



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'Analyse et Contrôle Qualité

TACQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

Influence du pH sur le dosage de l'ammonium dans l'eau potable

Présenté par :

◆ **Fatima zahra AKOUDAD**

Encadré par :

◆ **Dr kamal FARHAT (QEE)**

◆ **Pr Abdellatif BOUKIR (FST-Fes)**

Soutenu Le 16 Juin 2015 devant le jury composé de:

- **Pr Abdellatif BOUKIR (FST- Fes)**

- **Dr kamal FARHAT (QEE-)**

- **Pr Abdelaziz ZEROUALE (FST- Fes)**

- **Pr El houssine ALILOU (FST- Fes)**

Stage effectué au laboratoire Qualité Eau Environnement(QEE)

Année Universitaire 2014 / 2015

SOMMAIRE

Présentation du laboratoire QEE

- Description
- Activités principales
- Organigramme

Introduction.....1

Partie A : Généralités

I. L'eau	2
I.1 – Définition	2
I.2 - Propriétés physicochimiques.....	2
I.3 - Domaine d'utilisation.....	3
II .L'ion ammonium dans l'eau potable	3
II .1- L'ammonium.....	3
II .2-Effet sur la santé	3
II .3- Effet sur l'environnement.....	4
III. Les critères de validation	4-6

Partie B : Etudes expérimentales

I. Dosage d'ion ammonium par spectrophotomètre UV	7
I.1- Spectrophotométrie UV	7
I.2- principe du Dosage de l'ammonium.....	8
I.3- Mode opératoire.....	8
I.4- Etablissement de la courbe d'étalonnage.....	10
I.5-Réaction mise en jeu	11
I.6- Expression des résultats.....	13
II. Analyse de l'eau de robinet	17
III. Influence de pH sur le dosage de l'ammonium dans l'eau potable	21
IV. Résultats et interprétations	24
Conclusion	27

Bibliographie

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Schéma de principe d'un spectromètre d'absorption UV visible double faisceau.....	7
Figure 2 : Variation de la couleur des différentes solutions en fonction du volume de l'ion ammonium (concentration) contenu dans la solution fille 2 (1 mg/l).....	13
Figure 3 : Courbe d'étalonnage de l'ammonium. Absorbance en fonction de la concentration (mg/l).....	14
Figure 4 : Test de répétabilité de la solution fille 2 (mg/l) : 10 essais.....	15
Figure 5 : Comparaison de la concentration en ion ammonium entre les solutions 1 et 2.....	18
Figure 6: Test de répétabilité de la solution fille 2 (1mg/l) compléter par l'eau de robinet.....	19
Figure 7, 8,9 et 10 : Variation de la concentration des ions ammonium contenu dans la solution fille 2' (0, 35mg/l) en fonction du pH.	21-23
Figure 11 : l'influence du pH sur le dosage d'ammonium dans l'eau potable	25

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Quelques caractéristiques physico-chimique de l'eau	2
Tableau 2 : Récapitulation du protocole expérimental.....	10
Tableau 3 : Variation de l'absorbance en fonction du volume de l'ion ammonium (concentration) contenue dans la solution fille 2 ajouté.....	13
Tableau 4 : Détermination par spectrophotomètre UV de la teneur en azote ammoniacal contenu dans le chlorure d'ammonium après dilution de la solution mère (solution fille 2). Dosage de 10 essais de même concentration avec 2 tests de répétabilité.....	16
Tableau5 : Concentrations de l'ion ammonium contenu dans les solutions spectrophotométrie UV.....	18
Tableau 6 : Dosage par spectrophotomètre UV de l'eau de robinet en présence de la solution fille étalon 1mg/l.....	20
Tableau 7 : Variation de la concentration d'ion ammonium en fonction du pH.	24

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A mes parents

Qui m'ont donné beaucoup de soutien et d'encouragement, symbolisant pour moi le sacrifice et la source d'où naît la lumière qui éclaire ma vie, et pour qui aucune dédicace n'exprimera la profondeur de mon amour,

A mon cher oncle

pour son véritable et sincère Amour , je lui souhaite, une vie pleine de succès avec beaucoup de bonheur

A mes formateurs

Qui m'ont dirigé vers le chemin de succès par leur compréhension et leur conseil. Veuillez trouvé dans ce travail, l'expression de mes profondes reconnaissances et ma grande estime

Aussi

A tous mes amis et collègues, pour les moments forts et agréables que nous avons passé ensemble et à tous ceux qui m'aiment et me souhaite le bonheur, et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et à l'élaboration de ce rapport.

REMERCIEMENTS

Avant tout développement sur cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements, à ceux qui nous ont beaucoup appris au cours de ce stage, et même à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment très profitable.

- Mes remerciements vont à **Monsieur le directeur FARHAT Kamal** de m'avoir accepté au sein de leur laboratoire pour effectuer mon stage pour ses pertinentes observations et remarques qui ont permis l'amélioration de ce travail.
- Mes sincères remerciements s'adressent à **Monsieur BOUKIR Abdellatif** professeur à la faculté des sciences et technique de Fes qui n'a épargné aucun effort pour nous porter aide et assistance le long de la réalisation de ce modeste travail, et pour ses conseils qui étaient d'une utilité incontestable.
- Je remercie **Mme KHARCHAFI Gizlane**, pour son aide et son soutien.
- Aussi, je remercie **Mlle HILAL Imane**, qui m'a accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de sympathie.
- Je présente également mes sincères remerciements et reconnaissance à tout le personnel du laboratoire : **Sanae, Abdelillah, Mounaim** pour les conseils qu'ils ont pu nous prodiguer au cours de ce mois.
- Mes remerciements vont également à messieurs les membres de jury : Pr Abdelaziz ZEROUALE et El Houssine ALILOU .

Présentation du laboratoire QEE

- Description

Le laboratoire Qualité- Eau- Environnement (**Q.E.E**) est une société à responsabilité limitée créée en 2008. Situé à HAY LALA SOUKAYNA ZOUAGHA – FES, il propose de large gamme de présentations analytiques, de conseils, d'expertises et de formation dans la chimie et de la microbiologie des eaux : naturelles, potables, industrielles et usées.

La partie administrative comporte une direction, un service secrétariat et service comptabilité, La partie réservée au Laboratoire comporte plusieurs salles de : microbiologie, d'analyses physico-chimiques, de stérilisation, de stockage et une salle de lavage.

- Activités principales

Le laboratoire QEE, propose ses services dans les domaines suivant :

- Prélèvements :

- Prélèvement des eaux : eau de robinet, eau de surface, eau profondes et eaux résiduaires,
- Prélèvement des aliments.

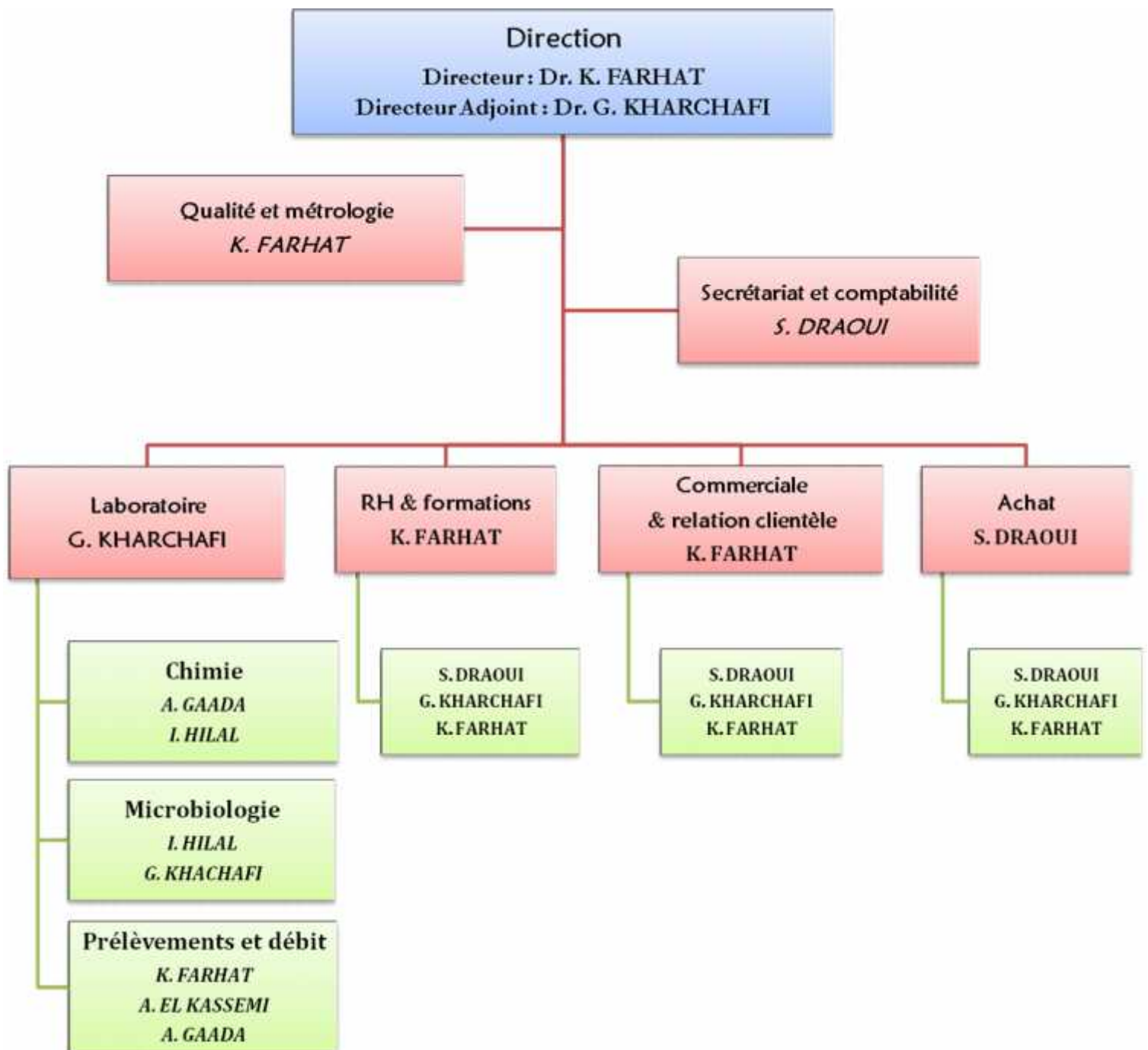
Le laboratoire réalise des prélèvements ponctuels en continu 24h sur 24h à l'aide des automates programmables afin d'obtenir une présentation moyenne des variations des phénomènes de pollution. Ce dispositif est souvent utilisé pour le prélèvement des effluents industriels et urbains.

- Mesure de débit des rejets liquides,

- Analyses chimiques, physico-chimiques et microbiologiques des eaux :
d'alimentation, résiduaire

Réalisation des analyses qui consistent à vérifier la conformité des produits alimentaires à des critères bactériologiques et physico-chimiques.

- Organigramme :



Partie A : Généralités

Partie B : Etudes expérimentales

Bibliographie

- <http://ec.europa.eu/environment/water/water>
- http://www.ands.dz/insp/eau_potable2008.pdf
- <http://www.lenntech.fr/francais/ammonium-environnement.htm>

- http://www.ands.dz/insp/eau_potable2008.pdf
- <http://ec.europa.eu/environment/water/water>

- DUBERNET (M.), - Protocole de validation d'une méthode d'analyse usuelle par rapport à la méthode de référence OIV; Feuillet vert OIV N° 1057. EN1997.

EL BIYAZ Said et ELBIAZ Nouredinne , Mémoire de stage de fin d'étude , licence chimie des matériaux , faculté de sciences ,université sidi mohammed Ben Abdellah (2012-2013) , P (14-15).

Introduction

L'importance de l'eau pour la vie en tant que composant de l'écosystème mondial n'est plus à démontrer. Cette ressource qui répond aux besoins fondamentaux de l'homme est un élément-clé du développement, en particulier pour générer et entretenir la prospérité par le biais de l'agriculture, de la pêche, de la production d'énergie, de l'industrie, des transports et du tourisme.

Selon l'organisation mondiale de la santé, l'eau potable est définie comme étant une eau que l'on peut boire sans risque pour la santé.

C'est une eau exempte de germes pathogènes, de parasites, contenant des molécules indésirables, toxiques dans le respect des normes de qualité établies.

Une seule goutte d'une substance dangereuse peut polluer des milliers de litres d'eau. La pollution générée aujourd'hui pourrait rester pendant des générations dans l'eau souterraine utilisée comme eau potable. En effet, les nombreuses utilisations qui en sont faites, notamment dans le domaine agricole, industriel et par les particuliers, affectent les ressources en eau.

D'où une surveillance et un contrôle rigoureux de la qualité de l'eau de consommation revêt d'une importance primordiale, depuis la source d'approvisionnement, jusqu'au consommateur.

La **première partie** de ce rapport présente un rappel bibliographique sur le traitement de l'eau, ses caractéristiques, et différentes utilisations, ainsi que la présence de l'ammonium dans l'eau potable et les effets qu'il pourra ; présenter sur la santé du citoyen et l'environnement.

La **seconde partie**, sera consacrée à l'étude expérimentale où nous traitons l'ion ammonium par spectrophotomètre UV, ainsi que l'influence de pH sur le dosage de ce polluant dans l'eau potable.

I. L'eau

I.1 – Définition

La molécule d'eau H₂O est chimiquement constituée d'un atome d'oxygène (O) relié à deux atomes d'hydrogène (H) par deux liaisons covalentes simples, formant un angle de 104.5° la molécule présente un moment dipolaire élevé qui est de 1.85 debye dû à la forte électronégativité de l'atome d'oxygène.

I.2 - Propriétés physicochimiques

L'eau est un liquide transparent, incolore et inodore dont la consommation est vitale pour l'ensemble des organismes vivants. La polarisation de la liaison de la molécule d'eau est à l'origine de nombreuses propriétés remarquables, notamment la formation des liaisons hydrogènes qui s'établissent entre l'atome d'hydrogène qui est lié à un hétéroatome chargé négativement et un autre atome, plus électronégatif.

Cette polarisation permet aussi à l'eau de dissoudre des produits ioniques, en particulier les sels, et de les maintenir dans un état ionisé en entourant chaque ion par un ensemble de molécules d'eau (solvatation).

Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau 1.

Tableau 1: Quelques caractéristiques physico-chimiques de l'eau

Masse molaire	18 g/mol
Température de solidification	0°C
Température de vaporisation	100°C
Masse volumique	1 g/cm ³
Densité à l'état liquide	1
Densité à l'état solide	0,917
Moment dipolaire	1,85 debye
pKa	7,00
pH	7,00

I. 3 - Domaine d'utilisation

Les propriétés physico chimiques de l'eau font de lui un produit de choix dans diverses domaines d'applications comme : l'agriculture notamment pour l'irrigation, l'industrie agroalimentaire, lavage, refroidissement des machines, La sécurité, lutte contre l'incendie.

II .L'ammonium dans l'eau potable

II .1- L'ammonium

L'ion ammonium (NH_4^+) est la forme réduite de l'azote. Il provient principalement de la décomposition des protéines naturelles contenues dans le phytoplancton et les micro-organismes, sécrétion humaine et animale. Il peut être aussi issu de rejets industriels ou agricoles.

Il 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.

La norme marocaine (NM 03.7.001) indique que la concentration maximale d'ammonium est de 0,5mg/l pour les eaux destinées à la consommation humaine.

II.2 - Effets sur la santé

L'ion ammonium NH_4^+ n'est pas très toxique mais ses effets directs sur la santé sont encore mal connus. L'ammonium est le plus fréquemment rencontré sous forme de chlorure d'ammonium ($\text{NH}_4^+ \text{Cl}^-$). Cette substance n'est pas réellement dangereuse pour la santé.

Néanmoins, son inhalation peut provoquer la toux, son contact avec la peau ou les yeux entraîne des rougeurs, son ingestion provoque des nausées, des maux de gorge et des vomissements. En cas d'inhalation, il est préférable de rester à l'air frais, au repos et de consulter un médecin.

En cas de contact avec la peau ou les yeux il faut les rincer abondamment avec de l'eau. En cas d'inhalation, il faut boire de l'eau abondamment et consulter un médecin.

II.3- Effets sur l'environnement

L'ammonium est lui-même peu toxique mais il peut provoquer plusieurs problèmes tels que la corrosion des conduites, la reviviscence bactérienne à l'intérieur de celles-ci, la diminution de l'efficacité du traitement au chlore et le développement de microorganismes responsables de saveurs et d'odeurs désagréables.

Au niveau du milieu naturel, sur les plantes, cela entraîne un déséquilibre dans leur alimentation et augmente leur fragilité vis-à-vis d'autres facteurs secondaires de stress.

Suivant les caractéristiques physico-chimiques des sols et des eaux cela peut déboucher, soit sur un enrichissement en azote, soit sur une acidification avec disparition de la faune et de la flore dans les cas extrêmes.

III. Les Critères de validation

La validation d'une méthode analytique consiste à vérifier certains critères à savoir :

- ❖ Linéarité
- ❖ Fidélité
- ❖ Justesse
- ❖ Limite de détection
- ❖ Limite de quantification

Linéarité : capacité d'une méthode d'analyse, à l'intérieur d'un certain intervalle, à fournir une valeur d'information ou des résultats proportionnels à la quantité en analyse à doser dans l'échantillon pour le laboratoire. Elle permet de donner des informations sur la sensibilité

Fidélité : la fidélité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus, en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de répétabilité et de reproductibilité.

- **Répétabilité :** Condition où les résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le

même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps. L'objectif est d'obtenir des mesures dans des conditions plus similaires possibles.

- **Reproductibilité :**

La reproductibilité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels obtenus dans des conditions de reproductibilité. L'objectif est d'obtenir des mesures dans des conditions où une ou plusieurs sources de variabilité sont venues interférer.

Justesse : Étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée. Elle indique sur quel point la concentration observée approche la valeur réelle, elle est exprimée en valeur absolue.

Limite de détection LD : est la plus basse concentration pour un composé analysé dans une matrice réelle qui, lorsqu'il subit toutes les étapes d'une méthode complète, incluant les extractions chimiques et le prétraitement, produit un signal détectable avec une fiabilité définie statistiquement différent de celui produit par un « blanc » dans les mêmes conditions. Pour l'estimer, on peut calculer la concentration équivalente à 3 fois l'écart type d'un étalon à bas niveau dans un solvant approprié.

$$LD = 3 * S$$

Avec :

LD : limite de détection

S : écart type

Limite de quantification LQ : est la concentration minimale qui peut être quantifiée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie .C'est la concentration équivalente à 10 fois l'écart type obtenu lors de l'établissement de LD.

$$\mathbf{LQ = 10 * S}$$

Avec :

LQ : Limite de quantification

S : écart type

I. Dosage de l'ion ammonium par spectrophotomètre UV

I.1- Spectrophotométrie UV

- **Définition :**

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative destinée à réaliser des dosages ou permettre des suivis quantitatifs de réactions en vue d'étudier, par exemple, des cinétiques de réaction.

La spectrophotométrie est une technique d'analyse qui repose sur l'absorption de la lumière par les espèces chimiques colorées. Une solution est colorée si elle absorbe une partie des radiations de la lumière blanche, la couleur perçue résultant de la superposition des teintes des radiations non absorbées.

- **Principe du spectrophotomètre :**

Un spectrophotomètre mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée. Un dispositif monochromateur permet de générer, à partir d'une source de lumière visible ou ultraviolette, une lumière monochromatique, dont la longueur d'onde est choisie par l'utilisateur. La lumière monochromatique incidente d'intensité I_0 traverse alors une cuve contenant la solution étudiée, et l'appareil mesure l'intensité I de la lumière transmise. La valeur affichée par le spectrophotomètre est l'absorbance A à la longueur d'onde étudiée

- **Appareillage :**

L'étude des absorptions nécessite l'utilisation d'un appareil appelé spectromètre. La figure représente le schéma du principe d'un spectromètre d'absorption UV visible double faisceau

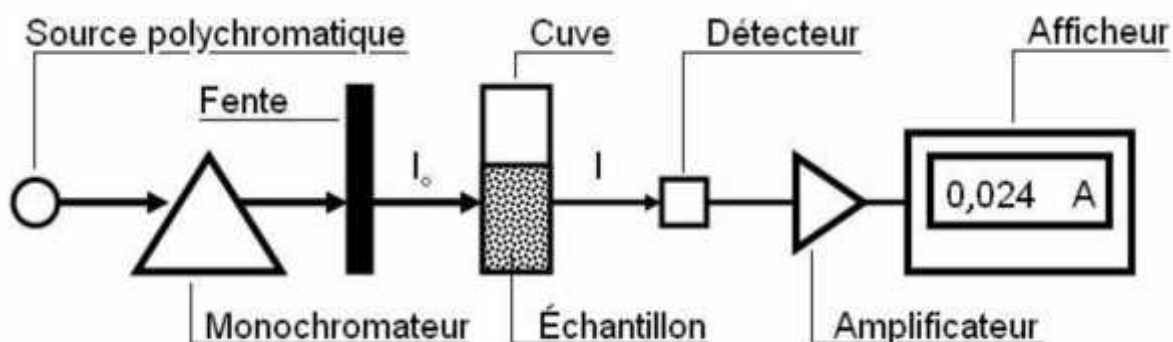


Figure 1 : Schéma de principe d'un spectromètre d'absorption UV visible double faisceau

- **Monochromateur :**

Le monochromateur a pour rôle de disperser le rayonnement polychromatique provenant de la source et d'obtenir des radiations monochromatiques. Les monochromateurs les plus utilisés sont composés en général d'une fente d'entrée, d'un dispositif de dispersion comme un prisme ou un réseau et d'une fente de sortie.

L'échantillon et le détecteur, placé juste derrière le monochromateur, ne seront donc traversés par un domaine étroit de longueurs d'onde.

- **Détecteur :**

Le détecteur est un tube photomultiplicateur qui convertit la lumière reçue en courant. Ce type de détecteurs est de plus en plus remplacé par des photodiodes (semi-conducteurs) plus sensibles.

Le détecteur est relié à un enregistreur qui permet de tracer un spectre d'absorption de l'échantillon analysé.

I.2- Dosage de l'ammonium NM ISO 7150-01:

• **Principe**

Mesure spectrométrique à une longueur d'onde de 655nm du composé bleu formé par réaction de l'ammonium avec les ions salicylate et hypochlorite en présence du nitroprussiate de sodium.

I.3 – Mode opératoire :

• **Réactifs**

Réactif coloré : Utilisé pour la préparation des réactifs de l'eau fraîchement distillée.

Dans une fiole jaugée de 1litre, dissoudre :

- Salicylate de sodium : 130 g
- Citrate tri-sodique di-hydraté : 130 g
- Nitroprussiate de sodium di-hydraté : 0 ,97 g
- Eau distillée : 1000 ml

Solution de dichloroisocyanurate :

- Hydroxyde de sodium en pastilles NaOH : 32 g
- Dichloroisocyanurate de sodium di-hydraté : 2 g
- Eau distillée : 1000 ml

• Solution mère étalon à 1000 mg / litre de NH_4^+ :

- Chlorure d'ammonium (séché à 105°C pendant 2h) : 3,819 g
- Eau distillée : 1000 ml
- ✓ La solution est stable pendant 1 mois.

• Solution fille étalon à 100mg / litre de NH_4^+ (solution fille 1) :

- Solution mère à 1000mg/litre : 100 ml
- Eau distillée : 1000 ml
- ✓ La solution est stable pendant une semaine.

• Solution fille étalon à 1 mg/litre de N- NH_4^+ (solution fille 2) :

- Solution fille à 1 mg/litre : 1 ml
- Eau distillée : 100 ml
- ✓ Cette solution est préparée au moment de l'emploi.

•Solution de lavage de la verrerie :

- Hydroxyde de potassium : 100 g
- Eau distillée : 100 ml
- Ethanol 95 % : 900 ml
- ✓ Dissoudre l'hydroxyde de potassium dans l'eau, laisser refroidir puis ajouter de l'éthanol.

I.4 –Etablissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de fioles jaugées de 50ml, on prépare une série de dilution

Tableau 2 : récapitulatif du protocole expérimental

N° des fioles	T	I	II	III	IV
Solution fille étalon d'ammonium à 1mg/L (ml)	0	10	20	30	40
Eau distillée (ml)	40	30	20	10	0
Réactif coloré (ml)	4	4	4	4	4
Solution de dichloroisocyanurate (ml)	4	4	4	4	4
Correspondance en azote ammoniacal (mg/L)	0	0,2	0,4	0,6	0,8

- ❖ Compléter le volume à 40 ml et homogénéiser.
- ❖ Ajouter dans l'ordre et sans attendre entre chaque ajout :
- ❖ 4ml du réactif coloré et homogénéiser,
- ❖ 4ml de la solution dichloroisocyanurate et homogénéiser,
- ❖ Ajuster au trait jaugé de la fiole 50ml,
- ❖ Agiter vigoureusement et placer les fioles dans un bain marie à 25°C pendant 60 min,
- ❖ Effectuer les lectures au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 655nm.

I.5 -Réactions mises en jeu

Lors de l'ajout des réactifs selon la procédure décrite précédemment (page 8-9-10), les réactions mises en jeu et responsables des colorations sont les suivantes et exprimées selon les 3 équations ci-après.

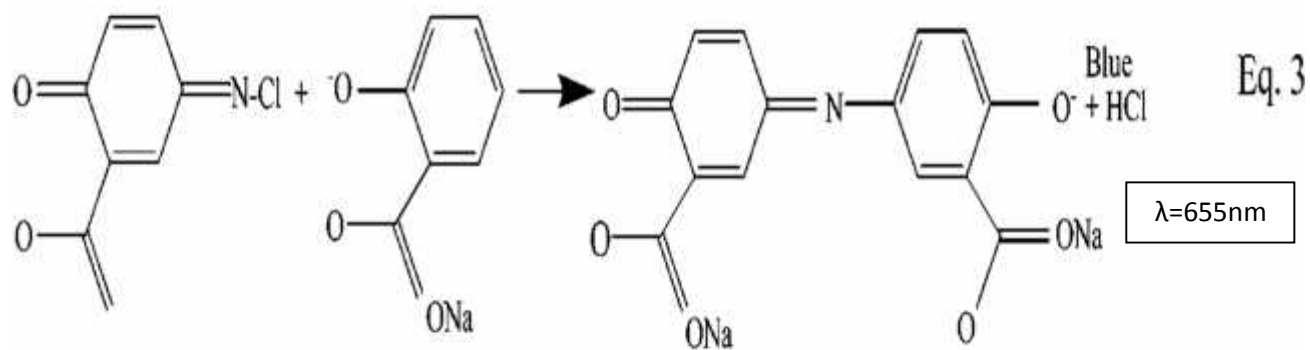
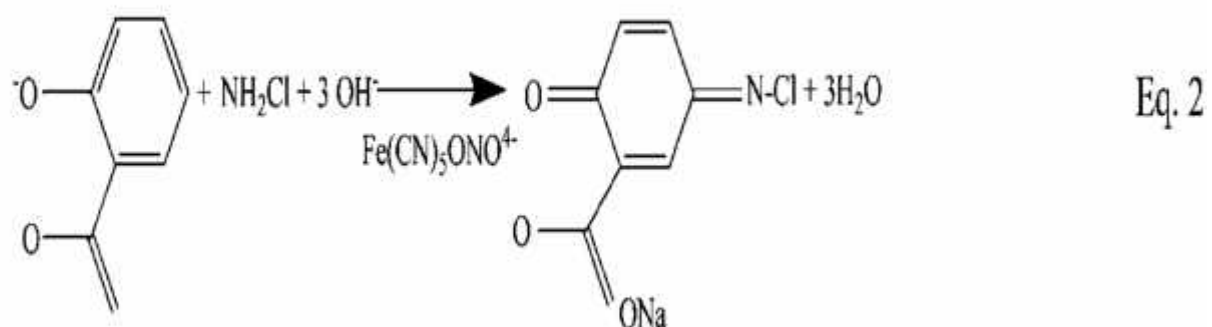
Au niveau du salicylate, le chlorure d'ammonium se fixe sur ce dernier par Réaction de substitution électrophile sur substrat aromatique .La réaction est favorisée par le groupement très donneur par effet mésomère (Ar-O^-) de l'anion phénate qui oriente en position para. Le carboxylate (CO_2^-) du salicylate est attracteur par effet mésomère oriente en position méta.

Ainsi, les 2 groupements activent la même position et fixent le polluant ammonium de l'eau.

- Une deuxième mole du salicylate nucléophile par sa position « para » substitue le Cl fixé et donne un produit conjugué à caractère basique avec un champ de résonance bien étendu responsable de la coloration bleu et absorbant à une longueur d'onde de 655 nm au pH basique.
- Au pH acide, on assiste à une protonation de l'anion phénate (de couleur bleu) pour donner lieu à la formation d'un dérivé phénol de coloration jaune.

Equations mise en jeu sont :

Réaction de Berthelot



$\lambda=655\text{nm}$

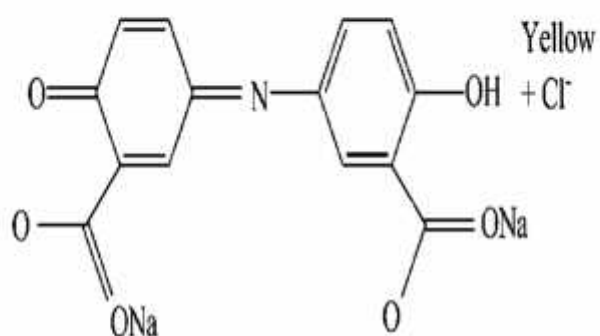




Figure 2 : Variation de la couleur des différentes solutions en fonction du volume de l'ion ammonium (concentration) contenu dans la solution fille 2 (1 mg/l).

I.6- Expression des résultats :

L'Absorbance est définie par la loi de B er - Lambert :

$$A = \epsilon \cdot l \cdot C$$

Avec : A : absorbance de la solution sans unit .

ϵ : coefficient d'extinction molaire en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

l : longueur de cuve travers e par la lumi re en cm

C : concentration molaire en $mol \cdot L^{-1}$

- **lin arit **

Les r sultats de la variation de l'absorbance en fonction du volume de l'ion ammonium (concentration) ajout  et contenu dans la solution fille 2 (1 mg/l) sont regroup s dans le tableau 3.

Tableau 3 : Variation de l'absorbance en fonction du volume de l'ion ammonium (concentration) contenu dans la solution fille 2 ajouté à une longueur d'onde de 655nm.

	Blanc	I	II	III	IV
Absorbance	0,00	0,198	0,399	0,604	0,798
Concentration mg/L	0,00	0,2	0,4	0,6	0,8

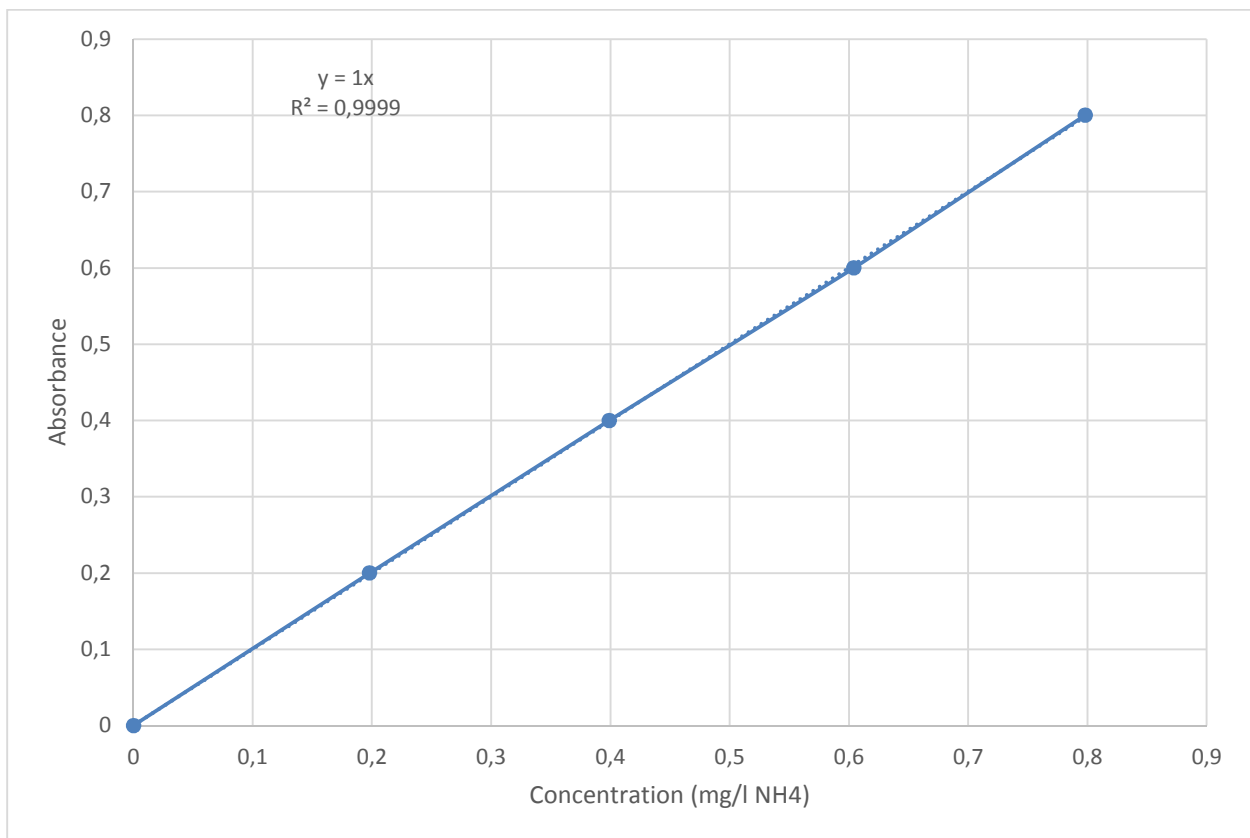


Figure 3 : Courbe d'étalonnage de l'ammonium. Absorbance en fonction de la concentration (mg/l).

➤ **Vérification de la linéarité**

D'après la courbe d'étalonnage de l'ammonium, La linéarité est vérifiée par la droite d'équation suivante :

$$Y = a x + b$$

Coefficient directeur de la droite (a)	1,00094 1
Ordonnée à l'origine (b)	-0 ,000442874 0
Coefficient de corrélation : R²	0 ,9999

Les résultats obtenus sont bien corrélés avec un coefficient de corrélation de 99,99 % .Ainsi, la droite d'équation s'écrit :

$$Y = 1 x$$

➤ **Etude de la Répétabilité :**

- **Mode opératoire :**

Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, nous avons préparé 10 solutions de même concentration 0,4mg/l, dont le protocole expérimental est le suivant :

- ❖ On prélève 20 ml de la solution fille 2 de l'ammonium à 1mg/l et on ajoute :
 - 4ml du Réactif coloré et homogénéiser,
 - 4ml de la solution dichloroisocyanurate,
 - 42ml de l'eau distillée.



Figure 4 : Test de répétabilité de la solution fille 2 (mg/l) : 10 essais

Sur chacune des 10 solutions préparées, nous avons effectué 2 tests de répétabilité pour déterminer leur concentration correspondante à l'azote ammoniacal.

La moyenne et l'écart-type sont déterminés selon les formules suivantes :

$$\text{Moyenne } \bar{X} = \sum X_i/n$$

Avec \bar{X} : moyenne

X_i : concentrations des échantillons

n : nombres des échantillons.

$$\text{Ecart type } S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Avec : S : Ecart type

X_i : concentrations des échantillons

n : nombres des échantillons

\bar{X} : moyenne

Tableau 4 : Détermination par spectrophotomètre UV à une longueur d'onde de 655nm de la teneur en azote ammoniacal contenu dans le chlorure d'ammonium après dilution de la solution mère (solution fille 2). Dosage de 10 essais de même concentration avec 2 tests de répétabilité (1 et 2).

Essais	Test de répétabilité 1 (mg/L)	Test de répétabilité 2 (mg/L)
1	0 ,39	0 ,39
2	0 ,39	0 ,39
3	0 ,39	0 ,39
4	0 ,39	0 ,39
5	0 ,39	0 ,39
6	0 ,39	0 ,39
7	0 ,39	0 ,39
8	0 ,39	0 ,39
9	0 ,41	0 ,41
10	0,40	0,40
Blanc	0 ,00	0 ,00
Moyenne	0,393	0 ,393
Ecart- type	0 ,0067	0 ,0067

D'après le tableau, et après plusieurs tests de répétition, on remarque que les résultats obtenus varient entre 0,39 et 0,41 mg/l avec une valeur moyenne de **0,393 mg/l** dans les deux tests.

II. Analyse de l'eau de robinet

- Mode opératoire

- ❖ Prendre 10 ml de la solution mère à 1000 mg/l et compléter à 100 ml par de l'eau distillé (100 mg/l) (**solution fille 1**),
- ❖ Verser 1 ml de la solution fille étalon à 100 mg/l et compléter à 100 ml de par l'eau distillée (1 mg/l) (**solution fille 2**),
- ❖ Prendre 35 ml de la **solution fille 2** à 1 mg/l et compléter à 100 ml par l'eau de robinet (0,35mg/l) (**solution fille 2'**).

Dans une fiole de 50 ml, préparer une série de 4 solutions y compris un blanc, un témoin, et 2 autres solutions :

- **Solution n°1 : Eau de robinet**

- ❖ Prendre 40 ml de l'eau de robinet,
- ❖ Ajouter 4 ml du réactif coloré,
- ❖ Ajouter 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate,
- ❖ Ajuster par l'eau distillée à 50 ml.

- **Solution n°2 (0,35mg /l) : Eau de robinet + Solution fille 2**

- ❖ Prendre 40 ml de la solution fille 2' (0,35 mg/l),
- ❖ Ajouter 4 ml du réactif coloré,
- ❖ Ajouter 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate,
- ❖ Ajuster par l'eau distillée à 50 ml.

- **Blanc**

- ❖ Prendre 42 ml de l'eau distillée,
- ❖ Ajouter 4 ml du réactif coloré,
- ❖ Ajouter 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate.

- **Témoin (0,35mg /l)**

- ❖ Prendre 17,5 ml de la solution fille 2 à 1mg /l,
- ❖ Ajouter 4 ml du réactif coloré,
- ❖ Ajouter 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate,
- ❖ Ajuster par l'eau de robinet à 50 ml.

Pour les 4 solutions :

- ❖ Agiter et placer dans un bain marie à 25°C pendant au moins 60 min
- ❖ Effectuer la lecture au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 655nm (figure5)

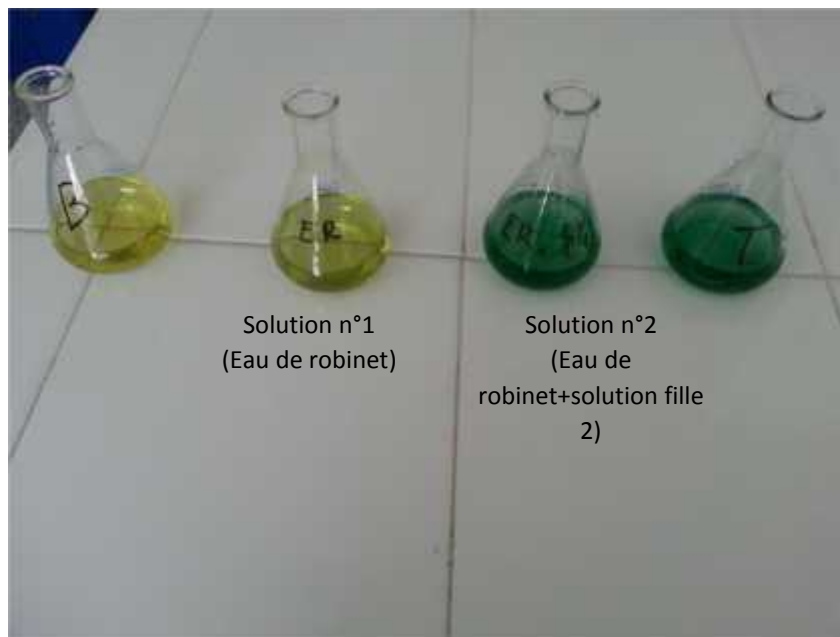


Figure 5 : Comparaison de la concentration en ion ammonium entre les solutions 1 et 2.

Tableau5 : Valeurs en concentrations de l'ion ammonium contenu dans les solutions par spectrophotométrie UV à un longueur d'onde de 655 nm

N°de solution	Blanc	Solution n°1	Solution n°2	Témoin
Concentration de l'azote ammoniacale en mg/l	0,00	0,00	0,35	0,36

➤ **Etude de la Répétabilité :**

- **Mode opératoire :**

Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, on prépare 5 fois la solution n°2 de la même concentration 0,35mg/l, dont le protocole expérimental est le suivant :

- ❖ Prendre 40 ml de la solution de la concentration 0,35 mg/l,
- ❖ Ajouter 4 ml du réactif coloré,
- ❖ Ajouter 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate,
- ❖ Ajuster par l'eau distillée à 50 ml.



Figure 6: Test de répétabilité d'une solution de 0,35 mg/l complétée par l'eau de robinet.

Résultat et discussion :

Tableau 6 : Détermination par spectrophotomètre UV de la teneur en azote ammoniacal contenu dans l'eau de robinet en présence de la solution fille 2 1mg/l à une longueur d'onde de 655nm.

Solutions	Teneur en azote ammoniacal (mg/L)	
	Test de Répétabilité 1	Test de Répétabilité 2
1	0.34	0.34
2	0.34	0.34
3	0.34	0.34
4	0.35	0.35
5	0.35	0.35
Moyenne	0,344	0,344
Ecart -type	0 ,0054	0 ,0054

D'après le tableau, et après plusieurs tests de répétition, on remarque que les résultats obtenus varient entre 0,34 et 0,35 mg/l avec une valeur moyenne de **0,344 mg/l** dans les deux tests.

III .Influence du pH sur le dosage de l'ammonium dans l'eau

Mode opératoire

- ❖ Prendre 10 ml de la solution mère à 1000 mg/l et compléter à 100ml par l'eau distillé : **solution fille1** (100 mg/l),
- ❖ Prendre ml de la solution fille étalon à 100 mg/l et compléter à 100 ml par de l'eau distillée : **solution fille 2** (1 mg/l),
- ❖ Dans une série de fiole de 100 ml :
 - Prendre 35 ml de la solution fille 2 à 1 mg/l+ NaOH ou H₂SO₄ pour obtenir des différents pH (acide, neutre, basique) et compléter à 100ml par de l'eau distillée (0,35mg/l) (**solution fille2'**).
- ❖ Dans une série de fiole de 50 ml :
 - Prélever 40 ml de chaque solution ajustée et ajouter :
 - 4 ml du réactif coloré,
 - 4 ml de la solution de dichloroisocyanurate,
 - Ajuster par l'eau distillée à 50 ml.



Figure 7 : Variation de la concentration des ions ammonium contenus dans la solution fille 2' (0,35mg/l) en fonction du pH.



Figure 8 : Variation de la concentration des ions ammonium contenus dans la solution fille 2' (0,35mg/l) en fonction du pH.



Figure 9 : Variation de la concentration des ions ammonium contenus dans la solution fille 2' (0,35mg/l) en fonction du pH.



Figure 10 : La variation de la concentration d'ion ammonium contenus dans la solution fille 2' (0,35mg/l) en fonction du pH.

D'après les figures (7, 8, 9 et 10) on observe que la concentration de mélange (solution fille 2 + Réactif coloré + Dichloroisocyanurate) change en fonction de la valeur du pH :

- Au pH très acide compris entre 0,8 et 1,07, le mélange ne subit aucun changement de couleur, donc les conditions sont défavorables pour le déclenchement de la réaction.
- Dans un pH entre 1,07 et 12,25 la coloration du mélange varie du vert clair au vert foncé avec l'augmentation du pH.

IV. Résultats et interprétations:

Les Résultats de l'effet du pH sur la variation des concentrations sont regroupés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Effet du pH sur la variation de la concentration en ion ammonium.

pH	Concentration (0,35 mg/L)
0,8	0,00
0,88	0,00
1,07	0 ,00
1,18	0,08
1,40	0,18
1,60	0,27
2,06	0,27
2,46	0,27
3,02	0,27
4,06	0,28
4,93	0,28
5,89	0,28
6,87	0,28
6,92	0,30
7,96	0,30
8,62	0,32
9,14	0,32
10,63	0,32
12,25	0,31

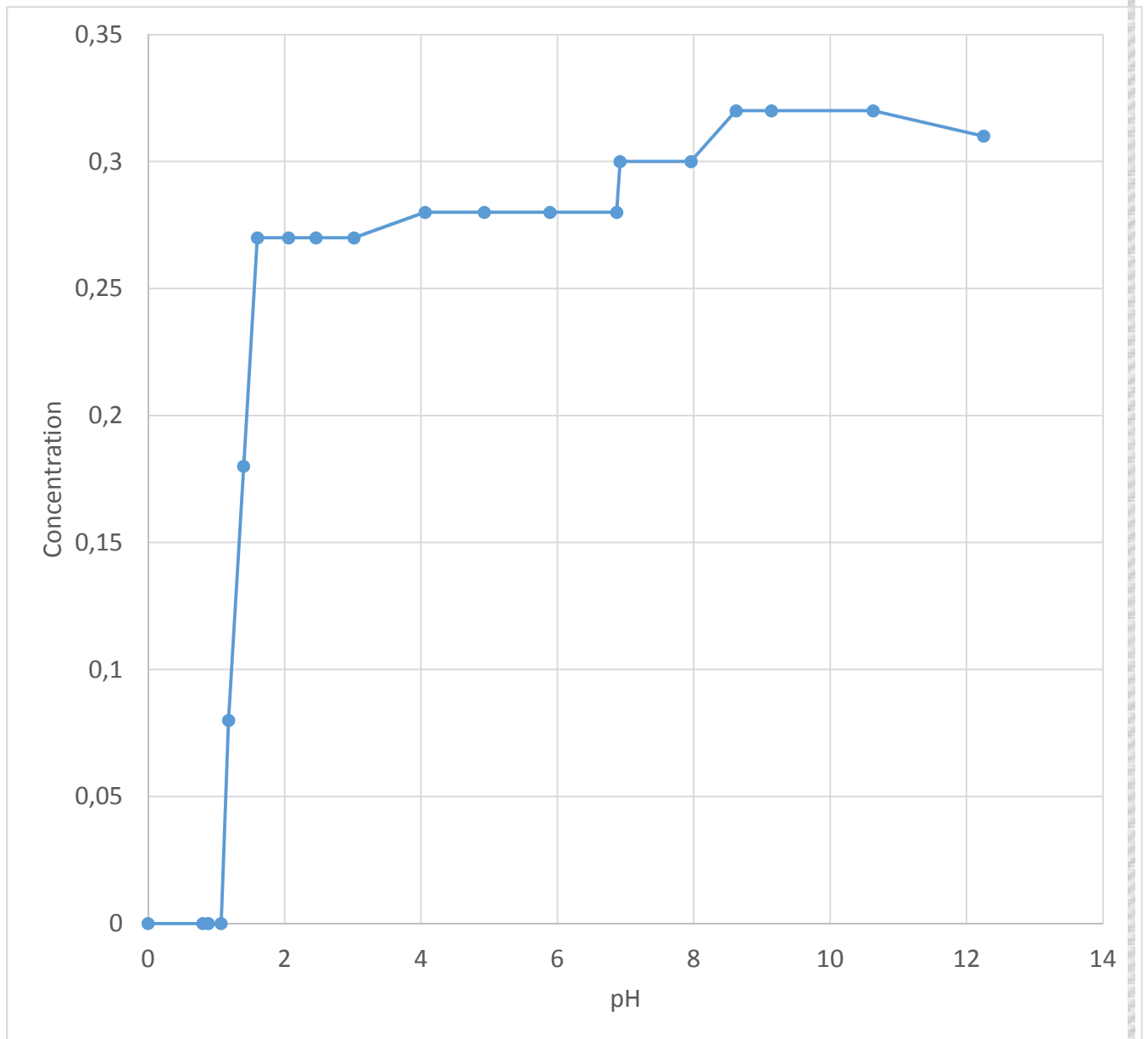


Figure11 : Influence du pH sur la concentration en ion ammonium dans l'eau potable.

D'après le tableau 7 et la figure 11, on peut constater que l'intervalle du pH optimale pour déterminer la concentration réelle d'ion ammoniums (**0,35 mg/L**) de l'échantillon à analyser se situe entre **8,62** et **10,63** (**concentration= 0,32mg/l**) . C'est la valeur la plus proche de la réalité.

Conclusion :

Après avoir étalonné le spectrophotomètre UV et vérifié la linéarité de la méthode du dosage par UV.

- L'analyse par spectrophotomètre UV a été utilisée pour déterminer la teneur en azote ammoniacal d'ions ammonium à la longueur d'onde de 655nm
- L'eau de robinet a fait aussi l'objet d'étude par la même technique d'analyse UV, confirmant ainsi l'absence d'ions ammonium

Enfin, nous avons étudié l'effet du pH (0,8-12,25) afin de déterminer l'intervalle du pH permettant d'avoir la concentration la plus proche de la concentration réelle .

En guise de conclusion, ce stage était très bénéfique sur tous les plans, il m'a permis de faire le rapprochement entre les cours théoriques et ce qui se fait dans le monde professionnel , en outre il m'a permis de renfoncer ma personnalité et d'acquérir de nouvelles compétences qui vont me servir dans mon cursus professionnel.

