



المملكة المغربية
+ⵏⵔⵉⵎⵓⵏⵉⵙⵏ ⵏ ⵎⵓⵔⵓⵏ
ROYAUME DU MAROC

Guide des Analyses Physico-chimiques des eaux destinées à la consommation humaine

Version 2019



Ce Guide à été élaboré, sous la direction du Dr. RHAJAOUI Mohamed, par :

Dr. BEN AAKAME Rachid	Responsable du Laboratoire d'Hydrologie / Département de Toxicologie et d'Hydrologie
BENAMMI Fatima	Ingénieur en Chef Laboratoire d'Hydrologie/ Département de Toxicologie - d'Hydrologie
NOUARI Naima	Ingénieur en Chef Laboratoire d'Hydrologie/ Département de Toxicologie - d'Hydrologie
WALID Myrieme	Ingénieur en Chef principale Laboratoire d'Hydrologie/ Département de Toxicologie - d'Hydrologie
Dr. BARAKATE Nezha	Responsable de biosécurité /Département de Toxicologie - d'Hydrologie
AZIZI Rokya	Ingénieur en Chef Responsable qualité/ Département de Toxicologie - d'Hydrologie
Dr. EL HAMRI Hecham	Chef de Département de Toxicologie - d'Hydrologie

Ce guide a été révisé et validé par :

Dr. IDRISSE ELAARBI ex-Directeur de l'Institut National d'Hygiène et ex-chef du
Département de Toxicologie et d'Hydrologie.

Dr. ALABIDI ABDELLAH Chef de Pôle Santé Environnement à l'Institut National
d'Hygiène

Remerciement :

Nous tenons à remercier **M^{elle} Zoubaida Filali baba** stagiaire au laboratoire pour sa contribution dans ce guide par la préparation des schémas des modes opératoires et tout ce qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce guide.



Préface

L'eau est un élément vital pour la vie humaine. Elle est toutefois sujette aux différentes pollutions pouvant altérer sa qualité et la rendre non potable et donc source potentielle de maladies; ce qui nécessite un traitement adapté et adéquat de l'eau avant sa consommation.

Selon l'Organisation Mondiale de la Santé, environ 1,1 milliard de personnes n'ont pas accès à l'eau potable et 2,4 milliards n'ont pas accès à un système d'assainissement adéquat. Plus de 2 millions de personnes, surtout des enfants de moins de cinq ans des pays en développement meurent chaque année des maladies diarrhéiques. Près de 90% de ces maladies sont imputables à la mauvaise qualité de l'eau de boisson et à un assainissement insuffisant.

L'appréciation de la qualité de l'eau se base sur la mesure de paramètres physiques, chimiques ainsi que la recherche de micro-organismes, indicateurs de sa potabilité.

Le présent guide a été élaboré dans l'objectif de renforcer les capacités techniques des laboratoires du Ministère de la Santé en termes de contrôle et surveillance de la qualité des eaux destinées à l'alimentation humaine.

Ce guide décrit les principales méthodes d'analyses physico-chimiques référencées et normalisées en insistant sur des notions de qualité et de biosécurité au laboratoire.

Les normes marocaines et les documents spécialisés ont été utilisés comme références pour le choix des méthodes d'analyses.

Le présent document est destiné aux professionnels de santé notamment le personnel des laboratoires de chimie des eaux, les techniciens d'hygiène du milieu, les hygiénistes et les spécialistes de santé publique.

Dr. RHAJAOUI Mohamed



Liste des abréviations

- CaCl₂** : Chlorures de calcium
- Cl⁻** : Ions chlorures
- CO₃⁻** : Carbonates
- EDTA** : Ethylène diamine tétracétique
- HCO₃⁻** : Bicarbonates
- HCl** : Acide chlorhydrique
- INH** : Institut National d'Hygiène
- ISO** : Internationale Standard Organisation
- KCl** : Chlorures de potassium
- NaCl** : Chlorures de sodium
- NM** : Norme Marocaine
- NO₂⁻** : Ions nitrites
- NO₃⁻** : Ions nitrates
- NaOH** : Hydroxyde de sodium
- NH₄⁺** : Ions ammonium
- OH⁻** : Ions Hydroxyde
- pH** : potentiel hydrotimétrique
- SO₄²⁻** : Ions sulfates
- T.A** : Titre alcalin
- TAC** : Titre alcalin complet
- TH** : titre hydrotimétrique (Durté)
- UV** : Ultraviolet

Sommaire

Préface.....	5
I. Introduction.....	13
II. CADRE LEGISLATIF SUR LE CONTROLE DE LA QUALITE DES EAUX.....	14
III. ETAPES D'ANALYSE CHIMIQUE DE CHIMIE DE L'EAU	14
III.1. Phase pré-analytique.....	16
III.2. Phase analytique	16
III.3. Phase post analytique	17
IV. PRINCIPALES REGLES DE SECURITE AU SEIN D'UN LABORATOIRE DE CHIMIE DES EAUX.....	17
IV.1. Prévention	17
IV.2. Intervention	19
V. METHODES D'ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES EAUX DESTINEE A LA CONSOMMATION HUMAINE.....	21
V.1. DETERMINATION DE L'ODEUR.....	21
V.1.1. Définition.....	21
V.1.2. Référence de la méthode	21
V.1.3. Principe.....	21
V.1.4. Matériel.....	21
V.1.5. Réactifs	21
V.1.6. Transport et conditionnement.....	21
V.1.7. Mode opératoire.....	22
V.1.8. Expression des résultats.....	23
V.1.9. Interprétation des résultats.....	23
V.2. DETERMINATION DU GOUT.....	23
V.2.1. Définition	23
V.2.2. Référence de la méthode.....	24
V.2.3. Principe.....	24
V.2.4. Matériel.....	24
V.2.5. Réactifs.....	24
V.2.6. Prélèvement et conditionnement.....	24
V.2.7. Mode opératoire	25

V.1.8. Expressions des résultats	26
V.1.9. Interprétation des résultats.....	28
V.3. DETERMINATION DU PH	28
V.3.1. Définition	28
V.3.2. Référence de la méthode.....	28
V.3.3. Principe.....	28
V.3.4. Matériel.....	28
V.3.5. Réactifs.....	29
V.3.6. Transport et conditionnement de prélèvement	29
V.3.7. Mode opératoire.....	29
V.1.8. Expression des résultats.....	30
V.1.9. Interprétation.....	31
V.4. DETERMINATION DE LA CONDUCTIVITE.....	31
V.4.1. Définition	31
V.4.2. Référence de la méthode.....	31
V.4.3. Principe de la méthode.....	31
V.4.4. Matériel.....	31
V.4.5. Réactifs.....	32
V.4.6. Transport et conditionnement du prélèvement	32
V.4.7. Mode opératoire.....	33
V.1.8. Expression des résultats.....	33
V.1.9. Interprétation des résultats	34
V.5. DETERMINATION DE L'ALCALINITE (TA-TAC) PAR TITRIMETRIE	34
V.5.1. Définition	34
V.5.2. Référence de la méthode.....	34
V.5.3. Principe de la méthode.....	34
V.5.4. Matériels.....	34
V.5.5. Réactifs.....	34
V.5.6. Transport et conditionnement du prélèvement	34
V.5.7. Mode opératoire (Annexe 8).....	35
V.5.8. Expression des résultats	35
V.5.9. Interprétation des résultats.....	36

V.6. DETERMINATION DE LA DURETE TOTALE PAR TITRIMETRIE A L'EDTA	36
V.6.1. Définition	36
V.6.2. Référence de la méthode.....	36
V.6.3. Principe.....	36
V.6.4. Matériels.....	36
V.6.5. Réactifs.....	36
V.6.6. Transport et conditionnement du prélèvement	37
V.6.7. Mode opératoire (Annexe 9).....	37
V.6.8. Expression des résultats	37
V.6.9. Interprétation des résultats.....	38
V.7. DOSAGE DU CALCIUM PAR METHODE TITRIMETRIQUE A L'EDTA	38
V.7.1. Définition.....	38
V.7.2. Référence de la méthode	38
V.7.3. Principe	38
V.7.4. Matériel	38
V.7.5. Réactifs.....	38
V.7.6. Transport et conditionnement du prélèvement.....	39
V.7.7. Mode Opératoire (Annexe 10).....	39
V.7.8. Expression des résultats.....	39
V.7.9. Interprétation des résultats	39
V.8. MAGNÉSIUM	39
V.9. DETERMINATION DES CHLORURES PAR LA METHODE AU NITRATE MERCURIQUE	40
V.9.1. Définition	40
V.9.2. Référence de la méthode.....	40
V.9.3. Principe.....	40
V.9.4. Matériels.....	40
V.9.5. Réactifs.....	40
V.9.6. Transport et condition du prélèvement.....	40
V.9.7. Mode opératoire (Annexe 11).....	42
V.9.8. Expression des résultats	42
V.9.9. Interprétation	42

V.10. DETERMINATION DES NITRATES PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION MOLECULAIRE	42
V.10.1. Définition	42
V.10.2. Référence de la méthode	43
V.10.3. Principe	43
V.10.4. Matériel	43
V.10.5. Réactifs	43
V.10.6. Transport et conditionnement du prélèvement	44
V.10.7. Mode opératoire (Annexe 12)	44
V.10.8. Expression des résultats	45
V.10.9. Interprétation des résultats	45
V.11. DETERMINATION DES IONS NITRITES PAR METHODE A LA SULFANILAMIDE	46
V.11.1. Définition	46
V.11.2. Référence de la méthode	46
V.11.3. Principe de la méthode	46
V.11.4. Matériel	46
V.11.5. Réactifs	46
V.11.6. Transport et conditionnement du prélèvement	47
V.11.7. Mode opératoire (Annexe 13)	47
V.11.8. Expression des résultats	49
V.11.9. Interprétation	49
V.12. DETERMINATION DES IONS DE L'AMMONIUM PAR METHODE SPECTROMETRIQUE	50
V.12.1. Définition	50
V.12.2. Référence de la méthode	50
V.12.3. Principe	50
V.12.4. Matériel	50
V.12.5. Réactifs	50
V.12.6. Transport et conditionnement du prélèvement	52
V.12.7. Mode Opératoire (Annexe 14)	52
V.12.8. Expression des résultats	54
V.12.9. Interprétation	55

V.13. DETERMINATION DES IONS SULFATES PAR METHODE SPECTROMETRIQUE... 55

V.13.1. Définition	55
V.13.2. Référence de la méthode	55
V.13.3. Principe	55
V.13.4. Matériel	55
V.13.5. Réactifs	55
V.13.6. Transport et condition de prélèvement.....	56
V.13.7. Mode opératoire (Annexe 16).....	56
V.13.8. Expression des résultats	57
V.13.9. Interprétation des résultats	57
Référence.....	58
Annexe	59

I. Introduction

L'Homme est de plus en plus demandeur d'une eau propre, d'une eau de boisson saine, mais aussi d'eau de surface et souterraine de bonne qualité. Ces eaux font partie de son patrimoine et doivent être préservées. L'importance économique et environnementale des eaux d'alimentations humaine fait de leur préservation un facteur de développement durable.

Environ 2,5% de l'eau présente de notre planète est de l'eau douce, essentielle à la santé humaine. La qualité de cette eau est de plus en plus menacée par son utilisation et sa consommation accrue. Le manque de moyens d'assainissement entraîne une contamination microbienne de l'eau qui accentue sa pollution.

Selon l'Organisation Mondiale de la Santé, les maladies infectieuses d'origine hydrique font jusqu'à 3,2 millions de morts par an, ce qui représente environ 6% des décès dans le monde. La charge attribuable au manque d'eau, de moyens d'assainissement et d'hygiène équivaut à 1,8 million de décès et à la perte de plus de 75 millions d'années de vie en bonne santé.

Chaque jour, chaque personne a besoin de 20 à 50 litres d'eau pour boire et pour autres utilisations. Cette eau ne doit pas contenir ni produits chimiques dangereux ni contaminants microbiens. En protégeant les ressources en eau douce, nous préservons aussi notre santé.

La qualité de l'eau, est menacée par une consommation en nette augmentation et une pollution accrue, notamment les eaux d'alimentation humaine, qui peuvent contenir de nombreuses substances nuisibles pour la santé et peut aussi changer avec le temps et même instantanément.

Il est donc indispensable et important de procéder au contrôle de la qualité analytique de cette eau, sa conformité par rapport à son usage, par l'analyse physico-chimique des différents paramètres définis dans la norme NM 03.7.001 qui détermine la qualité des eaux d'alimentation humaine, on utilisant des méthodes d'analyses normalisées et référencées.

Chaque méthode utilisée au niveau d'un laboratoire physico-chimique doit être vérifié ou validé selon des critères bien définis par le système management qualité. Et tout ceci afin que l'analyse et son résultat soient outils de prise de décision.

Ce guide est conçu également pour aborder des notions essentielles à la gestion de la qualité et la sécurité au sein d'un laboratoire de chimie des eaux.

Les principaux défis des laboratoires sont d'atteindre, de maintenir et d'améliorer la justesse, et donc la fiabilité de leurs analyses.

L'engagement effectif des laboratoires pour l'instauration d'une démarche qualité est indispensable pour développer leur capacité, leur performances, démontrer leur crédibilité par l'aptitude à fournir des produits et services conformes aux exigences réglementaires et au clients.

II. Cadre législatif sur le contrôle de la qualité des eaux

Au Maroc, le domaine de contrôle de la qualité des eaux est géré par des textes réglementaires et normatifs :

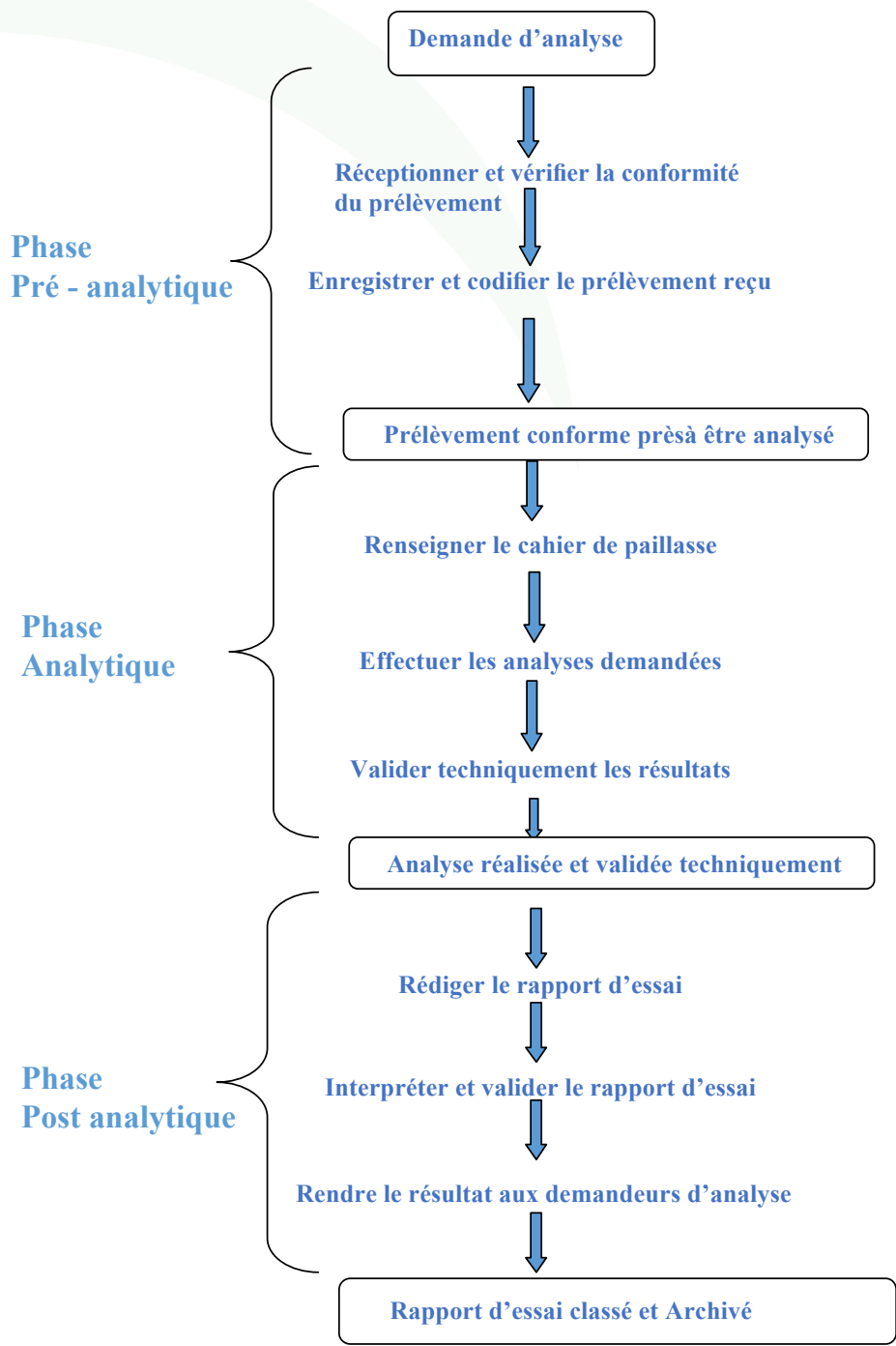
La loi n°36-15 relative à l'eau, qui remplace la loi 10. 95 sur l'eau promulguée par le dahir n° 1-95-154 du 18 rabii I 1416 (16 août 1995), promulguée par le dahir N°1-16-113 du 6 Kaada 1437 (10-08-2016) stipule que la surveillance de la qualité de l'eau à usage alimentaire, est attestée par un laboratoire agréé par l'administration.

Le décret n° 2-97-787 du 6 chaoual 1418 (4 février 1998) relatif aux normes de qualité des eaux et à l'inventaire du degré de pollution des eaux. L'arrêté BO 6358 n° 570-15 du 6 joumada II 1436 (25 février 2015) qui a rendu les normes marocaines les normes de qualité de l'eau potable NM 03.7.001 et NM 03.7.002 d'application obligatoire :

- la norme NM 03.7.001 représente les différents paramètres physico-chimiques et leurs valeurs maximales admissibles pour l'analyse des eaux, homologuée par l'arrêté conjoint du Ministère de l'Industrie, du Commerce et de la mise à niveau de l'économie, et du Ministère de l'Équipement et du Transport et du Ministère de la Santé n° 221-06 du 3 moharrem 1427 (2 février 2006).
- La norme NM 03.7.002 définit les modalités du contrôle et de surveillance de l'eau dans les réseaux d'approvisionnement publics, homologuée par l'arrêté du Ministère de l'Industrie, du Commerce et des nouvelles technologies n°693-1 1 du 5 rabii II (10 mars 2011).

III. Phases d'analyse chimique d'une eau

Les étapes d'analyse au laboratoire de chimie de l'eau sont représentées par les trois phases interactives décrites dans le schéma ci-dessous :



III.1. Phase pré-analytique

L'objectif de cette phase pré analytique est de garantir la conformité de la demande d'analyse et du prélèvement à soumettre à physico-chimique.

Elle comprend une série d'étapes consistant à :

- Vérifier la conformité de la demande d'analyse conformément aux critères cités sur le document exemple intitulé : « formulaire de demande d'analyse ». (voir modèle en annexe 1).
- Vérifier la conformité de l'échantillon selon les modalités de prélèvement par rapport à l'analyse demandées (annexe 2) et les critères d'acceptabilité ou de refus, respectivement : (voir modèle en annexe 3).
- Enregistrer le prélèvement sur le registre de réception des prélèvements (voir modèle en annexe 4).

III.2. Phase analytique

Un cahier de paillasse dédiée à cette phase est utilisé pour renseigner les paramètres à analyser et les résultats obtenus (voir modèle en annexe 5).

Cette phase analytique décrit les étapes successives depuis le prélèvement conforme jusqu'à la validation technique du résultat, qui consiste en une vérification des différentes étapes de réalisation de l'analyse, par le responsable du laboratoire. L'objectif de cette validation technique est d'effectuer les dites étapes correctement.

La maîtrise de la phase analytique est incontournable pour l'atteinte d'un résultat fiable, de ce fait la phase analytique comprend entre autres :

- L'application de méthodes normalisées ou référencées.
- L'utilisation de matériel et réactifs performants : maîtrise des équipements de mesures et leur maintenance préventive et corrective, vérification des réactifs avant de procéder à l'analyse.....,
- Un personnel qualifié : formations continues, compétence, expérience, habilitation.....,
- Un environnement de travail adapté et maîtrisé : Aménagement des locaux, (conception, accès, superficie du laboratoire...), entretien des locaux (sol, surfaces de travail...), conditions ambiantes favorables, gestion des déchets (triconditionnement, évacuation.....,

- La réalisation d'un contrôle interne de qualité parallèlement aux analyses effectuées.
- Participation au contrôle de qualité externe à l'échelle nationale ou internationale.

III.3. Phase post analytique

Elle débute par la validation technique du résultat et la rédaction du rapport d'essai, l'interprétation du résultat d'analyses selon la norme (NM 03.7.001), la transmission du rapport d'essai dans les délais convenus, le classement, l'archivage du rapport d'analyse et enfin l'élimination des échantillons après analyse.

IV. PRINCIPALES REGLES DE SECURITE AU SEIN D'UN LABORATOIRE DE CHIMIE DES EAUX

Dans un laboratoire de chimie de l'eau, l'utilisation de produits chimiques nécessite une bonne connaissance des effets de ces produits, de leurs voies d'exposition et des risques que peuvent comporter leur manipulation et leur stockage.

IV.1. Prévention

La prévention est la première démarche élémentaire de sécurité. Prévenir les accidents, c'est tout à la fois avoir une bonne connaissance du travail à effectuer, respecter l'affichage de sécurité, avoir un bon comportement au laboratoire, porter des équipements de protection individuels (gants, lunettes de protection, blouse de laboratoire, Figure 1), étiqueter, entreposer et éliminer correctement les produits chimiques.



Figure 1 : Equipements de protection individuelle

Lors de l'utilisation de liquides inflammables et/ou volatils, utiliser une hotte chimique. Le respect des bonnes pratiques au laboratoire constitue la première étape de prévention.

Quelques règles pour les manipulations au laboratoire :

1. Ne jamais aspirer un liquide par succion avec la bouche. Toujours utiliser une poire et toujours porter des lunettes de protection.
2. Ne jamais prendre les produits solides avec les doigts, utiliser une spatule différente pour chaque produit. S'il y a de petites plaies sur les mains, les protéger par un pansement pendant la manipulation.
3. Poser le bouchon à l'envers sur la table ou le garder à la main entre l'index et le majeur (bouchon en verre dont la partie supérieure est aplatie). Reboucher chaque flacon immédiatement après usage afin d'éviter tout mélange de produits et toute réaction inattendue.
4. Tenir le tube à essai entre le pouce et l'index, près de l'ouverture, jamais au milieu du tube. Pour verser un liquide d'un flacon dans un tube à essai ou d'un tube dans un autre, tenir les récipients inclinés et verser lentement, pour éviter tout incident.
5. Pour prendre un flacon de produit chimique, éviter de mettre les doigts sur les traces de produit laissées par un emploi précédent. Mettre le pouce d'un côté de l'étiquette, l'index et le majeur de l'autre, et verser le produit du côté opposé à l'étiquette.
6. À la fin de la séance de manipulation, vider et rincer tous les tubes et tous les ballons. Ne jamais remettre dans leur flacon les produits non utilisés. Nettoyer soigneusement la paille.
7. Ne jamais verser d'eau dans un acide concentré, mais toujours l'acide dans l'eau car la dissolution de l'acide dans l'eau est fortement exothermique ; en mettant l'eau dans l'acide, ce dernier risque de bouillir rapidement en entraînant des projections d'acide concentré.
8. Ne jamais chercher à reconnaître une substance à son odeur et bien sûr ne jamais goûter un produit chimique.
9. Manipuler et entreposer la verrerie de laboratoire avec soin. Ne jamais utiliser une verrerie endommagée. Ne jamais ramasser du verre avec les mains nues.
10. Utiliser une hotte pour toute manipulation qui dégage des vapeurs chimiques ou des poussières. Utiliser une hotte ou tout autre système de ventilation local lors de toute manipulation de substances volatiles. S'assurer du bon fonctionnement de la hotte avant de l'utiliser. Ne garder à l'intérieur de celle-ci qu'une quantité minimale de produits et s'assurer que ceux-ci ne bloquent pas la circulation d'air. Laisser toujours la hotte en marche si des substances chimiques y sont déposées.

11. Avant d'allumer une flamme :

- veiller à ce qu'aucun liquide inflammable ne se trouve à proximité,
- bien refermer tous les flacons contenant des liquides volatils et les éloigner,
- travailler dans le calme ; proscrire les gestes brusques, les interpellations. Rester concentré.

IV.2. Intervention

Malgré le respect des mesures préventives, il peut arriver que des produits soient renversés sur le sol ou projetés sur des personnes. Les risques de feu, d'explosion ou d'intoxication peuvent alors augmenter selon la nature de ces produits.

Le tableau 1 rassemble des mesures préventives et correctives pour pallier à certains risques :

Tableau 1 : Mesures préventives et correctives des risques chimiques dans un laboratoire de chimie de l'eau.

Risques liés à l'activité	Mesures préventives	Que faut-il faire en cas d'accidents ? Les premiers secours
<p>- Inhalation : Pénétration dans les poumons en même temps que l'air inspiré, des polluants, dispersés dans l'atmosphère.</p> <p>- Ingestion : Aspiration à l'aide d'une pipette ; port des mains à la bouche pour fumer, pour manger ou même pour s'essuyer, après manipulation d'un produit dangereux ;</p> <p>- Contact direct avec la peau : Pénétration des produits dangereux par les petites lésions cutanées</p> <p>- Ecoulement ou déversement des produits</p> <p>- Incendie</p> <p>- Éclaboussures</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Travailler de préférence dans un local bien aéré. • Aspiration locale suffisante (hotte) • Pour éviter tout contact avec la peau, utiliser des moyens de protection individuelle¹ : - Le port d'une blouse de protection en coton est obligatoire² - Porter impérativement des lunettes de protection lors de la manipulation de produits dangereux³ - Porter les gants appropriés lorsqu'il y a risque de contact avec des produits toxiques - Inspecter les gants avant chaque utilisation. • Pour mieux se protéger contre les éclaboussures, manipuler debout, buste vertical, tête redressée et au-dessus de la table (protection des pieds). • Toujours lire attentivement et comprendre toutes les informations reprises sur l'étiquette des flacons et respecter les consignes correspondantes (port de lunettes, de masque, de gants... Voir fiche de sécurité). • Veiller à garder le plan de travail (paillasse) propre et bien rangé. • Étiqueter les contenants des produits chimiques manipulés. • Ranger les équipements inutilisés. • Nettoyer la surface de travail à la fin de chaque opération. • En fin de manipulation, se laver soigneusement les mains, surtout avant de manger. • Éviter de manger, de boire, de fumer, de mâcher de la gomme, d'appliquer des produits cosmétiques dans un environnement de produits chimiques. 	<ul style="list-style-type: none"> • Brûlure de la peau avec de l'acide ou avec la chaleur : Rincer abondamment avec de l'eau pendant au moins 15 minutes. Dans les deux cas, consulter immédiatement un médecin. • Après ingestion d'un produit chimique : - Si le sujet est conscient, rincer abondamment avec de l'eau. Appeler un médecin. - Il faut éviter que la victime vomisse, ce qui provoquerait une deuxième atteinte à l'œsophage rendu déjà extrêmement sensible. <p>Attention ! La victime doit boire de l'eau et non du lait. C'est une erreur de croire que le lait est un contrepoison.</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ne jamais essayer de donner à boire à une victime qui a perdu connaissance. • Après inhalation : Transporter le sujet à l'air frais. Si la personne respire difficilement, appeler un médecin. En cas d'asphyxie, pratiquer la respiration artificielle et mettre sous oxygène. • Contact avec la peau et/ou les vêtements - Rincer abondamment avec de l'eau pendant au moins 15 minutes. - Enlever immédiatement les vêtements et les chaussures contaminées. - Appeler le médecin de travail • Contact avec les yeux : - Rincer abondamment avec de l'eau pendant au moins 15 minutes : s'assurer que les yeux sont bien rincés en séparant les paupières avec les doigts. - Appeler le médecin de travail.

V. Méthodes d'analyses physico-chimiques des eaux destinées à la consommation humaine

V.1. DETERMINATION DE L'ODEUR

V.1.1. Définition

L'odeur est la sensation particulière provoquée par chacune des substances perçues par l'organe olfactif en flairant certaines substances volatiles.

V.1.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine NM. 03.7.016 (1990)

V.1.3. Principe

L'eau à examiner est diluée jusqu' à ce qu'elle ne présente plus d'odeur perceptible.

V.1.4. Matériel

- Flacons de prélèvement de 500 ml en verre avec bouchon en verre ou en Téflon.
- Bain-marie ou plaque chauffante
- Erlenmeyers de 500 ml à col étroit, bouchés à l'émeri.
- Thermomètre 0°-100°C
- Burette de 25ml ou pipette
- Eprouvettes de 125ml et 250 ml

V.1.5. Réactifs

Eau désodorisée : préparée en faisant passer de l'eau potable ou de minéralisation, de pH voisin de celle à tester, sur une colonne de charbon actif en grains non saturé à un débit maximum de 10L/ h. Cette eau doit être préparée extemporanément.

V.1.6. Transport et conditionnement

Prélever 500 ml d'échantillon dans un flacon en verre. Effectuer le test aussitôt que possible après le prélèvement. Si le transport d'échantillon est nécessaire, remplir entièrement le flacon et le conserver à 0°-4°C en s'assurant de l'absence d'odeurs externes. Dans tous les cas, la détermination de l'odeur doit se faire dans la journée du prélèvement.

Ne pas utiliser de flacons en plastiques.

V.1.7. Mode opératoire

a- Préparation de l'échantillon

- Bien nettoyer la verrerie et la rincer à l'eau désodorisée
- Numéroter les échantillons, pour éviter toute influence psychologique. (L'opérateur ignorant à quelle dilution il a affaire). Utiliser les marqueurs inodores.
- Ramener tous les échantillons dilués à la même température.
- Pour les eaux à odeur forte, les diluer suffisamment pour que l'opérateur commence son expérience sur les dilutions en dessous du seuil de perception.
- Comparer chaque dilution à un échantillon d'eau désodorisée. Noter seulement s'il y a odeur ou non.

b- Détermination du seuil de perception de l'odeur

Plusieurs opérateurs sont nécessaires. Le dilueur préparera pour un échantillon donné autant de séries que d'opérateurs.

c- Préparation de l'échelle des intensités des odeurs

Tableau 2 : Préparation de l'échelle des intensités des odeurs

Volume ramené à 240 ml	240	160	120	80	60	48	40	30	24	16	12	10	8	6	4	3	2	1
Seuil d'odeur	1	1.5	2	3	4	5	6	8	10	15	20	24	30	40	60	80	120	240

N.B : pour apprécier l'odeur de certaines eaux ayant subi un traitement de chloration, il peut être utile d'éliminer le chlore en utilisant du thiosulfate de sodium dans un rapport stœchiométrique exact.

d- Détermination de l'odeur

La détermination sera faite à 25°C. Secouer chaque flacon trois ou quatre fois avant de sentir pour caractériser le type d'odeur.

Pour augmenter la précision, respirer tour à tour l'eau désodorisée et l'échantillon de dilution inconnue.

Classer les flacons qui ont une odeur et ceux qui n'en ont pas, puis en déduire les dilutions intermédiaires à faire.

Le nombre de dilution intermédiaire dépend de la capacité de l'opérateur à déceler une faible variation d'odeur et de la raison pour laquelle on veut mesurer l'intensité de la dite odeur.

V.1.8. Expression des résultats

Les résultats sont donnés en nombre exprimant la valeur du seuil de perception de l'odeur dont la nature est précisée (cf. Tableau 3). Cette valeur correspond au chiffre de la plus grande dilution donnant une odeur perceptible.

Exemple :

6ml dilués à 240 ml étant la plus grande dilution donnant une odeur perceptible, la valeur du seuil de perception est : $\frac{240}{6} = 40$

Tenir compte, pour le résultat final, du seuil de perception de l'odeur par l'ensemble des opérateurs. Pour cela, prendre la moyenne géométrique des valeurs de seuil de perception de l'odeur trouvée par chacun d'eux.

Tableau 3 : Exemple de calcul de seuil d'odeur.

Opérateurs N°	Valeur du seuil de perception de l'odeur
1	4
2	8
3	1.5
4	10
5	2

$$4 \times 8 \times 1,5 \times 10 \times 2 = 960$$

$$\sqrt[5]{960} = 3,95 = 4$$

Le seuil de l'odeur est donc : S₄ où S est le code indiquant la nature de la substance (cf. Tableau 6).

Remarque : En cas de chloration, exprimer les résultats avant et après chloration.

V.1.9. Interprétation des résultats

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine (NM 03.7 .001) qui donne comme valeur limite 3(seuil de perception à 25°C).

V.2. DETERMINATION DU GOUT

V.2.1. Définition

Le goût peut être défini comme l'ensemble des sensations gustatives, olfactives et de sensibilité chimique commune perçue par les organes gustatifs lorsqu'ils sont en contact avec l'eau à tester.

V.2.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine NM. 03.7.017(1990).

V.2.3. Principe

L'eau à examiner est diluée par une eau sans goût « dite eau de référence » jusqu'à ce qu'elle ne présente plus de goût perceptible.

Des précautions générales à respectées :

- La détermination doit se faire dans un local climatisé (température maintenue à 18°C) dépourvu de toute odeur et de toute cause de distraction : bruit, présence de personnes travaillant, dessin, etc....
- la verrerie doit être bien nettoyée et rincer à l'eau de référence. Elle doit être réservée uniquement à la détermination du goût.
- Les mains et le visage doivent être nettoyés à l'aide d'un détergent inodore pour supprimer toute odeur de cigarette, cosmétique et autre. L'opérateur ne doit ni fumer, ni manger au moins de 30 min avant la mesure. Il doit être en bonne santé et ne pas prendre de médicaments.

Plusieurs opérateurs sont nécessaires : l'un pour faire les dilutions, l'autre pour déterminer le seuil. Il est très recommandé de leur faire pratiquer périodiquement des évaluations de goût sur des solutions préparées à cet effet pour mesurer et contrôler leur acuité gustative.

V.2.4. Matériel

- Dix béchers de 200 ml stériles
- Eprouvettes de 50 ml
- Bain-marie thermostatique

V.2.5. Réactifs

Eau de référence : eau préparée en faisant passer de l'eau potable ou de minéralisation voisine de celle à tester, sur une colonne de charbon actif en grain non saturé, à un débit maximum de 10L/h. Cette eau doit être préparée extemporanément.

V.2.6. Prélèvement et conditionnement

Prélever 500 ml d'échantillon dans un flacon en verre (flacon de prélèvement de 500ml en verre avec bouchon en verre ou en téflon stérile). Effectuer le test aussitôt que possible après le prélèvement. Si un transport d'échantillon est nécessaire, remplir entièrement le

flacon et le conserver à 0°-4° C en s'assurant de l'absence de goût ou odeur externes. Dans tous les cas, la détermination doit se faire dans la journée du prélèvement.

V.2.7. Mode opératoire

a- Préparation de l'échantillon

- Bien nettoyer la verrerie et la rincer à l'eau de référence
- Numéroter les échantillons pour éviter toute influence psychologique (l'opérateur ignorant à quelle dilution il a affaire). Ne pas utiliser de marqueurs dégageant des odeurs.
- Effectuer les essais de dégustation à 30° C, toutefois pour certaines eaux contenant des corps volatils, effectuer la dégustation à 20°C. Amener l'eau de référence et l'eau à examiner à la température désirée par séjour de deux heures environ en flacon fermé dans un bain d'eau thermostaté sans agitation, sans surchauffe et sans perturbations de goût de l'échantillon à tester.
- Pour les eaux ayant un goût fort, les diluer suffisamment pour que l'opérateur commence son expérience sur les dilutions endessous du seuil de perception. Comparer chaque dilution à un échantillon d'eau thermostaté sans agitation, sans surchauffe et sans perturbation de goût de l'échantillon à tester.
- Pendant cette opération ainsi que pendant la dégustation elle-même maintenir les béciers ou flacons fermés pour éviter le plus possible le départ des produits volatiles.

b- Détermination du seuil de perception du goût

Plusieurs opérations sont nécessaires. Le dilueur préparera pour un échantillon donné autant de séries que d'opérateurs.

c- Préparation de l'échelle des intensités du goût

Tableau 4 : Préparation de l'échelle des intensités du goût

Volume ramené à 240 ml	240	160	120	80	60	48	40	30	24	16	12	10	8	6	4	3	2	1
Seuil d'odeur	1	1,5	2	3	4	5	6	8	10	15	20	24	30	40	60	80	120	240

N.B : en cas de chloration, éliminer le chlore en exposant l'échantillon aux rayons solaires pendant 1 heure, flacon ouvert.

d- Détermination du goût

Avant chaque dégustation, l'opérateur se rincera la bouche avec de l'eau de référence.

Une certaine pratique est nécessaire pour développer la sensibilité du palais chez les dégustateurs.

Pour déguster, deux méthodes que l'on peut d'ailleurs employer conjointement, sont recommandées :

- Prendre un peu d'eau dans la bouche, le faire voyager d'un côté à l'autre ; faire au besoin passer un peu d'air à travers, en entrouvrant un peu les lèvres et en aspirant : rejeter l'eau.
- Laisser une petite quantité d'eau dans la partie antérieure de la bouche en contact, pendant 5 ou 10 secondes, avec les papilles gustatives de la pointe de la langue, sans l'agiter. Avaler ensuite doucement, certains goûts se font alors sentir immédiatement après la déglutition.
- Faire effectuer les mesures par une équipe d'au moins trois dégustateurs.
- Préparer à partir de l'eau à examiner et de l'eau de référence des dilutions indiquées dans le tableau 4 et faire déterminer par chacun des dégustateurs celle correspondant au seuil d'apparition du goût.
- Débuter les opérations par les solutions les plus diluées.
- Lorsque le seuil d'apparition a été atteint, se rincer la bouche et recommencer la dégustation de la dilution correspondante pour s'assurer du bien-fondé de la première impression.

Dans certains cas, il arrive que le goût se manifeste brusquement avec une intensité très nette pour une dilution, alors que pour la dilution immédiatement supérieure, ce goût n'était pas perceptible. Lorsque ceci se produit pour les dilutions 2 ou 3, affecter la notation, après avoir vérifié l'exactitude du fait par de nouvelles dégustations, de la décimale correspondant au seuil 3. Ne pas chercher à préciser davantage.

V.1.8. Expressions des résultats

Les résultats sont donnés en nombre exprimant la valeur du seuil de perception du goût dont la nature est précisée (cf. tableau 5). Cette valeur correspond au chiffre de la plus grande dilution donnant un goût perceptible.

Si l'équipe des dégustateurs attribue à l'eau à examiner le même seuil, noter ce seuil dans le rapport de dégustation. Sinon, prendre la moyenne géométrique des valeurs de seuil de perception du goût trouvé par chacun d'eux.

Tableau 5 : Exemple de calcul de seuil du goût.

Opérateur N°	valeur du seuil de perception du goût
1	4
2	8
3	1.5
4	10
5	2

$$4 \times 8 \times 1,5 \times 10 \times 2 = 960$$

$$\sqrt[5]{960} = 3,95 = 4$$

Le seuil du goût est donc : S₄ où S est le code indiquant la nature de la substance (cf. tab 6)

Remarque : En cas de chloration, indiquer le résultat avant et après élimination du chlore.

Tableau 6 : Principaux types de goût

LETRE CODE (S)	CARACTERISTIQUE	EXEMPLES
A	Aromatique	Camphre, lavande, citron
C	Chimique	Chlore libre
Co	Chlore	Pétrole et dérivés
Ch	Hydrocarbure	Phénol, médicaments
Cm	Médicale ou pharmaceutique	Hydrogène sulfuré
Cs	Sulfureuse	Egout, poison
D	Très désagréable	Terre, argile
T	Terreuse	Cuivre, fer
M	Métallique	Cave humide
E	Moisi	Herbe ou feuille en décomposition
V	vase	

V.1.9. Interprétation des résultats

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine (NM 03.7.001) qui donne comme valeur limite 3.

V.3. DETERMINATION DU PH

V.3.1. Définition

Le pH d'une eau est une indication de sa tendance à être acide ou alcaline et il est fonction de l'activité des ions hydrogène présents dans cette eau.

Dans les eaux naturelles, l'activité des ions hydrogène présents est due à des causes diverses en particulier l'ionisation de l'acide carbonique et de ses sels.

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

Le p^H est le logarithme décimal négatif de l'activité des ions hydrogène, exprimé en mole par litre. Du fait des interactions ioniques, l'activité des ions hydrogène est sensiblement inférieure à leur concentration.

L'échelle de référence des pH est constituée des pH d'un ensemble de solutions de référence étalons.

V.3.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine NM 03.7.009 (2012).

V.3.3. Principe

La détermination de la valeur du pH est basée sur le mesurage de la différence de potentiel d'une cellule électrochimique à l'aide d'un pH-mètre approprié.

Le pH d'un échantillon dépend également de la température en raison de l'équilibre de dissociation. C'est pourquoi la température de l'échantillon est toujours indiquée avec la mesure du pH.

V.3.4. Matériel

- Thermomètre, à échelle de graduation de 0.5 °C avec incertitude qui ne dépasse pas 0.5°C
- Un pH mètre.
- Electrode de verre et électrode de référence.
- Agitateur.

V.3.5. Réactifs

- Eau déionisée,
- Solutions tampons de préférence tampons certifiés dont l'inexactitude de mesurage est déclarée pour l'étalonnage des pH-mètres. Suivre les instructions du fabricant relatives au stockage et à la stabilité.

V.3.6. Transport et conditionnement de prélèvement

Il est conseillé de mesurer la valeur du pH immédiatement au point d'échantillonnage. Remplir complètement le flacon en polyéthylène ou en verre et le boucher, en évitant la formation de bulles.

Il convient de conserver les échantillons dans une glacière réfrigérée (2 °C à 8 °C) et à l'obscurité durant le transport et le stockage. Dans le laboratoire, mesurer la valeur du pH dès que possible.

L'échantillonnage et le transport constituent habituellement les principaux facteurs d'incertitude lors du mesurage de la valeur du pH au laboratoire. Par conséquent, les résultats de mesurage sur site montrent souvent une incertitude inférieure.

V.3.7. Mode opératoire

- Suivre les instructions du fabricant lors de l'utilisation de l'électrode de pH. S'assurer de la fonctionnalité de l'électrode de pH par une maintenance et des essais périodiques.
- Choisir les solutions tampons de façons que la mesure attendue de l'échantillon soit située entre les valeurs des deux tampons.

Lorsqu'on utilise une électrode de pH ne comportant pas de sonde de température interne, immerger une sonde de température dans la solution d'essai.

- Préparer pour les mesurages le verre et l'électrode de référence ou l'électrode combinée de pH, en suivant les instructions du fabricant.
- Mettre le dispositif de mesure sous tension ;
- Mesurer la température du tampon et des solutions d'échantillon. Si possible, il convient que le tampon et l'échantillon aient la même température.
- En l'absence de sonde de température, régler le dispositif à la température de mesurage.
- Utiliser les valeurs de pH des solutions tampons indiquées sur les certificats respectifs, selon la température existante (des exemples de tampons sont présentés à l'annexe 6) ou un système de reconnaissance automatique des tampons.

a- Etalonnage du pH-mètre

Etalonner l'électrode de pH sur deux points en utilisant des solutions tampons de la plage attendue de valeurs du pH en suivant les instructions du fabricant. Ensuite, régler les dispositifs manuellement à partir des données déterminées. Pour les dispositifs de mesure automatique, s'assurer que les solutions tampons préparées correspondent aux données des solutions tampons stockées dans le logiciel du dispositif de mesure.

Immerger l'électrode de pH et la sonde de température dans le premier tampon, généralement celui à pH 7, qui est utilisé pour régler le point zéro. Agiter ensuite pour éviter l'enrichissement du chlorure de potassium provoqué par la fuite des électrodes de référence à proximité de l'électrode de verre.

Mettre l'agitateur hors tension et commencer la procédure d'étalonnage sur le dispositif de mesure.

Rincer soigneusement l'électrode de pH et la sonde de température avant, entre et après les mesures en utilisant de l'eau.

Immerger l'électrode de pH dans la seconde solution tampon et agiter. Mettre l'agitateur hors tension et commencer la procédure d'étalonnage pour le deuxième tampon sur le dispositif de mesure.

Vérifier le résultat du réglage de l'électrode de pH sur deux nouveaux échantillons des solutions tampons utilisées.

Il est recommandé de vérifier l'étalonnage en mesurant un tampon de solution de vérification de l'étalonnage indépendant au lieu de la solution tampon utilisée.

Les mesurages ne doivent pas dévier de plus de 0.03 du point réglé pertinent. Sinon, répéter le mode opératoire et remplacer l'électrode de pH si nécessaire.

b- Mesure de la valeur de pH

Chaque fois que cela est possible, mesurer les échantillons dans les mêmes conditions que durant l'étalonnage. De préférence, déterminer la valeur du pH dans le flacon d'échantillonnage.

Lors du changement de solutions, rincer l'électrode de pH et le récipient de mesure avec de l'eau distillée ou déionisée puis, si possible, avec la prochaine solution à mesurer.

Répéter le mode opératoire avec d'autre sous-échantillons, si approprié.

V.1.8. Expression des résultats

La valeur de la grandeur pH est généralement exprimée à un décimal pré. Une deuxième décimale n'est raisonnablement indiquée que lorsque la composition de

la solution inconnue est similaire à la composition des solutions tampons et que la qualité de l'étalonnage le justifie. Si la deuxième décimale est nécessaire bien que les conditions mentionnées ne soient pas satisfaites, il convient d'en indiquer les raisons dans le rapport d'essai.

Consigner également la température de mesurage.

V.1.9. Interprétation

La réglementation marocaine préconise un pH compris entre 6.5 et 8.5(NM 03.7.001).

V.4. DETERMINATION DE LA CONDUCTIVITE

V.4.1. Définition

C'est une détermination très importante car elle renseigne sur la minéralisation de l'eau. La conductivité électrique d'une eau est la conductance (inverse de la résistance) d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques. Elle est fonction de la concentration totale en ions, de leur mobilité, leur valence, leur concentration relative et de la température.

L'unité de la conductivité est le Siemens par mètre (S/m), mais dans le cas de l'eau on utilise généralement le micro siemens par centimètre ($\mu\text{s/cm}$).

V.4.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine NM 03.7.011 (2001).

V.4.3. Principe de la méthode

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 et dépend de :

- a- La concentration en ions,
- b- La nature des ions,
- c- La température de la solution,
- d- La viscosité de la solution,

V.4.4. Matériel

- Instrument pour le mesurage de la conductivité électrique avec électrode.
- Thermomètre, précis à $\pm 0,1^\circ\text{C}$.
- Bain thermostaté, réglable à $25,0 \pm 0,1^\circ\text{C}$

V.4.5. Réactifs

- Eau désionisée dont la conductivité électrique à 25°C, doit être inférieure ou égale à 0.1 ms/m.
- Solutions étalons de chlorure de potassium (KCl).

Le chlorure de potassium utilisé doit être pur pour analyse, séché à l'étuve à 105°C pendant 2h.

- Solution de chlorure de potassium:solution étalon A, $c(\text{KCl})=0,1 \text{ mol/l}$ (7.455 mg /L): dissoudre 7,456g de chlorure de potassium(préalablement séché à 105°C durant 2h et refroidi en dessiccateur) dans de l'eaudéionisée et diluer à 1000 ml.
- La conductivité électrique de cette solution à 25°C, est de 1290 ms/m.
- Solution de chlorure de potassium : solution étalon B, $c(\text{KCl})=0,01 \text{ mol/l}$ (0.745 mg /L) : diluer 100ml de la solution étalon A à 1000ml avec de l'eaudéionisée.

La conductivité électrique de cette solution à 25°C, est de 141 ms/m.

- Solution de chlorure de potassium :solution étalon C, $c(\text{KCl})=0,001 \text{ mol/l}$ (0.074 mg /L): diluer 100 mlde la solution étalon B à 1000ml avec de l'eaudéionisée.

La conductivité électrique de cette solution à 25°C, est de 14.7 ms/m.

Tableau 7 : Conductivité électrique de solutions de chlorures de potassium

Concentrations de chlorure de potassium, $c(\text{KCl})$ en mol/l	Concentrations de chlorure de potassium, $c(\text{KCl})$ en mg/l	Conductivité électrique à 25°C, γ en ms/m
0.0005	0.037	7.4
0.001	0.074	14.7
0.005	0.373	72
0.01	0.745	141
0.02	1.491	277
0.05	3.727	670
0.1	7.455	1290
0.2	14.910	2480

V.4.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Prélever l'échantillon dans une bouteille en polyéthylène complètement remplie et bien bouchée. Des bouteilles en verre sodique ne doivent pas être employées.

Le mesurage de la conductivité doit être fait dès que possible, en particulier dans le cas où il peut y avoir un échange de gaz tels que le dioxyde de carbone ou l'ammoniac

avec l'atmosphère, ou une activité biologique. L'activité biologique peut être diminuée par conservation des échantillons à l'obscurité à 4°C.

Aucun agent de conservation satisfaisant n'est connu pour les échantillons prélevés aux fins de mesurage de conductivité.

Préparer l'appareillage selon les instructions du fabricant.

V.4.7. Mode opératoire

- Rincer la cellule de mesure plusieurs fois avec de l'eau déminéralisée, puis deux fois au moins avec l'échantillon d'eau à examiner.
- Plonger la cellule de mesure de la conductivité dans le milieu de mesure ou dans un récipient contenant l'échantillon d'eau à examiner et veiller à ce qu'il n'y ait pas de bulles d'air sur l'électrode.
- Attendre que la valeur mesurée soit stable.

V.1.8. Expression des résultats

Les résultats de la conductivité doivent être exprimés en millisiemens par mètre (mS/m) ou autre unité ($\mu\text{S}/\text{cm}$) à 25 °C.

La conductivité électrique mesurée à une température différente de 25 °C doit être corrigée en utilisant le facteur de correction approprié indiqué dans l'annexe B, selon la formule suivante :

$$Y = Y_0 f_{25}$$

Y : conductivité à 25°C ;

Y_0 : conductivité à la température de mesure ;

f_{25} : facteur de correction donné par le tableau 7.

Notes (annexe 7) :

les valeurs données pour les facteurs de correction de température sont des valeurs moyennes de mesure d'un certain nombre d'eaux naturelles. Ces facteurs ne sont applicables que pour des eaux ayant une conductivité électrique à 25 °C, d'environ 6 à 100 mS/m et une composition comparable aux eaux souterraines, eaux de puits ou eaux de surface.

En particulier, les facteurs de correction de température de l'annexe 7 ne sont pas applicables aux solutions de chlorure de potassium pour l'étalonnage des cellules de mesure de conductivité. Par conséquent, l'étalonnage doit toujours être effectué à la température de référence de $25,0 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

V.1.9. Interprétation des résultats

Les résultats seront exprimés selon la réglementation marocaine (NM 03.07.001) qui donne une valeur maximale admissible de $2700\mu\text{s}/\text{cm}$ à 20°C .

V.5. DETERMINATION DE L'ALCALINITE (TA-TAC) PAR TITRIMETRIE

V.5.1. Définition de L'alcalinité

L'alcalinité d'une eau correspond principalement à la présence des ions bicarbonate (HCO_3^-), carbonate (CO_3^-) et hydroxyde (OH^-). L'alcalinité composite appelée aussi Titre Alcalimétrique (T.A) d'une eau permet de connaître la quantité d'alcalins libres et de carbonates alcalins caustiques.

L'alcalinité totale appelée aussi Titre Alcalimétrique Complet ou T.A.C. d'une eau permet de connaître la quantité d'alcalins libres, de carbonates et de bicarbonates.

Le bicarbonate et le carbonate proviennent des roches carbonées, de l'anhydride carbonique présent dans l'atmosphère, ainsi que de l'altération météorique des feldspaths et d'autres minéraux.

V.5.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans livre de Rodier (2016).

V.5.3. Principe de la méthode

Dosage volumétrique par addition de solution diluée d'acide chlorhydrique, en présence d'indicateur coloré, nécessaire pour neutraliser le volume d'eau à analyser.

V.5.4. Matériels

- Burette de 25 ml
- Matériels courant de laboratoire (erlenmeyer, éprouvette de 100 ml, pipettes.....)
- 1 pissette d'eau distillée

V.5.5. Réactifs

- Acide chlorhydrique ou sulfurique 0,02 N.
- Solution phénophtaléine dans l'alcool à 0,5%.
- Solution de vert de bromocrésol et de rouge de méthyle :
 - Vert de bromocrésol.....0.2g.

- Rouge de méthyle.....0. 015 g.
- Ethanol à 90%.....q.s.p.....100 ml.
- Eau déionisée exempte d’anhydride carbonique libre (par ébullition de 15min)

V.5.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Prélever l’échantillon dans une bouteille en polyéthylène ou en verre borosilicaté bien fermée et l’analyse doit être pratiquée dans les 24 heures après prélèvement.

V.5.7. Mode opératoire (Annexe8)

a- Détermination du T.A

- Prélever 100ml d’eau à analyser dans une fiole;
- Ajouter 1 à 2 gouttes de phénophtaléine, une coloration rose doit alors se développer. Dans le cas contraire, absence de coloration rose, le TA est nul;
- Verser ensuite doucement l’acide dans la fiole à l’aide d’une burette, en agitant constamment, et ceci jusqu’à décoloration complète de la solution.
- Soit V_1 le volume (en ml) d’acide versé pour obtenir le virage.

b- Détermination du TAC

- Utiliser l’échantillon traité précédemment ou le prélèvement primitif s’il n’y a pas eu de coloration ;
- Ajouter 2 gouttes de la solution vert de bromocrésol et de rouge de méthyle ;
- Titrer avec HCl 0,02N jusqu’à disparition de la coloration bleu verdâtre et apparition de la couleur rose.
- Soit V_2 le volume (en ml) d’acide versé depuis le début du dosage.

V.5.8. Expression des résultats

*TA :

- $V_1/5$ exprime le titre alcalimétrique (TA) en milliéquivalents par litre.
- V_1 exprime le titre alcalimétrique en degrés français (1°f correspond à 10 mg de carbonate de calcium ou à 0.2mEq/l).

*TAC :

- $V_2/5$ exprime le titre alcalimétrique complet (TAC) en milliéquivalents par litre.
- V_2 : exprime le titre alcalimétrique complet en degrés français

Remarque :

Éliminer le chlore résiduel libre si l'eau en contient en ajoutant une goutte de solution de thiosulfate de sodium 0.1N ou par exposition de l'échantillon aux rayonnements UV.

V.5.9. Interprétation des résultats

La réglementation marocaine (NM 003.7.01) n'impose pas de norme pour l'alcalinité.

V.6. DETERMINATION DE LA DURETE TOTALE PAR TITRIMETRIE A L'EDTA

V.6.1. Définition de la dureté totale

La dureté ou titre hydrotimétrique 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 quelquefois les ions fer, aluminium, manganèse, strontium. La dureté est encore appelée dureté calcique et magnésienne.

V.6.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans Rodier(2016).

V.6.3. Principe

Les alcalinoterreux présents dans l'eau sont amenés à former un complexe du type chélate par le sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique. La disparition des dernières traces d'éléments libres à doser est décelée par le virage d'un indicateur spécifique, le noir d'ériochrome. En milieu convenablement tamponné pour empêcher la précipitation du magnésium, la méthode permet de doser la somme des ions calcium et magnésium.

V.6.4. Matériels

- Burette de 25 ml
- Matériels courant de laboratoire (erlenmeyer, éprouvette de 100 ml, fioles, pipettes...)

V.6.5. Réactifs

- Solution d'EDTA
 - Sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique..... 3,725 g
 - Eau désionisée.....q.s.p.....1000ml

- Solution denoir d'ériochromeT à 0.5% :
 - Noir d'ériochromeT.....0.5g
 - Triéthanolamine.....q.s.p.....100ml
- Solution tampon pH=10:
 - Chlorure d'ammonium(NH₄Cl)67.5 g
 - Ammoniaque concentrée (d=0.925).....570ml
 - Sel disodique de magnésium de l'EDTA (C₁₀H₁₂N₂O₈Na₂Mg).....5g
 - Eau désionisée.....q.s.p.....1000 ml

V.6.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Prélever dans une bouteille en polyéthylène complètement remplie et bien bouchée. Conserver l'échantillon dans un réfrigérateur et pratiquer à la lecture le plutôt possible.

Pour les eaux turbides, l'essai doit être effectué sur le surnageant après décantation.

V.6.7. Mode opératoire (Annexe9)

- Mesurer 50ml d'eau à analyser une fiole conique,
- Ajouter 4 ml de Tampon,
- Ajouter 3 gouttes de la solution dunoir d'eriochrome T, la solution se colore en rouge foncé ou violet
- Titrer avec lasolution EDTA, en maintenant une agitation, jusqu'à ce que la teinte vireau bleu.

V.6.8. Expression des résultats

La concentration en totale en calcium et magnésium, exprimée en milliéquivalents par litre

$$\text{Dureté totale en (milliéquivalent/l)} = 1000 \times C \times V_1 / V_2$$

C : concentration en milliéquivalents par litre de la solution EDTA.

*V₁ : volume de L'EDTA versé.

*V₂: volume d'échantillon.

Remarque :

- Si au cours du dosage le volume de solution d'EDTA utilisé est inférieur à 2ml utilisé un plus grand volume d'échantillon ; s'il est supérieur à 20ml diminuer la prise d'échantillon.

V.6.9. Interprétation des résultats

La réglementation marocaine n'impose pas de seuil pour la dureté totale.

V.7. DOSAGE DU CALCIUM PAR METHODE TITRIMETRIQUE A L'EDTA

V.7.1. Définition

Le calcium est un métal alcalino-terreux extrêmement répandu dans la nature et en particulier dans les roches calcaires sous forme de carbonates.

Composant majeur de la dureté de l'eau, le calcium est généralement l'élément dominant des eaux potables. Sa teneur varie essentiellement suivant la nature des terrains traversés.

V.7.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans Rodier (2016).

V.7.3. Principe

Le principe est identique à celui de la méthode titrimétrique décrite pour la dureté totale (V.6). Toutefois, comme le dosage se fait à un pH élevé (12-13), la magnésium est précipité sous forme d'hydroxyde et n'intervient pas par ailleurs, l'indicateur choisi l'acide calcane carboxylique, ne se combine qu'avec le calcium pour former un complexe rouge.

V.7.4. Matériel

- Burette de 25 ml
- Matériel courant de laboratoire (erlenmeyer, éprouvette de 100 ml, pipettes...)

V.7.5. Réactifs

- Solution d'EDTA 0,02N (0.01M)
 - Sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique (cristallisé, 2H₂O)..... 3,721g.
 - Eau désionisée.....q.s.p.....1000ml.
- Solution d'hydroxyde de sodium 2N.
- Indicateur : acide calcane carboxylique :
 - Acide [hydroxy-2-(hydroxyl-2-sulfo-4-naphtyl-azo-1)-1-naphtalène carboxylique] ou HSN.....0.2g.
 - Chlorure de sodium ou sulfate de sodium..... 100g.

Pulvériser l'indicateur et mélanger intimement avec le chlorure ou sulfate de sodium.

V.7.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Prélever dans une bouteille en polyéthylène complètement remplie et bien bouchée. Conserver l'échantillon dans un réfrigérateur et pratiquer à la lecture le plutôt possible.

Pour les eaux turbides, l'essai doit être effectué sur le surnageant après décantation.

V.7.7. Mode Opérateur(Annexe 10)

- Introduire 50ml d'eau à analyser dans fiole conique de 250 ml.
- Ajouter un 2ml de solution d'hydroxyde de sodium.
- Ajouter 0.2 g d'indicateur.
- Titrer par la solution EDTA jusqu'au virage au bleu.

Effectuer le dosage une deuxième fois. Prendre la moyenne des deux résultats. Soit V
Le volume ainsi déterminé.

V.7.8. Expression des résultats

Pour une prise d'essai de 50 ml :

- La teneur en calcium est égale à :

$$\text{Ca (mg /l)} = V \times f \times 0, 4008 \times 1000 / 50$$

f : le rapport entre le titre mesuré de la solution d'EDTA et le titre théorique 0.01 M

V.7.9. Interprétation des résultats

Il n'y a pas de norme marocaine concernant le seuil du calcium et le magnésium. Le calcium et le magnésium sont présents dans toutes les eaux naturelles et le calcium contribue de façon importante à leur dureté.

V.8. MAGNÉSIUM

La quantité des ions magnésium est définie par la différence entre le TH total (V.6) et le TH calcique (V.7).

V.9.DETERMINATION DES CHLORURES PAR LA METHODE AU NITRATE MERCURIQUE

V.9.1. Définition

Les chlorures, très répandus dans la nature, généralement sous forme de sels de sodium (NaCl), de potassium (KCl) et de calcium (CaCl₂), les ions chlorures (Cl⁻). De façon générale, l'ion chlorure est présent dans toutes les eaux, à des concentrations variables. Dans les eaux souterraines, la teneur en ion chlorure peut atteindre quelques grammes par litre au contact de certaines formations géologiques.

V.9.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine : NM 03.7.024 (1990).

V.9.3. Principe

Les chlorures sont dosés en milieu acide par le nitrate mercurique en présence d'un indicateur lediphénylcarbazon.

V.9.4. Matériels

- Matériel courant du laboratoire
- Burette 25 ml.

V.9.5. Réactifs

- Indicateur de pH :
 - Diphenylcarbazon.....0,5 g.
 - Bleudebromophénol.....0,05 g.
 - Alcool à 950 q.s.p..... 100 ml.
 - Peser la diphenylcarbazon, puis le bleu de bromophénol. Les introduires dans un ballon jaugé de 100 ml
 - Ajouter 80 ml à 90 ml d'alcool à 95° en utilisant un entonnoir
 - Agiter jusqu'à dissolution complète.
 - Laisser la fiole un quart d'heure à la température du laboratoire pour atteindre l'équilibre thermique, compléter au trait de jauge, mélangé avec soin. Conserver cette solution alcoolique dans un flacon brun. La solution est stable au moins six mois.
- Solution d'acide nitrique environ N/3.

- Mesurer 977 ml d'eau distillée dans une éprouvette graduée de 1 litre.
- Ajouter ensuite peu à peu, en agitant 23 ml d'acide nitrique concentré mesurée à l'éprouvette de 50 ml. La solution ainsi obtenue est environ N/3.
- Solution étalon de chlorure de sodium (NaCl) N/10.
 - Chlorure de sodium anhydre.....5,85 g.
 - Eau distillée q.s.p.....1000 ml.
 - Peser le chlorure de sodium,
 - l'introduire dans un ballon jaugé de 1000 ml en utilisant un entonnoir.
- Solution de nitrate mercurique N/10
 - Nitratemercurique ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2, \text{H}_2\text{O}$).....17,13 g.
 - Eau distillée.....50 ml.
 - Acide nitrique concentré.....1 ml.

Peser le nitrate mercurique, l'introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml, ajouter 50 ml d'eau distillée et 1 ml d'acide nitrique concentré.

Agiter jusqu'à la dissolution du nitrate mercurique. Quand la solution est limpide, ajouter environ 900 ml d'eau. Laisser un quart d'heure et compléter au trait de jauge. Mélanger avec soin. Contrôler cette solution à l'aide de la solution de chlorure de sodium étalon.

Pour cela, introduire successivement dans un erlenmeyer de 250 ml.

- Solution de chlorure de sodium étalon 10 ml.
- Eau distillée q.s.p.....100 ml.
- Indicateur de pH.....0,5 ml.
- Acide nitrique N/3.....0,5 ml.

Titre au nitrate mercurique jusqu'au virage du jaune au violet. Ajuster la solution au titre convenu, si nécessaire.

NB : Il est possible, et plus rapide, de contrôler directement la solution de nitrate mercurique N/10 par une solution d'acide chlorhydrique N/10. Pour ce faire, il suffit de remplacer dans le mode opératoire immédiatement ci-dessus les 10 ml de la solution de chlorure de sodium par 10 ml de solution d'acide chlorhydrique N/10.

La solution de nitrate mercurique doit être toujours limpide. En cas de trouble dû à une hydrolyse, renouveler la solution.

V.9.6. Transport et condition du prélèvement

Les échantillons doivent être prélevés dans des flacons en polyéthylène ou en verre.

V.9.7. Mode opératoire(Annexe 11)

- Introduire 100 ml eau à analyser dans un erlenmeyer
- 0,5 ml d'indicateur de pH
- Ajouter de l'acide nitrique N/3 goutte à goutte jusqu'à obtention d'une couleur jaune foncé (pH=3,6)
- Ajouter un excès de 3 gouttes d'acide nitrique N/3.
- Titrer au nitrate mercurique jusqu'à apparition de la première teinte violet foncé persistant ; Quelques gouttes avant le virage, la teinte franchement jaune devient orange, titrer alors lentement en agitant vigoureusement.

Soit n le nombre de millilitres de nitrate mercurique N/10 utilisés.

Si la concentration en chlorures de l'échantillon dépasse 350 mg/l procéder à une dilution.

V.9.8. Expression des résultats

Pour une prise d'essai de 100 ml :

$$C = n \times 3.55 \times 10$$

C : La teneur en mg de chlorures contenus dans un litre d'eau

n : le nombre de millilitres de nitrate mercurique utilisés

V.9.9. Interprétation

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine(NM.03.7.001) qui donne comme valeur limite 750mg/l en ions chlorures.

V.10.DETERMINATION DES NITRATES PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION MOLECULAIRE

V.10.1. Définition

Les ions nitrates (NO_3^-) résultent de l'oxydation de l'azote organique et sont donc présents à l'état naturel dans les sols et dans les eaux. L'augmentation du taux de nitrates dans

les eaux superficielles et souterraines est due pour une large part à l'enrichissement des sols par des engrais chimiques ou organiques, ainsi qu'aux rejets d'eaux usées ou mal traitées dans les cours d'eau

V.10.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans Rodier (2016).

V.10.3. Principe

En présence de salicylate de sodium, les ions nitrates donnent du paranitrosalicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage spectrométrique.

V.10.4. Matériel

- Capsules de 60ml environ,
- Bain marie ou étuve
- Verrerie : fioles (1000 ml, 50 ml), pipettes (2ml, 5ml, 10ml), béchers 100 ml.

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée avec une solution d'acide chlorhydrique à 2 mol/l et rincée abondamment à l'eau distillée.

V.10.5. Réactifs

- Solution de salicylate de sodium à 10g/l (à renouveler toutes les 24h),
- Acide sulfurique concentré (d=1.84),
- Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de tartrate double de sodium et de potassium :
 - NaOH.....200g.
 - Sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique.....50g.
 - Eau désioniséeq.s.p.....1000ml.
 - Faire dissoudre les sels dans de l'eau désionisée. Laisser refroidir et compléter à 1000ml et conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène
- Solution d'azoture de sodium :
 - Azoture de sodium.....50mg.
 - Eau déionisée.....q.s.p.....100 ml.
- Solution mère étalon d'Azote nitrique à 0,1 g/l :

- Nitrate de potassium anhydre.....722mg.
- Eau distillée.....q.s.p..... 1000 ml.

A renouveler tous les deux mois.

- Solution fille étalon d'Azote nitrique à 0,005 g/l :
 - Amener 50ml de solution mère à 1000ml avec de l'eau déionisée.

V.10.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Conserver l'échantillon entre 2 à 5 °C et effectuer le dosage le plus rapidement possible après le prélèvement, dans un délai ne dépassant pas les 24h. Sinon, l'échantillon doit être fixé au moment du prélèvement en ajoutant une solution de H₂SO₄ à 4mol/l dans 500 ml d'échantillon.

V.10.7. Mode opératoire (Annexe 12)

Préparation des gammes d'étalonnage

Dans une série de capsules de 60ml environ, introduire successivement les réactifs comme défini dans le tableau 9.

Tableau 9 :Préparation de la gamme d'étalonnage

N° des capsules	T	I	II	III	IV
Solution d'azote nitrique 0,005 g/l (ml)	0	1	2	5	10
Eau déionisée (ml)	10	9	8	5	0
Correspondance (mg/l) d'azote nitrique	0	0.5	1	2.5	5
Solution azoture de sodium (ml)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Acide acétique (ml)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2

Attendre 5 minutes puis évaporer à sec au bain-marie ou dans une étuve portée à 75-80°C (ne pas surchauffer, ni chauffer trop longtemps). Ajouter 1ml de solution de salicylate de sodium, mélanger puis évaporer. Laisser refroidir.

Reprendre le résidu par 1ml d'acide sulfurique concentré ayant soin de l'humecter complètement. Attendre 10min, ajouter 15ml d'eau déionisée puis 10ml de solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium qui développe la couleur jaune. Effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde $\lambda = 415$ nm. Soustraire des unités d'absorbance, lues pour les étalons, la valeur relevée pour le témoin. Construire la courbe d'étalonnage.

b- Dosage des échantillons :

- Introduire 10ml d'eau à analyser dans une capsule de 60ml ou bécher.
- Alcaliniser faiblement avec la solution de NaOH.
- 0.5ml de la solution d'azoture de sodium.
- 0.2ml d'acide acétique.
- Ajouter 1 ml de solution de salicylate de sodium,
- Evaporer à sec (étuve à 75-80°C ou au bain-marie), laisser refroidir,
- Reprendre le résidu par 1 ml d'acide sulfurique concentré,
- Attendre 10min ajouté 15ml d'eau déionisée puis 15ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium,
- Effectuer la lecture au spectromètre à $\lambda = 415 \text{ nm}$. Pour avoir la teneur en azote nitrique exprimée en mg/l d'eau,
- Préparer de la même façon un témoin avec 10ml d'eau déionisée.

Remarque :

Il n'y a pas d'interférence par les chlorures jusqu'à 200mg/l. Au-delà traiter préalablement une quantité aliquote par une solution de sulfate d'argent 0.025N exempte des ions nitrates (sulfate d'argent : 3.898g dissout dans 1 litre d'eau distillée). Séparer le précipité par filtration, le laver avec l'eau distillée exempte de nitrates et pratiquer le dosage sur le filtrat et eaux de lavages réunies, tenir compte de la dilution pour le calcul des résultats.

V.10.8. Expression des résultats

Pour une prise d'essai de 10ml, la courbe donne directement la teneur en azote nitrique exprimée en milligrammes par litre d'eau. Pour obtenir la teneur en ions nitrates (NO_3^-), multiplier ce résultat par 4,43.

V.10.9. Interprétation des résultats

La réglementation marocaine (NM 03.07.001) établit comme teneur maximale admissible 50 mg/l.

V.11.DETERMINATION DES IONS NITRITES PAR METHODE A LA SULFANILAMIDE

V.11.1.Définition

Les ions nitrites, (NO_2^-), comme les nitrates, sont présents à l'état naturel dans les sols, les eaux et les plantes, mais généralement en faible quantité. Les ions nitrites proviennent soit d'une oxydation incomplète de l'ammoniaque, soit d'une réduction des ions nitrates sous l'influence d'une action dénitrifiante.

V.11.2.Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine (NM 03.7.013) (1990).

V.11.3.Principe de la méthode

Réaction des ions nitrites présents dans une prise d'essai, à $\text{pH}=1.9$, avec le réactif amino-4 benzènesulfonamide en présence d'acide orthophosphorique pour former un sel diazoïque qui forme un complexe de coloration rose avec le dichlorhydrate de N-(naphthyl-1) diamino-1,2 éthane (ajouté avec le réactif amino-4 benzène sulfonamide). Mesurage de l'absorbance à 540 nm.

V.11.4. Matériel

- Spectrophotomètre, utilisable à la longueur d'onde de 540 nm et cuve de 10 et 40 mm
- Balance de précision
- Verrerie : fioles (1000 ml, 50 ml), pipettes (2ml, 5ml et 10ml)

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée avec une solution d'acide chlorhydrique à 2 mol/l et rincée abondamment à l'eau distillée.

V.11.5. Réactifs

Tous les produits chimiques utilisés pour préparer les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Pour éviter le risque de contamination par l'ammonium, il faut toujours conserver les réactifs et les échantillons dans les flacons bien fermés, qui seront maintenus ouverts aussi peu que possible pendant le dosage. L'eau utilisée doit être récemment distillée et exempte de nitrites.

- Acide orthophosphorique en solution à 1.5 mol/l : Diluer 25ml d'acide orthophosphorique concentré (15 mol/l $P=1.70$) (dans 15ml d'eau distillée. Homogénéiser et refroidir à la température ambiante. Transférer dans une fiole jaugée de 250ml et compléter au volume avec de l'eau distillée.
- Réactif coloré :
 - Dissoudre 40.0 ± 0.5 g d' amino-4 benzène de sulfonamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) dans un mélange formé de 100 ± 1 ml d'acide orthophosphorique concentré (15 mol/l $P=1.70$) et de 500 ± 50 ml d'eau distillée dans un bécher.
 - Dissoudre 2.00 ± 0.02 g de di-chlorhydrate de N-(naphtyl -1) diamine- 1,2 éthane ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$) dans la solution obtenue. Transférer dans une fiole jaugée de 1000ml et compléter au volume avec de l'eau. Bien homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun. Elle est stable pendant 1 mois si elle est conservée entre 2 et 5°C.

- Solutions étalons des ions nitrites :
 - Solution mère étalon à 100mg/l de NO_2^- : Dissoudre 0.4922 ± 0.0002 mg de nitrite de sodium (préalablement desséché 2h à l'étuve à 105°C) dans de l'eau distillée. Transférer dans une fiole jaugée de 1000ml, et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée.
 - Cette solution, conservée dans un flacon bouché en verre brun entre 2 et 5°C, est stable pendant un mois.
 - Solution fille étalon à 1mg/l de NO_2^- : Au moment de l'emploi, dilué au 1/100 la solution mère étalon.

V.11.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Les échantillons doivent être prélevés dans des flacons en verre et doivent être analysés aussi vite que possible dans les 24h qui suivent leur prélèvement. La conservation des échantillons entre 2 et 5°C peut assurer une bonne conservation.

V.11.7. Mode opératoire (Annexe 13)

a- Etablissement de la courbe d'étalonnage

Introduire dans une série de fioles jaugées de 50ml les volumes de solutions étalons indiqués dans le tableau 10 et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Tableau 10 : Préparation de la gamme d'étalonnage

Numéros des fioles de 50 (ml)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Solutions filles étalons à 1 mg/l en ml	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	5.0	7.5	10
Eau distillée (ml)	40	39.5	39	38.5	38	37.5	35	32.5	30
Masse correspondante de nitrites, exprimée en azote m_N en μg	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	5.0	7.5	10.0
Concentration en NO_2^- en mg/l	0	1.645	3.290	4.935	6.58	8.225	16.450	24.675	32.900
Réactif coloré en ml	1	1	1	1	1	1	1	1	1

- Homogénéiser et laisser reposer
- Attendre au moins 20 min au moins après l'ajout du réactif
- Mesurer l'absorbance au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 540nm avec une cuve de 10mm ou 40mm (selon l'intensité de la coloration) en utilisant comme liquide de référence l'eau déionisée.
- Tracer la courbe de l'absorbance en fonction des teneurs en NO_2^- ; cette courbe doit être linéaire.

b- Dosage des échantillons

- Introduire 40ml de l'échantillon dans une fiole jaugée de 50 ml, si l'échantillon contient moins de 0.8 mg /L de NO_2^- ;
- Introduire une partie aliquote de l'échantillon dans une fiole jaugée de 50ml et compléter à 40ml au trait de jauge avec de l'eau déionisée, si l'échantillon contient plus de 0.8mg/L de NO_2^- ;
- Ajouter dans la fiole, 1 ml du réactif coloré et homogénéiser,
- Attendre au moins 20 min au moins après l'ajout du réactif,
- Mesurer l'absorbance au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 540 nm avec une cuve de 10 ou 40mm. Pour la solution de référence utiliser de l'eau déionisée traitée comme les échantillons.

Remarque :

Si l'alcalinité de l'échantillon est élevée et telle que le pH n'est pas de $1,9 \pm 0,1$ après traitement de la prise d'essai et dilution à 40ml, il convient d'ajouter un excès de la solution d'acide orthophosphorique avant dilution de manière à obtenir le pH spécifié.

Si l'échantillon pour laboratoire contient des matières en suspension, il doit être mis à décanter ou filtré à travers un papier en fibre de verre avant le prélèvement de la prise d'essai.

V.11.8.Expression des résultats

La concentration de nitrites, exprimée en mg d'azote par litre, est donnée par la formule

$$C = m_N / V$$

C : concentration de nitrites exprimée en mg d'azote par litre ;

m_N : masse de nitrite, exprimée en microgrammes d'azote ;

V : volume en ml de la prise d'essai.

Les valeurs de conversions des différentes expressions sont représentées dans le tableau 11 suivant :

Tableau 11 : Valeurs de conversions des différentes expressions

	ρ_N	$\rho_{NO_2^-}$	$C(NO_2^-)$
$\rho_N = 1 \text{ mg/l}$	1	3.29	71.4
$\rho_{NO_2^-} = 1 \text{ mg/l}$	0.304	1	21.7
$C(NO_2^-) = 1 \mu\text{mol/l}$	0.014	0.046	1

V.11.9. Interprétation

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine (NM.03.7.001) qui donne comme valeur limite 0.5 mg/l des ions nitrites.

V.12.DETERMINATION DES IONS DE L'AMMONIUM PAR METHODE SPECTROMETRIQUE

V.12.1.Définition

L'ammoniaque constitue un des maillons du cycle complexe de l'azote. Dans son état primitif l'ammoniaque est un gaz soluble dans l'eau, mais suivant les conditions de pH il se transforme, soit en un composé non combiné, soit sous forme ionisée.

V.12.2.Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans la norme marocaine NM. 03.7.012(1999).

V.12.3.Principe

Mesurage spectrométrique du composé bleu formé par réaction de l'ammonium avec les ions salicylate et hypochlorite en présence de nitrosopentacyanoferrate(III) de sodium (nitroprussiate de sodium).

Les ions hypochlorite sont générés in situ par hydrolyse alcaline du sel de sodium du dichloro-s-triazine N, N'-dichloro-1,3,5-triazine-2,4,6 (1H, 3H, 5H)-trione (dichloroisocyanurate de sodium). La réaction de la chloramine avec le salicylate de sodium se situe à pH =12,6 en présence de nitroprussiate de sodium. Les chloramines présentes dans l'échantillon sont en conséquence déterminées quantitativement. Du citrate de sodium est incorporé aux réactifs pour masquer l'interférence des citations, notamment le calcium et le magnésium.

V.12.4. Matériel

- Fioles (1000ml, 500ml, 50ml), pipettes, éprouvettes,...
- Spectromètre pouvant opérer une longueur d'onde de 655 nm, équipé de cuves de parcours optique compris entre 10 et 50mm.
- Bain d'eau ou incubateur maintenu à $25 \pm 1^\circ\text{C}$.
- Balance de précision

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée par emploi de la solution de lavage puis rincée abondamment avec l'eau.

V.12.5. Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau préparée comme indiqué ci-dessous:

- **Eau** : Exempte d'ammonium, préparée par l'une des méthodes suivantes.

- Méthode par échange d'ions

Faire passer de l'eau distillée à travers une colonne de résine fortement échangeuse de cations (forme hydrogène) et recueillir l'éluât dans une bouteille en verre munie d'un bouchon à fermeture hermétique. Pour la conservation, ajouter environ 10 g de la même résine à chaque litre d'éluât recueilli.

- Méthode par distillation

Ajouter $0,10 \pm 0,01$ ml d'acide sulfurique ($= 1084$ g/ml) à 1000 ± 10 ml d'eau distillée et redistiller cette eau acidifiée dans un appareil en verre. Après avoir éliminé les premiers 50 ml, recueillir le distillat dans une bouteille en verre munie d'un bouchon à fermeture hermétique. Ajouter environ 10 g de résine fortement échangeuse de cation (forme hydrogène) à chaque litre de distillat recueilli.

- **Réactif coloré** : Dissoudre 130 ± 1 g de salicylate de sodium ($C_7H_6O_3Na$) et 130 ± 1 g de citrate trisodiquedihydraté ($C_6H_5O_7Na_3$) dans l'eau contenue dans une fiole jaugée de 100ml.

Ajouter une quantité d'eau suffisante pour avoir un volume total de liquide d'environ 950 ml puis ajouter 0.970 ± 0.005 g de sodium nitrosopentacyanoferrate(III) di-hydraté {nitroprussiate de sodium $[Fe(CN)_5NO]Na_2 \cdot 2H_2O$ }. Dissoudre le solide et diluer au trait repère avec de l'eau.

Conserver dans un récipient en verre brun, ce réactif est stable au moins deux semaines.

- **Dichloroisocyanurate de sodium** : solution : Dissoudre $32.0 \pm 0,1$ g d'hydroxyde de sodium dans 500 ± 50 ml d'eau. Refroidir la solution à température ambiante et ajouter $2,00 \pm 0,02$ g de dichloroisocyanuratedihydraté ($C_3N_3O_3Cl_2Na, 2H_2O$). Dissoudre le solide et transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml. Diluer au trait repère avec l'eau.

Conserver dans un récipient en verre brun, ce réactif est stable au moins deux semaines.

- **Solution étalon d'Azote ammoniacal** : $= 1000$ mg/l : Dissoudre $3,819 \pm 0,004$ g de chlorure d'ammonium (séché à 105 °C pendant au moins 2 h) dans environ 800 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1000 ml. Diluer au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg d'azote ammoniacal.

Conserver dans une bouteille bouchée en verre, cette solution est stable au moins un mois.

- **Azote ammoniacal** : solution étalon $= 100$ mg/l : Prélever à la pipette 100 ml de la solution étalon d'azote ammoniacal et l'introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml. Diluer au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg d'azote ammoniacal

Conservée dans une bouteille bouchée en verre, cette solution est stable pendant une semaine.

- **Azote ammoniacal** : solution étalon, = 1 mg/l. : Prélever à la pipette 1 ml de la solution d'azote ammoniacal et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au trait repère avec de l'eau. 1 ml de cette solution étalon contient 1g d'azote ammoniacal.

Préparer cette solution immédiatement avant emploi

- **Solution de lavage** : Dissoudre 100 ± 2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ± 2 ml d'eau. Refroidir la solution et ajouter 900 ± 50 ml d'éthanol 95 %.

V.12.6. Transport et conditionnement du prélèvement

Les échantillons doivent être prélevés dans des récipients en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, à moins d'être conservés entre 2 et 5°C jusqu'à l'analyse. Une acidification avec de l'acide sulfurique à pH <2 peut également être effectuée pour faciliter la conservation, sous réserve d'éviter toute contamination de l'échantillon acidifié par absorption de l'ammoniac de l'atmosphère.

V.12.7. Mode Opératoire (Annexe 14)

a- Prise d'essai

La prise d'essai maximale est de 40 ml ; elle peut être utilisée pour des concentrations en ammonium allant jusqu'à $N = 1$ mg/l.

De plus petites prises d'essai peuvent être employées si nécessaire pour les concentrations en ammonium plus élevées. Les échantillons contenant des matières en suspension doivent être décantés, ou filtrés par gravité à travers un filtre en fibre de verre rincé avant prélèvement de la prise d'essai. En alternative, une distillation préalable de l'échantillon peut être effectuée.

b- Préparation de la solution d'essai

Prélever à la pipette la prise d'essai choisie (a) et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml. Si nécessaire, amener le volume à 40 ± 1 ml avec de l'eau.

c- Dosage

- **Formation du composé absorbant** :

Ajouter $4,00 \pm 0,05$ ml de solution de réactif coloré et homogénéiser. Ajouter alors $4,00 \pm 0,05$ ml de solution de dichloroisocyanurate de sodium et homogénéiser.

NOTE 1 : Après cet ajout, le pH de la solution doit être de $12,6 \pm 0,1$. Des valeurs extrêmes dans l'acidité ou l'alcalinité peuvent entraîner des écarts.

Diluer au trait repère avec de l'eau. Agiter vigoureusement la fiole et la placer dans le bain d'eau maintenu à 25 ± 1 °C.

NOTE 2 : D'autres températures peuvent être utilisées pour le bain d'eau, mais tous les dosages et étalonnages doivent être effectués à la même température à ± 1 °C.

- **Mesurages photométriques :**

Après au moins 60 min, retirer la fiole du bain d'eau et mesurer l'absorbance de la solution à la longueur d'onde d'absorbance maximale, environ 655 nm, dans une cuve de parcours optique adéquate par référence à une cuve contenant de l'eau.

NOTE : La longueur d'onde d'absorbance doit être vérifiée chaque fois que la méthode est utilisée pour la première fois et doit être prise en compte pour les dosages suivants.

- **Essai à blanc :**

Procéder comme décrit en (b) et (c), mais en utilisant 40 ± 1 ml d'eau à la place de la prise d'essai.

d- Etablissement de la courbe d'étalonnage

Les solutions étalons sont préparées comme il est défini dans le tableau 11.

Tableau 12 : Préparation des solutions d'étalonnage.

Numéros des fioles de 50 (ml)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Solution étalon Azote Ammoniacal 1 mg/l	0	2	4	6	8	10	20	30	40
Eau (ml)	40	38	36	34	32	30	20	10	0
Réactif coloré (ml)	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Dichloroisocyanurate de sodium (ml)	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Diluer au trait repère avec de l'eau(ml)	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Correspondance en mg/l d'Azote Ammoniacal	0,00	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25	0,5	0,75	1
Parcours optique de la cuve	10-40	40	40	40	40	10	10	10	10

- **Mesurages photométriques :**

Après au moins 60 min, retirer la fiole du bain d'eau et mesurer l'absorbance de la solution à la longueur d'onde d'absorbance maximale, environ 655 nm, dans une cuve de parcours optique adéquate par référence à une cuve contenant de l'eau.

- **Etablissement de la courbe d'étalonnage :**

Soustraire l'absorbance de la solution de compensation des absorbances des autres solutions étalons et tracer pour chaque cuve la courbe donnant l'absorbance en fonction de la masse en azote ammoniacal mN. Ces courbes doivent être linéaires et passer par l'origine.

- **Dosage des échantillons :**

Les échantillons doivent être prélevés dans des récipients en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, à moins d'être conservés entre 2 et 5°C jusqu'à l'analyse. Une acidification avec de l'acide sulfurique à pH <2 peut également être effectuée pour faciliter la conservation, sous réserve d'éviter toute contamination de l'échantillon acidifié par absorption de l'ammoniac de l'atmosphère.

V.12.8.Expression des résultats

Voir tableau 13 pour la conversion de N en concentrations d'ammoniac et d'ions ammonium.

Tableau 13 : Conversion de N en concentrations d'ammoniac et d'ions ammonium.

Concentration de l'entité chimique	ρ_N	$\rho_{\text{NH}_3^+}$	$\rho_{\text{NH}_4^+}$	$C_{\text{NH}_4^+}$
	mg/l	mg/l	mg/l	mol/l
$\rho_N = 1 \text{ mg/l}$	1	1.216	1.288	71.4
$\rho_{\text{NH}_3^+} = 1 \text{ mg/l}$	0.823	1	1.059	58.7
$\rho_{\text{NH}_4^+} = 1 \text{ mg/l}$	0.777	0.944	1	55.4
$C_{\text{NH}_4^+} = 1 \text{ mol/l}$	0.014	0.017	0.018	1

Exemple :

Une concentration d'ions ammonium de $\text{NH}_4^{+} = 1 \text{ mg/l}$ correspond à une concentration d'azote de $\text{N} = 0.777 \text{ mg/l}$.

Remarque :

Une gamme de substances souvent rencontrées dans les échantillons d'eau a fait l'objet d'essais pour les interférences possibles avec la présente méthode. Les détails sont fournis dans l'annexe 15.

V.12.9. Interprétation

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine qui donne comme valeur limite 0.5 mg/l en NO_2^- .

V.13. DETERMINATION DES IONS SULFATES PAR METHODE SPECTROMETRIQUE

V.13.1. Définition

Les ions sulfates (SO_4^{2-}) sont composés de soufre (S) et d'oxygène (O). Cet élément est présent à l'état naturel ou artificiel.

Les ions sulfates donnent un goût amer, un goût médical à l'eau s'ils dépassent la concentration permises par la norme marocain (NM.03.7.001). Cela rend désagréable la consommation de l'eau.

V.13.2. Référence de la méthode

Cette méthode est décrite dans Rodier(2016).

V.13.3. Principe

Les ions sulfate (SO_4^{2-}) sont précipités en milieu chlorhydrique à l'état de sulfate de baryum. Le précipité ainsi obtenu est stabilisé à l'aide d'une solution de tween 20 ou de polyvinylpyrrolidone. Les suspensions homogènes sont mesurées au spectromètre.

V.13.4. Matériel

Verrerie : fioles (1000 ml, 50 ml), pipettes (2ml, 5ml, 10ml), béchers

V.13.5. Réactifs

- Solution d'acide chlorhydrique au 1/10.
- Solution de polyvinyl-pirrolidone ou de Tween 20 à 25%.
- Solution de chlorure de baryum stabilisée :

- Chlorure de Baryum ($\text{BaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$)..... 10 g.
- Solution de Tween 20.....20ml.
- Ou 5ml de solution polyvinyl-pirrolidone (PVP).
- Eau déionisée.....q.s.p..... 100 ml.
- Solution étalon de sulfate de sodium à 150 mg /l de SO_4^{2-} :
 - Sulfate de Sodium anhydre.....0,221g.
 - Eau déionisée.....q.s.p.....1000ml.

V.13.6. Transport et condition de prélèvement

Les échantillons doivent être analysés le plus tôt possible après leur prélèvement. En présence de matières en suspensions, les échantillons doivent être centrifugés ou filtrés.

V.13.7. Mode opératoire (Annexe 16)

a- Préparation des gammes d'étalonnage

Les solutions étalons sont préparées comme il est défini dans le tableau 14.

Tableau 14 : Préparation des solutions étalonnage.

Numéros des tubes	T	I	II	III	IV	V	VI
Solution étalon de SO_4^{2-} en mg/l	0	1	3	5	7	9	10
Eau déionisée	50	49	47	45	43	41	40
Acide chlorhydrique au N/10 (ml)	1	1	1	1	1	1	1
Solution de chlorure stabilisé (ml)	5	5	5	5	5	5	5
Correspondance en mg/l de SO_4^{2-}	0	3	9	15	21	27	30

Agiter deux ou trois fois énergiquement. Après 15 minutes de repos, agiter à nouveau et faire la lecture au spectromètre à la longueur d'onde de 650nm. Soustraire de la densité optique lue pour chaque tube réactionnel, la densité optique lue pour le témoin. Construire la courbe d'étalonnage.

b- Dosage des échantillons

Introduire dans un tube à essai :

- Mesurer 50 ml Eau.
- 1ml acide chlorhydrique au 1/10.

- 5ml solution de chlorure de baryum stabilisée.
- Préparer dans les mêmes conditions un tube témoin en remplaçant l'eau à analyser par de l'eau déionisée.
- Agiter énergiquement et laisser reposer 15 min.
- Agiter de nouveau et faire les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 650 nm.

Tenir compte de la valeur lue pour le témoin. Se reporter à la courbe de l'étalonnage.

V.13.8.Expression des résultats

La valeur déterminée à l'aide de la courbe d'étalonnage donne directement le résultat en mg de SO_4^{2-} par litre d'eau.

Remarque :

La prise d'essai doit contenir une quantité de sulfate inférieure à 2 mg. La courbe représentative étant une droite parfaite pour ces teneurs. Dans le cas d'eaux fortement chargées en SO_4^{2-} , préparer des dilutions en vérifiant chaque fois qu'elles se trouvent dans la zone d'utilisation de la courbe d'étalonnage.

V.13.9.Interprétation des résultats

Les résultats seront interprétés selon la réglementation marocaine (NM.03.7.001) qui donne comme valeur limite 400 mg/l.

Référence

- Loi n°36-15 relative à l'eau promulguée par le dahir N°1-16-113 du 6 Kaada 1437 (10-08-2016) stipule que la surveillance de la qualité de l'eau à usage alimentaire, est attestée par un laboratoire agréé par l'administration.
- Arrêté de la ministre de la Santé n° 2598-10 relatif au GBEA.
- Loi n°28-00 relative à la gestion des déchets et à leur élimination promulguée par le dahir n° 1-06-153 du 30 chaoual 1427 (22 Novembre 2006). (B.O. n° 5480 du 7 décembre.
- Moran L. et Mascingoli T; La sécurité dans le laboratoire de chimie. 1-239, National Academies Press, Washington, DC. (2010)
- OMS, (2005), Manuel de sécurité biologique en laboratoire. 1-219, 3^{ème} édition. ISBN.
- Triolet J. et Mairesse M., (2015), Manipulations dans les laboratoires de chimie- Risques et prévention. ED 953. 1-24, aide-mémoire technique, 2^{ème} Ed., INRS.
- Norme ISO 9001 (2015).
- J.RODIER, B.LEGUBE et Coll.(2016). L'analyse de l'eau Dunod, 10e édition
- NM.03.7.001, (2006), Qualité des eaux d'alimentation humaine.
- NM.03.7.002, (2011) Contrôle et surveillance de l'eau dans les réseaux d'approvisionnement public.
- NM.03.7.016, (1990), Qualité des eaux Détermination de l'odeur.
- NM.03.7.017, (1990), Qualité des eaux Détermination du goût.
- NM 03.7.009, (2012), Qualité des eaux Détermination du pH.
- NM 03.7.011, (2001), Qualité des eaux Détermination de la conductivité électrique.
- (NM 03.7.013), (1999) Qualité de l'eau - Dosage des nitrites - Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire.
- NM. 03.7.012 (1999), Qualité de l'eau Dosage de l'ammonium, Méthode spectrométrique manuelle.
- NM.03.7.024 (1990), Qualité de l'eau Détermination des chlorures, Dosage volumétrique par la méthode au nitrate mercurique.
- Manuel biosécurité du Département de toxicologie, (2016), Institut National d'Hygiène.
- Manuel de prélèvement Santé-Environnement (2015) Institut National d'Hygiène.

A large, light green curved graphic element starts from the left edge of the page and tapers to a point on the right, positioned above the main title.

ANNEXES

Annexe 1

Demande d'Analyses Physico-Chimiques

Demande N° : Nbre d'échantillons : Client
 Poste Transporteur
 Particulier
 Autre

Demandé par : Société ou organisme : Adresse : Commune : code postal : Tél : Fax :	RESERVE AU SERVICE ADMINISTRATIF <u>Contrôle administratif à réception :</u> Le : Par :
--	--

RENSEIGNEMENTS	
Raison qui motive l'analyse :	
Prélèvement : lieu de prélèvement.....	
Prélevé par : Date : Heure :	
Observation :	
Mesures prises sur terrain : T° de l'eau : T° de l'air : pH : Conductivité :	
Autres mesures :	
Origine et usage de l'échantillon :	
Eaux d'alimentation : Eaux de réseau public..... <input type="checkbox"/>	
Eaux de puits..... <input type="checkbox"/>	
Eaux de forages..... <input type="checkbox"/>	
Eaux de sources..... <input type="checkbox"/>	
Eaux de surface..... <input type="checkbox"/>	
Eaux embouteillées : Eaux de sources <input type="checkbox"/>	
Eaux minérales Naturelles..... <input type="checkbox"/>	
Eaux de table..... <input type="checkbox"/>	
Eaux d'hémodialyse : <input type="checkbox"/>	

Contrôle technique au laboratoire :	
Nombre d'échantillons reçus :	
Date et heure de réception :	
Non-conformité :	
T° du transport :	
Volume prélevé :	
Responsable de la réception :	

PARAMETRES PHYSICO-CHIMIES			
pH			
Conductivité			
Odeur			
Saveur			
Calcium			
Magnésium			
Chlorures			
Nitrates			
Sulfates			
TA			
TAC			
Dureté Totale (TH)			
Nitrites			
Ammonium			

Annexe 2

Liste des analyses et modalités de prélèvement

Nom de l'analyse	Nature du récipient P= Polyéthylène V= Verre T= Téflon	Technique de conservation	Lieu d'analyse	Observation	Référence
Odeur	V	Réfrigération entre 0 °C et 4 °C	Laboratoire (pour l'analyse quantitative)	-	NM.03.7.016 (1990)
Goût	V ou T stérile	Réfrigération entre 0 °C et 4 °C	Laboratoire (pour l'analyse quantitative)	-	NM. 03.7.017 (1990)
pH	P ou V	-	Sur place	Il convient d'effectuer le mesurage le plus tôt possible et de préférence sur place	NM 03.7.009 (2012)
		Réfrigération entre 2 °C et 8 °C à l'obscurité	Laboratoire		
Conductivité	P	-	Sur place	Effectuer le mesurage dès que possible	NM 03.7.011 (2001)
		Réfrigération entre 0 °C et 4 °C	Laboratoire		
Calcium et Magnésium	P ou V	Réfrigération entre 0 °C et 4 °C	Laboratoire	Effectuer la lecture le plutôt possible.	Rodier (2016)
Dureté (TH)	P ou V	Réfrigération entre 0 °C et 4 °C	Laboratoire	Effectuer la lecture le plutôt possible.	Rodier (2016)
Chlorure	P ou V	-	Laboratoire	-	NM 03.7.024 (1990)
Nitrate	P ou V	Acidification à pH ≤ 2 ou Réfrigération entre 2 °C et 5 °C	Laboratoire	-	Rodier (2016)
Sulfate	P ou V	Réfrigération entre 2 °C et 5 °C	Laboratoire		Rodier (2016)
Nitrite	V	Réfrigération entre 2 °C et 5 °C	Laboratoire		NM 03.7.013 (1990)
Ammonium	P ou V	Acidification à pH ≤ 2 et Réfrigération entre 2 °C et 5 °C	Laboratoire	Une acidification avec de l'acide sulfurique à pH <2 peut également être effectuée pour faciliter la conservation	NM 03.7.012 (1999)

Annexe 3

Critères d'acceptation ou de refus des échantillons

Critères vérifiés	Non-conformité rencontrée	Décision/Dérogation
Demande d'analyse ou fiche de prélèvement	Absence de demande d'analyse ou fiche de prélèvement	Acceptation du prélèvement sous réserve d'apporter la demande avec toutes les informations nécessaires ou bien l'envoyer par fax, sinon refus
	Echantillon non identifié, sans demande spécifiant le type d'analyse à réaliser	Refus du prélèvement et élimination des échantillons
	Identification partielle du prélèvement : manque un ou plusieurs des éléments suivants : nature du prélèvement ; identité du demandeur ; identité du préleveur ; motif de l'analyse ; date du prélèvement ; numéro de régie	Acceptation du prélèvement sous réserve d'obtention de l'information, sinon refus
	Discordance d'identité entre les prélèvements et la demande d'analyse	Refus du prélèvement Demande d'un nouveau prélèvement
Flaconnage	- Inadéquation entre le type de flacon utilisé et l'analyse demandée - volume ou quantité insuffisante pour effectuer l'analyse	Demande d'un nouveau prélèvement avec indication des modalités à respecter
	- Flacons sale	Refus du prélèvement et demande d'un nouveau prélèvement
	- Quantité insuffisante	Demande d'un nouveau prélèvement si possible
Délais conditions et température de transport	Température non respectée Durée de transport non respectée	Refus du prélèvement et demande d'un nouveau prélèvement

Annexe 4
Registre de réception des prélèvements au laboratoire

N° du laboratoire	N° de régie	Nom et prénom	Date de réception	Date et heure de prélèvement	Service ou structure d'origine	date de rendu de résultats et observations

Annexe 5

Feuille de paillasse

N° Lab. :	Date d'analyse :
- Nom et adresse du client : - Nature du prélèvement : - Lieu de prélèvement :	
Date de réception :	Date de prélèvement :

Paramètres	CIQ	Echantillon	Paramètres	CIQ	Echantillon
Odeur à °25c			Conductivité en $\mu\text{s}/\text{cm}$ à °25c		
Saveur à °25c					
Turbidité en NTU					
Chlore résiduel en mg/l					
pH					

Paramètres	CIQ		Echantillon	
	V en ml	CC en °F	V en ml	CC en °F
TA				
TAC				
TH				

Para- mètres	CIQ		Echantillon		Para- mètres	CIQ		Echantillon	
	V en ml	CC en mg/l	V en ml	CC en mg/l		V en ml	CC en mg/l	V en ml	CC en mg/l
Ca ²⁺					NH ₄ ⁺				
Mg ²⁺									
Cl ⁻									
NO ₃ ⁻									
SO ₄ ²⁻									
NO ₂ ⁻									

Date d'enregistrement	Date de paraphe	Date de rendu du résultat	Date de classement

Annexe 6
Tableau : Exemples de valeurs de pH des solutions de référence
(étalon primaire) (annexe)

Etalons Température °C	B Hydrogéo- tartrate de potassium saturé	C Hydrogénophthalate de potassium 0,05 mol/kg	D Phosphate 0,025 mol/kg	F Tétraborate de sodium 0,01 mol/kg	I Carbonate de sodium hydrogénocarbonate de sodium 0,025 mol/kg
0	<u>a</u>	<u>4,000</u>	<u>6,984</u>	<u>9,464</u>	<u>10,317</u>
5	<u>a</u>	<u>3,998</u>	<u>6,951</u>	<u>9,395</u>	<u>10,245</u>
10	<u>a</u>	<u>3,997</u>	<u>6,923</u>	<u>9,332</u>	<u>10,179</u>
15	<u>a</u>	<u>3,998</u>	<u>6,900</u>	<u>9,576</u>	<u>10,118</u>
20	<u>a</u>	<u>4,000</u>	<u>6,881</u>	<u>9,225</u>	<u>10,062</u>
25	<u>3,557</u>	<u>4,005</u>	<u>6,865</u>	<u>9,180</u>	<u>10,012</u>
30	<u>3,552</u>	<u>4,011</u>	<u>6,853</u>	<u>9,139</u>	<u>9,966</u>
35	<u>3,549</u>	<u>4,018</u>	<u>6,844</u>	<u>9,102</u>	<u>9,926</u>
37	<u>3,548</u>	<u>4,022</u>	<u>6,841</u>	<u>9,088</u>	<u>9,910</u>
40	<u>3,547</u>	<u>4,027</u>	<u>6,838</u>	<u>9,068</u>	<u>9,889</u>
50	<u>3,549</u>	<u>4,050</u>	<u>6,833</u>	<u>9,011</u>	<u>9,828</u>

a : Ne peut pas être utilisé en dessous de 25°C

Annexe 7

Tableau : Facteur de correction de température, f_{25} , pour la conversion de valeurs de conductivité d'eaux naturelles de θ °C à 25 °C

θ °C	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
0	1,918	1,912	1,906	1,899	1,893	1,887	1,881	1,875	1,869	1,863
1	1,857	1,851	1,845	1,840	1,834	1,829	1,822	1,817	1,811	1,805
2	1,800	1,794	1,788	1,783	1,777	1,772	1,766	1,761	1,756	1,750
3	1,745	1,740	1,734	1,729	1,724	1,719	1,713	1,708	1,703	1,698
4	1,683	1,688	1,683	1,678	1,673	1,668	1,663	1,658	1,653	1,648
5	1,643	1,638	1,634	1,629	1,624	1,619	1,615	1,610	1,605	1,601
6	1,596	1,591	1,587	1,582	1,578	1,573	1,569	1,564	1,560	1,555
7	1,551	1,547	1,542	1,538	1,534	1,529	1,525	1,521	1,516	1,512
8	1,508	1,504	1,500	1,496	1,491	1,487	1,483	1,479	1,475	1,471
9	1,467	1,463	1,459	1,455	1,451	1,447	1,443	1,439	1,436	1,432
10	1,428	1,424	1,420	1,416	1,413	1,409	1,405	1,401	1,398	1,394
11	1,390	1,387	1,383	1,379	1,376	1,372	1,369	1,365	1,362	1,358
12	1,354	1,351	1,347	1,344	1,341	1,337	1,334	1,330	1,327	1,323
13	1,320	1,317	1,313	1,310	1,307	1,303	1,300	1,297	1,294	1,290
14	1,287	1,284	1,281	1,278	1,274	1,271	1,268	1,265	1,262	1,259
15	1,256	1,253	1,249	1,246	1,243	1,240	1,237	1,234	1,231	1,228
16	1,225	1,222	1,219	1,216	1,214	1,211	1,208	1,205	1,202	1,199
17	1,196	1,193	1,191	1,188	1,185	1,182	1,179	1,177	1,174	1,171
18	1,168	1,166	1,163	1,160	1,157	1,155	1,152	1,149	1,147	1,144
19	1,141	1,139	1,136	1,134	1,131	1,128	1,126	1,123	1,121	1,118
20	1,116	1,113	1,111	1,108	1,106	1,103	1,101	1,098	1,096	1,093
21	1,091	1,088	1,086	1,083	1,081	1,079	1,076	1,074	1,071	1,069
22	1,067	1,064	1,062	1,060	1,057	1,055	1,053	1,051	1,048	1,046
23	1,044	1,041	1,039	1,037	1,035	1,032	1,030	1,028	1,026	1,024
24	1,021	1,019	1,017	1,015	1,013	1,011	1,008	1,006	1,004	1,002
25	1,000	0,998	0,996	0,994	0,992	0,990	0,987	0,985	0,983	0,981
26	0,979	0,977	0,975	0,973	0,971	0,969	0,967	0,965	0,963	0,961
27	0,959	0,957	0,955	0,953	0,952	0,950	0,948	0,946	0,944	0,942
28	0,940	0,938	0,936	0,934	0,933	0,931	0,929	0,927	0,925	0,923
29	0,921	0,920	0,918	0,916	0,914	0,912	0,911	0,909	0,907	0,905
30	0,903	0,902	0,900	0,898	0,896	0,895	0,893	0,891	0,889	0,888
31	0,886	0,884	0,883	0,881	0,879	0,877	0,876	0,874	0,872	0,871
32	0,869	0,867	0,866	0,864	0,863	0,861	0,859	0,858	0,856	0,854
33	0,853	0,851	0,850	0,848	0,846	0,845	0,843	0,842	0,840	0,839
34	0,837	0,835	0,834	0,832	0,831	0,829	0,828	0,826	0,825	0,823
35	0,822	0,820	0,819	0,817	0,816	0,814	0,813	0,811	0,810	0,808

Annexe 8

Dosage du TA et TAC par la Méthode Titrimétrique



100mL d'eau à analyser



1 à 2 gouttes de phénolphtaléine



Coloration Rose

Titration par **HCL 0.02N**



Pas de Coloration

2 gouttes de la solution vert de Bromocrésol et de rouge de méthyle



Disparition de la coloration rose
TA milliéquivalent/l = $V_1/5$



Titration par **HCL 0.02N**

Virage au rose TAC en milliéquivalent/l = $V_2/5$

Annexe 9

Dosage de la Dureté Totale par la solution d'EDTA



50mL d'eau à analyser



4mL de solution **Tampon**



3 gouttes de **noir Eriochrome T**



Titration avec la solution EDTA
(Virage en bleu)

Annexe 10

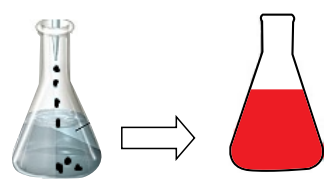
Dosage du calcium par solution EDTA



50mL d'eau à analyser



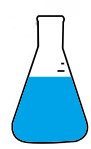
2mL de NaOH à 33%



0.2g d'indicateur



Titration avec la solution EDTA



Virage au **bleu**

Annexe 11

Dosage des chlorures : Méthode au nitrate mercurique



100mL d'eau à analyser



0.5mL d'indicateur de pH



Acide Nitrique N/3 goutte à goutte jusqu'à obtention couleur jaune foncé



Titration avec Nitrate Mercurique

Annexe 12

Dosage des Nitrates Méthode au Salicylate de Sodium

10 mL d'eau à analyser
Alcaliniser par NaOH+0.5ml
azoture de sodium +0.2 ml acide



1mL de solution de
salicylate de sodium



Evaporer à sec dans
l'étuve à **75-80°C**



1mL d'acide sulfurique pur et attendre **10min**



15mL d'eau déionisée



15mL de solution de Tartrate



Lecture à **415 nm**

Annexe 13

Dosage des nitrites par la méthode à la sulfanilamide

40 mL d'eau à analyser



1 mL réactif coloré



Homogénéiser et laisser reposer
au moins **20min**



Lecture à **540 nm** avec une
cuve de **10 ou 40mm**

Annexe 14

Dosage d'ammonium par méthode spectrophotométrique

40mL d'eau à analyser



4mL de la solution Colorée



4mL de Dischloro-isocyanurate de sodium+Agitation



Compléter à 50mL d'eau distillée+Agitation



Bain d'eau à 25°C pdt 1h



Lecture à **655 nm**

Annexe 15

Dosages des sulfates par la méthode néphélométrique



50 mL d'eau à analyser



1mL d'acide chlorhydrique
au 1/10



5mL solution de **chlorure de Baryum** stabilisé



Agiter et laisser reposer **15min**



Lecture à **650nm** après **Agitation**

Annexe 16

Effet des autres substances sur ϱ_N *

Substance	Concentration dans une prise d'essai de 40 ml		Effet de la substance sur ϱ_N		
			mg/l		
	ϱ_B **	mg/l	ϱ_N réel** (mg/l)		
			0,000	0,200	0,500
Chlorure de sodium	ϱ_{Cl}	1 000	+ 0,002	+ 0,013	+ 0,033
Bicarbonate de sodium	ϱ_{HCO_3}	1 000	+ 0,002	+ 0,002	- 0,025
Orthophosphate de sodium	ϱ_{PO_4}	100	0,000	- 0,001	- 0,015
Sulfate de sodium	ϱ_{SO_4}	500	0,000	+ 0,001	-
Fluorure de potassium	ϱ_F	5	+ 0,002	- 0,001	-
Nitrate de potassium	ϱ_N	50	+ 0,006	+ 0,002	-
Silicate de sodium	ϱ_{SiO_2}	50	+ 0,003	0,000	-
Thiosulfate de sodium	$\varrho_{S_2O_3}$	10	- 0,001	+ 0,007	-
Cyanure de potassium	ϱ_{CN}	5	+ 0,002	+ 0,019	+ 0,016
Chlorure de calcium	ϱ_{Ca}	500	0,000	+ 0,013	- 0,001
Acétate de magnésium	ϱ_{Mg}	50	+ 0,004	- 0,009	+ 0,002
Sulfate de fer(III)	ϱ_{Fe}	10	+ 0,001	+ 0,003	-
Sulfate d'aluminium	ϱ_{Al}	5	0,000	+ 0,008	-
Sulfate de cuivre	ϱ_{Cu}	5	+ 0,003	+ 0,011	-
Sulfate de zinc	ϱ_{Zn}	5	+ 0,003	+ 0,006	-
Acétate de plomb	ϱ_{Pb}	5	+ 0,001	+ 0,016	+ 0,011
Aniline	$\varrho_{C_6H_5NH_2}$	1	\pm 0,040	\pm 0,040	-
Éthanolamine	$\varrho_{NH_2C_2H_4OH}$	1	+ 0,164	+ 0,114	-

* Données provenant du Royaume-Uni.

** Les charges ioniques, lorsqu'elles existent, ont été omises.

*** Si les autres substances n'interfèrent pas, l'effet à attendre (limite de confiance à 95 %) est indiqué ci-après :

Concentration nominale, ϱ_N (mg/l)	0,000	0,200	0,500
Limite de confiance à 95 % (mg/l)	\pm 0,003	\pm 0,014	\pm 0,021

