

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:**Dosage du Plomb (Pb)****Normes internationales: ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau****(Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)****Objectifs:****Analyse de L'eau****Réalisée par :****M. HOUAS Omar****Date de préparation****Juillet 2006****Responsable par :****M. HOUAS Omar****Date d'Approuvé****octobre 2011****Approuvé par:****M. MOALI Mohamed****1. Élément Cible: détermination Du Plomb dans les eaux environnementales et industriels****1.1 Domaine d'application:**

La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Plomb dans les eaux, et des eaux usées pour des concentrations de 0,2mg/l à 10,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,

1.2 Principe:

Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer

2. Précautions de sécurité

Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.

Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter tout contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.

Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.

Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.

Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.

3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs**3.1 Appareillage**

(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/PB/1.01**128/177*

Equipé de lampes à cathode creuse de Plomb, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB: Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux. (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml+/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Plomb	Perkin elmer	Pb	1000µg/ml	7439-92-1

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Plomb 1,0g/l : solution étalon certifier perkin Elmer,

fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1 an, si elle est conservée dans des

Conditions appropriées

4.2.2 Solution étalon de Plomb 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de Plomb dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Plomb:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Plomb attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0,5mg/l à 7,0mg/l, A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,5ml, 1,0ml, 2,0ml, 5,0ml et 7,0ml de la solution étalon de Plomb de 100mg/l.

Ajouter 0,5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,5mg/l, 1,0mg/l, 2,0mg/l, 5,0mg/l, et 7,0mg/l de Plomb.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillir dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0,45 µm. pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml. Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau
- h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité du Plomb de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Établir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Pb})$ de Plomb, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

- Exemples :
- Plomb (Pb) : 0,07 mg/l
 - Plomb (Pb) : 0,41 mg/l
 - Plomb (Pb) : 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse :

Longueur d'onde : 283,3 nm

Type de la flamme : Air / C₂H₂

Largeur de la fente : 0,7 nm

Débit de gaz : Air 17 L/min C₂H₂ 2L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 12, OPERATE 10

Bruit de fond : AA

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Limite de détection du paramètre :

Elément	Plomb (Pb)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,2 à 10	ISO 8288 ; 1986
	0,5 à 7,0	Réalisé au laboratoire
Limite de détection (mg/L)	0,1	LRC
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

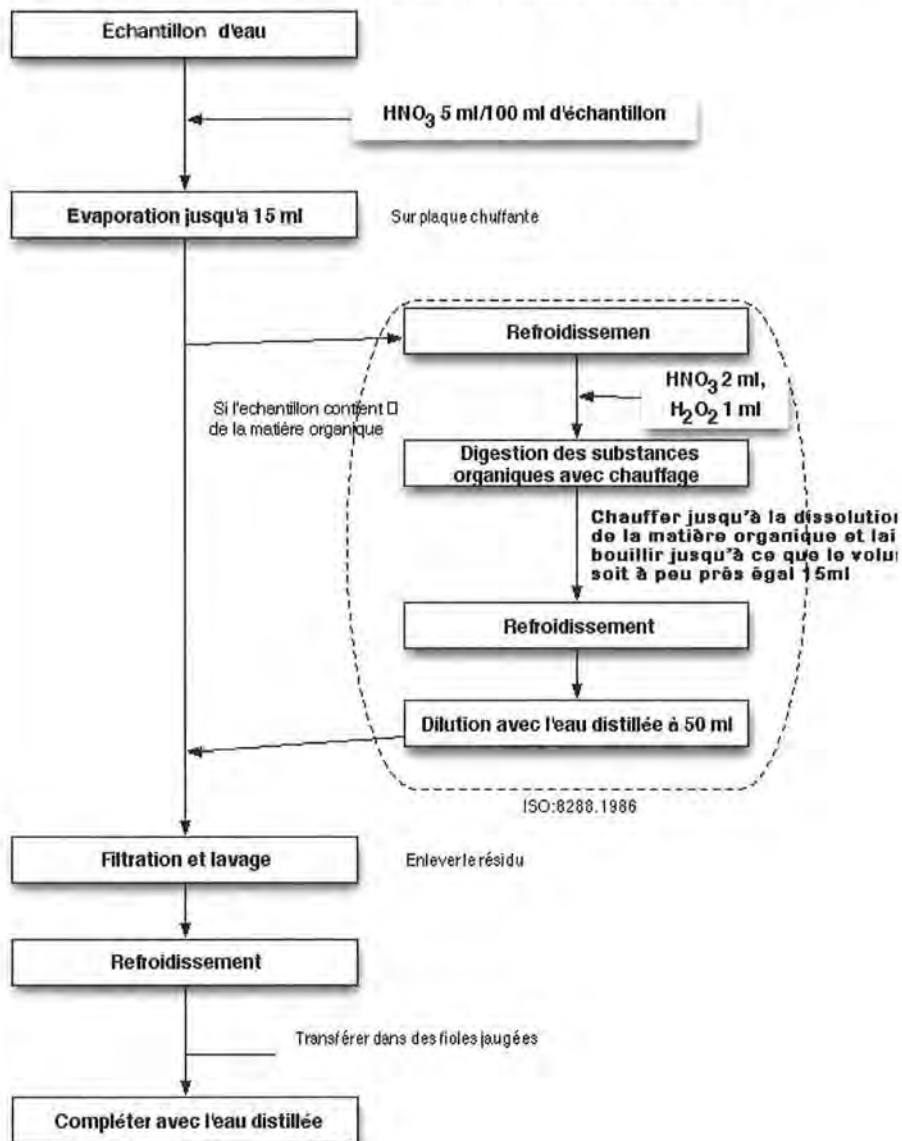
ISO 8288 ; 1986

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opérateurs Normalisés

Octobre, 2010: première révision faite par M. HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:

Dosage du L'Etain (Sn)**Normes internationales: Qualité de l'eau****(Dosage de l'Etain: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique)****Objectifs:****Réalisé par****Analyse de L'eau****M. HOUAS Omar****Date de préparation****Responsable par****Juillet 2006****M. HOUAS Omar****Date d'Approuvé****Approuvé par:****octobre 2011****M. MOALI Mohamed****1. Elément Cible: détermination de l'Etain dans les eaux environnementales et industriels****1.1 Domaine d'application:**

La présente norme décrit une méthode de détermination de l'Etain dans l'eau à des concentrations de 5mg/l à 100mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'oxyde d'azote / acétylène,

1.2 Principe:

Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme acétylène/N₂O d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer

2. Mesure de Sécurité

Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.

Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter tout contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.

Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.

Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.

Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.

3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs**3.1 Appareillage**

(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/SN/1.01

134/177

Équipé de lampes à cathode creuse d'Étain, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 50mm» à flamme de protoxyde d'azote /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux. (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 1ml, 2ml, 5ml, (10ml+/- 0,02ml), 20ml, 25ml, 50ml

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard d'Étain	Perkin elmer	Sn	1000µg/ml	7440-31-5

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère de l'Étain 1,0g/l :

Solution étalon certifier Perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des Conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon fille de l'Étain 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de l'Étain dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des Flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solutions d'étalonnages de l'Etain :

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Etain attendues. Par exemple, procéder de la façon suivante pour la gamme de travail de 5 mg/l à 100mg/l. A l'aide d'une pipette, transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml et 100 ml de la solution étalon fille de l'Etain de 100mg/l.

Ajouter 0.5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions, et Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 5mg/l, 10mg/l, 25mg/l, 50mg/l, et 100mg/l de l'Etain.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0,45µm ; pour stabiliser le filtrat.

Ajouter par exemple 10 ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.

b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.

c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml ; en Ajoutant 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.

d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante ou dans un bain du sable afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.

e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec

f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau, rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.

g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau

h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme.
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de l'Etain de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

- Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.
- Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Sn})$ de l'Etain, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 1 mg/l la plus proche.

- Exemples: Etain (Sn): 7,00 mg/l
 Etain (Sn): 41,0 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse :

- Longueur d'onde : 286,3 nm
- Type de la flamme : $\text{N}_2\text{O} / \text{C}_2\text{H}_2$

Largeur de la fente : 0,7 nm
 Débit du gaz : N₂O (6.6 à 6.9) L/min C₂H₂ 16L/min
 Pureté du gaz : 99,99
 Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 30, OPERATE 20
 Bruit de fond : AA

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Gamme de détection du paramètre :

Elément	Aluminium (Al)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	5 à 100	Réalisé au laboratoire LRC
Limite de détection (mg/L)	0,1	
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

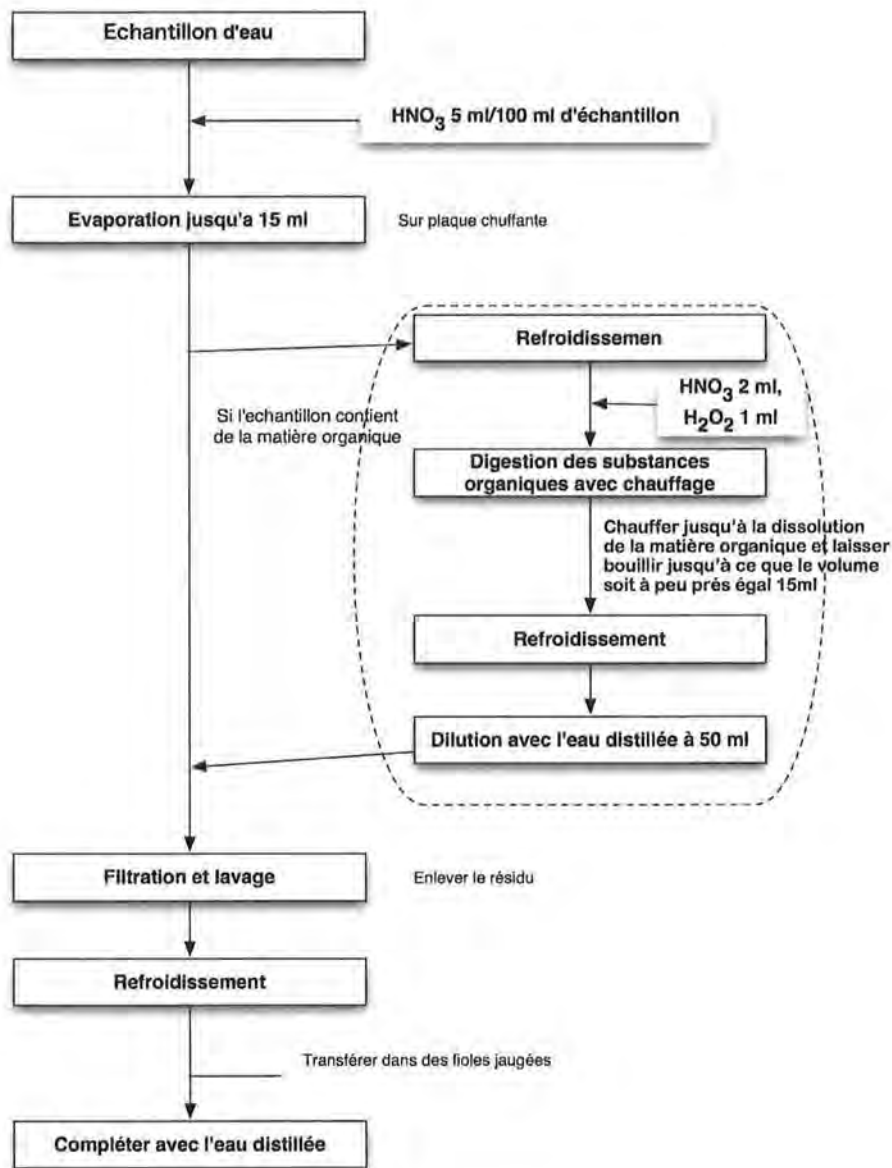
10. Référence



Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opérateurs Normalisés

October 1, 2010: la première révision faite par Mr. HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :

Procedures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage du Zinc (Zn)		
Normes internationales: ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau (Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)		
Objectifs:	Réalisée par:	
Analyse de L'eau	M. HOUAS Omar	
Date de préparation	Responsable par	
Juillet 2006	M. HOUAS Omar 	
Date d'Approuvé	Approuvé par:	
octobre 2011	M. MOALI Mohamed 	
2. Elément Cible: détermination du Zinc dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application:		
La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Zinc dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations de 0,05mg/l à 2,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,		
1.2 Principe:		
Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer.		
2. Précautions de sécurité		
Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisé pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.		
Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter toutes contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.		
Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.		
Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.		
Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/ZN/1.01</i>	<i>140/177</i>

Equipé de lampes à cathode creuse du Zinc, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux. (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml +/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Zinc	Perkin elmer	Zn	1000µg/ml	7440-66-6

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Zinc 1,0g/l :

solution étalon certifier perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des Conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon de Zinc 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de Zinc dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable

pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Zinc:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Zinc attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0,3mg/l à 2,0mg/l, A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,3ml, 0,5ml, 1,0ml, 1,5ml et 2,0ml de la solution étalon de Zinc de 100mg/l.

Ajouter 0.5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,3mg/l, 0,5mg/l, 1,0mg/l, 1,5mg/l, et 2,0mg/l de Zinc.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillir dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillons d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0.45µm pour stabiliser le filtrat , ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2 , si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml. Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0.5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau
- h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité du Zinc de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse ρ (Zn) de Zinc, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

- Exemples :
- Zinc (Zn) : 0,07 mg/l
 - Zinc (Zn) : 0,41 mg/l
 - Zinc (Zn) : 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse par AAS :

Longueur d'onde	: 213,9 nm
Type de la flamme	: Air / C ₂ H ₂
Largeur de la fente	: 0,7 nm
Débit de gaz	: Air 17 L/min C ₂ H ₂ 2L/min
Pureté du gaz	: 99,99
Intensité du courant de la lampe H.C.L	: Max 20, OPERATE 15
Bruit de fond	: AA + BG

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Limite de détection du paramètre :

Elément	Zinc (Zn)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,05 à 2,0	ISO 8288 ; 1986
	0,30 à 2,0	Réalisé au laboratoire LRC
Limite de détection (mg/L)	0,01	
Limite de détermination (mg/L)	0,03	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

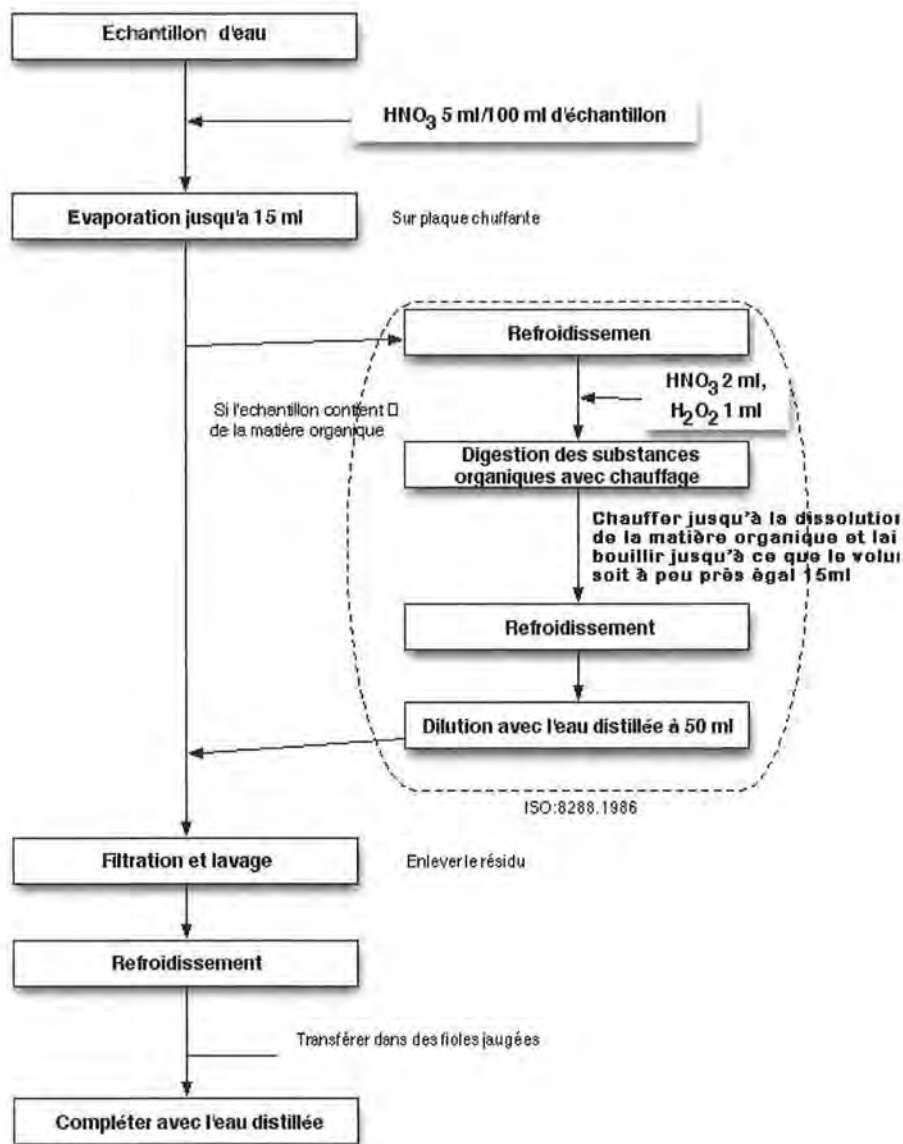
ISO 8288 ; 1986

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes**Opératoires Normalisés**

Octobre, 2010: première révision faite par M. HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :



Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage de l'Indice Hydrocarbure		
Normes internationales: ISO : 9377-2 ; 2000 Qualité de l'eau (Détermination de l'indice hydrocarbure Partie 2: Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse)		
Les objectifs:	Réalisée par :	
Analyse de l'eau	M^{me} TIBECHE et BENSOUILAH	
Date de préparation	Responsable par :	
Juillet 2006	M^{me} TIBECHE Amel 	
Date d'approbation:	Approuvé par :	
octobre 2011	M. MOALI Mohamed 	
1. Target Element:		
Les hydrocarbures dans l'eau c'est la somme des concentrations des composés extractibles par un solvant hydrocarbure, dont le point d'ébullition est compris entre 36°C TE 69° C., non absorbés par le Floribil et dont les temps de rétention, en chromatographie sont compris entre ceux du n-décone (C10C22) et du ntetracontane (C40H82).		
Note : les substances conformes à cette définition sont des hydrocarbures aliphatiques à longue chaîne ou ramifiés, aromatiques ou aromatiques substitués.		
Méthode : Extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse		
2. Précautions de sécurité:		
laboratory safety should carried out for the Environmental Health and Safety .In the measurement of elements. It is requested to wear the eye protection google or chemical-cartridge respirator since organic solvents are used for measurement process.		
3. Appareillage, Materiel, Produits Chimiques et Reactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Chromatographie en phase gazeuse :		
Équipée d'un système d'injection non sélectif et d'un détecteur à ionisation de flamme.		
Colonne en silice fendue, phases stationnaires non polaires immobilisées 100% dimethylpolysixane/ ou 95% de dimethyl/ 5%diphénylpolysiloxane ou polysiloxane modifié et correspondant aux caractéristiques suivantes :		
- longueur : 5m à 30m		
- diamètre interne : 0,25 mm		
- épaisseur de film : 0,25µm à 1,2 µm		
(2) Système de traitement de données		
(3) Centrifugeuse		
(4) Tubes à centrifugeuse avec bouchons à vis de 100ml		
(5) Micro séparateur		
Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01		146/177

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

(6) Appareil Kuderna Danish muni d'un flacon de 250ml/ou par ex : un évaporateur rotatif avec vide contrôlé

(7) Agitateur magnétique

3.2 Materiel :

(1) Flacons d'échantillonnage 250 ml et 1000 ml fermés par des bouchons en verre polytetrafluoroéthylène

(2) Colonnes pour purification en verre

(3) Pipettes

3.3 Produits Chimiques et Reactifs: (CAS no.)

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

(1) Eau distillée

(2) Agent d'extraction solvant hydrocarboné ou mélange d'hydrocarbures dont le point d'ébullition est compris entre 36° C et 69° C.

(3) Sulfate de sodium, anhydre, Na_2SO_4

(4) Sulfate de magnésium heptahydrate, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

(5) Acide minéral, acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ($p=1,19\text{g/ml}$)

(6) Acétone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$

(7) Florisil (substance diatomée; préparée et composée principalement de : silicate de magnésium anhydre.) (60 mesh à 100 mesh) chauffée à 140°C. pendant 16 heures

(8) Mélange d'huiles minérales

(9) Mélange étalon

(10) es composés de références

- n-Décane, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$

- n-Tétracontane, $\text{C}_{40}\text{H}_{82}$

4. Echantillonnage et Prétraitement de l'Echantillon**4.1 Lavage of appareillage:**

Nettoyer toute la verrerie par les procédures habituelles pour ce type d'analyse et de contrôle pour la pureté (mesure de blanc). Si nécessaire, rincer la verrerie avec l'hexane et revérifier le blanc.

4.2 Preparation of Standard solution**4.2.1 Solution mère(type A) de 10mg/ml :**

Mélange étalon 100mg de n-Tétracontane, et 10 μl n-Décane dans 1000ml d'hexane

4.2.2 Solution mère(typeB)

solution étalon mère diluer dix fois le volume d'agent d'extraction).

4.3 Pretraitement de L'Echantillon

Remplir un flacon d'échantillonnage à $\approx 90\%$ (fermer hermétiquement)

↓

Peser (m_1)

Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01

147/177

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

↓← Acide minéral c (HCl)

pH= 2

Conserver à 4°C pendant 4 jours

4.4 Solution à blanc

Mélange étalon de n-alcanes pour essai de performance du système :

Dissoudre n-alcanes dans un solvant hydrocarbures ou mélange d'hydrocarbures (dont les points d'ébullitions est compris entre 36°C et 69°C).

Note : cette solution est utilisée pour donner des information sur les temps de rétention des n-alcanes afin de caractériser des hydrocarbures dans l'échantillon.

4.5 Etablissement de courbe d'étalonnage

Solution d'étalonnage:

1) Préparation au moins 4 solutions d'étalonnages différents en diluant des aliquotes du mélange et le solvant d'extraction

Blanc	1	2	3	4
0 mg/ml	0,05 mg/ml	0,41 mg/ml	0,5 mg/ml	1 mg/ml

Note : conserver les mélanges d'étalonnage hermétiquement fermé à (4°C à 8°C), maximum 6 mois.

5. Evaluation et Mesure**5.1 Mesure**5.1.1 Method A : faible concentration

-Refroidir l'échantillon environ à 10 °C, au besoin, pour empêcher des pertes de l'agent extrayant par la volatilisation.

*Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01**148/177*

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

-Acidifier l'échantillon à pH 2 en ajoutant l'acide chlorhydrique

-Ajouter environ 80 g de sulfate de magnésium par 900 ml d'échantillon pour éviter des émulsions.

La NOTE 1 l'ajout du sulfate de magnésium n'est pas nécessaire si des échantillons sont connus pour ne pas former des émulsions.

Ajouter 50 ml de la solution étalon dissolvante d'extraction B

Agiter vigoureusement pendant 30 minutes sur l'agitateur magnétique

collecter 10ml de la phase organique dans une vial de 20ml et ajouter 1g de Sulfate de sodium

Concentration

En utilisant l'appareillage d'évaporation, concentrer l'extrait à un volume d'approximativement 6 ml. Concentrer l'extrait plus loin légèrement moins de 1 ml en utilisant un écoulement doux de l'azote. Faire jusqu'à un volume de 1.0 ml avec extraire l'agent ou calculent le volume exact de l'extrait concentré en pesant. Transfert une partie aliquote de l'extrait final dans une fiole de septum pour l'analyse chromatographique en phase gazeuse.

La concentration en NOTE de l'extrait à 1.0 ml peut être omise si un incrément élevé d'huile d'hydrocarbure est prévu ou si un grand

la quantité, par exemple 100 µl, du partiellement ou de l'extrait non-concentré est injectée au moyen de la prétendue "injection de large volume système".

5.1.2 Method B: grande concentration

-Refroidir l'échantillon environ à 10 °C, au besoin, pour empêcher des pertes de l'agent extrayant par la volatilisation.

-Acidifier l'échantillon à pH 2 en ajoutant l'acide chlorhydrique

-Ajouter environ 80 g de sulfate de magnésium par 900 ml d'échantillon pour éviter des émulsions.

La NOTE 1 l'ajout du sulfate de magnésium n'est pas nécessaire si des échantillons sont connus pour ne pas former des émulsions.

Ajouter 50 ml de la solution étalon dissolvante d'extraction B

Agiter vigoureusement pendant 30 minutes sur l'agitateur magnétique

Dans le cas des émulsions fortes, centrifuger l'extrait comme suit. Transférer la phase d'extraire ainsi que l'émulsion dans un tube à centrifuger de 100 ml et fermer le tube. Casser l'émulsion en centrifugeant l'extrait.

Transférer la phase d'agent d'extraction dans une petite colonne remplie de 2 g de Florisil et recouverte d'une couche de 2g de sulfate de sodium.

Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01

149/177

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Note : un pré rinçage de la colonne avec quelques ml d'agent d'extraction peut être utile pour éviter la formation de cannelures.

Laisser percoler la phase d'agent d'extraction

↓

Suivre de 10 ml supplémentaires d'agent d'extraction à travers la colonne dans un appareil de concentration approprié.

↓

Rincer la colonne avec 10 ml d'agent d'extraction

5.2 Détermination par chromatographie en phase gazeuse**5.2.1 Ajustement du chromatographe en phase gazeuse**

Choisir une colonne capillaire avec une des phases stationnaires indiquées pour le gaz analyse chromatographique. Ajuster le chromatographe en phase gazeuse jusqu'à ce que la séparation optimale du mélange standard de *n* - les alcanes soit obtenue. ligne de base

5.3 Evaluation**5.3.1 Calcul**

L'indice hydrocarbure, exprimé en milligramme par litre est donné par la formule suivante

$$r = \frac{(Am - b) \times f \times v \times w}{a \times (m_1 - m_2)}$$

Où

r : indice hydrocarbure.

a : la pente de la fonction d'échange en l/mg.

Am: l'air de pic intégré de l'extrait d'échantillon.

f : facteur de dilution de l'extraction d'échantillon.

m₁: masse de flacon d'échantillon rempli (g).

m₂: masse de flacon d'échantillon vide (g).

w : masse volumique en mg/l d'échantillon utilisé 1,00g/l.

v : le volume en ml de l'extraction finale.

b : ordonnée à l'origine en unité correspondant à l'instrument.

Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01

150/177

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**5.3.2 Expression des résultats :**

Exprimer la concentration de l'huile minérale dans l'eau comme l'indice d'hydrocarbure en mg /l avec deux chiffres significatifs.

Exemples :

Hydrocarbure : 0,41 mg/l

6. Condition de Mesure

Condition of Appareillage

Column

Capillary: Agilent HP-5

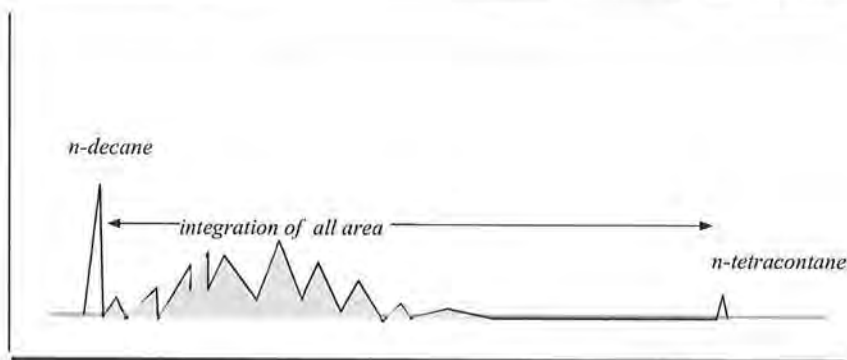
length 30m
internal dia. 0.32mm
film thick 0.5um
temp. max 325 C

Measurement conditions

Inlet (front)		Column		Oven		Detector (flont)	
Mode	Splitless	Mode	Cont pressure	Setpoint	40 C	Heater	300 C
Gas	N2	Inlet	Flont	Max	300 C	H ₂ Flow	40 ml/min
Heater	250 C	Detector	Flont	Equib. min.	1	Air Flow	450 ml/min
Pressure	8 psi	Pressure	8 psi	Initial	40 C, 5min	Make up	N ₂
Total flow	44 ml/min	N2 Flow	1,8 ml/min	Ramp 1	10 C/min		50 ml/min
Purge flow	40ml/min 5.00min	Velocity	31 cm/sec		300 C	Lit offset	2.0 pA
Gas saver	20ml/min 7.00min				20 min		

Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01

151/177

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**7. Quality Control**

Établir l'intervalle fonctionnant préliminaire en analysant au moins cinq dilutions du mélange standard d'étalonnage

Déterminer des linéarités selon OIN 8466-1.

8. Detection Limit

Méthode A (0,05-1) mg/l

Méthode B (0.05-3) mg/l

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**9. Reference**

ISO 9377-2;2000

10. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

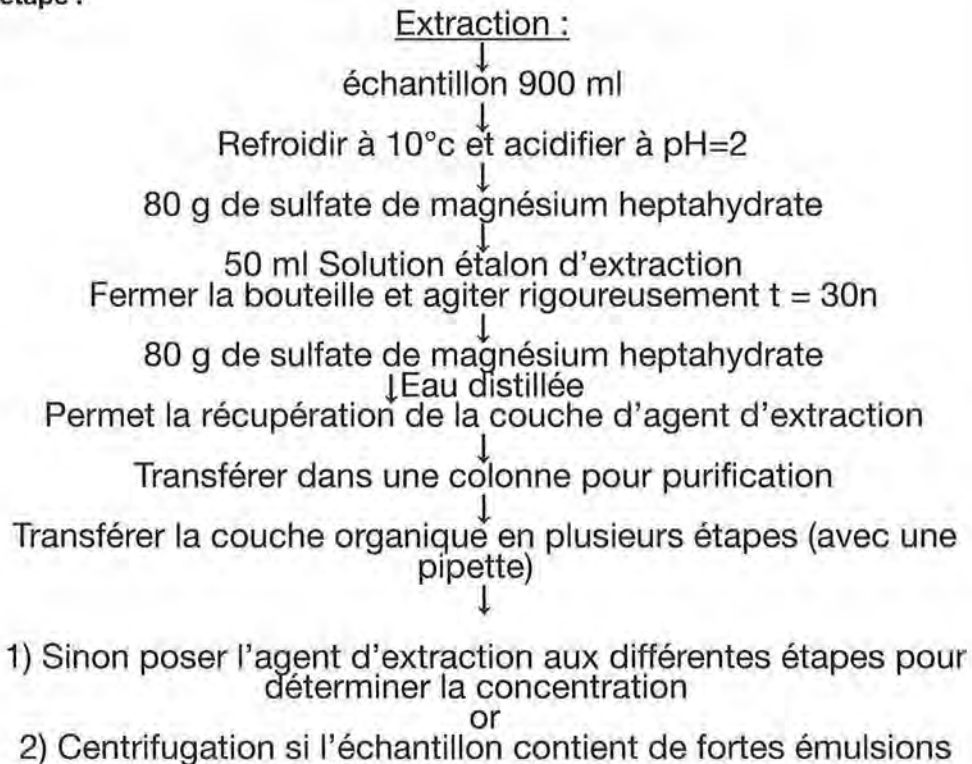
Octobre, 2010: première révision faite par Mme TIBECHE et BENSOUILAH.

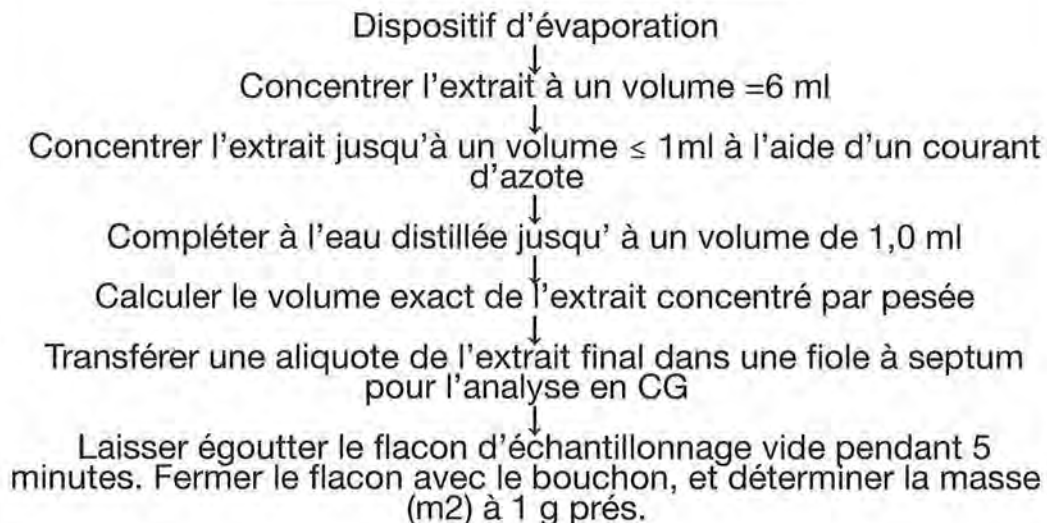
*Modified: 2011/10/20 SOP No. LRC/HYC/1.01**153/177*



Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

11. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :1^{ère} étape :

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**2^{ème} étape :**Détermination de la concentration:

Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage de l'Ammonium		
Normes internationales: DIN 38 406-5: 1983 - Dosage de l'azote ammoniacal.		
Domaine : Analyse de l'eau	Réalisée par : M ^{me} TIBECHE	
Date de préparation	Responsable : M ^{me} TIBECHE 	
Date d'approbation: octobre 2011	Approuvé par : M. MOALI Mohamed 	
<p>1. Élément analysé:</p> <p>L'ammonium se trouve dans la nature dans les eaux superficielles et parfois on peut le trouver dans les eaux sous terraines, les eaux usées domestiques, et les eaux usées industrielles.</p> <p>Les ions ammonium forment a pH d'environ 12,6 ; en présence du sodium pentacyanonitrosylferrate (II), avec les ions d'hydrochlorure et de salicylate, un colorant bleu.</p> <p>Les ions d'hypochlorite sont formés en milieu alcalin par hydrolyse des ions d'acide dichloroisocyanurique.</p> <p>La présente méthode permet de déterminer les concentrations d'ammonium dans un gamme de 0,05 à 1 mg/l, avec un maximum d'absorption à la longueur d'onde de 655 nm.</p>		
<p>2. Précautions de sécurité:</p> <p>La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Cette méthode implique la manipulation de produits chimiques dangereux ; il est recommandé de travailler sous la hotte aspirante à et de porter des vêtements de protection, des gants et un masque.</p>		
<p>3. Appareillage, matériel, produits chimiques et réactifs</p> <p>3.1 Appareillage</p> <p>(1) Spectromètre de marque THERMO Electron Corporation ; model : Helios Aquamate permettant de travailler à 655nm de longueur d'onde avec des cuves en verre de 10mm.</p> <p>(2) Bain marie réglé a 25 °C.</p> <p>(3) Balance analytique: marque SARTORIUS model BP 221S max: 220g; d=0.1 mg.</p> <p>(4) Etuve de séchage réglable à 105°C marque MEMMERT.</p> <p>NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux</p>		
<i>Modified: 2010/10/30</i>	<i>SOP No.LRC/NH/1.01</i>	<i>156/177</i>

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**1. Élément analysé:**

L'ammonium se trouve dans la nature dans les eaux superficielles et parfois on peut le trouver dans les eaux sous terraines, les eaux usées domestiques, et les eaux usées industrielles.

Les ions ammonium forment a pH d'environ 12,6 ; en présence du sodium pentacyanonitrosylferrate (II), avec les ions d'hydrochlorure et de salicylate, un colorant bleu.

Les ions d'hypochlorite sont formés en milieu alcalin par hydrolyse des ions d'acide dichloroisocyanurique.

La présente méthode permet de déterminer les concentrations d'ammonium dans un gamme de 0,05 à 1 mg/l, avec un maximum d'absorption à la longueur d'onde de 655 nm.

2. Précautions de sécurité:

La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Cette méthode implique la manipulation de produits chimiques dangereux ; il est recommandé de travailler sous la hotte aspirante à et de porter des vêtements de protection, des gants et un masque.

3. Appareillage, matériel, produits chimiques et réactifs**3.1 Appareillage**

(1) Spectromètre de marque THERMO Electron Corporation ; model : Helios Aquamate permettant de travailler à 655nm de longueur d'onde avec des cuves en verre de 10mm.

(2) Bain marie réglé a 25 °C.

(3) Balance analytique: marque SARTORIUS model BP 221S max: 220g; d=0.1 mg.

(4) Etuve de séchage réglable à 105°C marque MEMMERT.

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux

3.2 Materiel :

(1) Fioles jaugées de capacité:50 ml,100ml,1000ml

(2) Pipettes à un trait de capacité 1ml,2ml,5ml,10ml,50ml.

(3) Eprouvette graduées: 100 ml ; 1000ml.

NB : Immédiatement avant utilisation, laver soigneusement toute la verrerie.

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:**3.3.2 Préparation des solutions de réactifs:**

(1) solution de nettoyage.

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/NH/1.01**156/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Dissoudre 100 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml d'eau distillée.
Après refroidissement, ajouter 900 ml d'éthanol.
Conserver cette solution dans une bouteille en poly éthylène.

(2) Solution de salicylate - citrate.

Dissoudre 130 g de sodium salicylate et 130g de tri-sodium citrate dans 800ml eau distillé. Ajouter 0,970g de di-sodium pentacyano nitrosylferrate et compléter avec eau distillé à 1000 ml. Stocker au noir dans une bouteille en verre, la solution est stable pendant 2 semaines.

(3) Solution de réactif d'Acide dichloroisocyanurique.

Dissoudre 3,2 g d'Hydroxyde de sodium dans 50ml d'eau distillée dans une fiole de 100 ml.

Après refroidissement, ajouter 0,2g d'Acide dichloroisocyanurique et ajuster à 100ml.

4. Echantillonnage et prétraitement de l'échantillon**4.1 Lavage l'appareillage:**

Lavage usuel de la verrerie de laboratoire, rinçage avec la solution de nettoyage et rinçage abondant avec de l'eau de robinet et ensuite avec de l'eau distillée.

4.2 Préparation des solutions standard**4.2.1: Solution standard d'ammonium N=0,1g/l**

Diluer 0,4717 g de sulfate d'ammonium (séché à 150°C) dans 1000ml d'eau distillée.

4.2.2: Solution standard d'ammonium N=1mg/l

Pipette 10ml de la solution N=0,1g/l dans une fiole de 1000 ml d'eau distillée.

4.3 Prétraitement de l'échantillon

Les échantillons doivent être recueillis dans des récipients en verre et conservés à 4°C.
Effectuer les étapes de prétraitement de l'échantillon immédiatement après la collecte de celui-ci et procéder à l'analyse dans les 48h.

Pour le prétraitement de l'échantillon:

-Ajuster le pH de l'échantillon entre 5 et 8

4.4 Solution à blanc

La solution à blanc se réalise uniquement avec 40 ml d'eau distillée

4.5 Solution d'étalonnage d'ammonium:

Préparer dans des fioles de 50 ml; une série de solutions de standard à partir de la solution étalon N=1mg/l comme suit:

ml	2	10	20	40
mg/l	0,05	0,25	0,50	1,00

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/NH/1.01**157/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

- Compléter à 40 ml avec un peu d'eau distillée.
- Ajouter 4 ml de la solution salicylate - citrate. Mélanger.
- Ajouter 4 ml de la solution d'Acide dichloroisocyanurique. Mélanger.
- Ajuster à 50ml;
- Laisser la fiole au bain-marie à 25° pendant 1h à 3h à l'abri de la lumière.
- Mesurer l'absorbance après 1h à l'abri de la lumière au spectrophotomètre à 655nm;

5. Evaluation et Mesure**5.1 Mesure**

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre (entrer le nom de l'opérateur, nom de la méthode, la longueur d'onde, etc)

- Après le prétraitement de l'échantillon,
- Transférer 40 ml de l'échantillon à analyser dans une fiole de 50ml;
- Ajouter 4 ml de la solution salicylate - citrate. Mélanger.
- Ajouter 4 ml de la solution d'Acide dichloroisocyanurique. Mélanger.
- Ajuster à 50ml;
- Laisser la fiole au bain-marie à 25° pendant 1h à 3h à l'abri de la lumière.
- Laisser reposer 1h à l'abri de la lumière.
- Mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 655 nm.

Remarque: procéder à des dilutions de l'échantillon si celui-ci est concentré.

5.2 Evaluation**5.2.1 Calcul**

- Etablir la courbe d'étalonnage à partir des mesures des solutions d'étalonnage et calculer la pente.
- La concentration de NH_4 , exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$P [\text{NH}_4] = f (A_s - A_b) b$$

Où

- As : est l'absorbance de l'échantillon;
- Ab : est l'absorbance de la solution à blanc ;
- b : est la pente de la courbe d'étalonnage;
- f : est le facteur de dilution (pour V=50 ml, il est de 2; si d'autres parties aliquotes sont prises, il est de 100/V)

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0.01 mg/l la plus proche.

6. Condition de mesure

- Calibrage du pH-mètre avec les solutions étalons de pH 4 et pH7.
- Réglage de la longueur d'onde du spectrophotomètre à 655nm et faire le zéro de base avec de l'eau distillée.

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/NH/1.01

158/177

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

7. Contrôle Qualité

Réaliser deux (2) fois la mesure d'un même échantillon, ou remesurer l'absorbance d'une solution standard a la fin de l'analyse.

8. Gamme de détection

Gamme de mesure de la norme: de 0,05 à 1mg/L.

9. Gestion des déchets

Les déchets générés par cette méthode d'analyse sont jetés dans le fut attribué aux déchets de NH_4 .

10. Référence

Normes internationales:

DIN 38 406-5: 1983 - Dosage de l'azote ammoniacal.

11. Schémas de procédure au niveau de laboratoire :

40 ml d'échantillon

Ajuster le pH entre 5 et 8



Ajouter 4 ml de la solution salicylate - citrate.



Mélanger

Ajouter 4 ml de la solution d'Acide dichloroisocyanurique.



Mélanger

Laisser au bain-marie à 25° pendant 1h-3h



Laisser reposer 1h



Mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 655nm.

12. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

Octobre 1, 2010: première révision faite par M^{me} TIBECHE et M^{me} DAOUADJI.

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/NH/1.01

159/177

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/NH/1.01

160/177





**Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable**

Laboratoire Régional Centre



STANDARD OPERATION PROCEDURE

Chlorures

Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage des Chlorures		
Normes internationales: <u>ISO 9297 : 1989</u>		
-Méthode de MOHR		
Domaine : Analyse de l'eau	Réalisée par : M ^{me} DAOUADJI	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable : M ^{me} TIBECHE 	
Date d'approbation: octobre 2011	Approuvé par : M. MOALI Mohamed 	
<p>1. Élément analysé: Les ions chlorures, Cl⁻, sont quantitativement prépondérants dans l'eau de mer ($\pm 19\text{g/l}$). On les retrouve aussi dans l'eau de pluie ($\pm 3\text{ mg/l}$). La teneur en ions chlorures dépend fortement de l'origine de l'eau (naturelle, résiduaire) et de la nature du terrain. Ils contribuent à la conductibilité électrique des cours d'eau.</p> <p>2. Précautions de sécurité: La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Cette méthode implique la manipulation de solutions toxique, il est recommandé de travailler sous la hotte aspirante à et de porter des vêtements de protection, des gants et un masque. Le dichromate de potassium est cancérogène.</p> <p>3. Appareillage, matériel, produits chimiques et réactifs</p> <p>3.1 Appareillage (1) Agitateur magnétique de marque HEIDOLPH, type MR 1000. (2) Balance analytique: marque SARTORIUS model BP 221S max: 220g; d=0.1 mg (3) Dessiccateur.</p> <p>NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux</p> <p>3.2 Materiel : (1) Erlenmayer de capacité 250ml. (2) burette de 50ml (3) Barreaux magnétiques de petite taille. (4) Fiole de 100 ml</p>		
Modified: 2010/10/30 SOP No. LRC/CLO/1.01 161/177		

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

(5) Eprouvette de 100 ml

NB : Immédiatement avant utilisation, laver soigneusement toute la verrerie.

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:

N°	Réactifs	Formule chimique	N° CAS	Masse molaire	Pureté	Marque
1	Nitrate d'argent	AgNO ₃	7761-88-8	169,87 g/mol	99%min	FLUKA
2	Dichromate de potassium	K ₂ Cr ₂ O ₇	7778-50-9	294,19g/mol	99%min	MERCK

3.3.2 Préparation des solutions de réactifs:

Pour la préparation des réactifs, n'utiliser que de l'eau déminéralisée (conductivité inférieure ou égale à 2 µS/cm).

(1) Solution étalon de nitrate d'argent 0,1N

Dissoudre 1.6987g de nitrate d'argent dans 100 ml d'eau distillée.

(2) Solution de dichromate de potassium

Dissoudre 10 g de dichromate de potassium dans 100 ml d'eau. Cette solution est stable durant 1 mois.

4. Echantillonnage et prétraitement de l'échantillon**4.1 Lavage l'appareillage:**

Lavage usuel de la verrerie de laboratoire.

4.2 Prétraitement de l'échantillon

Les échantillons doivent être recueillis dans des récipients en verre.
Effectuer l'analyse le plus tôt possible.

4.3 Solution à blanc

La solution à blanc se réalise uniquement avec de l'eau distillée

5. Evaluation et Mesure**5.1 Mesure**

Mesurer 100 ml d'échantillon d'eau à analyser dans un bécher avec un barreau magnétique sur un agitateur magnétique;

Ajouter 3 gouttes d'indicateur dichromate de potassium et mélanger. L'échantillon tournera au jaune citron.

Mettre la solution de nitrate d'argent dans la burette.

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/CLO/1.01**162/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titrer lentement avec le nitrate d'argent tout en mélangeant continuellement. La titration est terminée lorsque l'on observe une coloration rouille à peine brunâtre, soit lorsque la couleur jaune citron soit disparue.

5.2 Evaluation**5.2.1 Calcul**

- La concentration des ions Chlorures exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$P [Cl] = \frac{(V_{te} - V_{tb}) * 0,01 * 35,5 * 1000}{V_e}$$

Où

V_{te} : est volume de $AgNO_3$ pour de l'échantillon;

V_{tb} : est volume de $AgNO_3$ pour de la solution à blanc ;

V_e : est volume l'échantillon analysé.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir a la valeur des dizaines la plus proche:

Exemples: 56 devient 60

277 devient 280

352 devient 350

6. Condition de mesure

Précisions de la burette et de la balance.

7. Contrôle Qualité

Réaliser deux (2) fois la mesure d'un même échantillon, ou réaliser trois (3) blancs.

8. Gamme de détection

De 5 - 400 mg/l

9. Gestion des déchets

Les déchets générés par cette méthode d'analyse sont jetés dans le fut attribué aux déchets de la DCO.

10. Référence

Normes internationales: ISO 9297 : 1989 -Méthode de MOHR

11. Schémas de procédure au niveau de laboratoire :

100 ml d'échantillon

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/CLO/1.01

163/177

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

↓ +3 gouttes dichromate de potassium

Mélanger et titrer avec le nitrate d'argent

↓

Un virage de la couleur rouille à peine brunâtre

↓

Noter la valeur du volume de nitrate d'argent

12. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisésOctobre1, 2010: première révision faite par M^{me} TIBECHE et M^{me} DAOUADJI.*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/CLO/1.01**164/177*



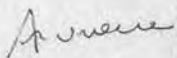
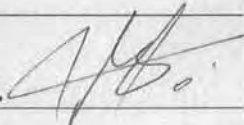
**Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable**

Laboratoire Régional Centre



STANDARD OPERATION PROCEDURE

Matières Décantables

Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Determination des Matieres Decantables		
Normes: RODDIER. (Les eaux usées 2007)		
Les objectifs: Analyse de l'eau	Réaliser : Mme. Anane Radhia	
Date de préparation : 17 Mars 2009	Responsable : Mme. Anane Radhia 	
Approuver le : octobre 2011	Approuver par : Mer Mouali Mohamed. 	
<p>1. Element a analysee : Métieres decantables dans les rejets industriels.</p> <p>2. Sécurité : Prenez soin avant chaque manipe de porter vos gants et lunette.</p> <p>3. Matériel : -Tamis AFNOR n038 (mailles 5 mm). - Cone d'imhoff en verre gradue en millilitres d'une capacité d'1 L. - Un support de cone.</p> <p>4. Echantillonnage Les échantillons doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possibles.</p> <p>5. Evaluation et Mesure 5.1 Mesure Passer l'eau sur le tamis a mailles carrées de 5mm de cote. L'homogénéiser et en verse 1L dans le cone maintenu vertical a l'abri de la lumière et des poussières. Au bout de 45 mn, imprimer au cone 2 ou3 mouvements brusques alternatifs autour de son axe, les matière adhérant aux parois se détachent .Effectuer une 1er lecture après 1 h de sédimentation.Puis une 2me après 1 h 30 mn . Au bout de 1 h 45 mn de décantation, imprimer de nouveau au cone le même mouvement de rotation que précédemment. Effectuer une nouvelle lecture après 2 h. Si le niveau arrive entre deux graduations, la teneur en matière sedimentable est le volume correspondant à la graduation inférieure.</p>		
<p><i>Modified: 2010/10/30 SOP No.LRC/MD/1.01 165/177</i></p>		

Standard Operating Procedure

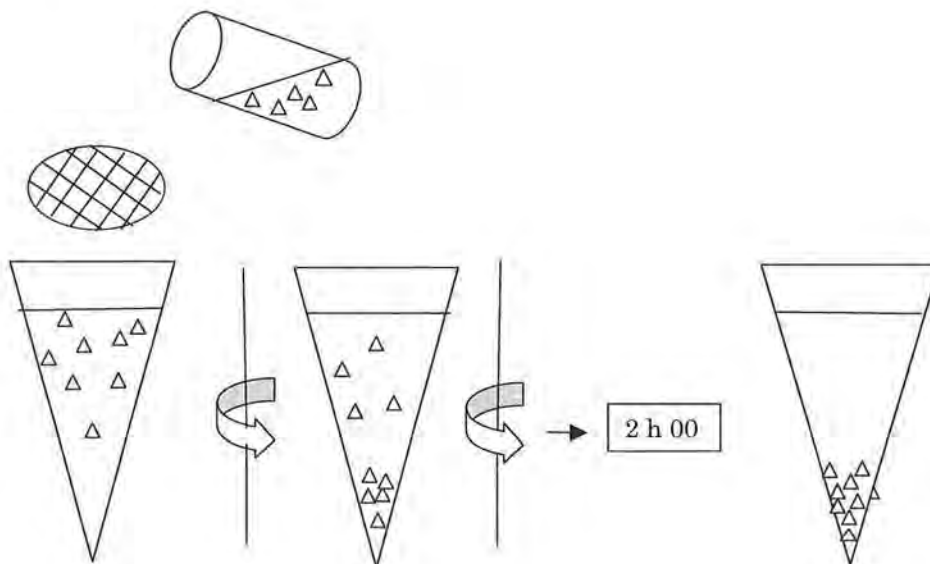
ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

5.2 Evaluation

Les résultats s'expriment en millilitre de matières décantées pour 1 litre d'eau.

M.D = ml/L.

5.3 Schémas de la procédure


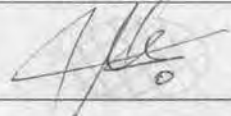


Mode Opératoires Normalisés
Fevrier: 2011:

Modified: 2011/10/20

SOP No. LRC/NIT/1.01

166/177

Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage des Nitrates		
Normes internationales: ISO : 7890/1-1986 Qualité de l'eau (Dosage des nitrates - partie 1: Méthode spectrométrique au diméthyl-2,6 phénol)		
Domaine : Analyse de l'eau	Réalisée par : M ^{me} DAOUADJI	
Date de préparation	Responsable : M ^{me} TIBECHE 	
Date d'approbation: octobre 2011	Approuvé par : M. MOALI Mohamed 	
<p>1. Élément analysé: Cette méthode est applicable à l'analyse directe des eaux potables et des eaux brutes. Une concentration en azote due aux nitrates, qN, jusqu'à 25 mg/l dans la prise d'essai peut être déterminée. La réaction des nitrates avec, le diméthyl-2,6 phénol en présence des acides sulfurique et ortho phosphorique, conduit à la production du nitro-4 diméthyl-2,6 phénol. La durée de réaction est d'environ 5 min. le mesurage spectrométrique de l'absorbance du produit de la réaction à 324nm, et la lecture de la concentration en nitrates de la prise d'essai au moyen d'une courbe de calibration.</p>		
<p>2. Précautions de sécurité: La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Cette méthode implique la manipulation d'un mélange d'acide ortho phosphorique et sulfurique, il est recommandé de travailler sous la hotte aspirante à et de porter des vêtements de protection, des gants et un masque.</p>		
<p>3. Appareillage, matériel, produits chimiques et réactifs</p>		
<p>3.1 Appareillage</p>		
<p>(1) Spectromètre de marque THERMO Electron Corporation ; model : Helios Aquamate permettant de travailler à 550nm de longueur d'onde avec des cuves en verre de 10mm.</p>		
<p>(2) Balance analytique: marque SARTORIUS model BP 221S max: 220g; d=0.1 mg.</p>		
<p>(3) agitateur magnétique de marque HEIDOLPH, type MR 1000.</p>		
<p>(4) Etuve de séchage, réglable à 105 ±2 °C, marque MEMMERT.</p>		
<p>(5) Dessiccateur et gel de silice.</p>		
<p>NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux</p>		
<p><i>Modified: 2010/10/30 SOP No. LRC/NIT/1.01 167/177</i></p>		

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

3.2 Matériels :

- (1) Fioles jaugées de capacité: 100ml, 500 ml 1000ml
 - (2) Pipettes à un trait de capacité: 5ml, 25ml, 50 ml.
 - (3) Erlenmeyer de capacité 100ml.
 - (4) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm.
- NB : Immédiatement avant utilisation, laver soigneusement toute la verrerie.

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Au cours de l'analyse, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:

N°	réactifs	Formules	CAS	Masse	pureté	marque
1	Acide acétique cristallisable	CH ₃ COOH	64-19-7	60,05 g /mol	100%	PROLABO
2	Diméthyl-2,6 phénol	C ₈ H ₁₀ O	95-87-4	122,17g /mol	-	MERCK
3	Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	7664-93-9	98,078 g /mol	95-97%	FLUKA
4	Acide ortho phosphorique	H ₃ PO ₄	7664-38-2	98 g /mol	85%	MERCK
5	Acide amidosulfonique	NH ₂ SO ₃ H	5329-14-6	97.1 g/mol	99,5%	MERCK
6	Nitrate de potassium	KNO ₃	231-818-8	101,1032g/mol	99%	FLUKA
7	Sulfate d'argent	AgSO ₄	7761-88-8	311,79g/mol	99,50%	NORMAPUR

3.3.2 Préparation des solutions de réactifs:**(1) Solution de diméthyl-2,6 phénol:**

Dissoudre 1,2 g de diméthyl-2,6 phénol dans 1000 ml d'acide acétique.
Conserver dans une bouteille en verre.
Cette solution est stable pendant une semaine.

(2) Mélange d'acide:

Mélanger avec précaution 500 ml d'acide sulfurique et 500 ml d'acide ortho phosphorique, dans un bécher en verre de 2 litres.
Ajouter 0,04 g d'acide amidosulfonique au mélange et le faire dissoudre à l'aide d'un agitateur magnétique.
Conserver dans une bouteille bouchée en verre.
Cette solution est indéfiniment stable.

(3) Solution de sulfate d'argent à 4,4 g/l:

Dissoudre 4,4 +/- 0,02 g de sulfate d'argent avec 1000 ml d'eau distillée dans une fiole jaugée de 1000 ml.
Conserver immédiatement cette solution dans une bouteille en verre foncé, auquel cas elle est indéfiniment stable.

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/NIT/1.01**168/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

4. Echantillonnage et prétraitement de l'échantillon**4.1 Lavage l'appareillage:**

Le lavage de la verrerie s'effectue de manière usuelle.
Effectuer en plus un passage à l'appareil à ultrasons, et un rinçage à l'eau pure avec séchage à l'étuve.
La verrerie doit être complètement sèche.

4.2 Préparation des solutions standard**4.2.1 Solution mère standard de nitrates 1000 mg/l**

Dissoudre 7,218 g de nitrate de potassium; préalablement séché à l'étuve à 105°C pendant au moins 2 heures; dans 750 ml d'eau environ dans une fiole jaugée de 1000ml.
Compléter le volume avec de l'eau distillée.
Conserver cette solution dans une bouteille en verre pendant deux mois seulement.

4.2.2 : Solution étalon de nitrates 100 mg/l

Transvaser à la pipette 50 ml de la solution mère standard de nitrates dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume de jauge avec de l'eau distillée.
Conserver cette solution dans une bouteille en verre pendant un mois seulement.
1 ml de la solution étalon correspond à 0.1 mg d'azote de nitrate.

4.3 Prétraitement de l'échantillon

Les échantillons doivent être recueillis dans des récipients en verre.
Effectuer les étapes de prétraitement de l'échantillon immédiatement après la collecte de celui-ci et procéder à l'analyse le plus tôt possible.

Pour le prétraitement de l'échantillon: dosage et précipitation des chlorures:

Lorsque la concentration des chlorures d'un échantillon risque d'interférer, éliminer les chlorures de l'échantillon par précipitation avec une solution de sulfate d'argent comme suit:

- Déterminer d'abord la concentration en chlorures q_{Cl} ; exprimée en mg/l; de l'échantillon.
- Introduire à la pipette 25 ml de l'échantillon dans un bécher sec de 50ml.
- Ajouter à la burette 0.05* q_{Cl} ml de la solution de sulfate d'argent; où q_{Cl} est la concentration en chlorures déjà déterminée.
- Noter le volume de la solution de sulfate d'argent ajoutée.
- Mélanger par agitation circulaire le contenu du bécher puis filtrer au travers d'un papier filtre.
- Recueillir le filtrat dans un bécher sec.

4.4 Solution à blanc

La solution à blanc se réalise uniquement avec de l'eau distillée sans ajouter la solution standard.

- Dans un erlen meyer de 150 ml:
- Mettre 35 ml de mélange d'acide.
 - Ajouter 5ml d'eau distillée et 5 ml solution de diméthyl-2,6 phénol.

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/NIT/1.01**169/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

4.5 Solution d'étalonnage de nitrates

Préparer dans des fioles de 100 ml; une série de solutions de standard à partir de la solution étalon fille de nitrate:

ml	1	5	10	15	25
mg/l	1	5	10	15	25

Dans une série d'erlen meyer de 100 ml:

- Mettre 35 ml de mélange d'acide dans chacun.
- Ajouter 5ml de solution standard préparée plus haut et 5 ml solution de dimethyl-2,6 phénol.
- Mélanger soigneusement le contenu de l'erlen par agitation circulaire et laisser reposer pendant 10 à 60 min.
- Mesurer l'absorbance de chaque solution d'étalonnage a 324 nm dans une cuve de 10 mm d'épaisseur.

5. Evaluation et Mesure**5.1 Mesure**

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre (entrer le nom de l'opérateur, nom de la méthode, la longueur d'onde, etc.)

- Après le prétraitement de l'échantillon, précipitation des chlorures,
Dans un erlenmeyer de 100 ml:
- Mettre 35 ml de mélange d'acide dans un erlenmeyer de 150 ml.
- Ajouter 5ml de filtrat de l'échantillon traité et 5 ml solution de dimethyl-2,6 phénol.
- mélanger soigneusement le contenu de l'erlen par agitation circulaire et laisser reposer pendant 10 à 60 min.
- Mesurer l'absorbance de l'échantillon a 324 nm dans une cuve de 10 mm d'épaisseur.

5.2 Evaluation**5.2.1 Calcul**

- Etablir la courbe d'étalonnage à partir des mesures des solutions d'étalonnage et calculer la pente.
- La concentration de nitrate, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$A_0 = (A_s - A_b)$$

Où

A_0 : est l'absorbance due à la présence de l'azote des nitrites dans la prise d'essai

A_s : est l'absorbance de l'échantillon;

A_b : est l'absorbance de la solution à blanc ;

$$P [\text{NO}_3] = \frac{A_0 * 0,226}{b}$$

b : est la pente de la courbe d'étalonnage;

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/NIT/1.01**170/177*

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

$$P' [\text{NO}_3]= \frac{P [\text{NO}_3] \cdot (25+V)}{25}$$

V: est le volume en ml de la solution sulfate d'argent.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0.01 mg/l la plus proche.

6. Condition de mesure

- Réglage de la longueur d'onde du spectrophotomètre a 324nm et faire le zéro de base avec le mélange d'acide.

7. Contrôle Qualité

Réaliser deux (2) fois la mesure d'un même échantillon, ou remesurer l'absorbance d'une solution standard a la fin de l'analyse.

8. Gamme de détection

La concentration en azote due aux nitrates est entre 0,06mg/l et 25mg/l.

9. Gestion des déchets

Les déchets générés par cette méthode d'analyse sont jetés

10. Référence

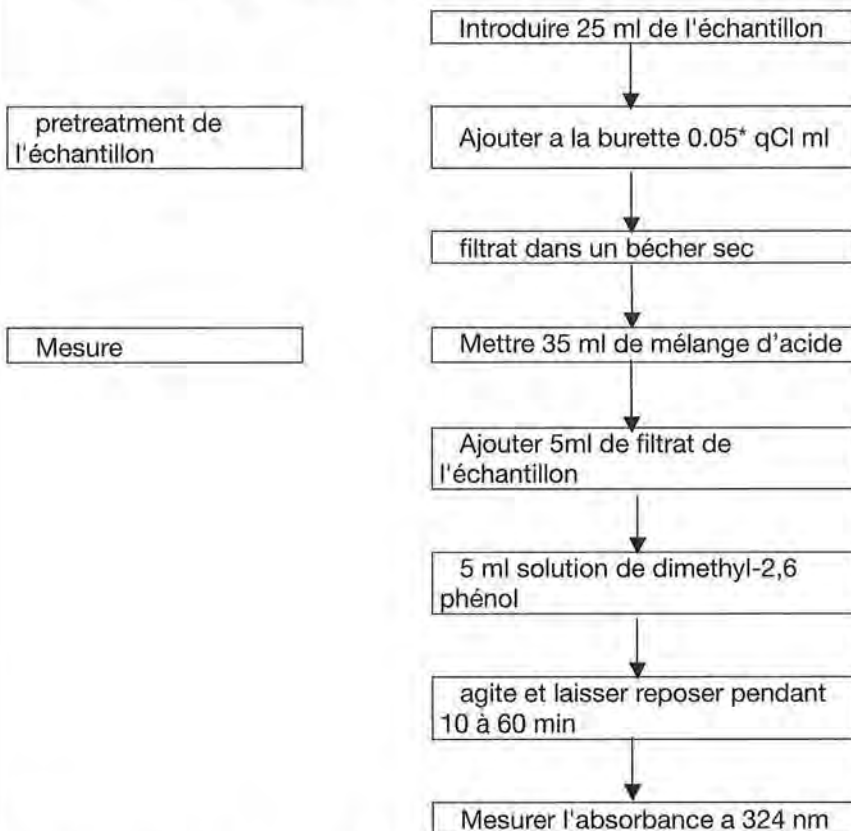
Norme internationale ISO : 7890/1-1986

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/NIT/1.01**171/177*

Standard Operating Procedure



ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

11. Schémas de procédure au niveau de laboratoire :



12. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

Première révision faite par Mme TIBECHE et Mme DAOUADJI.

Standard Operating Procedure		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre		
Dosage du carbone organique total (TOC) et de l'Azote total		
Normes internationales:		
Les objectifs : Analyse de l'eau	Créé par : Mme BENSOUILAH et Mme TIBECHE	
Date de préparation Juin 2008	Responsable : Mme BENSOUILAH et Mme TIBECHE 	
Date d'approbation: octobre 2011	Approuvé par : M. Mohamed MOALI 	
<p>1. Paramètre analysé: Détermination du carbone organique total et de l'Azote total dans les eaux et les eaux usées.</p> <p>2. Contrôle de sécurité : La sécurité au laboratoire doit être réalisée pour la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Lors de l'utilisation de l'acide il est nécessaire de porter des gants. Mettre des lunettes et travailler sous la hotte.</p> <p>3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs :</p> <p>3.1 Appareillage :</p> <ol style="list-style-type: none"> (1) Total organique carbon Analyser TOC – VCSN – SHIMADZU. (2) TNM-1-Total Nitrogen measuring Unit – SHIMADZU . (3) OCT- 1-S- Port Sampler. SHIMADZU. (4) Balance analytique de marque : Sartorius-Modèle : BP221S. Max : 220g-d=0.1mg. (5) Gaz : Air pur (80% De N2 et 20% d'O2). (6) Distillateur d'eau de marque : Human corporation Next power 1000. (7) Purificateur d'eau de marque MILLI –Q Gradient et MILLI – Q Gradient A 10. <p>NB: Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux.</p> <p>3.2 Matériel :</p> <ol style="list-style-type: none"> (1) Fioles jaugées : de 1000 ml. (2)- Fioles jaugées : de 100ml. (3) –Entonnoirs. (4)- papier filtre. (5)- Pipettes jaugées de 10 et 25 ml. (6)-Pipette graduée de 25ml. <p>3.3 Produits Chimiques et Réactifs: Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.</p>		
<i>Modified: 2010/10/30</i>	<i>SOP No. LRC/COT/1.01</i>	<i>173/177</i>

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

3.3.1 LISTE DES PRODUITS CHIMIQUES :

N°	Réactifs	Formule chimique	N° de C.A.S	Masse molaire	pureté	Marque
1	Acide chloridrique	HCL	7647-01-0	36.5	37%	Biochem-Chemopharme.
2	Potassium hydrogène phtalate	C ₆ H ₄ (COOK)(COOH)	44935-52	204.22	-	Nacalai Tesque
3	Potassium nitrate	KNO ₃	166-04032	101.10	99.0%	Wako

3.3.2 Préparation des réactifs :

-Acide chloridrique préparer une solution à 2 moles : Diluer 19,646ml d'HCL dans 100ml d'eau.

- Sécher 2,125g de Potassium hydrogène phtalate C₆H₄(COOK)(COOH) à une température de 105-120 °C pendant une heure le mettre au dessiccateur pendant 01heure ,puis le dissoudre dans une fiole de 1000ml et ajuster .la concentration de cette solution en carbone est de 1000mg C/l.

-Sécher 7,219g de Potassium nitrate (KNO₃) à une température de 105-110°C pendant trois heures, le mettre au dessiccateur une heure puis le dissoudre dans une fiole de 1000ml et ajuster. La concentration de cette solution en Azote est de 1000mg N/l.

4. Echantillonnage et Prétraitement de l'Echantillon :**4.1 Echantillonnage :****4.2 Prétraitement de L'Echantillon :**

L'échantillonnage se fait dans des bouteilles de verre ou de plastique, les échantillons doivent être filtrés, conservés à 4°C et analysés dans les 48H qui suivent l'échantillonnage. A défaut et pour le TOC ces derniers seront conservés à 4°C tout en ajoutant 100 µl d'HCL pour chaque 100ml d'échantillon.

NB : Un volume de 100ml d'échantillon serait le volume d'échantillon représentatif à analyser.

4.3 Lavage de la verrerie :

Rincer la verrerie cinq fois avec de l'eau ultra pure avant utilisation.

4.4 Préparation de la solution standard**4.4.1 Solution mère de TC à 1000mg/l :**

Dissoudre 2,125g de Potassium hydrogène phtalate C₆H₄(COOK)(COOH) dans une fiole de 1000ml puis ajuste.

4.4.2 Solution mère de TN à 1000mg/l :

Dissoudre 7,219g de Potassium nitrate (KNO₃) dans une fiole jaugée de 1000ml puis ajuster .

25ml d'HCL à 2M puis ajuster. Cette. Solution restera stable jusqu'à épuisement.

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/COT/1.01**174/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

4.4.3 Solution TC /TN à 200mg/l

Pipeter 200ml de la solution TC à 1000mg/l et 200ml de la solution TN à 1000mg/l dans une fiole de 1000ml y ajouter 25ml d'HCL à 2M /l puis ajuster. Cette solution restera stable jusqu'à épuisement.

4.4.4 Préparation de la courbe d'étalonnage du Carbone organique total:

Préparer une série de solutions étalons dans des fioles jaugées de 100ml et qui contiennent respectivement 25ml, 50ml et 100ml de la solution TC /TN à 200mg/l et ajuster à 100 ces volumes correspondent respectivement aux concentrations de 50 100 et 200mg /l.

4.4.5 Préparation de la courbe d'étalonnage de l'Azote total:

Préparer une série de solutions étalons dans des fioles jaugées de 100ml et qui contiennent respectivement 10ml, 25ml et 50ml de la solution TC /TN à 200mg/l et ajuster à 100 ces volumes correspondent respectivement aux concentrations de 20 50 et 100mg /l.

4.5 Solution à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage en utilisant une prise d'essai d'eau pure.

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/COT/1.01**175/177*

Standard Operating ProcedureONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**5. Evaluation et Mesure****5.1 Mesure****5.1.1 Conditions de mesure :**

-Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du TOC selon les instructions du fabricant.

Nom du paramètre	Pression du Gaz	Moyenne du flux du Gaz vecteur	Température de l'appareil	Temps de barbotage	Caractéristiques de l'eau	Autres
TOC	3Bar	130ml/min	680°C	10min	Eau ultra pure à 4ppb de TOC	
TN	3Bar	500mL /min	720°C	10min	Eau ultra pure à 4ppb de TOC	Allumer l'unité de l'Azote total

5.1.2. Mode opératoire :

- (1)-Allumer l'appareil.
- (2)-Ouvrir la bouteille de Gaz.
- (3)-Régler et laisser stabiliser la température de l'appareil selon le paramètre à analyser.
- (4)Vérifier la ligne de base.
- (5) - insérer les concentrations des standards.
- (6) -Étalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage faire passer successivement Les standards par ordre croissant de concentration.
- (7) -Après calibration du TOC, faire passer un Blanc puis un Témoin dont la concentration est connue et ce avant l'analyse de l'échantillon.

5.2 Evaluation :**5.2.1 Calcul :**

Le résultat est donné directement par l'appareil.

6. Contrôle de qualité :

- Analyser l'eau ultra pure avant d'effectuer les mesures (eau purifiée par le purificateur cité dans le chapitre (3.1)).
- Faire passer un standard dont la concentration est connu.
- répéter l'analyse de l'échantillon deux à trois fois.

7. Gamme de détection :

- La concentration en Azote total est entre 0,1 mg/l et 4000mg/.
- La concentration en Carbone organique total est entre 0,05mg/l et 25000mg/L.

8. Référence :

TOC-Vcsh/CSN Total Organic Carbon Analyzer-User's Manual.
Norme Canadienne : MA .300-C1. 0-Edition : 2003-10-18-Révision:2007-04-17(1).

9. Enregistrement et Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Mai 2011: première révision faite par M^{me} BENSOUILAH ET M^{me} TIBECHÉ

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/COT/1.01**176/177*

Standard Operating Procedure

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Modified: 2011/10/20

SOP No. LRC/COT/1.01

177/177