



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

*Contrôle de la qualité des eaux potables:
Analyses physico-chimiques et bactériologiques à l'ONEE Meknès*

Présenté par :

SARA TAGHZOUTI

Encadré par :

- ◆ Mr. Aziz BOUHLAL (ONEE- Meknès)
- ◆ Pr. Abdelhadi LHASSANI (FST-Fès)

Soutenu Le 17 Juin 2015 devant le jury composé de:

- | | |
|--------------------------|---------|
| - Pr. Abdelhadi LHASSANI | FST-Fès |
| - Pr. Amal HAUDI | FST-Fès |
| - Pr. Hamid WAHBI | FST-Fès |

Stage effectué à ONEE BRANCHE EAU (Meknès)

Année Universitaire 2014 / 2015

Résumé

On a effectué notre stage au sein de laboratoire ONEE Branche Eau de Meknès, le sujet qu'on a été confié est sous-titre:

«Contrôle de la qualité des eaux potables: Analyses physico-chimiques et bactériologiques»

La mémoire de ce Projet est constituée de trois chapitres:

Dans le premier on donne un aperçu général sur l'entreprise :

Présentation de l'ONEE et ces différentes activités, organigramme.

Dans le second nous parlons sur le contrôle de la qualité des eaux et les différents paramètres physico-chimiques et bactériologiques.

Dans le troisième nous détaillons le travail que nous avons effectué au sein de laboratoire.

Remerciements

J'adresse mes sincères remerciements à :

Mr Abdelhadi LHASSANI mon encadrant à la Faculté des Sciences et Techniques.

Mr. Aziz BOUHLAL mon encadrant et chef de service de l'ONEE Branche eau.

Mme Amal HAUDI et Mr Hamid WAHBI, je vous remercie d'avoir pris la responsabilité d'examiner mon travail. Veuillez trouver ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à exprimer ma gratitude et mes remerciements à tous mes Professeurs à la FST Fès qui m'ont apporté la formation théorique nécessaire pour effectuer mon stage.

Mes remerciements vont également à, Mr Youssef ALAOUI, Mr Rachid LMSYEH, Mr Mohamed MAALAM et Mlle Zahra AMHAWCH, personnels aux sien de laboratoire pour leurs renseignements leur gentillesse, leur soutien, disponibilité et sur tous leurs confiances.

Dédicace

Je dédie ce travail à:

Ma mère, ma sœur et mes frères qui m'ont soutenues, et aussi à mes amis.

Merci encore mille fois à mes chers et à toute personne qui de près ou de loin a participé à cette application.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	6
Chapitre I :Présentation générale de l'ONEE-Branche Eau:	7
I.1 Historique	8
I.2 Les différentes activités.....	8
I.3 Organigramme de direction régionale centre sud.....	8
Chapitre II : Partie théorique	10
II.1 Généralité sur contrôle de la qualité des eaux:.....	11
II.2 Paramètres physico-chimiques.....	12
II.2.1température.....	12
II.2.2 Le pH	12
II.2.3 Turbidité.....	13
II.2.4 Conductivité.....	13
II.2.5 Titre alcalimétrique de l'eau (TA, TAC).....	14
II.2.6 La dureté totale (titre hydrométrique) etcalcique (Ca ²⁺):.....	14
a) Dureté totale (Titre hydrotimétrique TH):.....	12
b) Dureté calcique.....	12
II.2.7Chlore résiduel	15
II.2.8L'oxydabilité permanganate de potassium.....	15
II.2.9Ammonium.....	15
II.2.10Nitrate.....	15
II.2.11 Sulfates.....	16
II.2.12 Oxygène dissous	16
II.3 Paramètres bactériologiques	16
II.3.1 Les coliformes fécaux.....	16
II.3.2 Les streptocoques fécaux	16
II.3.3 Les coliformes totaux.....	16
II.3.4 E. coli	16
II.3.5 Entérocoques intestinaux	17
II.3.6 Microorganismes revivifiables	17
II.3.7 Clostridia.....	17
Chapitre III : Partie pratique	18

III.1 Analyses physico-chimiques	19
III.1.1 Le potentiel d'hydrogène pH.....	19
III.1.2 Turbidité.....	19
III.1.3 La conductivité	20
III.1.4 Titre alcalimétrique(T.A) et titre alcalimétrique complet(T.A.C).....	21
a) Titre alcalimétrique(T.A)	21
b) Tite alcalimétrique complet(T.A.C).....	22
III.1.5 Détermination de la dureté totale : TH.....	22
III.1.6 Détermination de la dureté calcique.....	23
III.1.7 L'oxydabilité au permanganate de potassium.....	24
III.1.8 Chlore résiduel.....	25
III.1.9 Dosage d'oxygène dissous.....	25
III.1.10 Détermination d'ammonium par spectrométrie d'absorption moléculaire.....	26
III.1.11 Dosage de nitrates par spectrométrie d'absorption moléculaire	29
III.1.12 Détermination des sulfates:(par néphélométrie).....	31
III.2 Analyses bactériologiques	33
III.2.1 Méthode du nombre le plus probable	33
III.2.2 Méthode de la membrane filtrante	35
CONCLUSION.....	37
REFERANCES.....	38

Introduction

L'eau, est une ressource naturelle essentielle à la vie. Elle est aussi appelée molécule de la vie tant son rôle est essentiel au niveau biologique.

L'eau est extrêmement abondante sur la Terre et est vitale pour tous les organismes vivants connus. Elle recouvre 70.8% d'eau dans tous ses états (solide, liquide). Cependant 97.3% de l'eau est salée et donc non potable (océans, mers), et l'eau potable ou douce ne représente que 2.7% dont 80% est sous forme solide (les glaciers).

Comme l'eau est une source de vie, cependant elle peut être aussi une source de maladie.

L'appréciation de la qualité de l'eau potable se base sur la mesure des paramètres physico-chimiques ainsi que sur la présence ou l'absence des micro-organismes aquatiques, indicateurs d'une plus ou moins bonne qualité de l'eau au sein d'un laboratoire approprié.

Le stage effectué au sein de l'office national de l'eau et d'électricité avait pour objectif le contrôle de la qualité des eaux potables :analyses physico-chimiques et bactériologiques.

Ce rapport de stage se présente comme suit :

- ☞ Présentation de l'ONEE.
- ☞ Partie théorique.
- ☞ Partie pratique.
- ☞ Résultats et interprétations des résultats.

Chapitre I : Présentation générale de l'ONEE- Branche Eau.

I.1 Historique

Créée en avril 1972 par le Dahir 1-72-103 du Safar 1392, l'ONEP est un établissement semi-public à caractère industriel et commercial doté de la personnalité civile et de l'autonomie financière. A Meknès, avant la création de l'ONEP en 1972, l'alimentation en eau potable de la ville (Production et distribution) était assurée premièrement par la Municipalité, ensuite par la Régie Autonome de distribution d'Eau Meknès (RADEM).

I.2 Les différentes activités

- Etudier l'approvisionnement en eau potable.
- Gérer la production et assurer la distribution de l'eau potable qui répond aux normes de qualité en vigueur au Maroc.
- Contrôler la qualité des eaux et la pollution des eaux potables tout en se basant sur des analyses physico-chimiques et bactériologiques.

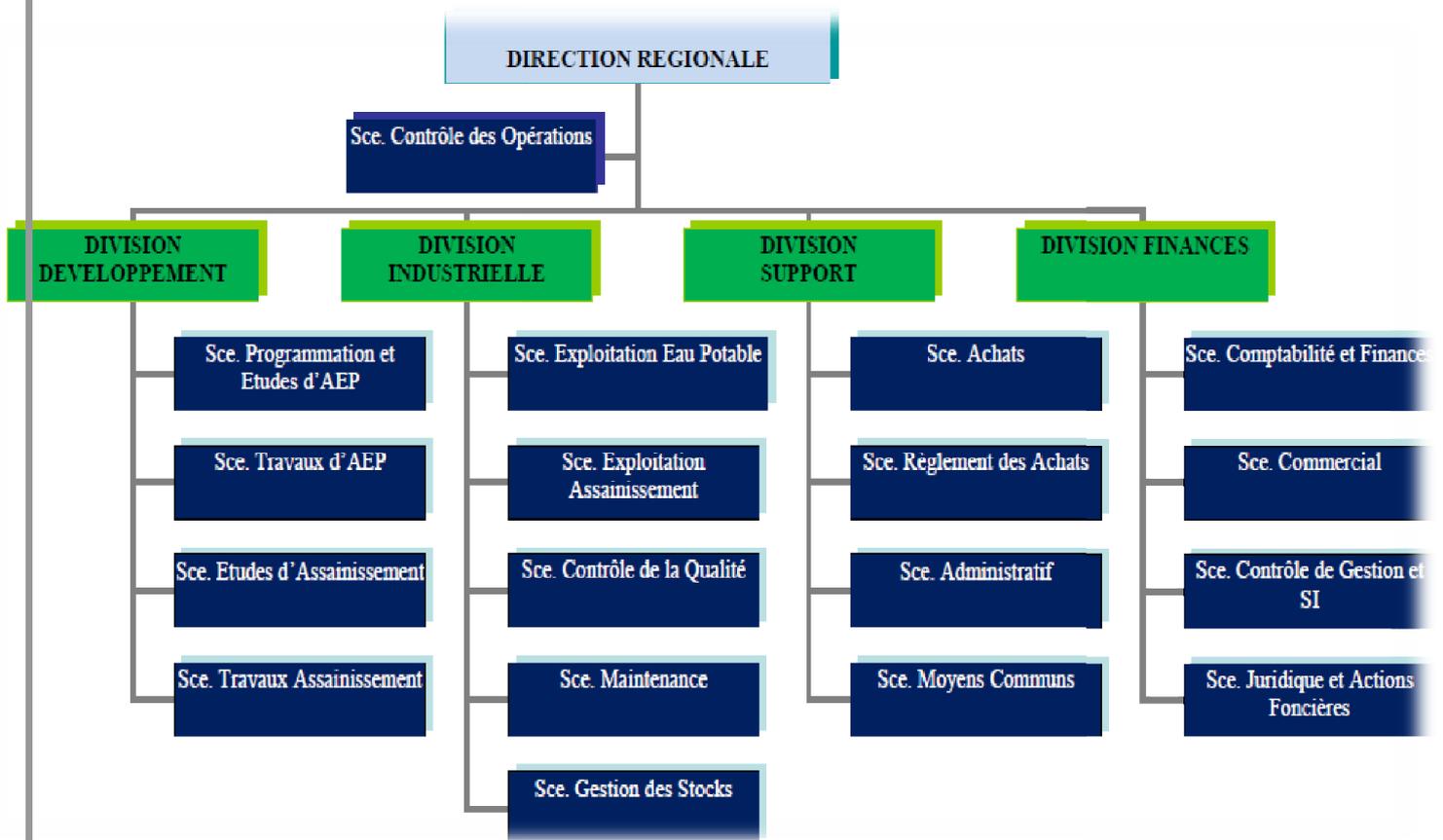
I.3 Organigramme de direction régionale centre sud

La direction générale de l'ONEP se trouve à Rabat (DG). Chaque région a une direction régionale (DR):

- DR1: direction régionale à Agadir.
- DR2: direction régionale Tanssifte Al Haouz à Marrakech.
- DR3: direction régionale à Khouribga.
- DR4: direction régionale nord-ouest à Kenitra.
- DR5: direction régionale centre nord à Fès.
- DR6: direction régionale à Oujda.
- **DR7: direction régionale centre sud à Meknès.**
- DR8: direction de province Saharienne à Laayoun.
- DRC : direction régionale côte atlantique.

Chaque DR a des directions provinciales (DP). Pour la DR7 (dont l'organigramme est présenté ci-dessous) on trouve deux DP, l'une à ERRACHIDIA et l'autre à KHENIFRA.

I.4 Organigramme



Chapitre II : Partie théorique

II.1 Généralité sur contrôle de la qualité des eaux:

Le contrôle de qualité concerne toutes méthodes ou procédés permettant de tester et d'assurer la conformité d'une eau, selon les réglementations et normes, pour cela les eaux destinées à la consommation humaine (eaux potables) font l'objet de contrôles de leur qualité dans des laboratoires agréés.

Le laboratoire doit être capable de démontrer que chaque série d'analyses est statistiquement sous contrôle vis-à-vis de la contamination, de l'exactitude et de la précision. Pour satisfaire à ce besoin, les contrôles suivants sont effectués durant les analyses :

- **Blanc de méthode :**

L'analyse du blanc de méthode permet de quantifier le niveau de contamination introduite par le laboratoire au cours de la manipulation et d'analyse des échantillons. Le blanc de la méthode se fait par l'eau distillée.

- **Duplicata :**

L'analyse d'un échantillon en double pour vérifier la fidélité de la méthode.

Le % d'écart est calculé d'après l'équation suivante :

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

⇒ Le % devrait être inférieur ou égal à 20%

- **Échantillons fortifiés ou Ajout dosé :**

Un ajout dosé est un échantillon inconnu et choisi au hasard dans lequel une quantité connue d'une ou plusieurs substances chimiques recherchées ont été ajoutées avant les étapes de préparation et d'analyse.

Ces substances sont préparées à partir des solutions d'étalonnage.

On calcule la récupération avec l'équation suivante :

$$\% \text{ de récupération} = \frac{C_f - C}{C_a} * 100$$

Avec : C_f : concentration de l'échantillon fortifié.

C : concentration de l'échantillon non fortifié.

C_a : concentration de l'ajout.

⇒ Le % de récupération doit se situer entre 8% et 120%.

- **Matériaux de référence (MR) :**

Composés d'eau distillée qui est fortifiée avec un ou plusieurs composés chimiques, sont utilisés pour mesurer la performance des méthodes et réaliser les cartes de contrôle (concentration connue). Le % d'écart relatif du MR est calculé d'après l'équation suivante :

$$\%d'écart = \frac{(\text{Résultat obtenu} - \text{Résultat attendu})}{\text{Résultat attendu}} \times 100$$

⇒ Le % d'écart doit être inférieur ou égale à 20%.

- **Le coefficient de détermination sur le graphe (R²) :**

Après le traçage de la courbe d'étalonnage on doit vérifier si le coefficient (R) est supérieur à 0,995.

⇒ $R > 0,995$

II.2 Paramètres physico-chimiques

II.2.1 La température

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.

II.2.2 Le pH

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. Ce paramètre donne le degré d'acidité ou d'alcalinité d'une eau, il est le reflet de la concentration d'une eau en ions H⁺ :

$$\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$$

La nature de la mesure effectuée au laboratoire est potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre.



pH mètre

II.2.3 Turbidité

La turbidité est une caractéristique optique de l'eau à savoir sa capacité à diffuser ou absorber la lumière incidente. La turbidité est donc un facteur de la couleur de l'eau, elle est due à la présence dans l'eau des particules en suspension (colloïdes). Ainsi plus l'eau est chargée en MES plus elle est turbide. La turbidité est mesurée par un turbidimètre et est exprimée en NTU (néphélométric turbidité unit).



Turbidimètre

II.2.4 Conductivité

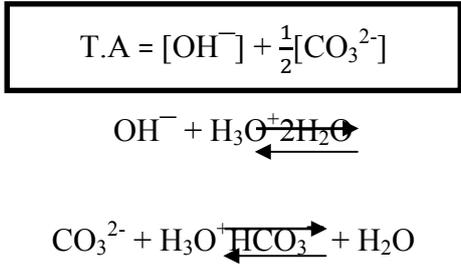
Permet de déterminer la capacité de l'eau à faire passer un courant électrique, et donne une indication sur la minéralisation globale de l'eau analysée.



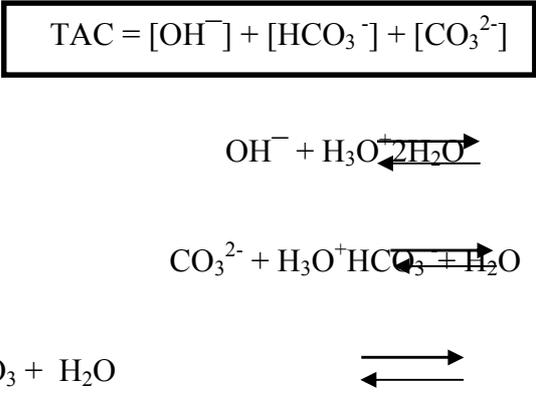
Conductimètre

II.2.5 Titre alcalimétrique de l'eau (TA, TAC)

Le TA correspond à la neutralisation des ions hydroxydes OH^- et la transformation des carbonates (CO_3^{2-}) en ions hydrogencarbonates (HCO_3^-) par un acide fort en présence de Phénolphthaléine comme indicateur coloré.



Le TAC correspond à la neutralisation par un acide fort des ions hydroxydes, carbonates et hydrogencarbonates en présence d'hélianthine comme indicateur coloré.



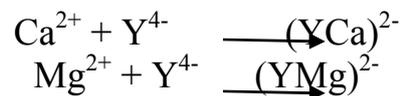
II.2.6 La dureté totale (titre hydrométrique) et calcique (Ca²⁺):

a) dureté totale (Titre hydrotimétrique TH):

TH permet d'indiquer la teneur globale combinée en sels de Ca²⁺ et Mg²⁺ par la méthode complexométrique (complexation avec l'E.D.T.A.)

DURETE TOTALE = dureté calcique + dureté magnésienne

E.D.T.A. = acide éthylène diamine tetraacétique.



b) dureté calcique:

Permet d'indiquer la teneur en calcium Ca²⁺ dans l'eau.



II.2.7 Chlore résiduel

Le contrôle du chlore résiduel a pour but de s'assurer que l'eau est suffisamment traitée, ainsi qu'il y a assez de chlore disponible pour réagir complètement à tous risque de pollution.

La mesure du Chlore résiduel est faite par un comparateur de chlore avec disque, Comprimés de DPD.



Comparateur de chlore avec disque



DPD1 : DiethylParaphénylène Diamine

II.2.8 L'oxydabilité au permanganate de potassium

La présence de matières organiques dans l'eau provoque l'existence et la prolifération des micro-organismes qui peuvent être pathogène. Donc la détermination de la teneur de ces matières organiques est indispensable dans la surveillance de la qualité des eaux.

L'oxydabilité en milieu acide permet d'évaluer la teneur de ces matières organiques dans l'eau.

II.2.9 Ammonium :

L'ammonium dans l'eau traduit habituellement un processus de dégradation incomplet de la matière organique. L'ammonium provient de la réaction de minéraux contenant du fer avec des nitrates. C'est donc un excellent indicateur de la pollution de l'eau par des rejets organiques d'origine agricole, domestique ou industriel.

II.2.10 Nitrates :

Ce sont des composants forts et oxydants. Ils jouent un rôle important comme engrais et ils agissent en fournissant de l'azote à la végétation. Les nitrates sont parmi les paramètres importants à analyser dans les eaux car ils sont dangereux et très tenaces. Si les animaux ou les êtres humains boivent de l'eau avec un excès de nitrate cela peut leur provoquer des maladies.

II.2.11 Sulfates :

Les sulfates peuvent être trouvés dans presque toutes les eaux naturelles. Proviennent de la dissolution de certains minéraux tels que le gypse ou l'anhydrite, de l'activité agricole et les déchets industriels.

Une concentration supérieure à 500mg /L, peut provoquer une modification du goût de l'eau. Une eau avec une teneur en sulfate très en dessus de 500mg/L peut devenir agressive et par conséquent peut favoriser la corrosion des équipements de distribution ainsi que des matériaux de construction des puits.

II.2.12 Oxygène dissous

L'eau contient une certaine quantité d'oxygène appelé l'oxygène dissous, son origine est soit l'activité photosynthétique des végétaux aquatiques, soit la dissolution à partir de l'oxygène atmosphérique.

II.3 paramètres bactériologiques

II.3.1 Les coliformes fécaux

C'est un groupe de bactéries utilisé comme indicateur de contamination fécale. Ce sont des bacilles à gram négatif, oxydase négative, aérobies ou anaérobies facultatifs, capables de se multiplier et de fermenter le lactose et produisent de gaz, d'acide et d'aldéhyde. On les considère comme bons indicateurs de contamination fécale, ils se cultivent à 44°C.

II.3.2 Les streptocoques fécaux

Ces germes colonisent l'intestin de l'homme et des animaux à sang chaud. Leur présence dans le milieu hydrique prouve une pollution d'origine fécale de l'eau. Cependant, on peut trouver aussi des streptocoques fécaux dans le sol, les plantes et les insectes.

II.3.3 Les coliformes totaux

Ces bactéries se développent à 37°C. Ces derniers peuvent avoir une origine non strictement fécale : Le sol, les insectes et les plantes peuvent les héberger. Les coliformes totaux sont inclus dans les germes témoins de contamination fécale de deuxième ordre.

II.3.4 E. coli

Egalement appelée colibacille et abrégée en *E. coli*, est une bactérie intestinale (Gram négatif), des mammifères très commune chez l'être humain. En effet, elle compose environ 80 % de notre flore intestinale, C'est un coliforme fécal généralement commensal. Cependant, certaines souches d'*E. Coli* peuvent être pathogènes entraînant alors des gastro-entérites, infections urinaires, méningites.

II.3.5 Entérocoques intestinaux

Ce sont des pathogènes opportunistes causant des septicémies, infections urinaires, ou abdominales d'origine intestinale. Ils sont la cause de plus de 10 % des infections nosocomiales.

II.3.6 Microorganismes revivifiables

Ces germes n'ont pas d'effets directs sur la santé mais sous certaines conditions, ils peuvent générer des problèmes. Ce sont des indicateurs qui révèlent la présence possible d'une contamination bactériologique.

II.3.7 Clostridia

Les Clostridia sont des bactéries appartenant à une classe de Firmicutes, dont le genre Clostridium et d'autres genres riches. Ils se distinguent des Bacilli par l'absence de respiration aérobie. Ce sont des anaérobies obligatoires, l'oxygène leur est toxique. Les espèces du genre Clostridia sont toutes à Gram positif et peuvent former des spores.

Chapitre III : Partie pratique

III.1 Analyses physico-chimiques :

III.1.1 Le potentiel d'hydrogène pH

- **Matériels**

- Matériel courant de laboratoire.
- pH-mètre.

- **Mode opératoire**

- Rincer l'électrode avec l'eau distillée
- Mettre l'électrode dans le contenant de l'échantillon à analyser
- Attendre jusqu'à la stabilisation de la valeur sur l'appareil

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
Valeur de pH	7.314	7.53
Valeur maximal admissible	6.5 < pH < 8.5	

- **Interprétation des résultats**

Il n'y a pas de grandes différences entre le pH de l'eau brute et l'eau potable.

III.1.2 Turbidité

- **Matériels**

- Papier joseph.
- Turbidimètre.
- Cuvettes de travail d'environ 30 ml.

- **Principe**

La méthode néphélométrie repose sur la comparaison de l'intensité de la lumière diffractée (effet de Tyndall) par l'échantillon à celle d'un étalon de référence dans les mêmes conditions opératoires (longueur d'onde, angle de rayon incident et le rayon diffracté).

- **Mode opératoire**

- Parfaire l'homogénéisation de l'eau à analyser.
- Introduire les quantités nécessaires dans la cuve de mesure.
- Bien essuyer la cuve avec papier joseph.
- Effectuer la lecture.

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
Turbidité en NTU	2.32	0.6
Valeur maximal admissible	Turbidité médiane ≤ 1 NTU Et turbidité de l'échantillon ≤ 5 NTU	

- **Interprétation des résultats**

-La valeur de l'eau brute est inférieure à 5 NTU mais n'atteint pas la turbidité médiane c'est à dire qu'elle contient de très fines particules en suspension.

III.1.3 La conductivité

- **Matériels**

-Matériel courant de laboratoire.

-Agitateur magnétique

-conductimètre

- **Principe**

La conductivité d'une solution est la mesure de la capacité des ions à transporter le courant électrique. Ce passage du courant électrique s'effectue par la migration des ions dans un champ électrique produit par un courant alternatif. Elle dépend de la concentration des ions présents dans la solution et de leur vitesse de migration.

- **Mode opératoire**

-Rincer la cellule de mesure plusieurs fois avec de l'eau distillée.

-Rincer deux fois au moins avec l'échantillon d'eau à analyser.

- Placer la cellule de mesure dans un récipient contenant l'échantillon d'eau à analyser(avec agitation) de façon à ce que les électrodes de platine soient complètement immergées et veiller à ce qu'il n'y a pas de bulles d'air sur les électrodes.

-Attendre que la valeur soit stable avant la lecture.

-Rincer à nouveau l'électrode avec de l'eau distillée.

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
Conductivité	858	746
Valeur maximal admissible	$\leq 2700 \mu\text{S/cm}$	

- **Interprétation des résultats**

La conductivité de l'eau brute (puit) est supérieure à celle de l'eau potable. Cela est dû d'une augmentation des concentrations en ions.

III.1.4 Titre alcalimétrique(TA) et titre alcalimétrique complet(TAC):

- **Matériels**

-Matériel courant de laboratoire.

- **Principe**

L'alcalinité d'une eau correspond à la présence des hydrogencarbonates, carbonates et hydroxydes. La technique d'analyse comporte la méthode volumétrique, basée sur la neutralisation d'un certain volume d'échantillon par un acide minéral en présence d'un indicateur coloré.

- **Réactifs**

-Solution alcoolique de phénolphtaléine.

-Solution d'hélianthine (méthylorange).

-Solution d'acide chlorhydrique 0.1 N

a) Titre alcalimétrique(TA) :

- **Mode opératoire**

Ajouter à 100ml d'échantillon une à deux gouttes de Phénolphtaléine, et bien agiter.

Si aucune coloration rose ne se développe alors TA=0.

Sinon, titrer avec l'acide chlorhydrique 0.1N jusqu'à disparition de la couleur rose.



Pas de coloration rose.

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
TA (°F)	0	0
Valeur maximal admissible	<50°F	

- **Interprétation des résultats**

-Les valeurs de TA trouvées pour l'eau potable et brute étaient nulles car leurs pH n'atteignaient pas le 8.3

b) *Tite alcalimétrique complet (TAC):*

- **Mode opératoire**

-Ajouter deux gouttes d'hélianthine à la solution que l'on a déjà déterminé le TA.

-Titrer avec la solution d'acide chlorhydrique jusqu'au changement de couleur jaune à jaune orange.



Coloration jaune après ajout d'hélianthine

Coloration orange après dosage par HCl 0,1 N

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
TAC (°F)	6.95	5.4
Valeur maximal admissible	<50°F	

- **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.

III.1.5 Détermination de la dureté total : TH

- **Principe**

Le calcium et le magnésium présents dans l'eau sont complexes par L'E.D.T.A. Les ions complexes $[CaY]^{2-}$ et $[MgY]^{2-}$ formés lors des réactions de complexations sont incolores, tout comme les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} , c'est pourquoi on ajoute le noir d'éricrome T comme indicateur colore.

- **Les réactifs:**

- Solution tampon
- Indicateur Noir Erichrome T
- Solution de complexant III 0.1M (EDTA)
- Solution de soude 2mol/l
- Acide calcane carboxylique (HSN)

- **Mode opératoire :**

- Mesurer 100 ml d'échantillon à analyser
- Ajouter 5 ml de solution Tampon (pH=10)
- Ajouter 3 gouttes de l'Indicateur noir Érichrome T
- Titrer au moyen de la solution complexométrique (EDTA) jusqu'au virage du violet au bleu.

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
TH (°F)	7	6.5
Valeur maximal admissible	10-30 °F	

- **Interprétation des résultats**

- La dureté de l'eau brute est supérieure à celle de l'eau potable. Ceci s'explique que l'eau potable peu chargée en de Ca^{2+} et Mg^{2+} .

III.1.6 Détermination de la dureté calcique:

- **Principe**

Dosage des ions Calcium avec une solution de sel disodique d'EDTA. L'indicateur colore Calcane carboxylique forme un complexe rouge avec le calcium. Lors du dosage, les ions de calcium réagissent avec l'EDTA, d'abord les ions libres puis ceux qui se combinent avec l'indicateur coloré vont virer la couleur du rouge au bleu clair.

- **Mode opératoire**

- A 100ml d'échantillon, ajouter 5ml de la soude, une petite spatule d'indicateur HSN.
- Titrer avec la solution complexant jusqu'au virage du rose au bleu.

III.1.7 L'oxydabilité au permanganate de potassium

- **Matériels**

- Matériel courant de laboratoire
- Bain d'eau bouillante

- **Principe:**

Chauffage d'un échantillon dans un bain marie bouillant en présence d'une quantité connue de permanganate de potassium et dans un milieu acide pendant une période donnée.

Réduction d'une partie de permanganate par les matières oxydables de l'échantillon et détermination de l'excès de permanganate par addition d'un excès d'une solution d'oxalate de sodium, suivie par tirage de l'oxalate en excès par le permanganate. Il s'agit d'un dosage en retour.

- **Les réactifs :**

- Solution mère de permanganate de potassium (N/10)
- Préparer à partir d'une solution prête à emploi (N/10 ou mol/50)
- Permanganate de potassium (N/100)

- **Mode opératoire :**

Le blanc et le contrôle doivent être préparés de la même façon que les échantillons.

- Prélever 100ml de l'échantillon et le transférer dans une erlenmeyer de 250ml.
- Ajouter 2ml d'acide sulfurique concentré et mélanger en agitant doucement.
- Placer l'erlenmeyer dans le bain marie bouillant pendant 10 + ou - 2min.
- Ajouter 10ml de la solution permanganate de potassium N/10 et laisser à l'ébullition pendant exactement 10min.
- Ajouter 10ml de la solution d'oxalate de sodium 5mmole/l et attendre la décoloration.
- Titrer à chaud avec la solution de permanganate de potassium N/10 jusqu'à apparition d'une coloration rose persistante environ 30 secondes

- **Etablissement des résultats :**

	Eau brute	Eau potable
Ip: indice de permanganate (mg (O ₂)/l)	1.36	0.64
Valeur maximal admissible	< 2 mg (O ₂)/l	

- **Interprétation des résultats**

-La valeur de l'oxydabilité de l'eau potable est inférieure à celle de l'eau brute (puit) car, les matières organiques sont oxydées dans l'étape de pré-chloration.

-Généralement on trouve les valeurs fixées selon la norme marocaine qui est 2mg/l pour une eau potable.

III.1.8 chlore résiduel

- **Matériels**

- Tube à essai
- Comparateur de chlore avec disque

- **Principe**

Pour déterminer la présence ou pas du chlore résiduel on fait le test de diethyl-paraphenylène diamine (DPD). Ce test consiste à ajouter 1 comprimé de la DPD1, Celle-ci est un indicateur de couleur, cette couleur sera comparée à une échelle de couleur étalon grâce à un comparateur de couleur. Plus la couleur est foncée, plus la quantité du chlore résiduel est grande.

- **Mode opératoire**

- Dans un tube à essai, on remplit à moitié par l'eau à analyser.
- On ajoute la DPD1 en poudre.
- Grâce au comparateur on détermine la quantité du chlore.

- **Etablissement des résultats**

	Eau brute	Eau potable
Chlore résiduel en mg/l	0	0.6
Valeur maximal admissible	< 1mg/l	

- **Interprétation des résultats**

- Pour l'eau potable, on trouve toujours des valeurs dans les normes.
- Pour l'eau brute (puit) c'est toujours nul car ne contient pas de chlore.

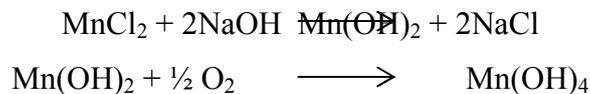
III.1.9 Dosage d'oxygène dissous:

- **Principe**

-La technique fondamentale de Winkler repose sur l'oxydation de l'hydroxyde manganéux dans une solution fortement alcaline. Par acidification en présence de l'iodure, l'hydroxyde manganique formé est alors dissous, et il se dégage de l'iode libre en quantité équivalente à celle de l'oxygène initialement dissous dans l'échantillon. Cet iode libre est titré au moyen d'une solution étalon de thiosulfate de sodium N/50 en se servant d'amidon comme indicateur coloré, après avoir réduit la plus grande partie d'iode.

Les réactions mises en jeu:

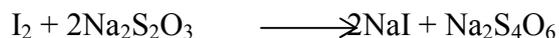
L'oxygène dissous dans l'eau est capable d'oxyder Mn^{2+} en milieu basique pour former un précipité d'hydroxyde manganique:



En milieu acide sulfurique l'hydroxyde manganique ainsi formé peut oxyder de l'iodure de potassium en iode :



L'iode est ensuite dosé par du thiosulfate de sodium avec de l'amidon comme indicateur:



• Les réactifs:

Solution de sulfate de manganèse

Solution d'iodure alcalin (KI+NaOH)

Acide sulfurique concentré

Amidon

Solution titrante de thiosulfate

• Mode opératoire

- Remplir complètement une bouteille de 250 ml par l'échantillon.
- Introduire à l'aide d'une pipette 2 ml de solution de sulfate manganéux
- Ajouter 2 ml de réactif aux iodures alcalins et à l'aide de sodium.
- Lorsque la partie supérieure du liquide s'est complètement clarifiée, enlever le bouchon et ajouter 2ml d'acide sulfurique concentré tout au fond de la bouteille.
- Transvaser une prise d'essai de 100 ml de l'échantillon dans un erlenmeyer.
- La titration s'effectue par la solution de thiosulfates de sodium 0.02N en présence d'empois d'amidon ajouté vers la fin de titrage.

Prélèvement à un robinet :

- Utiliser un tuyau en caoutchouc très souple, fixe au robinet et dont l'autre extrémité plonge au fond du flacon après avoir purgé l'air qu'il contient.
- Maintenir un faible débit et laisser couler de façon à renouveler au moins 10fois le volume du flacon.

III.1.10 Détermination d'ammonium par spectrométrie d'absorption moléculaire

- **Matériels**

-Matériel courant de laboratoire

-Spectrophotomètre

- **Mode opératoire**

Dans les normes marocaine, le dosage d'ammonium dans les eaux d'alimentation humaine se fait par mesure spectrophotométrique au bleu d'indophénol les concentrations en ammonium doivent être comprise entre $2\mu\text{g/L}$ et $1500\mu\text{g/L}$ en NH_4^+ . Avant les analyses, les échantillons concentrés contenant plus de $1500\mu\text{g/L}$ en NH_4^+ doivent être dilués.

Le principe du dosage est le fait qu'en milieu alcalin l'ammoniac réagit avec l'hypochlorite (HOCl) et donne le monochloramine (NH_2Cl) selon la réaction:



Le monochloramine (NH_2Cl) qui donne avec du phénol en présence des nitroprussiates et un excès d'hypochlorite, du bleu d'indophénol, susceptible d'un dosage colorimétrique à la longueur d'onde 630nm, les réactions probables suivantes:



- **Les réactifs :**

Eau desionisée (L'eau distillée)

Solution de lessive de soude 0.34 mol/L

Solution citrate de sodium (1.2mol/L)

Réactif A : Dissoudre 13.5g de phénol et 0.15g de nitroprussiates de sodium dans 500ml de l'eau desionisée, cette solution conservée en flacons de verre ferme dans le réfrigérateur reste stable pendant 2 mois.

Si la solution devient un petit peu vert il faut la jeter.

Réactif B : Dissoudre 0.1g d'acide dichloroisocyanirique dans 50 ml de solution de soude (1N). Ce réactif est préparé le jour même de la manipulation.

- **Les étalons :**

Solution MR de NH_4^+ de 1g/l : préparer à partir du chlorure d'ammonium.

Solution étalon mère 100mg/l de NH_4^+ : Faire sécher le chlorure d'ammonium NH_4Cl dans un dessiccateur P_2O_5 , dissoudre 0.2965g de ce chlorure sèche dans environ 500 ml d'eau distillée, ajouter une goutte de chloroforme et compléter jusqu'à 1000ml avec l'eau distillée.

La solution est conservée dans le réfrigérateur pour se stabiliser quelque mois.

Solution fille étalon 10 mg/l

Au moment de l'emploi diluer à 1/10 la solution mère à 100 mg/l.

Volume de solution fille étalon	0	0.1	1	2	5	10
Concentration correspondante en $[\text{NH}_4^+]$ ml/l	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1

On complète à 100 ml avec de l'eau distillée.

NB: la déférence entre solution MR après sa délutions et la solution mère ne doit pas dépasser 20%.

- **Mode opératoire:**

- à 25ml de chaque échantillon 1ml de citrate de sodium et bienmélanger.

-Ajouter 1ml du réactif B et bien mélangé.

-Finalement, ajouter 1ml du réactif B et bien mélanger.

-Laisser reposer pendant une durée entre 4h à 24 dans l'obscurité.

-Mesurer l'absorbance a 630nm des étalons et des échantillons en respectant la série d'analyse

-Reporter les résultats et tracer la courbe d'étalonnage pour en déduire par la suite les concentrations des échantillons.

- **Etablissement des résultats**

La courbe est linéaire (par méthode des moindres carre) pour des concentrations entre 0 et1mg/l NH_4^+ .

La déterminer de concentration d'ammonium se fait directement sur la courbe d'étalonnage pour les échantillons non dilués. Pour les échantillons dilués, on a l'expression suivante :

(En mg/l + ou - 0,005mg/l).

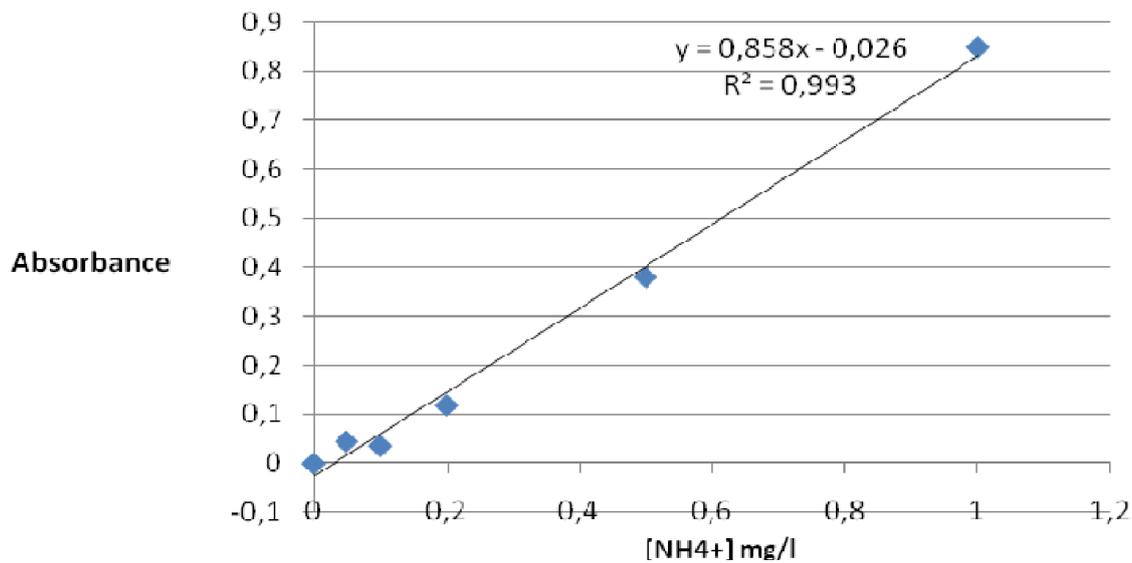
$C = (dx_f)/e$; $C = [\text{NH}_4^+]$ (mg/l)

$d = [\text{NH}_4^+]$ de l'échantillon dilue (mg/l) déterminée à partir de la courbe d'étalonnage ; $e =$ volume de l'échantillon non dilue en ml ; $f =$ volume de l'échantillon dilue en ml.

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats trouvés lors de l'étalonnage.

[NH ₄ ⁺] mg/l	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1
Absorbance	0	0.045	0.036	0.119	0.381	0.849

En traçant la courbe de l'Absorbance en fonction de la concentration on obtient la courbe ci-dessous :



Courbe d'étalonnage pour le paramètre Ammonium

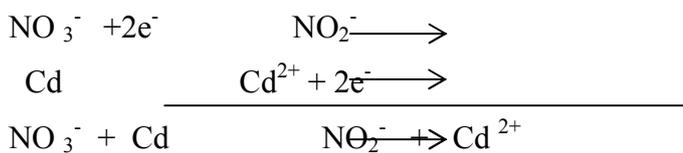
III.1.11 Dosage de nitrates par spectrométrie d'absorption moléculaire :

- **Matériels**

- Matériel courant de laboratoire
- Spectrophotomètre
- Colonne de réduction

- **Principe:**

Les nitrates sont quantitativement réduits en nitrites par le cadmium (Cd) recouvert de cuivre (Cu) selon la réaction suivante:



Les nitrites ainsi produits forment avec l' amino-4-benzène Sulfonamide un composé diazoïque, qui une fois couplé avec le NED donne un complexe rose susceptible d'un dosage colorimétrique à la longueur d'onde de 540nm.

NED= solution de dichlorohydrate de N - (naphtyle 1 diamine 1,2 éthane).

- **Les réactifs:**

Colonne de réduction : laver 60g de Cadmium avec le HCl concentré (2N), puis rincer avec de l'eau distillée. Ensuite, le mélanger avec CuSO₄ à 2% pendant 5min. Finalement remplir la colonne.

Solution tampon concentrée : dissoudre 100g de chlorure d'ammonium (NH₄Cl), 20g de tétra borate de sodium (Na₂B₄O₇) et 1g d'éthylène diamine tétra-acétate de sodium dans l'eau distillée et compléter à 1L. Cette solution est stable pendant 6 mois.

Solution tampon diluée : préparer une solution tampon diluée à partir de la solution tampon concentrée pour laver la colonne de réduction.

Solution AS : dissoudre 5g d'amide sulfanilique dans 50ml de HCl concentré puis le compléter à 500ml d'eau distillée. Solution stable pendant 6 mois.

Solution NED : dissoudre 500mg de NED dans 500ml d'eau distillée. Solution stable pendant 1 mois.

- **Les étalons:**

Solution MR de nitrates de 1g/L

Solution étalon mère de nitrates de 1g/L : dissoudre 1.63g de Nitrate de potassium(KNO₃) dans l'eau distillée à compléter jusqu'à 1000 ml.

Etalons : préparer des étalons de concentration : 0, 0.2, 0.4, 0.8, 1 et 2 mg/L

- **Mode opératoire:**

- Ajouter à 50ml de chaque échantillon 1.25ml de la solution tampon concentrée.

- Passer ce mélange ainsi résultant dans la colonne de réduction : verser les premiers 25ml et en garder les derniers 25ml.

- Ajouter 1ml de la solution AS a ces 25ml gardés.

- Finalement, ajouter 1ml de la solution NED.

- Laisser reposer pendant la durée indiquée de 4h.

- Mesurer l'absorbance à 540nm des étalons et des échantillons en respectant la série d'analyse.

- Reporter les résultats et tracer la courbe d'étalonnage pour en déduire par la suite les concentrations des échantillons.

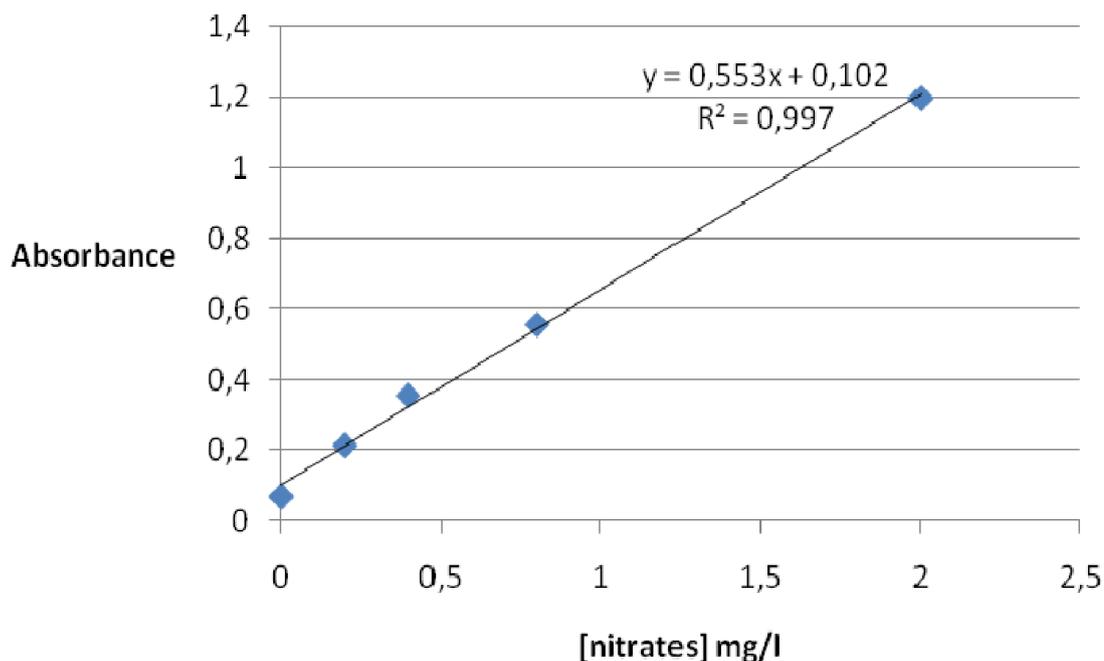
· Après l'ajout de NED, nous devons attendre 30min et nous ne dépassons pas 120min pour mesurer l'absorbance de l'échantillon.

- **Etablissement des résultats**

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats trouvés lors de l'étalonnage.

[nitrates]mg/l	0	0.2	0.4	0.8	2
Absorbance	0.069	0.214	0.355	0.557	1.198

En traçant la courbe de l'Absorbance en fonction de la concentration on obtient la courbe ci-dessous.



Courbe d'étalonnage pour le paramètre Nitrates

III.1.12 Détermination des sulfates:(par néphélogétrie):

- **Principe:**

Les ions sulfates SO_4^{2-} sont précipités dans l'acide chlorhydrique(HCl) en présence de chlorure de baryum($BaCl_2$)en excès, de manière à former des cristaux de sulfate de baryum de taille uniforme, selon la réaction suivante:



La quantité de la suspension du sulfate de baryum est mesurée par de le turbidimètre à une longueur d'onde $\lambda = 546 \text{ nm}$.

- **Les réactifs :**

Réactif a l'acide chlorhydrique HC I:

Chlorure de Baryum ($BaCl_2$)

• **Les étalons :**

Solution MR de contrôle : Dissoudre 0.1479g de sulfate de sodium anhydre dans 1000ml d'eau distillée.

Solution étalon mère de 100mg/L de SO₄²⁻ : Dissoudre 0.1479g de sulfate de Sodium anhydre dans 1000ml d'eau distillée.

Préparer des étalons de concentration : 0, 20, 50, 100mg/l avec V=100mL à partir de l'équation suivante on peut déterminer le volume qu'on veut prendre de la solution mère pour faire la dilution $C_i V_i = C_f V_f$

• **Mode opératoire:**

-MR : 5ml de la solution standard de sulfate 95 ml de l'eau distillée.

-L'ajout dosé : 95 ml d'un échantillon quelconque (ex : Ech 125) + 5ml de la solution standard de sulfate.

-Duplicata : 100 ml d'un échantillon quelconque (ex : Ech 124).

-Mettre chaque échantillon dans un erlenmeyer de 250 ml.

-Ajouter exactement 5mL de réactif à l'acide chlorhydrique et mettre sous l'agitation.

-En maintenant l'agitation, ajouter une spatule de chlorure de baryum et mettresimultanément le chronomètre en route.

-Agiter exactement pendant une minute à vitesse constante.

-Remplir immédiatement la cellule du turbidimètre et mesurer la turbidité.

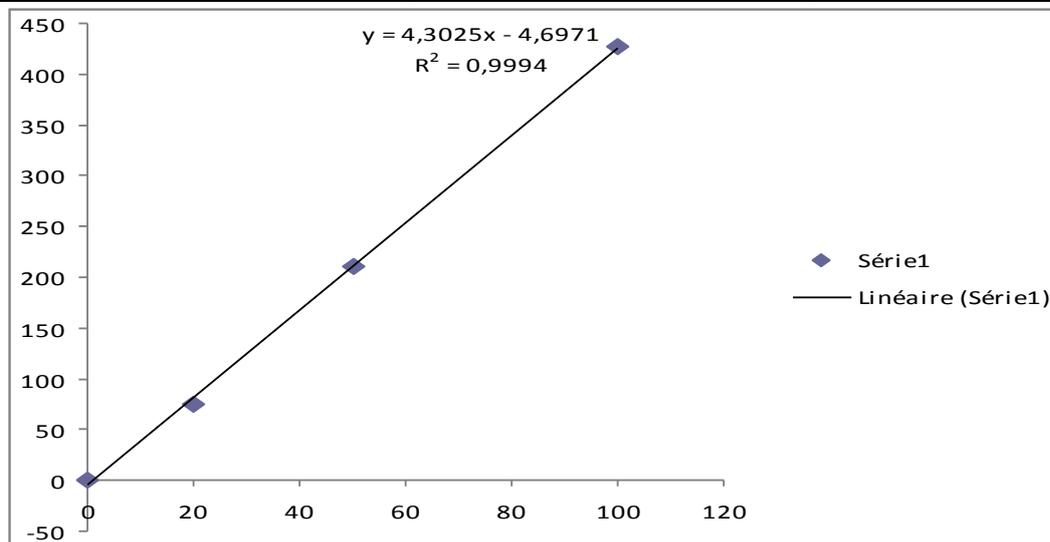
-Reporter les résultats et tracer la courbe d'étalonnage pour en déduire par la suite les concentrations des échantillons.

Remarque :

La prise d'essai doit contenir une quantité de sulfate inférieure à 2 mg, la courbereprésentative étant une droite parfaite pour ces teneurs. Dans le cas d'eaux fortement chargées en SO₄²⁻, préparer des dilutions en vérifiant chaque fois qu'elles se trouvent dans la zone d'utilisation de la courbe d'étalonnage

<i>Etalon mg/l +Echantillon mg/l</i>	<i>Turbidité NTU</i>	<i>Concentration en sulfatmg/l</i>
<i>0</i>	<i>0.44</i>	<i>1.2</i>
<i>20</i>	<i>75.2</i>	<i>18.6</i>
<i>50</i>	<i>210</i>	<i>49.9</i>
<i>100</i>	<i>427</i>	<i>100.3</i>
<i>MR</i>	<i>206</i>	<i>49.0</i>

<i>Ajout Dosé 50mg(Ech125)</i>	278	65.7
<i>Echantillon 124C</i>	219	52.0
<i>Duplicata124C</i>	219	52.0
<i>Echantillon 125C</i>	91.9	22.5



Courbe d'étalonnage pour le paramètre Sulfates

III.2 Analyses bactériologiques

Il y a deux types d'analyses qui s'effectuent selon la nature des eaux analysés :

1. la méthode du nombre le plus probable (NPP) pour les eaux brutes.
2. la méthode de la membrane filtrante pour les eaux traitées.

III.2.1 Méthode du nombre le plus probable :

- **Principe**

-Il y a deux types de bactéries :

Les coliformes Micro-organismes en bâtonnet, qui se développent en 48 heures à la température de $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ dans le milieu de LAURYL.

Coliformes thermo tolérants :

Coliformes ayant les mêmes propriétés de fermentation que les Coliformes à la température de $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Et on utilise LAURYL comme milieu de culture.

Les streptocoques sont des micro-organismes qui se développent en 24 et 48 heures à 37°C dans le milieu de LITSKY. Pour la recherche des streptocoques on utilise Roth comme milieu de culture.

• **Mode opératoire**

Pour les coliformes on procède comme suite :

- On prend 3 tubes LAURYL double concentration et on ajoute 10 ml de l'échantillon
- On prend 3 tubes LAURYL à simple concentration et on ajoute 1 ml de l'échantillon
- On prend 3 tubes LAURYL à simple concentration et on ajoute 0.1 ml de l'échantillon.

On met dans chaque tube une cloche de dirham qui détecte si les bactéries sont présentes dans l'échantillon par apparition de trouble et un dégagement gazeux qui s'emprisonne dans la cloche.

On met les tubes dans l'étuve à 37°C pendant 48h.

Pour les streptocoques :

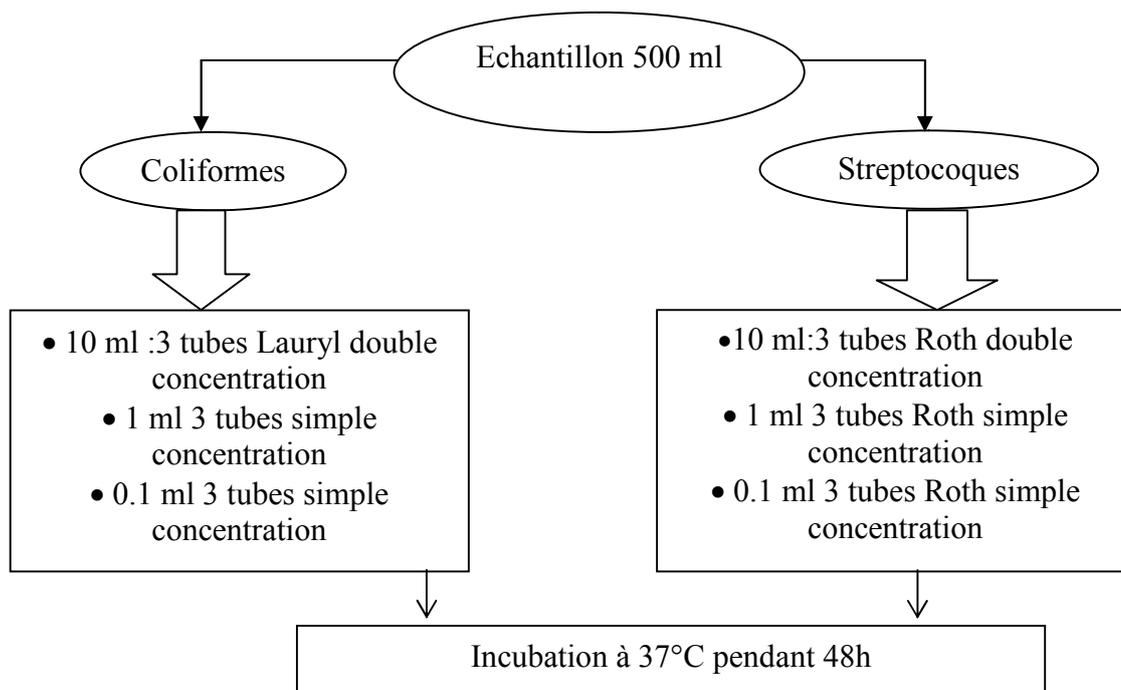
- On prend 3 tubes Roth double concentration et on ajoute 10 ml de l'échantillon
- On prend 3 tubes Roth à simple concentration et on ajoute 1 ml de l'échantillon
- On prend 3 tubes Roth à simple concentration et on ajoute 0.1 ml de l'échantillon
- On met les tubes à l'étuve à 37°C pendant 48h.

***Nb : le test est positif si on a un dépôt blanc au fond du tube et une solution troubles.

Test présomptif :

Les tubes sont placés à l'étuve à 37°C pendant 48h. Ceux dans lesquels le lactose est fermenté avec production nette de gaz, seront considérés comme pouvant contenir des coliformes.

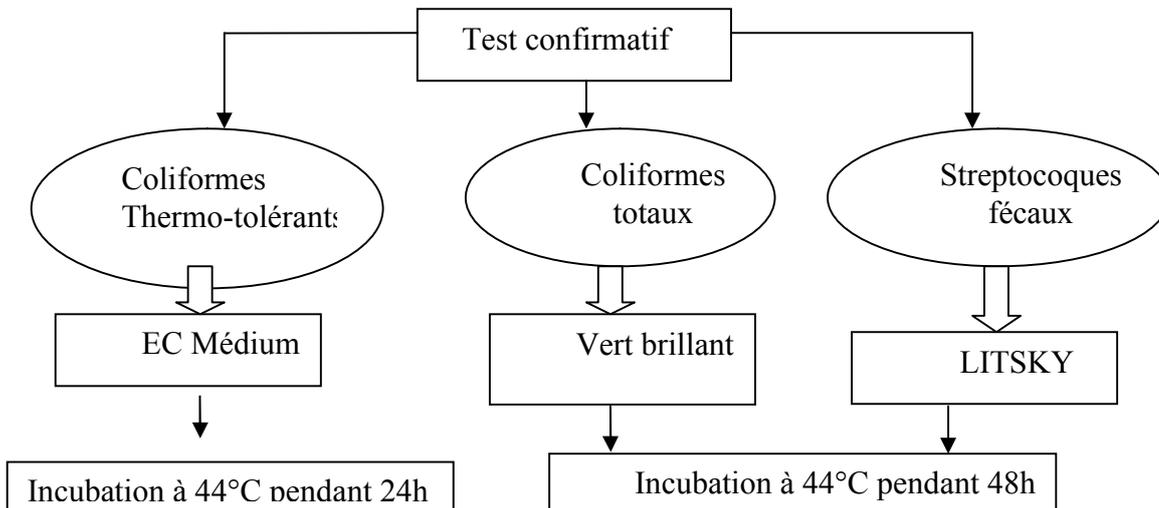
SCHEMA RESUME DU PROTOCOLE EXPERIMENTAL



• **Etablissement des résultats**

Pour les coliformes : Le test est positif si la quantité du gaz dépasse 1/10 de la cloche et la solution devient trouble.

Pour les streptocoques : le test est positif si on a un dépôt blanc au fond du tube et une solution troubles.



III.2.2 Méthode de la membrane filtrante :

Recherche et dénombrement des germes totaux, coliformes totaux, E-coli et entérocoques intestinaux, clostridium sulfito-réducteur contenu dans une eau traitée.

• **Mode opératoire**

La procédure réalisée pour la caractérisation des germes totaux :

- On utilise des boîtes de pétri d'un diamètre de 9 cm.
- Deux boîtes reçoivent chacune 1 ml d'eau analysé.
- On coule dans chacune des boîtes la **gélose nutritive** préalablement fondue.
- On agite doucement par un mouvement circulaire pour assurer un mélange homogène de l'eau et de la gélose, puis on laisse refroidir.
- Une boîte est incubée à 22°C /72h l'autre est maintenue à 37°C / 24h.
- Les colonies seront comptées à l'aide d'un appareil du comptage et les résultats sont exprimés pour 1 ml d'eau.

La procédure suivie pour la caractérisation des coliformes et des Streptocoques fécaux :

La technique employée dans ce cas est :

La colimétrie sur membrane filtrante :

- Placer aseptiquement la membrane filtrante stérile sur le disque poreux à l'embase de l'entonnoir.
- Placer l'entonnoir de filtration stérile sur la fiole à vide.
- Agiter vigoureusement l'échantillon, puis verser 100 ml dans l'entonnoir.
- Prendre la membrane avec une pince flambée et refroidie en la saisissant par son extrême bord.
- Placer cette membrane sur le milieu de culture Tergitol 7 au TTC /SLANETZ(TTC) en veillant à ce qu'aucune bulle ne s'interpose entre la membrane et le milieu de culture.
- Faire trois filtrations.

Incubation :

- Incuber la boîte de pétri (*SLANETZ TTC*) en position inversée dans l'étuve réglée à 37°C+ou-1°C pendant 48h (une seule lecture) pour la recherche des Streptocoques fécaux.
- Incuber la boîte de pétri (*Tergitol 7 TTC*) en position inversée dans l'étuve réglée à 37°C+ou-1°C pendant 24h et 48h (deux lectures) pour la recherche des coliformes totaux.
- Incuber la boîte de pétri (*Tergitol 7 TTC*) en position inversée dans l'étuve réglée à 44°C+ou-1°C pendant 24h et 48h (deux lectures) pour la recherche des coliformes fécaux.

- **Etablissement des résultats**

S'il y a apparition des colonies de couleur jaune, halo jaune ou des colonies de couleur rouge, marron ou rose, le résultat est dit positif et on passe dans ce cas au test confirmatif :

Le test consiste à faire un repiquage sur le **VERTBRILLANT** avec incubation à 37 °C/24h pour la recherche des coliformes. Alors que pour recherche des Streptocoques fécaux le repiquage se fait sur le **LITSKY** avec incubation à 37°C/48h.

L'apparition de trouble + gaz dans les tubes à vert brillant montre la présence des coliformes totaux, alors que l'apparition de trouble avec ou sans dépôt violet dans le litsky, montre la présence des streptocoques fécaux.

Le nombre est exprimé par 100 ml d'échantillon.

On filtre sous vide 100ml de l'échantillon dans le stérifil en utilisant un filtre de 0.44µm à l'aide d'une pompe.

- **pour la caractérisation des coliformes fécaux**

On prend le filtre et on le met dans la boîte de pétrie qui contient le tergitole comme milieu de culture pour la caractérisation des coliformes fécaux et on met la boîte de pétrie dans l'étuve à 44°C pendant 48h.

- pour la caractérisation des streptocoques

On prend le filtre et on le met dans la boite de pétrie qui contient le slanetz comme milieu de culture pour la caractérisation des streptocoques et on met la boite de pétrie dans l'étuve à 37°C pendant 48h.

- Pour la caractérisation des germes totaux et fécaux

On prend le filtre et on le met dans la boite de pétrie qui contient *la gélose nutritive* comme milieu de culture pour la caractérisation des streptocoques et on met la boite de pétrie dans l'étuve à 22°C pendant 72h.

Conclusion

Dans le cadre de mon stage, je peux dire que le stage est une phase essentielle dans la formation de tous les stagiaires, en effet, il permet d'élargir le champ de nos connaissances et mettre en application les informations acquises et les enrichir par d'autres connaissances techniques et pratiques que l'on peut acquérir au sein de l'entreprise d'accueil.

REFERANCES

- Registre des analyses physico-chimiques de l'ONEE.
- TP GENIE DE DEPOLLUTION 3ème année LST Responsable : A.LHASSANI
- <http://www.cpepesc.org/Les-principaux-parametres.html>
- www.onep.org.ma