

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

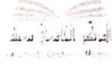
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

CENTRE UNIVERSITAIRE MAGHNA

المركز الجامعي - مغنية -

INSTITUT DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE



معهد العلوم والتكنولوجيا

EXTRAIT DU PROCES VERBAL DE LA REUNION DU CONSEIL SCIENTIFIQUE
DE L'INSTITUT DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

24 Février 2022

L'an deux mille vingt deux, le vingt quatre février à 10h se sont réunis les membres du Conseil Scientifique de l'Institut des Sciences et de la Technologie dont les noms suivent:

- M. HOUARI Ahmed : *Président du Conseil Scientifique ST* ;
- M. ZENASNI Hocine : *Directeur de l'Institut des Sciences et de la Technologie* ;
- Mme. BELARBI Halima : *Cheffe du département d'hydraulique* ;
- M. BELMOKHTAR Azzedine : *Directeur-Adjoint des Etudes de l'Institut des Sciences et de la Technologie* ;
- Mme AINSEBA Nabila : *Directrice-Adjointe des Relations Extérieures de l'Institut des Sciences et de la Technologie* ;
- Mme. BEKRI Yamina : *Responsable de domaine ST*
- Mme. SARI Aouatef : *Représentante du corps Maître de Conférences au Conseil Scientifique de l'Institut* ;
- Mme. BENMANSOUR Khadidja : *Représentante du corps Maître de Conférences au Conseil Scientifique de l'Institut* ;
- M. KAZI-TANI Hychem : *Représentant du corps Maître de Conférences au Conseil Scientifique de l'Institut* ;
- Mme. GHERISSI Radia : *Représentante du corps Maître de Conférences au Conseil Scientifique de l'Institut* ;
- M. ZEGNOUNI Aymen : *Représentant du corps Maître-Assistant au Conseil Scientifique de l'Institut* ;
- M. GAOUR Imad : *Représentant du corps Maître-Assistant au Conseil Scientifique de l'Institut* ;

Etaient absents :

- Mme. SETTOUTI Nadéra : *Représentante du corps Maître de Conférences au Conseil Scientifique de l'Institut (excusée)* ;
- Mme. NEHARI Meriem : *Responsable de la bibliothèque ST (excusée)* ;



Ordre du jour:

L'ordre du jour préétabli est le suivant:

1. Validation des canevas de licences académiques et professionnelles ;
2. Dépôt des polycopiés pédagogiques pour expertise;
3. Confirmation des rapports d'expertise des polycopiés pédagogiques
4. Divers.

3. Confirmation des rapports d'expertise des polycopiés pédagogiques :

Quatre (04) polycopiés pédagogiques déposés auparavant auprès du Conseil Scientifique pour expertise ont reçu tous des **rapports favorables pour leur publication**. Après examen des rapports d'expertise par le Conseil Scientifique, ce dernier a **confirmé les avis favorables accordés par les experts pour chaque polycopié expertisé**. La fiche signalétique des polycopiés en question est la suivante :

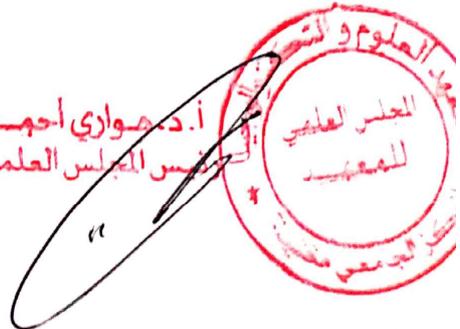
N°	Intitulé	Spécialité	Auteur
1	Travaux Pratiques : Traitement et Epuration des eaux	Hydraulique Urbaine	Dr. REKKAB Afaf
2	Travaux Pratiques : résistance des matériaux	Mécanique	Dr. FODIL Med Amine
3	Aménagement Hydraulique	Hydraulique Urbaine	Dr. REZAGUI Djihed
4	Mécanique du point : cours et exercices corrigés	Physique	Dr. SARI Aoutef

L'ensemble des enseignants (es) ont été remerciés (es) pour leur présence et leur contribution. La séance fut levée à 12h30

Signé :

Président du Conseil Scientifique IST

أ. د. موارى أحمد
رئيس المجلس العلمي
المعهد الجامعي مغنية



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

CENTRE UNIVERSITAIRE DE MAGHNAIA

Département d'Hydraulique

MASTER : SCIENCES DE L'EAU
&
HYDRAULIQUE URBAINE

TRAVAUX PRATIQUES : TRAITEMENT & EPURATION DES EAUX



Préparé par : Dr. REKKAB AFAF née AMARA

2020-2021

Préalable

Ce polycopié est spécialement destiné aux étudiants de Master 1 et 2, il intéresse notamment les étudiants en sciences de l'eau et ceux qui préparent leur master en hydraulique urbaine.

Chaque TP présente un rappel ou des illustrations directes du cours et un compte rendu qui doit être remis par chaque étudiant à la fin de chaque séance.

Sommaire

Partie I : Traitement des eaux

	Intitulé	Page
	Règlement intérieur des travaux pratiques	3
TP N°1	Caractéristiques globales d'une eau (pH, Conductivité et résidu sec)	6
TP N°2	Détermination des carbonates (TA) et bicarbonates (TAC) dans l'eau minérale et l'eau potable	11
TP N°3	Détermination de la dureté de l'eau	15
TP N°4	Dessalement d'eau de mer par distillation & Dosage des ions Chlorures	20

Partie II : Epuration des eaux

	Intitulé	Page
TP N°1	Mesure des matières en suspension (MES) & des matières volatiles en suspension (MVS) et l'indice de Mohlman (IM)	25
TP N°2	Dosage des phosphates par spectrophotométrie	30
TP N°3	Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) et la demande biologique en oxygène (DBO ₅)	35
TP N°4	Détermination de l'azote ammoniacal (NH ₄ ⁺)	43
	Annexes	48
	Références bibliographiques	53

Règlement intérieur des Travaux Pratiques

➤ Manipulation et Compte-rendu :

➔ Pour faire un bon TP, il est indispensable de lire le polycopié et de préparer la partie théorique du compte rendu.

➔ Une feuille de résultats de chaque TP vous sera remise. Vous suivrez pas à pas les points présentés pour préparer la partie théorique et la manipulation.

➤ Règles de Sécurité :

➔ Ne jamais entrer dans un laboratoire sans autorisation.

➔ Le port de la blouse est obligatoire. Cette dernière doit être en coton et non en polyester (le coton brûle en cas de contact avec une flamme, alors que le polyester fond et adhère à la peau), blanche et assez longue pour protéger les jambes et les mains.

➔ Laisser les passages libres entre les paillasse,

➔ Nettoyer immédiatement tout produit, liquide ou solide, répandu sur la paillasse ou sur le sol.

➔ Ne jamais diriger un tube à essais vers vous ou vers quelqu'un d'autre au cours du chauffage ou d'un test. Ne jamais regarder dans l'axe d'un tube à essais.

➔ Vérifier le matériel en verre avant utilisation (éliminer tout verre fêlé, étoilé,...).

➔ Tout accident et toute casse ou détérioration de matériel doivent être signalés immédiatement à votre enseignant.

➔ Ne jamais verser de l'eau dans une solution d'acide concentré (risque de projection et brûlure).

➔ A la fin du TP, vider tous les récipients, rincer et ranger la vaisselle, remplir les burettes avec de l'eau distillée et nettoyer le plan de travail.

➤ Déroulement des manipulations :

Au niveau du laboratoire d'eau, il y a une série de manipulations qui sont rattachées aux modules de Traitement et épurations des eaux pour les étudiants de **Master : Hydraulique Urbaine**. Ces TPs ont pour objectif d'assurer l'approche expérimentale des notions fondamentales présentées dans les cours et les travaux dirigés.

Dans cette série de TP de traitement et épuration des eaux, il y a quatre analyses à réaliser en traitement des eaux de consommation :

- **TP1 : Caractéristiques globales d'une eau (pH, Conductivité, Résidu sec) ;**
- **TP2 : Détermination des carbonates (TA) et bicarbonates (TAC) dans l'eau minérale et l'eau potable ;**
- **TP3 : Détermination de la dureté de l'eau ;**
- **TP4 : Dessalement d'eau de mer par distillation & Dosage des ions Chlorures.**

Et quatre analyses en épuration des eaux usées :

- **TP N°1 : Mesure des matières en suspension (MES) & des matières volatiles en suspension (MVS) et l'indice de Mohlman (IM) ;**
- **TP N°2 : Dosage des phosphates par spectrophotométrie ;**
- **TP N°3 : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) et la demande biologique en oxygène (DBO₅) ;**
- **TP N°4 : Détermination de l'azote ammoniacal (NH₄⁺).**



Partie I :

Traitement des eaux

TP N°1 : Caractéristiques globales d'une eau (pH, Conductivité et résidu sec)

1) Introduction :

Le but de ce TP est de déterminer les caractéristiques globales d'une eau par la mesure du pH, la mesure de la conductivité et la détermination du résidu sec d'une eau.

2) Mesure de pH :

La mesure du pH permet de connaître le niveau d'acidité d'une eau, c'est à dire la concentration d'ions H_3O^+ présents en solution. Par définition, le pH est égal au cologarithme de l'activité des protons.

$$\text{pH} = - \log (\text{H}_3\text{O}^+)$$

Dans les eaux naturelles, le pH est principalement déterminé par la concentration en dioxyde de carbone dissous (CO_2 , H_2O).

2-1) Principe :

Mesure de la différence de potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence plongeant dans une même solution.

2-1) Echantillonnage :

Le pH des eaux, dont la composition risque de se modifier au contact de l'air, doit être mesuré de préférence in situ.

2-2) Mode opératoire :

Après avoir réalisé l'étalonnage du pH-mètre (fascicule correspondant à votre pH-mètre), mesurer le pH de l'eau à analyser. Entre chaque mesure, rincer soigneusement les électrodes à l'eau distillée.

2-3) Résultats :

Les résultats sont exprimés en unité pH à la température de 20 °C. Le pH d'une eau potable doit se situer entre 7 et 8,5 selon les normes internationales.

3) Mesure de Conductivité :

La conductivité électrique peut être utilisée pour contrôler la qualité des eaux de surface, des eaux dans la distribution de l'eau et les stations de traitement et des eaux résiduaires. Elle peut être utilisée comme mesurage de la concentration des solutés ionisables présents dans l'échantillon.

3-1) Principe :

Détermination directe à l'aide d'un instrument approprié de la conductivité électrique de solutions aqueuses. La conductivité électrique est une mesure du courant conduit par les ions présents dans l'eau (phénomène conducteur de la deuxième espèce) et dépend de la concentration des ions, nature des ions, température et viscosité de la solution.

3-2) Mode opératoire :

Mettre l'appareil en marche, étalonner le avec une solution de KCl de concentration connue, et donc de conductivité connue.

Plonger l'électrode dans votre échantillon et lire la conductivité relative à votre échantillon directement sur l'appareil en ($\mu\text{S}/\text{cm}$) ou en (mS/cm). Rincer l'électrode après chaque mesure, les lectures se font à une température constante de 20°C ou à 25°C .

3-3) Calcul de minéralisation à partir de la conductivité :

Il existe une relation entre la teneur en sels dissous d'eau et sa conductivité :

Tableau 1.1 : Relation entre la minéralisation et la conductivité

Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Minéralisation (mg/L)
Conductivité $< 50 \mu\text{S}/\text{cm}$	$1.365079 \times \text{conductivité}$
Conductivité $[50 \text{ à } 166] \mu\text{S}/\text{cm}$	$0.947658 \times \text{conductivité}$
Conductivité $[166-333] \mu\text{S}/\text{cm}$	$0.769574 \times \text{conductivité}$
Conductivité $[333-833] \mu\text{S}/\text{cm}$	$0.715920 \times \text{conductivité}$
Conductivité $[833-10000] \mu\text{S}/\text{cm}$	$0.758544 \times \text{conductivité}$
Conductivité $> 10000 \mu\text{S}/\text{cm}$	$0.850432 \times \text{conductivité}$

La directive des communautés européennes relative à la quantité des eaux destinées à la consommation humaine indique pour la conductivité un niveau guide de $400 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ à la température de 20°C .

3-4) Expression des Résultats :

Le résultat doit être exprimé en milli-siemens par mètre.

- Déterminer la minéralisation d'eau minérale.

$$1 \text{ S/m} = 10^6 \mu\text{S/m} = 10^3 \text{ mS/m}$$

4) Détermination du résidu sec :

Généralement, on détermine le résidu sec à 105 °C et le résidu fixe à 525 °C, la différence correspondant approximativement à la teneur en substances organiques, c'est à dire à ce que l'on appelle perte au feu. Le résidu fixe ou calciné correspond aux substances minérales.

4-1) Matériels :

- Plaque chauffante ;
- Etuve (à 105°C) ;
- Dessiccateur ;
- Une balance de précision.

4-2) Mode opératoire pour la détermination du résidu sec :

Mesurer précisément 50 mL d'eau à l'aide d'une pipette 2 traits puis évaporer progressivement cette eau, dans un bécher taré, au bain-marie avec de l'eau distillée.

Après évaporation totale de l'eau, porter le bécher taré à l'étuve à 105 °C pendant 15 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur pendant un quart d'heure. Peser rapidement après sortie du dessiccateur pour éviter toute absorption d'humidité. (NB : pour obtenir une meilleure précision, il faut augmenter le volume de la prise d'essai au départ).

4-3) Expression des résultats :

$$R_s \text{ à } 105^\circ\text{C} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{M_1 - M_0}{V} * 1000$$

V : Le volume en millilitre de la prise d'essai.

M₀ : La masse en milligrammes de la capsule vide avant utilisation.

M₁ : La masse en milligrammes de la capsule et de son contenu après séchage à 105°C.

- Déterminer le poids du résidu sec d'un litre d'eau en mg/L.

Compte rendu du TP N°1
Caractéristiques globales d'une eau
(pH, Conductivité et résidu sec)

1. Pourquoi est-il si facile de polluer une eau propre ?

.....
.....

2. Quelles sont les principaux paramètres qui permettent d'évaluer la qualité chimique d'une eau ?

.....
.....
.....

3. Détermination du résidu sec (Matière solide en solution) d'une eau minérale.

Echantillon	
Volume soumis à l'évaporation (mL)	
Température de l'assèchement (°C)	
Masse m_1 du bécher (g)	
Masse m_2 de l'ensemble (g)	
$m_1 - m_2 =$ masse du résidu (g)	
$m_1 - m_2 =$ masse du résidu (mg)	
Résidu sec total (g.L^{-1})	

4. Estimer le résidu sec de cette eau d'une autre manière.

.....
.....
.....

5. Donner la définition de la conductivité des solutions.

.....
.....
.....

6. Quels sont les facteurs qui influencent la conductivité d'une solution ?

.....
.....

7. Détermination de la conductivité :

T (°C)	Conductivité (mS.cm ⁻¹)
25°C	
Eau distillée	
Eau de robinet	
Eau minérale	

8. Discuter et comparer les valeurs de la conductivité des différentes solutions.

9. Déduire en g/L la minéralisation d'eau minérale.

10. En dessous de quel pH, la corrosion du métal peut-elle devenir un problème grave ?

11. Mesure du pH de quelques solutions :

solutions	Eau distillée	Eau minérale	Eau du robinet
pH			
Nature de la solution			

12. Quel est le but de la détermination de pH dans une installation de traitement d'eau potable.

13. Donner une conclusion générale.

TP N°2 : Détermination des carbonates (TA) et bicarbonates (TAC) dans l'eau minérale et l'eau potable

1) Introduction :

L'alcalinité totale de l'eau est donnée par la somme des différentes formes d'alcalinité existantes, soit, par la concentration des hydroxydes (OH^-), des carbonates (CO_3^{2-}) et des bicarbonates (HCO_3^-), exprimée en termes de carbonate de calcium. On peut dire que l'alcalinité mesure la capacité de l'eau à neutraliser les acides.

L'un des constituants principaux de la minéralisation des eaux est le bicarbonate de calcium $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, très soluble, il est en équilibre avec le CO_2 et le CaCO_3 . Cet équilibre calco-carbonique dépend du pH, de l'alcalinité et de la température de l'eau.

Le titre alcalimétrique (TA) et le titre alcalimétrique (TAC) traduisent l'alcalinité de l'eau, la connaissance de ces valeurs est essentielle pour l'étude de l'agressivité d'une eau.

- Le TA mesure la totalité des bases libres : OH^- , une des valences des ions carbonates CO_3^{2-} . On le mesure par dosage par une solution titrée d'acide en présence de phénolphtaléine. Si le pH d'une eau est inférieur à 8,3, la phénolphtaléine est incolore et le TA est nul.

- Le TAC mesure l'ensemble des anions suivants : OH^- , CO_3^{2-} et HCO_3^- .

2) Principe de la méthode :

La détermination du TA et TAC par la méthode volumétrique est basée sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minérale dilué, en présence d'un indicateur coloré.

3) Matériels et produits :

Burette, bécher, agitateur, barreau magnétique, solution de HCl à 0,02 M, phénolphtaléine, méthyle orange, eau minérale, eau potable.

4) Mode opératoire :

a- Détermination du TA :

Prélever 50 mL noté V_1 d'eau à analyser dans un bécher, ajouter 2 gouttes de Phi-Phi, une coloration rose doit apparaître, doser en ajoutant de l'HCl noté V_2 jusqu'à décoloration complète. Répéter l'expérience 3 fois.

b- Détermination du TAC :

Ajouter 2 gouttes de méthyle orange à la solution précédente notée V_1 , et titrer de nouveau avec l'acide noté V_3 jusqu'au virage du jaune à l'orange. Répéter l'expérience trois fois.

5) Expressions des résultats :

$$\text{Titre d'Alcalinité (TA)} = \frac{[HCl] * V_2 * 1000}{V_1} \text{ en mmol.L}^{-1}$$

$$\text{Titre d'Alcalinité Complet (TAC)} = \frac{[HCl] * V_3 * 1000}{V_1} \text{ en mmol.L}^{-1}$$

- Déterminer le TA et le TAC en mol.L^{-1} , puis en degrés français °F.

A partir des valeurs des TA exprimés en °F de l'échantillon, on peut calculer les concentrations des espèces chimiques concernées par le dosage grâce au tableau suivant :

	[OH ⁻]	[CO ₃ ²⁻]	[HCO ₃ ⁻]
TA = 0	0	0	TAC
TA < TAC/2	0	2 TA	TAC - 2TA
TA = TAC/2	0	2 TA	0
TA > TAC/2	2 TA - TAC	2 (TAC - TA)	0
TA = TAC	TA	0	0

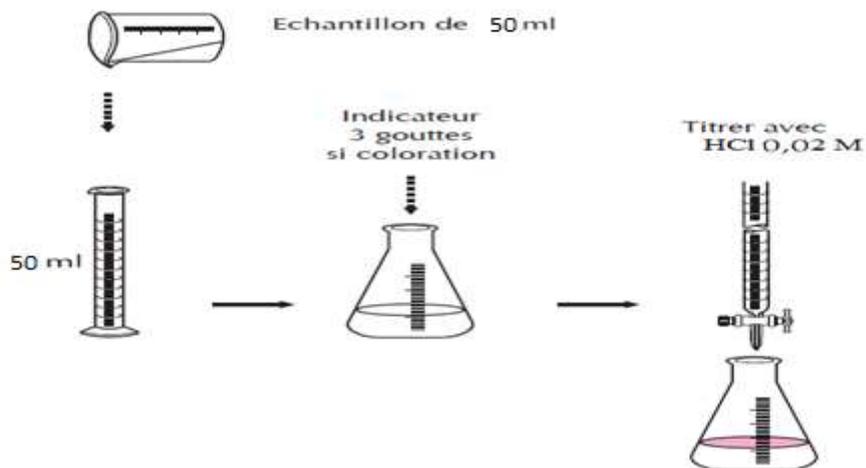


Figure I.1 : Etapes de la détermination du titre de l'alcalinité

Rappels : 1 °F = 0,2 mEq/L

[ion]_{meq/L} = [ion]_{mmol/L} X |charge élémentaire de l'ion|

Compte rendu du TP N°2

Détermination des carbonates (TA) et bicarbonates (TAC)

dans l'eau minérale et l'eau potable

1. Qu'est ce que l'alcalinité de l'eau ?

.....

2. Préciser la nature du titrage effectué.

.....

3. Qu'est-ce que c'est une solution amphotère ? citez un exemple.

.....

4. Mesure de l'alcalinité d'une eau (eau minérale et eau de robinet)

❖ Virage de la couleur :

	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai		
V _e (mL) eau minérale.....			Eau minérale V _e =	eau de robinet V _e =
V _e (mL) eau de robinet				
Couleur				

5. Calculer la concentration de la solution titrée en eq/L.

.....

6. Mesure de l'alcalinité totale d'une eau (eau minérale et eau de robinet)

❖ Virage de la couleur :

	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai		
V_e (mL) eau minérale.....			Eau minérale V _e =	eau de robinet V _e =
V_e (mL) eau de robinet				
Couleur				

7. Calculer la concentration de la solution titrée en eq/L.

.....

8. Déterminer le TAC d'eaux minérale dosée en °F.

.....

9. Calculer les concentrations molaires et massiques en ions hydrogénocarbonate pour l'eau minérale testée.

.....

10. Comparer les résultats expérimentaux aux indications portées sur l'étiquette de la bouteille.

.....

TP N°3 : Détermination de la dureté de l'eau

1) Introduction :

La dureté ou titre hydrométrique d'une eau correspond à la somme des concentrations en cations métalliques à l'exception de ceux des métaux alcalins et de l'ion hydrogène. Dans la plupart des cas, la dureté est surtout due aux ions calcium et magnésium auxquels s'ajoutent quelques fois les ions de fer, aluminium, magnésium et strontium.

 **La dureté totale TH_T** : qui est la somme des concentrations calciques et magnésiennes (Ca^{2+} et Mg^{2+}).

 **La dureté temporaire D_T (ou carbonatée)** : qui est la somme des concentrations de $Ca(HCO_3)_2$ et $Mg(HCO_3)_2$.

La dureté temporaire disparaît à l'ébullition.

Par exemple : $Ca(HCO_3)_2 \rightarrow CaCO_3 + CO_2 + H_2O$

 **La dureté permanente D_P** : Elle représente en général la somme des chlorures et des sulfates de calcium et de magnésium. C'est la dureté qui persiste après l'ébullition de l'eau.

Elle est égale à $D_P = TH_T - D_T$

La dureté d'une eau (indiquant la concentration en ions Ca^{2+} et Mg^{2+}) s'exprime en degrés hydrotimétriques français (°f).

Une dureté de 1 °f correspond à une concentration en ions Ca^{2+} de 4 mg/L ou 2,4 mg/L en ion Mg^{2+} .

Remarque : * L'eau du robinet doit être adoucie lorsque sa dureté est supérieure à 25°F.

* Une eau trop douce n'est pas bonne pour les canalisations, en effet elle favorise leur oxydation. Pour les eaux minérales la dureté peut varier entre 5°F et 150°F.

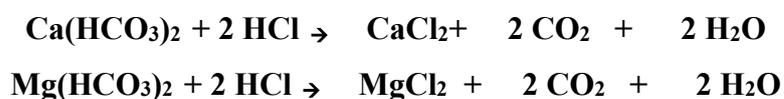
Tableau 1 : Classification des eaux en fonction de leur dureté

Dureté °F	Qualité de l'eau
0 à 5	eau très douce
5 à 12	eau douce
12-25	Eau moyennement dure
25 à 32	eau demi-dure
> à 32	eau dure

2) Principe de la détermination de la dureté temporaire :

On titre de l'eau à analyser par HCl.

Les résultats sont les suivantes :



On utilise comme indicateur coloré le méthylorange dont le virage se produit à $\text{pH} = 4,4$.

2.1) Matériels et produits :

Pipette, bécher, erlenmeyer, burette, plaque chauffante, éprouvette graduée, solution de HCl à (0,1 M), méthyle orange, l'eau à analyser (eau minérale, eau potable).

2.2) Mode opératoire :

Prélever à l'aide d'une pipette $V_1 = 100$ mL d'eau à analyser dans un bécher, ajouter 10 gouttes de méthylorange, titrer par la solution de HCl jusqu'au virage du jaune au jaune-orange. S'assurer qu'une goutte d'acide en excès provoque le passage de la coloration du jaune orange au rose orange ($\text{pH} = 4$).

2.3) Expressions des résultats :

$$D_T = \frac{[\text{HCl}] * V_2 * 1000}{V_1} \text{ en mmol. L}^{-1}$$

- Calculer la dureté temporaire en degrés français °F.

3) Principe de la détermination de la dureté totale :

Les métaux alcalino-terreux présents dans l'eau sont amenés à former un complexe de type chélate par le sel disodique de l'acide éthylène-diminétracétique, désigné sous le nom de complexe III ou E.D.T.A.

La disparition des dernières traces d'éléments libres à doser est décelée par le virage d'un indicateur spécifique noir d'ériochrome T.

Le noir d'ériochrome T se combine avec les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} présents et donne la coloration rouge, après avoir complexé par E.D.T.A tous les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} , présents dans l'eau, l'indicateur donne avec un excès dans l'eau une coloration bleue.

En milieu convenablement tamponné, pour empêcher la précipitation de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, cette méthode permet de doser la somme des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} .

3.1) Matériels et produits :

Pipette, bécher, erlenmeyer, burette, plaque chauffante, fiole, éprouvette graduée, thermomètre, solution E.D.T.A à (0,01 M), solution tampon pH=10, noir d'ériochrome T mélangé à NaCl, l'eau à analyser (eau minérale, eau potable).

3.2) Mode opératoire :

Prélever à l'aide d'une pipette $V_1 = 10$ mL d'eau à analyser dans un bécher, ajouter 10 mL de solution tampon pH=10 et une pincée de l'indicateur. Titrer par la solution de E.D.T.A (0,01 M) jusqu'au virage du rouge de vin au bleu-vert.

3.3) Expressions des résultats :

$$TH_T = \frac{[EDTA] * V_2 * 1000}{V_1} \text{ en } mmol.L^{-1}$$

- Calculer la dureté totale en degrés français °F.
- Conclure la valeur de la dureté permanente en degrés français °F.

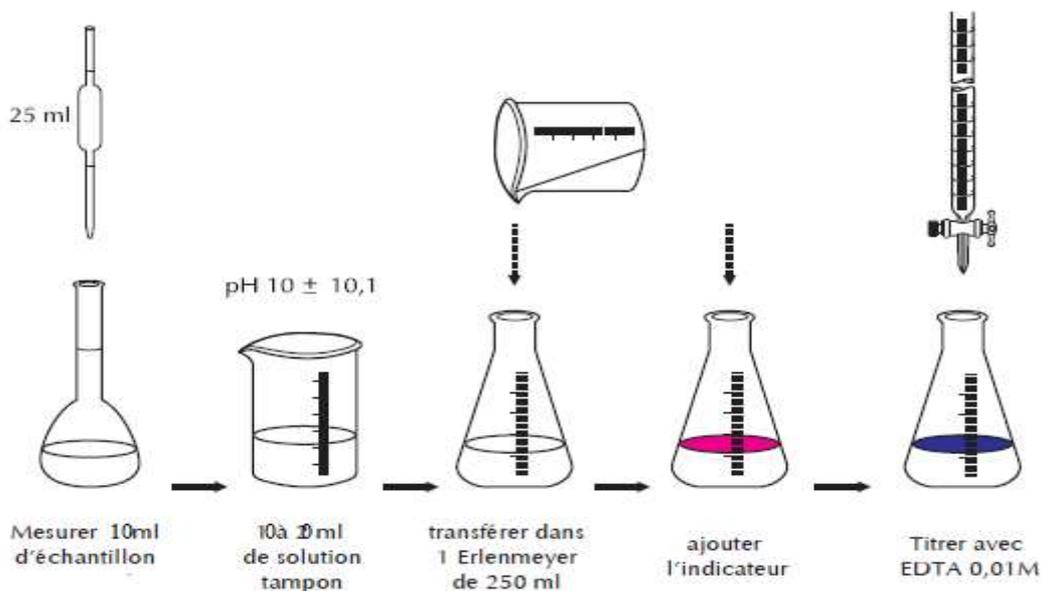


Figure I.2 : Etapes de la détermination de la dureté totale

Rappels : $1 \text{ } ^\circ\text{F} = 10 \text{ mg CaCO}_3/\text{L}$.

Compte rendu du TP N°3

Détermination de la dureté de l'eau

1. Préciser la nature du titrage effectué ?

.....

2. Quel est le rôle de NET ?

.....

3. Quelles sont les conséquences d'utilisation d'une eau dure ?

.....

4. Mesure de la dureté temporaire d'une eau (eau minérale et eau de robinet)

❖ Indicateur coloré utilisé :

	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai		
V_e (mL) eau minérale.....			Eau minérale $V_e =$	eau de robinet $V_e =$
V_e (mL) eau de robinet				
Couleur				

5. Calculer la concentration de la solution titrée en eq/L.

.....

6. Calculer la dureté temporaire en °F.

.....

.....

.....

.....

7. Mesure de dureté totale d'une eau (eau minérale et eau de robinet)

11. Indicateur coloré utilisé :

	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai		
V _e (mL) eau minérale.....			Eau minérale V _e =	eau de robinet V _e =
V _e (mL) eau de robinet				
Couleur				

8. Calculer la concentration de la solution titrée en mmol/L.

.....

.....

.....

.....

9. Déterminer la dureté totale d'eau minérale dosée en °F.

.....

.....

.....

.....

10. Quelle est l'eau la plus dure ? Justifier.

.....

.....

.....

11. Conclusion.

.....

.....

.....

.....

TP N°4 : Dessalement d'eau de mer par distillation & Dosage des ions Chlorures

1) Introduction :

• Une caractéristique de l'eau de mer est bien sûr d'être salée. Le sel de mer est un composé dont le nom complet en chimie est chlorure de sodium. Cette salinité est de l'ordre de 35 g/L pour la Manche, 37 g/L pour la Méditerranée et 300 g/L pour la Mer morte.

• On peut obtenir de l'eau potable par dessalement de l'eau de mer.

2) Distillation d'eau de mer :

Le procédé de distillation consiste à chauffer de l'eau de mer pour en vaporiser une partie. La vapeur d'eau produite ne contient pas de sels ; il suffit alors de la condenser pour obtenir de l'eau douce. Un montage de distillation simple, de laboratoire de chimie est suffisant.

3) Principe:

Il s'agit de réaliser la distillation d'eau de mer puis faire un dosage direct par précipitation des ions chlorures (avant et après distillation) par une solution de nitrate d'argent en présence d'un indicateur chromate de potassium qui en présence d'un excès d'ions Ag^+ forme un précipité rouge. Les réactions mises en jeu sont les suivantes :



4) Matériels et produits :

Pipette, bécher, erlenmeyer, burette, plaque chauffante, éprouvette graduée, dispositif de distillation, solution de AgNO_3 à (0,02 M), Chromate de potassium à 100 g.L^{-1} , l'eau de mer à analyser (avant et après distillation), eau minérale.

5) Mode opératoire :

5.1) Dosage 1 :

• Remplir la burette de solution de nitrate d'argent de concentration $C_2 = 0,02 \text{ M}$. Chasser la bulle d'air et faire le zéro.

• Introduire dans un bécher $V_1 = 20 \text{ mL}$ d'échantillon (ou à un V d'échantillon dilué à 100 mL), vérifier que le pH de l'échantillon est compris entre 7 et 8. Sinon, l'ajuster en ajoutant H_2SO_4 ou NaOH dilués.

- Ajouter 1mL de solution de chromate de potassium.
- **Dosage:** Il se forme un précipité jaune à cause du chromate d'argent. L'équivalence est atteinte quand la coloration rouge orangé persiste.
- Verser la solution de nitrate d'argent et repérer l'équivalence.
- Réaliser un premier dosage rapide en versant la solution de nitrate d'argent millilitre par millilitre jusqu'au changement de couleur. Cela permet d'avoir un encadrement au millilitre du volume équivalent.
- Réaliser un second dosage plus lent. Verser rapidement jusqu'à la zone de virage établie.
- Noter le volume obtenu V_a à l'équivalence.

5.1) Dosage 2 : Détermination de la correction

- Recommencer le dosage précédent sur 20 mL d'eau distillée ;

Noter V_b la chute de burette correspondant au témoin ;

NB : Pour chaque type d'eau étudié (minérale ou distillée), faire ce dosage en double.

6) Expressions des résultats :

- Ecrire l'équation de la réaction de dosage ainsi que la réaction de fin de dosage.

$$mg/L Cl = \frac{(V_a - V_b) * [AgNO_3] * 35,45 * 1000}{V_1}$$

- Calculer la concentration molaire volumique $[Cl^-]_{(aq)}$ en ions chlorure. En déduire la concentration molaire volumique de l'eau non diluée.

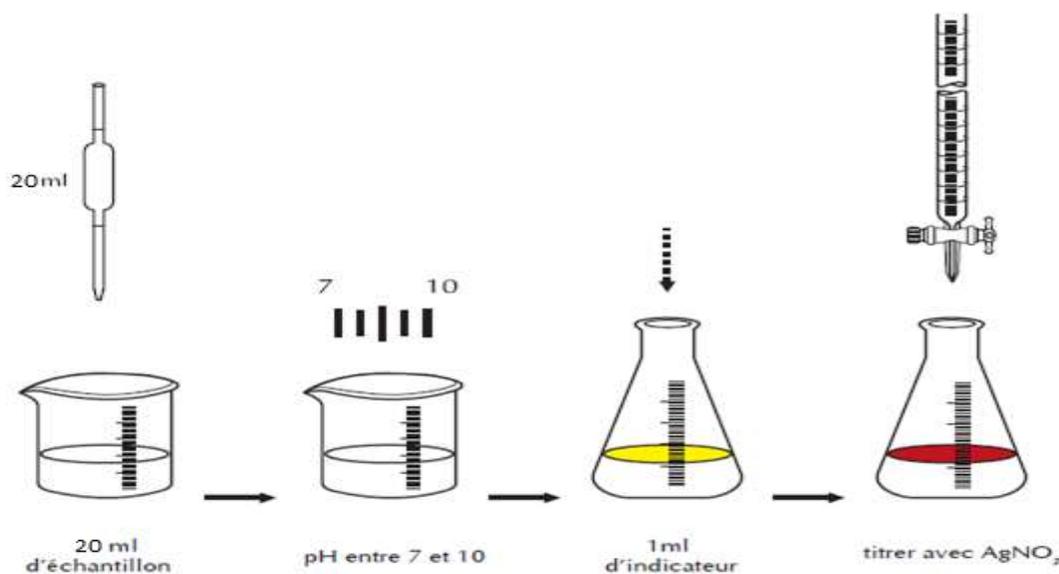


Figure I.3 : Etapes de dosage des ions chlorures

Compte rendu du TP N°4

Dessalement d'eau de mer par distillation

& Dosage des ions Chlorures

1. Donner le principe de dessalement des eaux de mer.

.....
.....
.....
.....
.....

2. A quels cations, les ions chlorures Cl⁻ sont-ils généralement liés dans les eaux naturelles ?

.....
.....

3. Quel est le rôle de K₂CrO₄ dans ce dosage ? Expliquer.

.....
.....
.....

4. Quels est la nature du dosage ?

.....
.....
.....
.....

5. Dosage des chlorures dans l'eau minérale :

6. Virage de la couleur :

.....
.....

Echantillon	Chute de burette (mL)
Eau distillée	B =
Eau minérale	A =

7. Calculer la concentration molaire $[Cl_{(aq)}]$ en ions chlorure.

.....

8. Calculer la concentration massique $[Cl_{(aq)}]$ en ions chlorure et comparer sa valeur avec celle écrite dans la bouteille. $M(Cl) = 35,45 \text{ g.mol}^{-1}$.

.....

9. Dosage des chlorures dans l'eau de mer avant et après distillation :

Virage de la couleur :

.....

Echantillon	Chute de burette (mL)
Eau distillée	A =
Distillat	B =
Eau de mer diluée	C =

10. Calculer la concentration molaire en ion chlorure dans l'eau de mer avant et après distillation.

.....

11. En déduire la concentration massique de l'eau de mer et comparer sa valeur avec la littérature. $M(Na) = 23 \text{ g.mol}^{-1}$

.....

12. Conclusion

.....

Partie II :

Épuration des eaux

TP N°1 : Mesure des matières en suspension (MES) & des matières volatiles en suspension (MVS) et l'indice de Mohlman (IM)

1) Introduction :

Les matières en suspension rencontrées dans les eaux sont très diverses tant par leur nature que leurs dimensions. Elles sont caractérisées par :

- Matières organiques : particules organiques composées de micro-organismes et de produits de dégradation animaux et végétaux.
- Matières minérales : quartz, argiles et les sels insolubles.

La mesure de MES permet de caractériser la pollution particulaire d'une eau et est répertoriée dans la pollution carbonée selon la législation en vigueur.

2) Principe :

L'eau est filtrée et le poids des matières retenues est déterminé par différence de pesée.

3) Appareillage :

- ▶ Balance de précision électronique.
- ▶ Filtre.
- ▶ Etuve.
- ▶ Dessiccateur.
- ▶ Pompe à vide.
- ▶ Chronomètre.

4) Mode opératoire :

A- Mesure des matières en suspension (MES) :

a- Préparation des filtres par l'eau distillée :

- ▶ Laver le filtre par l'eau distillée.
- ▶ Mettre le filtre dans l'étuve à 105°C pendant 2 heures.
- ▶ Laisser refroidir dans le dessiccateur.
- ▶ Peser.

b- Filtration de l'échantillon :

- ▶ Placer le filtre (la partie lisse en bas) sur le support de filtration.
- ▶ Agiter le flacon d'échantillon.
- ▶ Verser un volume de 100 mL d'échantillon dans l'éprouvette graduée.
- ▶ Filtrer l'échantillon.
- ▶ Rincer les parois internes de l'éprouvette graduée avec l'eau distillée
- ▶ Retirer avec précaution le papier filtre à l'aide de pinces.
- ▶ Mettre le filtre dans l'étuve à 105°C pendant 2 heures.
- ▶ Laisser refroidir dans le dessiccateur.
- ▶ Peser le filtre.

B- Mesure de la matière volatile en suspension (MVS) :

Elle représente la partie organique non dissoute d'un échantillon.

La calcination du résidu à 525 °C pendant 1 à 1H 30 mn (échantillon d'eau) conduit à la volatilisation des matières organiques.

La différence de masse entre le résidu sec dans le cas d'un échantillon liquide ou matière sèche lorsqu'il s'agit d'un milieu solide (boue) et le résidu calciné correspond aux MVS.

C- L'indice de Mohlman (ou Sludge Volume Index) :

Se définit comme étant le volume occupé après décantation de 30 minutes d'un échantillon de boues correspondant à 1 gramme de matière en suspension.

La détermination de l'indice de Mohlman :

Prélever la liqueur mixte dans le bassin d'aération après un fonctionnement des aérateurs d'au moins 15 minutes et le plus loin possible de la recirculation.

- Remplir une éprouvette avec 1000 mL de liqueur mixte.
- Mélanger par retournement l'éprouvette, la poser à l'ombre.
- Chronométrer 30 minutes. Noter alors le volume de boues V_{30} .
- Si le volume est inférieur à 300 mL.L⁻¹, relever cette valeur, elle permettra de calculer l'indice de Mohlman (I_m).

- Si le volume est supérieur à 300 mL.L⁻¹, réaliser une dilution de la liqueur mixte avec de l'eau clarifiée de manière à avoir un volume de boues décantées inférieur à 300 mL.L⁻¹. Puis recommencer le processus.
- Après 30 minutes, relever la valeur du V₃₀, si le volume de boues décantées est alors inférieur à 300 mL.L⁻¹, elle permettra de calculer l'indice de boues (I_b).

5) Expression des résultats :

$$IM = \frac{V_d \left(\frac{mL}{L} \right)}{MES \left(\frac{g}{L} \right)} \left(\frac{mL}{g} \right)$$

L'indice de Mohlman permet de traduire la bonne aptitude des boues à la décantation (bonne ou mauvaise décantation). Un IM compris entre 50 et 100 correspond à une très bonne décantabilité des boues. Au-delà de 150, des difficultés commencent à apparaître.



A-Dispositif de filtration



B- Balance



C- Étuve

Figure II.1 : Appareil de mesure de MES

Compte rendu du TP N°1

Mesure des matières en suspension (MES) & des matières volatiles en suspension (MVS) et l'indice de Mohlman (IM)

1. Quelle est l'origine des MES dans les eaux usées ?

.....

2. Quelle est la composition des MES ?

.....

3. Détermination des MES.

Echantillon	
Volume soumis à la filtration (mL)	
Température de l'assèchement (°C)	
Masse m ₁ du filtre (g)	
Masse m ₂ de l'ensemble (g)	
m ₂ – m ₁ = masse du filtrat (g)	
m ₂ – m ₁ = masse du filtrat (mg)	
MES (mg.L ⁻¹)	

4. Comment peut-on déterminer les MVS ?

.....

5. Donner le principe de la méthode.

.....

6. Détermination de l'indice de Mohlman :

Eau à analyser	IM
Echantillon 1	
Echantillon 2	

7. Discuter et comparer les valeurs obtenues des différents échantillons.

.....
.....
.....
.....

8. Quelle est la marge acceptable.

.....
.....
.....
.....
.....

9. Quelles sont les étapes de la décantation ?

.....
.....
.....
.....

10. Donner une conclusion générale.

.....
.....
.....
.....
.....
.....

TP N°2 : Dosage des phosphates par spectrophotométrie

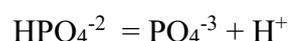
1) Introduction :

Les phosphates (PO_4^{3-}) peuvent être d'origine organique ou minérale. Le plus souvent, leur teneur dans les eaux naturelles résulte de leur utilisation en agriculture, et comme agents de traitement des eaux de chaudières.

Les composés phosphorés qui, sans hydrolyse ou minéralisation, répondent au test spectrométrique sont considérés comme étant des ortho-phosphates, dont la teneur peut être exprimée en mg/L de P, de PO_4^{3-} ou de P_2O_5 .

$$1 \text{ mg/L } \text{PO}_4^{3-} = 0,747 \text{ mg/L } \text{P}_2\text{O}_5 = 0,326 \text{ mg/L P}$$

Les ortho-phosphates ne sont pas (ou rarement) dans les eaux sous forme PO_4^{3-} qui est la base finale des trois équilibres suivants de l'acide phosphorique.



Aux pH des eaux naturelles (entre 7 et 8) les ortho-phosphates sont sous forme H_2PO_4^- et HPO_4^{2-} principalement.

2) Principe :

- Réaction des ions ortho-phosphates avec une solution acide contenant des ions de molybdate et d'antimoine pour former un complexe d'antimonyl-phospho molybdate.

- Réduction du complexe par l'acide ascorbique pour former un complexe de molybdène fortement coloré en bleu.

- Mesure de l'absorbance de ce complexe pour déterminer la concentration des ortho-phosphates présents.

Les poly-phosphates et certains composés organochlorés sont dosés après transformation par hydrolyse par l'acide sulfurique en ortho-phosphates réagissant avec du molybdate.

3) Matériels :

Fioles de 25 mL- Epruvettes- Pipettes – Spectrophotomètre.

4) Réactifs :

- Acide sulfurique (H_2SO_4) ($d = 1,84$) à 15 % environ en volume.
- Solution de molybdate d'ammonium à 40 g/L.
- Solution d'acide ascorbique à 20 g/L.
- Solution de Tartrate de potassium et d'antimoine hemihydraté $[(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O})]$ à 2,8 g/L ;
- Réactif combiné :
 - * Solution d'acide sulfurique : 50 mL ;
 - * Solution de tartrate double d'antimoine et de potassium : 5 mL ;
 - * Solution de molybdate d'ammonium : 15 mL.
 - * Eau distillée : 100 mL.
- Solution standard de KH_2PO_4 : 50 mg P/L ;
- Solution fille étalon à 1 mg/L de phosphore.

5) Etablissement de la courbe d'étalonnage :

Dans une série de fiole jaugée de 25 mL, introduire :

Numéros des fioles	1	2	3	4	5	6
Volumes de la solution étalon de phosphore à 1 mg/L en mL	0	1	5	10	15	20
Volume d'eau distillée en mL	20	19	15	10	5	0
Volume d'acide ascorbique en mL	1	1	1	1	1	1
Volume du réactif combiné en mL	4	4	4	4	4	4
Absorbance						

Homogénéiser les solutions, attendre 30 min la stabilisation de la coloration et effectuer les mesurés au spectromètre à la longueur d'onde de 800 nm.

6) Mode opératoire :

Introduire 20 mL d'eau à analyser dans une fiole jaugée de 25 mL, ajouter 1 mL de solution d'acide ascorbique puis 4 mL du réactif combiné puis analyser l'échantillon.

7) Expression des résultats :

- Tracer la courbe d'étalonnage ;
- Déduire la teneur en ortho-phosphates (mg/L) pour les échantillons.



Figure II.2 : Spectrophotomètre UV-Visible

Compte rendu du TP N°2

Dosage des phosphates par spectrophotométrie

1. Donner la réaction d'élimination physico-chimique du phosphore par le FeCl_3 ?

.....

2. Démontrer que $1 \text{ mg/L de PO}_4^{3-} = 0,326 \text{ mg/L de P}$?

.....

3. Donner le principe du dosage des phosphates ?

.....

4. Etablissement de la courbe d'étalonnage :

Remplir le tableau :

Numéros des fioles	1	2	3	4	5	6
Concentrations de la solution étalon de phosphore (mg/L)						
Volume d'eau distillée en mL	20	19	15	10	5	0
Volume d'acide ascorbique en mL	1	1	1	1	1	1
Volume du réactif combiné en mL	4	4	4	4	4	4
Absorbance						

5. Tracer la courbe d'étalonnage Absorbance = f (Concentration) et donner l'équation de votre droite.

.....

.....
.....
6. Donner le principe d'UV-Visible.

.....
.....
.....
.....
.....
.....

7. Calculer la concentration de la solution inconnue.

.....
.....
.....
.....
.....
.....

8. Calculer la concentration en mg PO_4^{3-} /L.

.....
.....
.....
.....
.....
.....

9. Conclure :

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

TP N°3 : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) & la demande biologique en oxygène (DBO₅)

Partie I. : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

I.1) Introduction :

La demande chimique en oxygène est un indice de pollution, liée à la présence des matières oxydables, biodégradables ou non.

La mesure de la DCO est une analyse courante de laboratoire dans laquelle tous les matériaux oxydables dans l'échantillon sont oxydés par du bichromate de potassium.

I.2) Principe :

Il s'agit d'une oxydation chimique des matières réductrices contenues dans l'eau par excès de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) en milieu acidifié par acide sulfurique (H_2SO_4), en présence de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) et de sulfate de mercure ($HgSO_4$).

I.3) Appareillage :

- Matériels courant de laboratoire ;
- Appareils à reflux constitué d'une fiole, d'un tube ou d'un ballon à fond plat de 250 mL environ surmonté d'un réfrigérant adaptable ;
- Plaque chauffante ;
- Burette de précision.

I.4) Réactifs :

- ✓ Solution de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) à 0,04 mol/L et contenant du sulfate de mercure (II) ;
- ✓ Solution d'acide sulfurique ;
- ✓ Solution sulfate d'argent ;
- ✓ Solution indicateur Féroïen.
- ✓ Solution sulfate de fer ferreux et d'ammonium (sel de Mohr) $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ à 0,12 mol/L, cette solution doit être étalonnée chaque jour de la manière suivante :

- Introduire 10 mL de la solution de dichromate de potassium dans un bécher.
- Diluer à 100 mL avec l'acide sulfurique à 4 mol/L.
- Laisser refroidir.
- Titrer avec la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium en présence de 2 à 3 gouttes de la solution de Ferroïne.
- La concentration C, exprimée en moles par litre de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium est donnée par la formule :

$$C = 2,4/V$$

V est le volume de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium consommé lors le titrage.

I.5) Mode opératoire :

- Digestion de l'échantillon :

- Transvaser 10 mL de l'échantillon pour l'analyse (diluer si nécessaire) dans le ballon, ajouter 5 mL de solution de dichromate de potassium ;
- Ajouter avec précaution 15 mL d'acide sulfurique et sulfate d'argent et raccorder immédiatement le tube au réfrigérant tout en ajoutant quelques billes en verres ;
- Répéter les deux étapes précédentes pour l'échantillon à blanc (10 mL d'eau distillée) ;
- Amener le mélange réactionnel à l'ébullition pendant 120 minutes à 150°C ;
- Rincer les réfrigérants à l'eau distillée et refroidir les ballons.

- Titration de l'échantillon :

- Transvaser le contenu de chaque ballon, rincer avec l'eau distillé 3 ou 4 fois.
- Ajouter 5 ou 6 gouttes l'indicateur coloré Féroïen.
- Après le refroidissement titrer avec une solution de sulfate de fer ferreux et ammonium jusqu'au moment où la couleur de la solution change de vert bleu à orangé.

I.6) Expression des résultats :

Le résultat est donné par l'expression suivante :

$$\text{DCO (mg O}_2\text{/L)} = 8000 * C (V_1 - V_2) / V_0$$

C = Concentration exprimée en moles par litre de la solution de sulfates de fer II et d'ammonium.

V_0 = est le volume en ml de la prise d'essai avant dilution éventuelle (s'il y a lieu).

V_1 = est le volume en ml de la solution de sulfate de fer II et d'ammonium utilisé pour l'essai à blanc.

V_2 = est le volume en ml de la solution de sulfate de fer II et d'ammonium utilisé pour la détermination de l'échantillon.

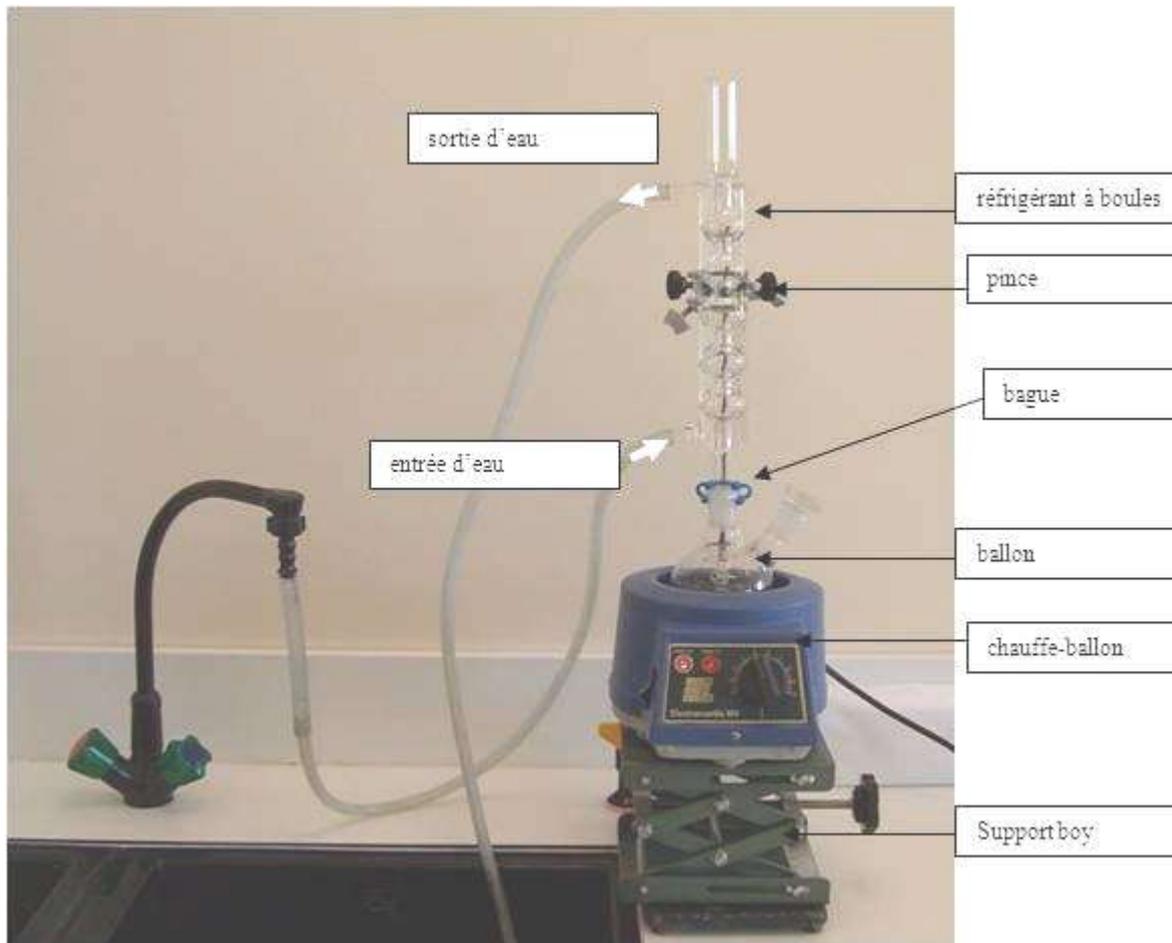


Figure II.3 : Chauffage à reflux

Partie II : Détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO_5)

II.1) Introduction :

La demande biochimique en oxygène (DBO) est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène utilisée pour la destruction de matières organiques décomposables par des processus biochimiques. La détermination de la DBO sert à évaluer la concentration des polluants organiques dans les entrées et sorties de stations d'épuration biologique, c'est-à-dire à mesurer le rendement. La mesure de la DBO_5 est faite selon la méthode manométrique

basée sur le principe du respiromètre de WARBURG au cours duquel la respiration de la biomasse est directement mesurée par un appareil. Un volume d'échantillon est placé dans des flacons à bouchon rodé.

II.2) Principe :

L'échantillon d'eau introduit dans une enceinte thermostatée est mis sous incubation. On fait la lecture de la masse d'oxygène dissous, nécessaire aux microorganismes pour la dégradation de la matière organique biodégradable en présence d'air pendant cinq (5) jours. Les microorganismes présents consomment l'oxygène dissous qui est remplacé en permanence par l'oxygène de l'air, contenu dans le flacon provoquant une diminution de la pression au dessus de l'échantillon. Cette dépression sera enregistrée par une OXITOP.

II.3) Appareillage et réactifs :

- ▶ Incubateur conservant une température de 20°C.
- ▶ Un agitateur magnétique.
- ▶ Bouteilles brunes de 510 mL.
- ▶ OXI TOP.
- ▶ Pastilles hydroxyde de sodium (pour absorber le CO₂ dégager par le microorganisme).
- ▶ Le pH de l'échantillon doit être compris entre 6 et 8. Dans le cas contraire, il sera amené dans cette gamme à l'aide de solution d'HCl ou de NaOH à environ 0,5 M.

II.4) Procédure :

La détermination de la DCO est primordiale pour connaître les volumes à analyser pour la DBO₅.

Volume de la prise d'essai (DBO₅) = DCO (mg/l) × 0.80, pour les eaux urbaines.

- ▶ Introduire la quantité de l'eau à analyser suivant le tableau II. 4.1. En fonction de la valeur de DCO.

Tableau II. 4.1 : Volume d'échantillon d'après la DCO

La charge	DCO (mg/l)	Prise d'essai (ml)	Facteur
Très faible	0-40	432	1
Faible	0-80	365	2
Moyenne	0-200	250	5
Plus que moyenne	0-400	164	10
Un peu chargée	0-800	97	20
Chargée	0-2000	43.5	50
Très chargée	0-4000	22.7	100

- ▶ Introduire l'agitateur magnétique dans la bouteille ;
- ▶ Mettre 2 pastilles d'hydroxyde de potassium dans chaque bouchon intérieur (noir) avec deux pincettes ;
- ▶ Visser la tête de mesure sur les bouteilles.
- ▶ Appuyer simultanément sur les touches (S+M) durant 3 secondes jusqu'au l'apparition du message (00). Mettre au réfrigérant à 20°C pendant cinq jours.
- ▶ Lire au bout de cinq jours la valeur affichée et appliquer le coefficient pour la valeur réelle.

II.5) Expression des résultats :

$$\text{DBO}_5 \text{ (mg O}_2\text{/L)} = \text{Lecture} \times \text{Facteur}$$



Figure II.4 : DBO-mètre

Compte rendu du TP N°3

Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

1. Quelle est la différence entre la DCO et la DBO₅ ?

.....
.....
.....
.....

2. Donner le principe de la détermination de la DCO.

.....
.....
.....
.....

3. Définissez le rapport DCO/DBO₅.

.....
.....
.....
.....

4. Quel est l'intérêt d'un montage à reflux ?

.....
.....
.....
.....

5. Calcul de la concentration de la solution dosante de sel de MOHR :

❖ Indicateur coloré utilisé :

❖ Indiquer approximativement le volume d'équivalence (par un encadrement).

$< V_e <$

	Solution
V (mL)	
Couleur	

TP N°4 : Détermination de l'azote ammoniacal (NH_4^+)

1) Introduction :

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 industrielle.

2) Principe :

Entraînement à la vapeur en milieu alcalin de l'ammoniaque libre ou salifiée, puis dosage par titrimétrie avec H_2SO_4 par un indicateur coloré.

3) Produits chimiques :

- Acide sulfurique concentré ($d = 1,84$).
- NaOH à 400 g/L.
- Solution d'acide borique à 10 g/L.
- Solution de rouge de méthyle et de vert de bromocrésol (= Indicateur mixte ou indicateur de Tashiro) : Dissoudre 100 mg de rouge de méthyle et 500 mg de vert de bromocrésol dans 500 mL d'éthanol à 95 %.

4) Appareillage :

- Matériels courant de laboratoire.
- Appareils de distillation.
- Burette au 1/20.

5) Mode opératoire :

- Introduire 100 mL d'échantillon dans un ballon de 250 mL.
- Placer le ballon sur le système d'entraînement à la vapeur.
- Ajouter 50 mL d'hydroxyde de sodium à 400 g/L.

Pour recueillir le distillat, on placera à la sortie de l'appareillage un erlenmeyer de 250 mL contenant 10 mL d'acide borique à 10 g/L.

- Recueillir environ 100 à 150 mL de distillat.

Dosage :

Dans l'erenmeyer qui a recueilli le distillat (50 mL), ajouter 2 à 3 gouttes de l'indicateur mixte sachant que la quantité d'ammoniac trouvée était contenue dans l'échantillon initial (100 mL).

Titre avec la solution titrée d'acide sulfurique à 0,05 mol/L.

Essai à blanc :

Procéder comme pour la prise d'essai de l'échantillon mais en utilisant de l'eau distillée.

6) Expressions des résultats :

Examen des équations chimiques qui se produisent au cours des différentes étapes :

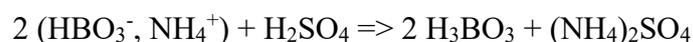
a) Passage de la forme ionisée à la forme moléculaire (entraînable à la vapeur) :



b) Entraînement à la vapeur de NH₃ et piégeage dans l'acide borique :



c) Dosage par l'acide sulfurique en présence d'indicateur coloré :

**Bilan :**

1 mole d'acide sulfurique permet de dosage de 2 moles de NH₄⁺.

La concentration en azote ammoniacal, exprimée en mg/L d'azote (N) est donnée par la formule :

$$\frac{2 (V_1 - V_0) \cdot C \cdot 1000 \cdot 14}{V}$$

Avec :

C = concentration (en moles /L) de la solution – d'acide sulfurique utilisée pour le dosage.

V₁ = volume (en mL) d'acide sulfurique utilisé pour le dosage de l'échantillon.

V₀ = volume (en mL) d'acide sulfurique utilisé pour le dosage de l'essai à blanc.

V = volume (en mL) de la prise d'essai.

Compte rendu du TP N°4

Détermination de l'azote ammoniacal (NH_4^+)

1. Définissez l'azote de Kjeldahl ?

.....
.....
.....
.....

2. Donner le principe d'élimination d'azote dans une STEP ?

.....
.....
.....
.....

3. Citer un effet négatif d'azote sur la santé humaine ?

.....
.....
.....
.....

4. Quelles sont les sources d'azote dans les eaux usées ?

.....
.....
.....
.....

5. Expliquer toutes les étapes strictement nécessaires pour mesurer l'ammonium contenu dans un échantillon d'eau usée ?

.....
.....
.....
.....
.....

6. Mesure de la concentration d'ammonium d'une eau distillée :

- ❖ Indicateur coloré utilisé :
- ❖ Indiquer approximativement le volume d'équivalence (par un encadrement).

$$\langle V_e \rangle$$

	eau distillée
V (mL)	
Couleur	

7. Mesure de la concentration d'ammonium d'une eau usée :

- ❖ Indicateur coloré utilisé :
- ❖ Indiquer approximativement le volume d'équivalence (par un encadrement).

$$< V_e <$$

	eau usée
V (mL)	
Couleur	

8. Calculer la concentration en mg d'N/L.

.....

.....

.....

.....

9. Comment peut-on qualifier la présence d'ammonium dans une eau ?

.....

.....

.....

.....

10. Conclure.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Annexes

Annexe I

Paramètres de qualité de l'eau de consommation humaine

Tableau N°01 : Paramètres avec valeurs indicatives (Normes algériennes du ministère des ressources en eau depuis 22 mars 2011)

Groupe De Paramètre	Paramètres	Unités	Valeurs indicatives
Paramètres	PH	Unité pH	≥ 6.5 et ≤ 9.5
physico-chimiques en relation avec la structure naturelle des eaux	Conductivité	$\mu\text{S}/\text{cm}$ à 20 °C	2800
	Température	°C	25
	Dureté	mg/L en CaCO_3	200
	Alcalinité	mg/L en CaCO_3	500
	Calcium	mg/L en CaCO_3	200
	Chlorures	mg/L	500
	Potassium	mg/L	12
	Résidu sec	mg/L	1500
	Sodium	mg/L	200
	Sulfates	mg/L	400
Paramètres organoleptiques	Couleur	mg/L Platine	15
	Turbidité	NTU	5
	Odeur 12°C	Taux dilution	4
	Saveur 25°C	Taux dilution	4

Tableau N°02 : Paramètres avec valeurs limites (Normes algériennes du ministère des ressources en eau depuis 22 mars 2011)

Groupe de paramètres	Paramètres	Unités	Valeurs limites
	Aluminium	mg/L	0,2
Paramètres chimiques	Ammonium	mg/L	0,5
	Bore	mg/L	1
	Fer total	mg/L	0,3

	Fluorures	mg/L	1,5
	Manganèse	µg/L	50
	Nitrates	mg/L	50
	Nitrites	mg/L	0,2
	Oxydabilité	mg/LO ₂	5
	Phosphore	mg/L	5
	Acrylamide	µg/L	0,5
	Antimoine	µg/L	20
	Argent	µg/L	100
	Arsenic	µg/L	10
	Cadmium	µg/L	3
	Chrome total	µg/L	50
	Cuivre	mg/L	2
	Cyanure	µg/L	70
	Mercure	µg/L	6
	Nickel	µg/L	70
	Plomb	µg/L	10
	Sélénium	µg/L	10
	Zinc	mg/L	5
	Hydrocarbures polycycliques aromatiques (H.P.A) totaux	µg/L	0,2
	Phénols	µg/L	0,5
	Pesticides (Totaux)	µg/L	0,5
	Bromates	µg/L	10
	Chlore	mg/L	5
	Chlorite	mg/L	0,07
Radionucléides	Trihalométhanes (THM)	µg/L	100
	Particules alpha	Picocurie/l	15
	Particules bêta	Millirems/an	4
	Tritium	Bequerel/L	100

	Uranium	µg/L	15
	Dose totale indicative (DTI)	(mSv/an)	0,1

Tableau N° 03 : Paramètres microbiologiques (Normes algériennes du ministère des ressources en eau depuis 22 mars 2011)

Groupe de paramètres	Paramètres	Unités	Valeurs limites
Paramètres microbiologiques	Escherichia Coli	nb /100 mL	0
	Entérocoques	nb /100 mL	0
	Bactéries Sulfito-réductices y compris les spores	nb/20 mL	0

Annexe II

Valeurs limites des rejets d'effluents liquides

Tableau N°01 : Valeurs limites maximales de la teneur en substances nocives des eaux usées autres que domestiques au moment de leur déversement dans un réseau public d'assainissement ou dans une station d'épuration

Paramètres	Valeurs limites maximales (mg/L)
Azote global	150
Aluminium	5
Argent	0,1
Arsenic	0,1
Béryllium	0,05
Cadmium	0,1
Chlore	3
Chrome trivalent	2
Chrome hexavalent	0,1
Chromates	2
Cuivre	1
Cobalt	2
Cyanure	0,1
Demande biochimique en oxygène (DBO ₅)	500
Demande chimique en oxygène (DCO)	1000
Etain	0,1
Fer	1
Fluorures	10
Hydrocarbures totaux	10
Matières en suspension	600
Magnésium	300
Mercuré	0,01
Nickel	2
Nitrites	0,1
Phosphore total	50
Phénol	1
Plomb	0,5
Sulfures	1
Sulfates	400
Zinc et composés	2

* Température : inférieure ou égale à 30°C

* pH : compris entre 5,5 et 8,5

Tableau N°02 : Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels

N°	Paramètres	Unité	Valeurs limites	Tolérances au valeurs limites anciennes installations
1	Température	°C	30	30
2	PH	-	6.5- 8.5	6.5- 8.5
3	MES	mg/L	35	40
4	Azote de kjeldahl	mg/L	30	40
5	Phosphore total	mg/L	10	15
6	DCO	mg/L	120	130
7	DBO ₅	mg/L	35	40
8	Aluminium	mg/L	3	5
9	Substances toxiques	mg/L	0.005	0.01
10	Cyanures	mg/L	0.1	0.15
11	Fluore et composés	mg/L	15	20
12	Indice de phénol	mg/L	0.3	0.5
13	Hydrocarbures totaux	mg/L	10	15
14	Huiles et graisses	mg/L	20	30
15	Cadmium	mg/L	0.2	0.25
16	Cuivre total	mg/L	0.5	1
17	Mercure total	mg/L	0.01	0.05
18	Plomb total	mg/L	0.5	0.75
19	Chrome total	mg/L	0.5	0.75
20	Etain total	mg/L	2	2.5
21	Manganèse	mg/L	1	1.5
22	Nickel total	mg/L	0.5	0.75
23	Zinc total	mg/L	3	5
24	Fer	mg/L	3	5
25	Composés organiques chlores	mg/L	5	7

Références bibliographiques

- [1] J. Rodier, B. Legube, N. Merlet ; L'analyse de l'eau. Edition Dunod, 2016, France.
- [2] J. Rodier, B. Legube, N. Merlet ; L'analyse de l'eau. Edition Dunod, 2009, France.
- [3] S. Semsari ; les eaux naturelles. Edition Ellipses, 2013, France.
- [4] C. Cardot, A. Gilles ; analyse des eaux. Edition Ellipses, 2016, France.
- [5] M. Tardat-henry, J-P. Beaudry ; Chimie des eaux naturelles. Edition Griffon d'argile, 1992, Canada.
- [6] Fondation nationale de la santé ; Manuel pratique d'analyse de l'eau. Edition FUNASA, 2013, Brésil.