



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES



Projet de fin d'étude



Licence Sciences et Techniques (LST)



GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Détermination de la concentration d'ammonium dans l'eau
Par spectrométrie d'absorption moléculaire**

Présenté par :

◆ ABDOUS Sanae



Encadré par :

◆ Mr. Aziz BOUHLAL (ONEP Meknès)

◆ Pr. Khalid MISBAHI

Soutenu Le 10 Juin 2014 devant le jury composé de:

◆ Pr. S. SABIR

◆ Pr. A. KANDRI RODI

◆ Pr. K. MISBAHI

Stage effectué à l'ONEP Meknès

Année Universitaire 2013 / 2014

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

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

DEDICACE

A mes chers parents qui ont voulu que je sois toujours la meilleure, et de leur soutien continu durant mes années d'étude.

A Mr MISBAHI, mon professeur encadrant ainsi que, Mr BOUHLAL Aziz mon encadrant de stage qui m'ont beaucoup aidé et qui n'hésitent pas m'encourager par leurs conseils.

A tous les membres du personnel sans exception, à mes sœurs et à tous mes amis (es).

A tous ceux qui ont aidé de proche ou de loin à effectuer ce modeste travail

Merci



Sommaire

ABREVIATION	4
INTRODUCTION	5
I. Présentation de l'ONEP	7
II. Chaine de traitement de l'eau	8
1. Prétraitement	8
2. Traitement	9
III. Les analyses physiques chimiques	11
1. La température	11
2. Le potentiel d'hydrogène	12
3. La turbidité	12
4. La conductivité	13
5. La dureté de l'eau	14
6. L'oxydabilité au permanganate de potassium	19
7. Dosage de l'oxygène dissout	21
8. Les nitrates	23
9. L'ammonium	24
10. La demande en chlore	27
11. Jar-Test	30
CONCLUSION	32

Abréviation

ONEP : Office National de l'Eau Potable

DR : Direction Régional

NTU : Unité de Turbidité Néphélométrique

TA : Titre Alcalimétrique

TAC : Titre Alcalimétrique Complet

TH: Titre Hydrotimétrique

EDTA: Acide Ethylène Diamine Tétracétique

SM: Solution Mère

MR: Matière de Référence

AS: Amide Sulfanilique

DC: Demande en Chlore

Introduction ..

L'eau est un facteur essentiel pour la vie, l'hygiène et le développement, cependant elle peut devenir un facteur de maladies quand sa qualité est altérée.

L'eau est considérée comme potable lorsqu'elle ne présente aucun danger pour la santé, et afin d'assurer cela, des normes ont été établies pour fixer notamment les teneurs limites à ne pas dépasser pour un certain nombre de substances nocives et susceptibles d'être présentes dans l'eau. Le fait que l'on soit conforme aux normes, signifie que l'eau est potable.

Selon les normes, une eau potable doit être exempte de germes pathogènes (bactéries, virus) et d'organismes parasites car les risques sanitaires liés à ces micro-organismes sont grands.

L'eau peut contenir, en quantités limitées, certaines substances chimiques qualifiées d'indésirables ou de toxiques, comme les nitrates et les phosphates, les métaux lourds ou encore les hydrocarbures et les pesticides ; pour lesquels des concentrations maximales admissibles ont été définies.

Une eau potable doit être agréable à boire, claire, avoir une bonne odeur et un bon goût. Elle doit contenir un minimum de sels minéraux dissous (de 0,1 à 0,5 g /l) qui sont par ailleurs indispensables à l'organisme sans pour autant corroder les canalisations. L'eau brute destinée à la consommation humaine est prélevée dans un cours d'eau dans une nappe souterraine et ensuite acheminée vers une usine de production d'eau potable où elle subit divers traitements physico-chimiques et bactériologiques pour être potable.

Les principales points que je vais traiter pendant ce rapport :

- La présentation de l'ONEP
- La chaîne de traitement de l'eau brute
- Les analyses physico-chimiques
- Le traitement de mon sujet : la détermination de la concentration d'ammonium dans l'eau par spectrométrie d'absorption moléculaire

I. Présentation de l'O.N.E.P :

Créé en 1972, l'Office National de l'Eau Potable(ONEP) est un établissement à caractère industriel du fait que l'exploitation et la production d'eau est à caractère commercial .

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.

Enfin l'office contrôle la qualité des eaux produites et distribuées et la pollution des eaux susceptibles d'être utilisées pour l'alimentation humaine.

Par ailleurs notre stage a été effectué à la Direction Régionale centre-sud de Meknès (DR7). Cette administration intervient sur les provinces de Khénifra ,d'Errachidia ,d'Ifrane et d'El Hajeb . Elle possède 43 centres d'intervention dont 5 centres de production (à partir de forages ou de sources naturelles) et deux stations de traitement.

- Dans le cadre du contrôle des eaux potables et selon la nature du point d'eau, le laboratoire régional de Meknès procède 3 types d'analyses définis par la norme marocaine :
 - Analyses bactériologiques.
 - Analyses de surveillance.
 - Analyses physico-chimiques.

- L'alimentation en eau potable de la ville de Meknès est assurée par :
 - Production hajj kaddour (6 forage : debit=290 l/s)
 - Production Saiss (8 forage :debit=370 l/s)
 - Production Ras Mae (Fès : débit=520 l/s)
 - Les sources Bitit et Ribaa (débit=1100 l/s)

II. CHAINE DE TRAITEMENT DE L'EAU BRUTE

1. PRETRAITEMENT :

a) Le dégrillage :

Le dégrillage, premier post de traitement, permet de séparer et d'évacuer les matières volumineuses transportés par l'eau brute (branche d'arbre, bouteilles,...etc.) qui pourrait nuire à l'efficacité de traitement, ou du moins en compliquer le fonctionnement (boucher la tuyauterie ou briser les pompes)

b) Tamisage :

C'est un dégrillage fin ($< 3 \text{ mm}$) qui permet la traversée dans des mailles étroites (quelques mm à quelques dizaines de μm) pour retenir des matières en suspension très fines.

c) Dessablage :

C'est un traitement physique qui consiste l'élimination des particules denses de granulométrie supérieure à $200 \mu\text{m}$ (Sables, gravier). Les particules dont la vitesse est inférieure à 0.3 m/s , vont pouvoir se déposer.

d) Débourbage :

Le débourbeur est une cuve parallélépipède avec une pente et des racleurs pour l'évacuation des boues lorsque la ressource est très fortement chargée en matières en suspension tels que boues et/ou sables par exemple. Le débourbeur est utilisé afin de décanter les grandes molécules formées par l'injection des réactifs.

2. TRAITEMENT :

Le traitement d'une eau brute dépend de sa qualité, celle-ci 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-chloration :

La première étape du traitement est constituée par une pré-chloration de l'eau brute, le produit généralement utilisé est le chlore moléculaire Cl_2 .

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).
- ✓ Détruire les micro-organismes et inhiber la croissance algale.

Cela dit, elle a aussi des inconvénients :

- ❖ Les quantités élevées utilisées augmentent les coûts du traitement
- ❖ Le chlore utilisé pour la désinfection de l'eau peut réagir avec la matière organique d'origine naturelle (végétation, feuilles mortes, etc.) déjà présente dans l'eau à traiter et provoque alors la formation d'un groupe de substances chimiques appelées « Trihalométhanes ». Ces composés sont cancérigènes et ne devraient pas se trouver dans une eau de consommation avec des concentrations supérieures à 100 $\mu\text{g/l}$.

b) Coagulation :

Les substances indésirables les plus difficiles à éliminées dans les eaux sont celles qui possèdent une très petite taille (particules colloïdales causant la turbidité) et celles qui sont dissoutes (matières organiques causant la coloration de l'eau).

Ces substances portent habituellement une charge électrique négative qui empêche les particules de s'agglomérer les unes aux autres pour former des particules plus volumineuses (flocs).

Le but de la coagulation est donc de neutraliser les charges de ces substances afin de favoriser la formation d'un agglomérat.

Pour ce faire, on introduit habituellement dans l'eau un produit chimique chargé positivement : sulfate d'aluminium de formule $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$

c) Floculation

C'est l'agglomération de particules déstabilisées en micro floc et ensuite en flocons plus volumineux que l'on appelle flocons.

Les flocculants les plus utilisés sont :

- Les polymères (le polyélectrolyte).
- L'alginate.

d) Décantation :

Elle s'effectue suite à la floculation, c'est un procédé de traitement qui consiste à décanter les flocons formés lors de la phase de floculation au fond du décanteur sous l'effet de la pesanteur, la boue sera par la suite éliminée du fond du bassin de décantation.

e) Filtration :

Les plus petites particules qui n'ont pas sédimenté ou décanté seront en effet éliminées par cette étape, qui consiste à faire passer l'eau à travers un matériau poreux et le type de filtration le plus répandu est la filtration sur sable.

Ce traitement doit réduire la turbidité de l'eau à des valeurs inférieures ou égales à 0.5 NTU. (Unité de turbidité néphélométrique)

f) Désinfection :

C'est l'étape finale de la chaîne de traitement, c'est un traitement visant à éliminer les micro-organismes pathogènes, bactéries, virus et parasites.

La désinfection est une post-oxydation, elle est assurée par des oxydants chimiques tels que le chlore, le dioxyde de chlore ClO_2 , l'ozone O_3 , chaux, O_2 ...

III. Les analyses physico- chimiques

1. La température :

- Principe :

La mesure doit être faite sur place, au moment du prélèvement. La technique peut être différente selon que l'on utilise un thermomètre ou une sonde .

- Utilité :

La température peut avoir une influence sur la solubilité des sels et surtout des gaz, elle conditionne les équilibres de dissociations, elle agit sur la conductivité électrique et le pH, elle influe sur la densité, la viscosité, la pression de vapeur saturante à la surface, la solubilité des gaz, les réactions chimiques et biochimiques, l'effet des enzymes et la teneur en oxygène dissout.

2. Le potentiel d'hydrogène pH :

- Principe :

La mesure peut être soit colorimétrique, soit potentiométrique à l'aide d'électrode de verre. Elle doit se faire sur place, et elle est importante dans le calcul de l'agressivité d'une eau ou de son pouvoir incrustant. La nature de la mesure effectuée au laboratoire est potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre.

- Etalonnage :

On étalonne un pH-mètre avec des solutions tampon. Selon les mesures que l'on va effectuer, on étalonne soit par une solution de pH=4 pour faire des mesures en milieu acide puis par une solution de pH=7 et enfin par une solution de pH=9 pour faire des mesures en milieu basique.

- **Utilité :**

L'utilité de la mesure de pH de l'eau est la détermination de son agressivité.

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

- Pour les eaux qui ont un pH = 8 l'alcalinité est forte, cela est en générale dû à une évaporation intense.

3. **La turbidité:**

- **Définition :**

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.

- **Principe :**

Son principe repose sur la comparaison de l'intensité de la lumière diffractée (effet de Tyndall) par l'échantillon à celle de référence dans les mêmes conditions (longueur d'onde, angle entre le rayon incident et le rayon diffracté).

- **Appareillage :**



Photo : Turbidimètre

4. La Conductivite :

- **Définition :**

La conductibilité spécifique ou conductivité est l'inverse de la résistance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes d' 1cm^2 de surface et distantes l'une de l'autre d' 1cm . Cette conductivité s'exprime en Siemens /cm ou mieux en micro Siemens /cm.

- **Principe :**

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. Elle permet donc d'approcher la quantité de sels dissous dans l'eau.

- **Appareillage :**



Photo : Conductimètre

5. La dureté de l'eau :

- **Définition :**

La « dureté » d'une eau est un critère essentiel pour prévenir par exemple l'entartrage des conduites d'eau dans l'industrie. La « dureté » de l'eau a deux origines :

⇒ Elle peut être due aux espèces carbonatées (ions carbonates et ions bicarbonates) évaluée par le T.A. (titre alcalimétrique) et le T.A.C. (titre alcalimétrique complet)

⇒ Elle peut être due aux ions calcium et magnésium évaluée par le T.H. (titre hydrotimétrique).

Alcalinité de l'eau :

L'alcalinité d'une eau est due à la présence des bicarbonates (HCO_3^-), des carbonates (CO_3^{2-}) et des hydroxydes (OH^-) ; elle est déterminée par le calcul de deux titres :

- ❖ **Le titre alcalimétrique T.A :**

Il correspond à la neutralisation des ions hydroxydes OH^- et à la transformation de la moitié des ions carbonates en hydrogénocarbonates (HCO_3^-) par un acide fort.

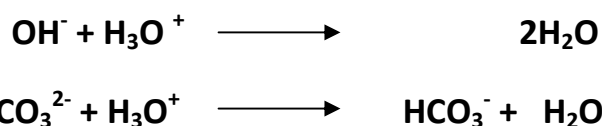
$$T.A \text{ (m}^{\text{é}}\text{q/l)} = 1/2[CO_3^{2-}] + [OH^-]$$

- **Mode opératoire :**

On prélève 100 ml d'échantillon d'eau dans un erlenmeyer de 250 ml, on ajoute deux gouttes de phénophtaléine (indicateur de pH avec une zone de virage de 8,3 à 10), :le résultat peut être représenté soit par :

- Une coloration rose, qui signifie que le TA est différent de 0, ce qui nécessite un dosage par HCl (N/10). On verse goutte à goutte jusqu'à la décoloration et on note le volume versé (V).
- L'absence d'une coloration, ce qui signifie que le TA est égal à 0, donc le pH de l'eau est inférieur à 8,3.

⇒ **Les réactions mises en jeu sont :**



- ❖ **Le titre alcalimétrique complet TAC :**

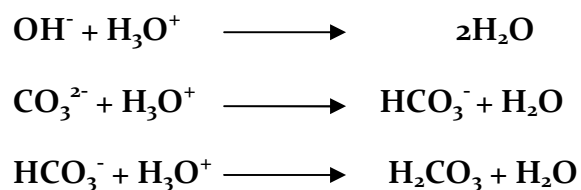
Il Consiste à neutraliser des ions hydroxydes, bicarbonates et carbonates par un acide fort en présence d'un indicateur coloré, c'est-à-dire neutralisation de toutes les espèces basiques présentes.

$$\text{TA (meq/l)} = [\text{OH}^-] + [\text{HCO}_3^-] + [\text{CO}_3^{2-}]$$

- **Mode opératoire :**

Pour déterminer le TAC, on utilise l'hélianthine (zone de virage de 3,3 à 4,6), ajouté à 100 ml d'échantillon d'eau il donne une coloration jaune, qui après un dosage par HCl conduit à une coloration jaune orangée.(on note le volume V' versé).

⇒ **Les réactions mises en jeu sont :**



- **Expressions des résultats :**

$$\text{TAC (méq/l)} = (V+V')$$

Soient :

- + N_a : Normalité de HCl ($N_a = 0,1N$).
- + V_a : Tombée de la burette ($V_{tb} = (V+V')$).
- + N_b : Normalité des alcalins ($N_b = ?$).
- + V_b : Volume de l'échantillon ($V_b = 100$ ml).

Au point d'équivalence : $N_a V_a = N_b V_b$.

$$N_b = N_a V_a / V_b.$$

$$N_b = 0,1 \cdot T_b / 100.$$

$$N_b = 10^{-3} T_b \text{ (eq/l)}.$$

$$N_b = V_{tb} \text{ (meq/l)} = (V+V') \text{ (meq/l)}.$$

Ce tableau résume les valeurs des concentrations des différents anions en fonction du TA et TAC.

Alcalinité	Hydroxyde	Carbonate	Bicarbonate
TA = 0	0	0	TAC
TA < TAC/2	0	2TA	TAC - 2TA
TA = TAC/2	0	2TA	0
TA > TAC/2	2TA - TAC	2 (TAC - TA)	0
TA = TAC	TA	0	0



Coloration jaune après ajout d'hélianthine



Coloration orange après dosage par HCl 0,1 N

Photo: T.A.C

Détermination de la dureté totale (Titre hydrotimétrique T.H):

- **Principe :**

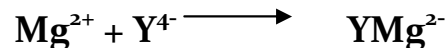
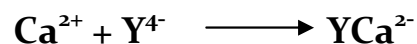
Le titre hydrotimétrique correspond à la teneur d'une eau en ions calcium et magnésium. Il est mesuré par complexométrie, un fort complexant l'EDTA, forme des complexes avec les cations métalliques.

Dans la pratique, tous les métaux divalents, par exemple les ions ferreux, sont susceptibles d'être dosés — ce sont donc des interférents — mais on considère que leur concentration est négligeable par rapport à celles du calcium et du magnésium.

- **Mode opératoire :**

À 100 ml d'eau à analyser, on ajoute 5ml de solution tampon ($\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$), une petite spatule d'indicateur de noir ériochrome et on titre avec la solution complexométrique (EDTA) (0,02 M) jusqu'au virage du rouge au bleu royal.

⇒ Les réactions mises en jeu sont :



- **Expression des résultats:**

$$\text{TH (mg/l)} = V_{\text{tb}} \times 0.4$$

Soient :

N_a : Normalité d'EDTA.

V_a : Tombée de burette V_{tb} .

N_b : La somme de la Normalité des ions Ca^{2+} et Mg^{2+}

V_b : Volume de l'échantillon ($V_b = 100$ ml).

Au point d'équivalence : $N_a V_a = N_b V_b$.

$$N_b = N_a V_a / V_b.$$

$$\text{On a : } N_a = C_a * 2$$

$$N_b = (0,2 * 2 * V_{\text{tb}}) / 100$$

$$N_b = 0,0004 * V_{\text{tb}} \text{ éq/l}$$

$$N_b = 0,4 * V_{\text{tb}} \text{ méq/l}$$

Détermination de la dureté calcique:

- **Principe :**

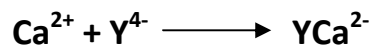
Afin de déterminer la dureté calcique d'une eau on doit faire précipiter sélectivement les ions Mg^{2+} puis procéder au titrage des ions calcium restés sous forme soluble.

Pour cela, on effectue un titrage par l'EDTA à $pH > 12$ (solution tampon=la soude) en utilisant le Calcon comme indicateur.

- **Mode opératoire :**

À 100 ml d'eau on ajoute 5 ml de la solution tampon NaOH, une petite spatule d'indicateur coloré (Calcon), puis on titre au moyen de la solution EDTA jusqu'au virage du rose au bleu.

⇒ La réaction mise en jeu :



100 ml de l'échantillon à analyser
+5 ml d'une solution tampon (NaOH).



+une pincé d'indicateur coloré (Calcon)



Dosage par la solution d'EDTA à 0,02 mol/l jusqu'à l'obtention de la coloration bleue

Photo : la dureté calcique

- Expressions des résultats :

$$T_{Ca} \text{ (mg/l)} = V_{tb} \times 8$$

Soient :

N_a : Normalité d'EDTA.

V_a : Tombée de burette V_{tb} .

N_b : Normalité des ions Ca^{2+} .

V_b : Volume de l'échantillon ($V_b = 100 \text{ ml}$).

Au point d'équivalence : $N_a \cdot V_a = N_b \cdot V_b$

$$N_b = N_a \cdot V_a / V_b$$

$$N_b = 0,02 \cdot 2 \cdot T_b / 100$$

$$N_b = 4 \cdot 10^{-4} \cdot T_b \text{ (eq/l)}$$

Donc : $N_b = 4 \cdot 10^{-1} \cdot T_b \text{ (meq/l)}$

On a : $C_b = N_b / 2$

$$C_b = 2 \cdot 10^{-1} \cdot T_b \text{ (mmol/l)}$$

On a : $T_{Ca} = M_{Ca} \cdot C_b$ (avec $M_{Ca} = 40 \text{ g/mol}$)

$$T_{Ca} = 40 \cdot 2 \cdot 10^{-1} \cdot T_b$$

Donc : $T_{Ca} = T_b \cdot 8 \text{ (mg/l)}$

6. L'Oxydabilité au permanganate de potassium :

- Définition :

L'oxydabilité au permanganate de potassium ($KMnO_4$) est mesurée en milieu acide, à chaud et doit être inférieure ou égale à 5 mg/l en oxygène.

Son augmentation indique une contamination de l'eau par la matière organique (végétaux en décomposition, bactéries,...).

- **Principe :**

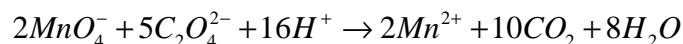
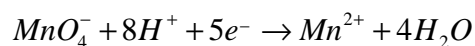
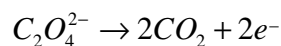
Il Consiste à oxyder les matières oxydables contenues dans un échantillon par un excès de permanganate de potassium en milieu acide et à ébullition.

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

- **Mode opératoire :**

Dans un erlenmeyer de 250ml on introduit 100ml de l'échantillon à analyser on ajoute 2ml de l'acide sulfurique concentré, on chauffe à reflux pendant 10min et on ajoute 10ml de la solution de (KMnO₄, N/100), puis on laisse à ébullition pendant exactement 10min, on ajoute après 10ml de la solution d'oxalate de sodium 5mmol/l et on attend la décoloration, enfin on effectue à chaud un dosage en retour par les permanganates de potassium.

⇒ **Les réactions mis en jeu :**



- **Expression des résultats :**

$$[O_2] \text{ mg/l} = 0,8 * V_{tb}$$

Avec V_{tb} : volume versé de KMnO₄

On a d'après la réaction:

$$n (MnO_4^-) / 2 = n (C_2O_4^{2-}) / 5$$

$$n (MnO_4^-) = (n (C_2O_4^{2-}) * 2) / 5$$

$$n (MnO_4^{2-}) = (2n (O_2) * 2) / 5$$

$$n (O_2) = (n (MnO_4^{2-}) * 5) / 4$$

$$n (O_2) = (C * V_{tb} * 5) / 4$$

$$\text{ona: } C = N/P$$

$$n (O_2) = (V_{tb} * 5) / (4 * 100 * 5)$$

$$C = 1 / (100 * 5)$$

$$m (O_2) / M (O_2) = V_{tb} / (4 * 100)$$

$$\text{avec: } M(O_2) = 32 \text{ g/mol}$$

$$m(O_2) = (32 * V_{tb}) / (4 * 100)$$

$$m(O_2) / V_{\text{éch}} = (8 * V_{tb}) / (100 * V_{\text{éch}})$$

$$C_{\text{massique}}(O_2) = 8 * 10^{-3} * 10^{-1} * V_{tb} \text{ g/l}$$

$$C_{\text{massique}}(O_2) = 0,8 * V_{tb} \text{ mg/l}$$

7. Dosage de l'oxygène dissous :

- Définition :

L'eau contient une certaine quantité d'oxygène appelé l'oxygène dissout provenant soit : D'un contact air-surface d'eau, d'une aération ou en grande partie par les végétaux chlorophylliens.

La quantité d'oxygène dissous est liée à l'activité biologique. Se développant au sein de l'eau, l'activité respiratoire de la faune et de la flore, en exige des quantités plus ou moins importantes dans ce milieu.

- Principe :

L'oxygène dissous réagit avec l'hydroxyde de manganèse (II) formé par l'addition de sulfate de manganèse et de l'iodure alcalin. L'hydroxyde de manganèse ($MnO(OH)_2$) formé, permet après acidification d'oxyder l'iodure de potassium préalablement introduit avec libération d'une quantité équivalente d'iode. L'iode ainsi libéré est dosé à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$).

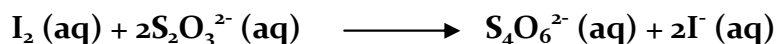
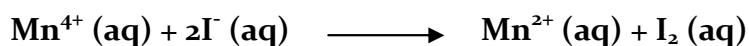
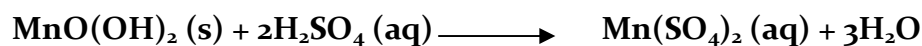
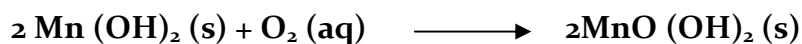
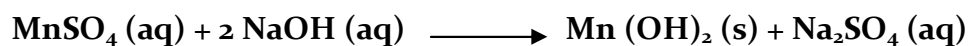
- Mode opératoire :

On remplit un flacon de 250 ml de l'échantillon sans bulles d'air et on ajoute 2 ml de sulfate de manganèse et 2 ml de l'iodure alcalin (KI + NaOH).

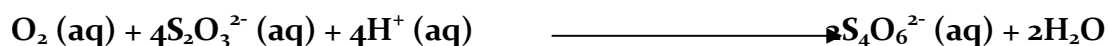
On agite un peu, on laisse décanter, puis on ajoute 2 ml de l'acide sulfurique concentré, on obtient une solution de couleur brune.

100 ml de la solution obtenue seront dosés par le thiosulfate de sodium jusqu'à décoloration.

⇒ Les réactions mises en jeu sont :



En additionnant toutes ces réactions, on obtient l'équation globale suivante :



• Expressions des résultats :

$$[\text{O}_2] \text{ mg/l} = V_{\text{tb}} \times 1,6$$

Soient :

N_a : Normalité de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

V_a : Tombée de burette V_{tb} .

N_b : Normalité d' O_2 .

V_b : Volume de l'échantillon ($V_b = 100 \text{ ml}$).

Au point d'équivalence : $N_a V_a = N_b V_b$

$$N_b = N_a V_a / V_b$$

$$N_b = 1/50 \times V_{\text{tb}} / 100$$

$$N_b = 2 \cdot 10^{-4} \cdot T_b (\text{éq/l})$$

Donc : $N_b = 0,2 \cdot V_{\text{tb}} (\text{még/l})$

On a : $[\text{O}_2] = N_b / 2$

$$[\text{O}_2] = 0,2 \cdot V_{\text{tb}} / 2$$

$$[\text{O}_2] = 0,1 \cdot V_{\text{tb}} \text{ (mmol/l)}$$

Donc : $[\text{O}_2] \text{ mg/l} = 0,1 \cdot T_b \cdot M(\text{O}) \text{ (avec } M(\text{O}) = 16 \text{ g/mol)}$

$$[\text{O}_2] = V_{\text{tb}} \times 1,6 \text{ (mg/l)}$$

8. Les nitrates :

- Définition :

Les nitrates sont présents un peu partout dans la nature. Ils proviennent de l'oxydation de l'azote en milieu naturel. La concentration en nitrate dans l'eau potable ne doit pas dépasser 10 mg/L, principalement à cause des cas de méthémoglobinémie rapportés chez les jeunes bébés. Cette affection peut être mortelle chez les enfants.

- Principe :

Les nitrates sont réduits en nitrites par le Cd recouvert de Cu. Les nitrites ainsi produits forment avec l'acido-4 Benzène Sulfonamide un composé diazoïque, qui une fois couplé avec le NED donne un complexe rose susceptible de se prêter à un dosage colorimétrique à une longueur d'onde de 540 nm.

- Mode opératoire :

A 50 ml de chaque échantillon on ajoute 1,25 ml de la solution tampon concentrée et on passe ce mélange ainsi résultant dans la colonne de réduction : on verse les premiers 25 ml et on garde les derniers 25 ml

On ajoute 1ml de la solution AS (on dissout 5 mg d'amide sulfanilique dans 50ml concentré puis le compléter à 500 ml d'eau distillée).

Enfin, on ajoute 1ml de la solution NED (on dissout 500mg de NED dans 500ml d'eau distillée).

On laisse reposer pendant 20min à 2h maximum

Après on mesure l'absorbance à 540nm des étalons et des échantillons.

N.B :

Avant de passer les échantillons ainsi que les étalons dans la colonne de réduction il faut régler le débit.

On note les résultats et on trace la courbe d'étalonnage (la concentration en fonction de l'absorbance) pour en déduire par la suite les concentrations des échantillons.

- **Appareillage :**



Photo : spectrophotomètre



Photo : colonne de réduction

9. Détermination de la concentration de l'ammonium

- **Principe :**

En milieu alcalin, l'ammoniaque réagit avec l'hypochlorite et donne une monochloramine, qui forme avec du phénol, en présence de nitroprussiate et un excès d'hypochlorite, du bleu d'indophénol, susceptible de se prêter un dosage colorimétrique à une longueur d'onde de 630 nm.

- **Mode opératoire :**

A 25 ml de chaque échantillon on ajoute 1ml de citrate de sodium et on mélange bien puis on ajoute 1ml du réactif A(on dissout 13,5 g de phénol et 0,15 g de nitroprussiate de sodium dans 500 ml d'eau distillée). Après, on ajoute 1ml du réactif B (on dissout 0,1 g de dichloroisocyanurique dans 50 ml de lessive de soude 0,34mol/l) et on laisse reposer pendant une durée de 4h à 24h dans l'obscurité. Enfin on mesure l'absorbance à 630 nm des étalons et des échantillons.

On note les résultats et on trace la courbe d'étalonnage pour en déduire par la suite les concentrations des échantillons.

Préparation des étalons :

- **Préparation du solution fille ($C_2= 10 \text{ mg/l}$) à partir d'une solution mère($C_1= 1000\text{mg/l}$) :**

$$\text{Relation de dilution : } C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$V_1 = C_2 V_2 / C_1$$

$$V_1 = 10 \cdot 100 / 1000$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

Donc on prend 1ml de la solution mère dans une fiole de 100ml et on complète avec l'eau distillé.

- **Préparation des étalons des concentrations 0 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,5 ; 1 à partir de la solution fille ($C_2 = 10 \text{ mg/l}$) :**

Par la même relation de dilution : $C V = C_2 V_2$

$$V_2 = C V / C_2$$

On a :

V_2 : c'est le volume qu'on va prendre de la solution fille ($C_2 = 10 \text{ mg/l}$)

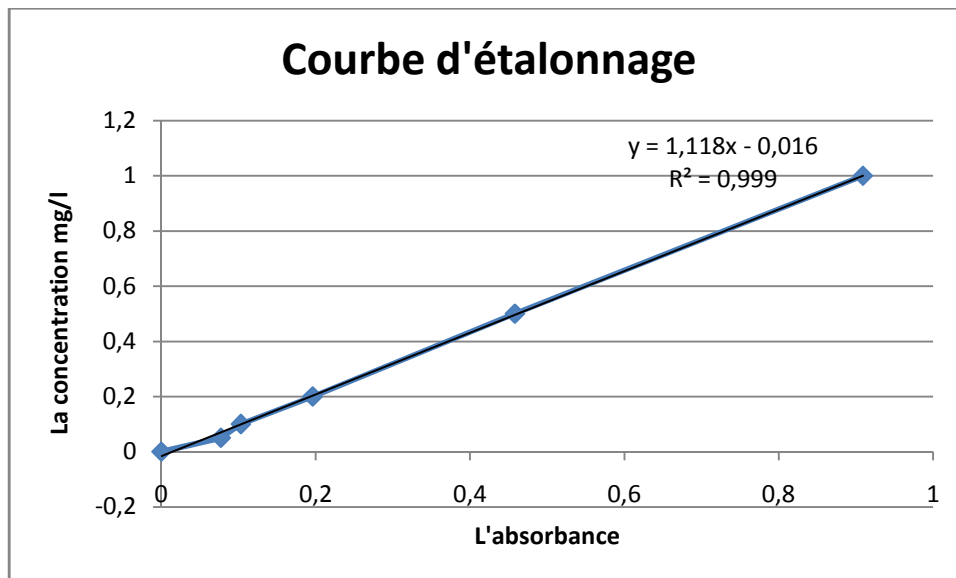
$V = 100 \text{ ml}$ d'eau distillé.

N.B : il faut prépare d'autre solution étalon de concentration 1 mg/l pour vérifier s'il y a une erreur de travail, il faut que la différence entre l'absorbance de 1 mg/l (SM) et 1 mg/l (MR) n'est pas grande.

C (mg/l)	0	0,05	0,1	0,2	0,5	1	1(MR)
V_2 (ml)	0	0,5	1	2	5	10	10
eau distillé (ml)	100	99,5	99	98	95	90	90
Absorbance(A)	0	0,077	0,103	0,196	0,458	0,909	0,902

➤ La courbe d'étalonnage :

On trace la courbe $C=f(A)$



Interprétation :

La courbe est sous forme d'une droite qui va pouvoir nous permettre de déterminer les concentrations souhaitées

Les concentrations des échantillons à partir de la courbe d'étalonnage

Les échantillons	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
l'absorbance	0,037	0,06	0,024	0,097	0,052	0,002	0,005	0	0,107	0,104
Les concentrations (mg/l)	0,025	0,051	0,010	0,092	0,042	0	0	0	0,103	0,1

Interprétation :

- Toutes les concentrations est inférieurs à 0,5 mg/l.
- Donc on est dans la norme .
- On peut dire que ces eaux sont consommées.

10. La demande en Chlore :

• Définition :

Le chlore (et ses dérivés) en plus de réagir avec les microorganismes, il le fait aussi avec d'autres substances dissoutes dans le milieu: matière organique, fer, manganèse,... ce qui veut dire que, pour avoir un niveau donné de chlore résiduel, la quantité nécessaire à ajouter doit être supérieure à la valeur résiduelle obtenue.

Par conséquent, avant de décider la dose de chlore nécessaire pour désinfecter, il faut établir l'exigence de chlore, c'est-à-dire la quantité de chlore qui est consommée jusqu'à l'apparition du résiduel.

• Principe :

Cette méthode nous permet de déterminer la quantité de chlore (break point) qu'il faut injecter à l'eau brute lors de la pré-chloration.

• Mode opératoire :

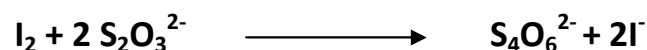
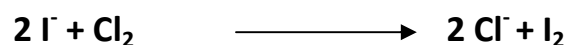
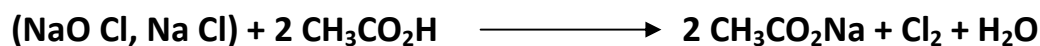
➤ Titrage de l'eau de javel :

On détermine le titre d'eau de javel pour déterminer la demande en chlore. Dans un erlenmeyer on introduit successivement :

- ✓ 1 ml d'eau de javel (NaO Cl, Na Cl).
- ✓ 10 ml de solution d'iodure de potassium à 10 %.
- ✓ 10 ml d'acide acétique à 9N. (ou 5 ml à 18N).

On titre l'iode libéré par le thiosulfate de sodium (1/10 N) en présence de l'empois d'amidon.

⇒ Les réactions mises en jeu :



⇒ Expressions des résultats :

$$[\text{EJ}] = V_{\text{tb}} \times 3,5$$

Soient :

N_a : Normalité de Cl_2 .

V_a : Volume de l'échantillon ($V_a = 1ml$).

N_b : Normalité de $Na_2S_2O_3$.

V_b : Tombée de burette V_{tb} .

⇒ Au point d'équivalence :

$$N_a V_a = N_b V_b$$

$$N_a = N_b V_b / V_a$$

$$N_a = 10^{-1} * V_{tb} \text{ (eq/l)}$$

On a : $[Cl_2] = 10^{-1} * V_{tb} / 2$

Donc : $[Cl_2] = 5. 10^{-2} * V_{tb} \text{ (mol/l)}$

On a : $[Cl_2]' = [Cl_2] * M_{Cl_2} \text{ (avec } M_{Cl} = 35,5 \text{ g/mol)}$

$$[Cl_2]' = 5 . 10^{-2} * V_{tb} \times 71$$

Donc : $[EJ] = 3,55 * V_{tb} \text{ (g/l)} = C_1$.

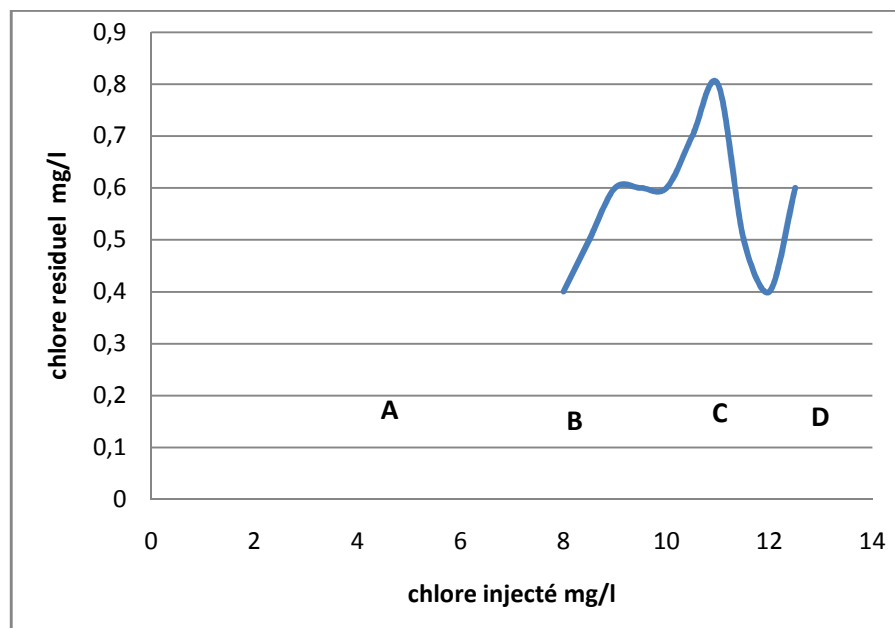
Le degré chlorométrique français de l'hypochlorite considéré = $1,12 * V_{tb}$

- Préparation d'une solution 1g/l d'eau de Javel
- Préparation d'une solution 0,1 g/l d'eau de Javel
- Injection de la solution 0,1 g/l :

On prépare une série de flacons de 100 ml d'eau à analyser, dans lesquels on ajoute des quantités de la solution 0,1 g/l avec un ordre croissant. Après 30 min, à l'obscurité, on dose le chlore résiduel par le comparateur chlorométrie après introduction d'un indicateur coloré DPD qui donne à l'eau une coloration rose. Les résultats obtenus nous permettent de tracer une courbe semblable à celle présentée à la figure ci-dessous :

Tableau 4 : Exemple des résultats de la demande en chlore sur l'eau usée.

Flacon	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Dose du Cl ₂ injecté (mg/l)	8	8,5	9	9,5	10	10,5	11	11,5	12	12,5
Le chlore résiduel en mg/l	0,4	0,5	0,6	0,6	0,6	0,7	0,8	0,5	0,4	0,6



• **Interprétation :**

A : Le chlore réagit avec les substances réductrices (Mn dissous, Fer...), donc il perd son pouvoir désinfectant car il est complètement absorbé.

B : On assiste à la formation des composées organiques chlorées et les chloramines.

On a le chlore combiné (formation des chloramines) ce qui veut dire un faible pouvoir désinfectant.

C : On a une désinfection (Destruction des chloramines).

D : On a le chlore résiduel libre, la demande en chlore (DC) est égale à 12 mg/l, la dose après la quelle on constate une augmentation de la dose du chlore résiduel libre.

- **Expressions des résultats :**

Le point critique ou de rupture ou bien « break-point » correspond à 12 mg/l, donc la quantité d'eau de javel qu'on va injecter à l'eau brute pendant l'essai de Jar-Test est de 12 mg/l pour assurer la destruction totale des chloramines.

N.B : L'eau du robinet contient une légère dose en chlore pour transiter sans risque dans les canalisations. Le consommateur est plus ou moins sensible à l'odeur et au goût du chlore. Le seuil de sensibilité est de 0,2 mg/l.

11. Jar-Test :

Principe :

L'essai de jar test a pour but de connaître les doses optimales des réactifs à injecter à l'échelle industrielle, cette étape s'effectue dans le procédé du traitement au niveau de l'ouvrage d'arrivée, c'est pour cette raison que durant ces analyses on va essayer de se placer dans les mêmes conditions et suivre le même protocole utilisé dans la station.



Photo : Jar-Test

- **Mode opératoire :**

- Avant de commencer Jar-test il faut faire plusieurs analyses (pH ,TA et TAC, la turbidité ,les matieres en suspension ,la temperature , la demande en chlore) .

- On remplit 6 bécards par 1 litre d'eau brute.
- On met en marche les agitateurs à une vitesse d'environ 120 tr/min.
- On ajoute dans les six bécards une dose de chlore correspondante à la demande en chlore précédemment déterminée.
- On ajoute, aussi rapidement que possible, aux six échantillons en traitement des quantités dosées croissantes du réactif choisi (soit le sulfate d'aluminium soit le poly-électrolyte ou le charbon actif). Si plusieurs réactifs sont testés il est alors nécessaire de noter l'ordre d'introduction des réactifs et les intervalles de temps entre chaque introduction.
- Une minute après l'introduction du dernier réactif on diminue l'agitation au degré choisi (entre 40 et 60 tr/s).
- On laisse l'agitation pendant 20 min.
- On note le délai d'apparition du floc (en min et s) à partir du début de l'agitation lente.
- On laisse décanter pendant 30 min.

Au cours de ce temps de décantation on estime la vitesse de la sédimentation des floes formés (rapide, moyenne ou lente).

- On détermine le pH, la turbidité, les matières en suspension, l'oxydabilité et le chlore résiduel du surnageant.
- Puis on filtre le surnageant sur papier filtre et on détermine la turbidité, l'alcalinité de chaque bécard.

- **Expressions des résultats :**

Les doses optimales des réactifs sont celles utilisées pour l'échantillon présentant les meilleures floculations et les réductions des turbidités suivantes :

-Turbidité de l'eau décantée < 5 NTU.

-Turbidité de l'eau filtrée < 0,5 NTU.

-Avec une oxydabilité < 2 mg/l d'oxygène consommé.

-pH < 7,40.

Conclusion "

Le stage au sein de l'office national de l'eau potable était très enrichissant en ce qui concerne le domaine du traitement et du contrôle de la qualité de l'eau. En effet l'eau potable n'est pas tout à fait « bien du ciel », avant de parvenir au robinet, elle a subi des traitements plus au moins poussés, elle a été stockée, acheminée, puis distribuée.

Aujourd'hui, la qualité de l'eau et de l'environnement nous concerne tous. Elle est prioritairement une exigence de la santé. C'est la raison pour laquelle, il est nécessaire de la traiter et surtout de l'économiser.

