir toutes les étapes de la méthode d'analyse
- Faire l'ensemble des calculs liés à la méthode
- Inclure dans les calculs un test de rejet reconnu si certaines données semblent aberrantes
- Calculer la moyenne des données (\bar{X})
- Calculer l'écart type (s) par

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

- Calculer le ratio : $R = \bar{X}/LDM$ (avec $4 < R < 10$)

➔ $LDM = 3 \times s$
 $LQM = 10 \times s$

II.2 CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Tableau 9: Critère d'acceptabilité

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de références	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et 3 écarts types.
Duplicata et réplikat	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplikat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
Ajouts doses	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120%.
Courbe détalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur 0,995.

II.3 Un échantillon oulled M'koudou

✓ **Matériel utilisés :**

- ❖ Cellule de verre optique avec un parcours optique de 5 cm
- ❖ Spectrophotométrie UV visible
- ❖ Fiole jaugée de 50 ml
- ❖ 10 fioles jaugées de 250 ml
- ❖ Pipettes graduées en plastique
- ❖ Echantillon de l'eau **ouled mekdou**
- ❖ Réactif prepare (HCL, H₂C₂O₄, molybdate ammonium)

✓ **Mode opératoires :(Echantillons)**

- On prépare 11 échantillons dans des fioles de jauges de 250 ml
- Verser 50 ml d'échantillons (ouled mekdou) dans un contenant de plastique 250 ml et ajoute 4 ml de molybdates et 2ml de l'acide chlorhydrique .agiter pour bien mélange.
- Laisser reposer 5 minutes.
- Ajouter 3ml de la solution d'acide oxalique et agiter
- En complète par l'eau destilie

- Mesurer l'absorbance entre 2 et 15 minutes après l'addition de l'acide oxalique, car le Complexe molybdo-silicate n'est pas stable dans le temps.

NB : première échantillons prépare c'est un test blanc on appelé BLANC FORTIFIES (Eau distillée 0 % silicates)

✓ **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

La concentration d'un échantillon est obtenue par une régression linéaire des concentrations par Rapport à l'absorbance des étalons. La courbe d'étalonnage et le calcul des concentrations, Exprimés en mg/l SiO₂, sont établis à l'aide du logiciel Excel.

La couleur jaune développée grâce aux ajouts d'acide et de molybdate a une stabilité limitée dans le temps, mais cette méthode permet d'analyser les eaux sans dilution grâce à son domaine d'application, et cela rapidement.

✓ **Résultat :**

Tableau 10:Résultat des absorbance

<u>Les échantillons :</u>	<u>Absorbance</u>									
	<u>01/06</u>	<u>27/05</u>	<u>31/05</u>	<u>10/06</u>	<u>23/05</u>	<u>31/05</u>	<u>14/06</u>	<u>16/06</u>	<u>17/06</u>	<u>20/06</u>
B	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,212	0,082	0, 182	0,202	0,282	0,182	0,062	0,082	0,082	0,200
2	0,197	0,084	0,184	0, 204	0,284	0,186	0,074	0,084	0,084	0,203
3	0,191	0,083	0,183	0,231	0,283	0,189	0,093	0,083	0,083	0,224
4	0,188	0,092	0,192	0,222	0,292	0,197	0,072	0,092	0,092	0,204
5	0,205	0,076	0,176	0,206	0,276	0,176	0,096	0,076	0,076	0,201
6	0,201	0,080	0,180	0,200	0,280	0,184	0,090	0,080	0,080	0,208
7	0,234	0,076	0,176	0,206	0,276	0,179	0,086	0,076	0,076	0,211
8	0,197	0,084	0,184	0,234	0,284	0,189	0,084	0,084	0,084	0,210
9	0,205	0,083	0,187	0,203	0,283	0,188	0,083	0,083	0,083	0,197
10	0,214	0,073	0,173	0,213	0,273	0,170	0,093	0,073	0,073	0,232

Remarque : j'ai effectué plusieurs essais sur les échantillons pour valider le paramètre de Répétabilité

II.4 Tableau de validations :

Le tableau 11 suivant représente l'absorbance trouvé différence échantillons :

Tableau 11:les résultats analytique

Echantillon : Ouled mekdou 1342/501		
Essai	Date de l'analyse	Résultat analytique
1	27/05/2022	0,212
2	27/05/2022	0,197
3	27/05/2022	0,191
4	27/05/2022	0,188
5	27/05/2022	0,205
6	27/05/2022	0,201
7	27/05/2022	0,234
8	27/05/2022	0,197
9	27/05/2022	0,205
10	27/05/2022	0,214

a) Limite de détection de la méthode

Le tableau 12 suivant représente les calculs de la limite de détection de la méthode base sur les résultats d'absorbance :

Tableau 12:les mesures limites de détection de la méthode

Echantillon : Ouled mekdou 1342/501			
Essai	Date de l'analyse	Résultat analytique	Sommaire
1	27/05/2022	0,212	Moyenne (\bar{x})=
2	27/05/2022	0,197	0,2044
3	27/05/2022	0,191	dév. std ⁽¹⁾
4	27/05/2022	0,188	0,0133
5	27/05/2022	0,205	LDM
6	27/05/2022	0,201	0,0400
7	27/05/2022	0,234	ratio ⁽²⁾
8	27/05/2022	0,197	5
9	27/05/2022	0,205	LQM
10	27/05/2022	0,214	0,1332

Les calculs :

- Moyenne :

$$\bar{x} = \frac{(0,212 + 0,197 + 0,191 + 0,188 + 0,205 + 0,201 + 0,234 + 0,197 + 0,205 + 0,214)}{10} = 0,2044$$

- écart type σ :

$$\sigma = \sqrt{\frac{(0,212 - 0,2044)^2 + (0,197 - 0,2044)^2 + (0,191 - 0,2044)^2 + (0,188 - 0,2044)^2 + (0,205 - 0,2044)^2 + (0,201 - 0,2044)^2 + (0,234 - 0,2044)^2 + (0,197 - 0,2044)^2 + (0,205 - 0,2044)^2 + (0,214 - 0,2044)^2}{(10 - 1)}}$$

$$\sigma = 0,0133$$

- **LDM** : $3 \times \sigma = 3 \times 0,0133 = 0,0400$
- **LQM** : $10 \times \sigma = 10 \times 0,0133 = 0,1332$
- **ratio** = $\frac{\bar{x}}{\text{LDM}} = \frac{\bar{x}}{3s} = \frac{0,2044}{3 \times 0,0133} = 5$

b) Réplicabilité

Le tableau 13 suivant représente les résultats analytiques des Réplicabilité de différentes dates dont le but de valider la fidélité de la méthode

Tableau 13:Résultat des Réplicabilités

Echantillons		Oulled M koudou 1342/501	
Essai	Date d'analyse (jours diff.) ou mémé d'analyste	Résultat analytique	Sommaire
1	27/05/2022	0,214	Moyenne
2	31/05/2022	0,209	0,21
3	1/06/2022	0,210	
4	3/06/2022	0,204	dév. std.
5	10/06/2022	0,199	0,006
6	14/06/2022	0,197	
7	16/06/2022	0,203	Répétabilité
8	17/06/2022	0,202	Int. conf. 95%
9	20/06/2022	0,207	0,004
10	21/06/2022	0,211	+ - 1,9%

+ Interprétations

Pour vérifier la fidélité de la méthode d'analyse en calcule le pourcentage de L'écart type par l'équation suivante :

$$\% \text{d'écart type} = \frac{(\text{Résultat de l'échantillon} - \text{Résultat du duplicata}) \times 100}{(\text{résultat de l'échantillon} + \text{résultat du duplicata})/2}$$

⇒ Le % devrait être inférieur ou égal à 1.9 %

Résultat de l'échantillon c'est le moyen des résultats analytique(0,21) et pour le résultat du duplicata c'est l'écart type (0,006)

c) Répétabilité :

Le tableau 14 suivant représente les résultats de la répétabilité :

Tableau 14: les résultats de la répétabilité

échantillons:	Ouled M koudou 1342/501		
Essai	Date d'analyse (jours diff.) ou même d'analyste	Résultat analytique	Sommaire
1	27/05/2022	0,214	moyenne
2	31/05/2022	0,209	0,21
3	01/06/2022	0,210	
4	03/06/2022	0,204	dév. std.
5	10/06/2022	0,199	0,006
6	14/06/2022	0,197	
7	16/06/2022	0,203	Répétabilité
8	17/06/2022	0,202	Int. conf. 95%
9	20/06/2022	0,207	0,004
10	21/06/2022	0,211	+ - 1,9%

d) **Justesse :**

Le tableau 15 suivant représente les résultats de la justesse :

Tableau 15:les mesures de la justesse

Echantillon (autre source) : Echantillons de performance.			
Essai	Date de l'analyse ou code de performance	Résultat analytique en concentrations massique ou %	Sommaire
1	27/05/2022	108	valeur vraie
2	31/05/2022	106	100,0
3	01/06/2022	104	Moyenne
4	03/06/2022	107	106,2
5	10/06/2022	103	dév. std.
6	14/06/2022	108	1,93
7	16/06/2022	105	erreur relative
8	17/06/2022	109	
9	20/06/2022	105	+ - 0,06
10	21/06/2022	107	+ - 6,2%

Interprétations :

Pour calculer l'erreur relative et vérifier la justesse de la méthode :

On a utilisé deux méthodes, soit par MRC (matériau de références certifié) ou Essai inter laboratoire

La première ne prend pas beaucoup du temps et c'est valider par les exigences de la norme ISO/CEI 17025,

Pour notre échantillons on a préparé 5,4mg/l l'intervalle de la concentration (0,5-15) les concentrations du courbe d'étalonnage et en calcule l'erreur relative

Résultat analytique en concentrations massique :

Exemple : pour la date 27/05/2022 :

5mg/l → 100%

5,4mg/l → 108% (les autres valeurs dans le tableau)

Erreur relative (vérifier la justesse)

$$\text{Erreur relative (\%)} = \frac{|v_c - v_0|}{v_c} \times 100$$

$$ER = \frac{106,2-100}{106,2} \times 100 = 6,8 \%$$

e) **Sensibilité:**

Pour vérifier la sensibilité de la méthode en effectuée 3 essais basé sur le tableau 16 suivante :

Tableau 16: les résultats de la sensibilité

Essai	Date	Plage de concentration	Pente ou mV/déca
1	27/05/2022	(0.5-15) mg/l	0,0468
2	14/06/2022	(0.5-15) mg/l	0,0486
3	21/06/2022	(0.5-15) mg/l	0,0472
Valeur moy. de la pente:			0,0475
Date:	27/05/2022		
Echantillon		Conc.	
Etalon S1		0,50	
Etalon S3		10,00	
Etalon S5		15,00	

Interprétations :

-Pour valider la sensibilité en effectuée 3 essais le même protocole de la courbe d'étalonnage (voir figure 22) et en vérifie la pente des concentrations et $R^2 = 0,9921$.

Il faut que la pente $> 0,4$ et $R^2 > 0,9$

-Calcule de la pente par $Pente = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$

Résumé :

Tableau 17: Récapitulatif des Critères d'acceptation des données de validation

Récapitulatif des Critères d'acceptation des données de validation			
Paramètre	Critère	Résultats	Conformité
LDM	$4 \leq \text{Ratio} \leq 10$	5	Conforme
Répliquabilité	$R\% \leq 10\%$	$\pm 4,7\%$	Conforme
Répétabilité	$R\% \leq 10\%$	$\pm 1,9\%$	Conforme
Justesse	10	$\pm 6,2\%$	

Sensibilité		0,0475	Conforme
-------------	--	--------	----------

Conclusion générale

La validation des méthodes d'analyse est devenue maintenant une obligation pour tous les laboratoires d'analyses pour assurer au consommateur des résultats fiables. Elle est considérée comme une moyenne de justification qui fait appel à des démarches statistiques bien maîtrisées, elle est définie comme étant la procédure par laquelle on démontre par des preuves expérimentales que cette méthode répond aux exigences de l'usage à laquelle elle est destinée

L'objectif de mon stage réalisé au sein de laboratoire de contrôle de qualité des eaux à Fès est de déterminer les concentrations des silicates dans l'eau qui est de l'ordre de (0-15mg/l) et la validation de la méthode de dosage des silicates par spectrophotométrie d'UV-Visible basée sur la courbe d'étalonnage, par l'étude de plusieurs paramètres tels que : la limite de détection et de quantification, la linéarité, la justesse et la fidélité. Nous pouvons déduire que :

- La limite de quantification de la méthode est de l'ordre de : **0,0540mg /l**
- la limite de détection est de l'ordre de **5 mg/l**.
- la linéarité de la méthode est considérée satisfaite au niveau de confiance de 5%.
- l'étude de la justesse de méthode montre que la méthode d'analyse est juste
- l'étude de la fidélité montre que la méthode est fidèle.

D'après les résultats obtenus suite à l'étude de certains paramètres tel que LQM , LDM , la justesse et la fidélité, on peut conclure que la méthode de dosage des silicates par spectrophotométrie d'UV-Visible basée sur la droite de régression est validée dans le domaine de concentration étudiée(0-15mg/l) au seuil de 5%, ce qui permet de conclure que cette méthode peut donner des résultats fiables lors de son utilisation comme méthode de routine au sein du laboratoire.