

Annexe 2-3 Résultat-3

Annexe 2-3-1 Bonne pratique laboratoire

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

LABORATOIRE REGIONAL CENTRE

PRINCIPES DE BONNE PRATIQUE DE LABORATOIRE

BPL

**SELON L'ORGANISATION DE COOPERATION ET DE
DEVELOPPEMENT ECONOMIQUE L'OCDE**

SOMMAIRE

1. Organisation et personnel de l'installation d'essai

1.1 Responsabilités de la direction de l'installation d'essai

1.2 Responsabilités du Chef de section

1.3 Responsabilités du personnel du laboratoire (le staff)

2. Programme d'assurance qualité

2.1 Généralités :

2.2 Responsabilités du personnel chargé de l'assurance qualité

3. Installations (le laboratoire)

3.1 Généralités

3.2 Installations relatives au laboratoire

3.3 Installations de manutention des éléments d'essai et de référence

3.4 Salles d'archives

3.5 Evacuation des déchets

4. Appareils, matériaux et réactifs

5. Systèmes d'essai

5.1 Physiques et chimiques

6. Eléments d'essai et de référence

6.1 Réception, manutention, échantillonnage et stockage

6.2 Caractérisation

7. Modes opératoires normalisés :

8. Réalisation de l'analyse

8.1 Plan de l'analyse

8.2 Contenu du plan de l'étude

8.3 Réalisation de l'étude

9. Etablissement du rapport sur les résultats de l'analyse

9.1 Généralités

9.2 Contenu du rapport final

10. Stockage et conservation des archives et des matériaux

PRINCIPES DE BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE

1. Organisation et personnel de l'installation d'essai

1.1 Responsabilités de la direction de l'installation d'essai

1. La direction de tout laboratoire doit veiller au respect des présents Principes relatifs aux bonnes pratiques de laboratoire dans le laboratoire.

2. Elle doit à tout le moins :

a) s'assurer de l'existence d'une déclaration qui désigne la ou les personnes exerçant, dans un laboratoire, les responsabilités de gestion telles qu'elles sont définies par les présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire ;

b) s'assurer qu'un nombre suffisant de personnes qualifiées, ainsi que d'installations, équipements et matériaux appropriés, sont disponibles pour que l'analyse se déroule en temps voulu et de façon adéquate ;

c) veiller à la tenue d'un dossier contenant les qualifications, la formation, l'expérience et la description des tâches de toutes les personnes de niveau professionnel et technique ;

d) veiller à ce que le personnel comprenne clairement les tâches qu'il doit remplir et, lorsqu'il y a lieu, le former à ces tâches ;

e) veiller à ce que des modes opératoires normalisés pertinents et techniquement valides soient définis et suivis, et approuver tout mode opératoire normalisé nouveau ou révisé ;

f) veiller à l'existence d'un programme d'assurance qualité doté d'un personnel spécifiquement affecté et vérifier que la responsabilité de l'assurance qualité est assumée conformément aux présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire ;

g) vérifier que, pour chaque analyse, une personne possédant les qualifications, la formation et l'expérience requises soit nommée Chef de section par la direction, avant le début de l'analyse. Le remplacement du Chef de section doit se faire conformément à des procédures établies et doit être étayé par des documents ;

- h)** veiller à ce que le Chef de section approuve le plan de l'analyse en toute connaissance de cause ;
- i)** vérifier que le Chef de section a mis le plan de l'analyse approuvé à la disposition du personnel chargé de l'assurance qualité ;
- j)** veiller au maintien d'un fichier chronologique de tous les modes opératoires normalisés ;
- k)** s'assurer qu'une personne est désignée comme responsable de la gestion des archives ;
- l)** veiller au maintien d'un schéma directeur ;
- m)** veiller à ce que les fournitures reçues par le laboratoire remplissent les conditions nécessaires à leur utilisation dans une analyse ;
- n)** vérifier que les réactifs chimiques et les solutions de référence sont correctement caractérisés ;
- o)** instaurer des procédures garantissant que les systèmes informatiques conviennent à l'objectif recherché, et qu'ils sont validés, utilisés et entretenus conformément aux présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire.

1.2 Responsabilités du Chef de section

1. Le Chef de section est seul en charge du contrôle de l'analyse et assume la responsabilité de la conduite générale de l'analyse et de l'établissement du rapport final.

2. Le Chef de section est notamment investi des responsabilités suivantes, dont la liste n'est pas limitative. Il doit :

- a)** approuver, par une signature datée, le plan de l'analyse et tout amendement qui lui serait apporté ;
- b)** veiller à ce que le personnel chargé de l'assurance qualité dispose en temps utile d'une copie du plan de l'analyse et de tout amendement éventuel et communiquer de façon efficace avec le

personnel chargé de l'assurance qualité en fonction des besoins du déroulement de l'analyse ;

c) s'assurer que le personnel qui réalise l'analyse dispose bien des plans de l'analyse, avec leurs amendements et les modes opératoires normalisés ;

d) veiller au respect des procédures décrites dans le plan de l'analyse, évaluer et répertorier l'incidence de toute déviation du plan sur la qualité et l'intégrité de l'analyse, et prendre des mesures correctives appropriées, le cas échéant ; constater les déviations par rapport aux modes opératoires normalisés au cours de la réalisation de l'analyse ;

e) veiller à ce que toutes les données brutes obtenues soient pleinement étayées par des documents et enregistrées ;

f) vérifier que les systèmes informatiques utilisés dans l'analyse ont été validés ;

g) signer et dater le rapport final afin d'indiquer qu'il accepte la responsabilité de la validité des données et préciser dans quelle mesure l'analyse respecte les présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire ;

h) veiller à ce que le plan de l'analyse, le rapport final, les données brutes et les pièces justificatives soient transférés aux archives après achèvement (conclusion comprise) de l'analyse ;

1.3 Responsabilités du personnel du laboratoire (le staff) :

1. Tout le personnel participant à la réalisation de l'analyse doit être bien informé des parties des Principes de bonnes pratiques de laboratoire applicables à sa participation à l'analyse.

2. Le personnel du laboratoire aura accès au plan de l'analyse et aux modes opératoires normalisés qui s'appliquent à sa participation à l'analyse. Il lui incombe de respecter les instructions données dans ces documents. Toute déviation par rapport à ces instructions doit être étayée par des documents et signalée directement au Chef de section ou, le cas échéant, au ou aux Responsables principaux du laboratoire.

3. Il incombe à tout le personnel du laboratoire d'enregistrer les données brutes de manière rapide et précise, conformément aux présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire, et d'assumer la responsabilité de la qualité de ces données.

4. Le personnel du laboratoire doit prendre les précautions d'hygiène nécessaires pour réduire au minimum le risque auquel il est exposé et pour assurer l'intégrité de l'analyse. Il doit avertir les personnes compétentes de tout état de santé ou affection dont il a connaissance et qui peut influencer sur l'analyse, de façon que les membres du personnel concernés puissent être exclus des opérations où leur intervention pourrait nuire à l'analyse.

2. Programme d'assurance qualité

2.1 Généralités :

1. Le laboratoire doit avoir un programme d'assurance qualité faisant appel à tout document utile, qui permette de vérifier que les analyses sont réalisées conformément aux présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire.
2. Le programme d'assurance qualité doit être confié à une ou à des personnes, désignées par la direction et directement responsables devant celle-ci, qui ont l'expérience des méthodes d'analyses.
3. Ces personnes ne doivent pas participer à la réalisation de l'analyse visée par le programme.

2.2 Responsabilités du personnel chargé de l'assurance qualité

1. Le personnel chargé de l'assurance qualité est responsable des tâches suivantes, dont la liste n'est pas limitative :
 - a) conserver des copies de tous les plans d'analyse et modes opératoires normalisés approuvés qui sont utilisés dans le laboratoire et avoir accès à un exemplaire à jour du schéma directeur;
 - b) vérifier que le plan de l'analyse contient les informations nécessaires au respect des présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire. Cette vérification devra être étayée par des documents;
 - c) procéder à des inspections pour établir si toutes les analyses se déroulent conformément aux présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire. Des inspections doivent également établir si des plans d'analyse et des modes opératoires normalisés ont été mis à la disposition du personnel du laboratoire et sont respectés ;

Ces inspections peuvent être de trois types, comme le précisent les modes opératoires normalisés du programme d'assurance qualité :

- Inspections portant sur l'analyse,
- Inspections portant sur le laboratoire,
- Inspections portant sur le procédé.

Les comptes rendus de ces inspections doivent être conservés ;

d) examiner les rapports finals afin de confirmer que les méthodes, les modes opératoires et les observations sont fidèlement et entièrement décrits et que les résultats consignés reflètent de façon exacte et complète les données brutes des analyses;

e) rendre compte promptement par écrit de tout résultat d'inspection à la direction et au chef de section, ainsi qu'au ou aux Responsables principaux des analyses et aux directions respectives, le cas échéant ;

f) rédiger et signer une déclaration, qui sera insérée dans le rapport final et précisera la nature des inspections et les dates auxquelles elles ont eu lieu, y compris la ou les phases de l'analyse inspectées, ainsi que les dates auxquelles les résultats des inspections ont été communiqués à la direction et au Chef de section, ainsi qu'au ou aux Responsables principaux des analyses, le cas échéant. Cette déclaration servira, en outre, à confirmer que le rapport final reflète les données brutes.

3. Installations (le laboratoire)

3.1 Généralités

1. Par ses dimensions, sa construction et sa localisation, le laboratoire doit répondre aux exigences de l'analyse et permettre de réduire au minimum les perturbations qui pourraient altérer la validité de l'analyse.
2. L'agencement de l'installation d'essai doit permettre une séparation suffisante des différentes activités, de manière à assurer une exécution correcte de chaque analyse.

3.2 Installations relatives au laboratoire

1. Le laboratoire doit comporter un nombre suffisant de salles ou de locaux pour assurer la séparation du laboratoire et le confinement des projets utilisant des substances ou des organismes connus pour être, ou suspectés d'être, biologiquement dangereux.
2. Le laboratoire doit disposer de salles ou de locaux appropriés pour le diagnostic, le traitement et le contrôle des maladies, de sorte que le laboratoire ne subit pas un degré inacceptable de détérioration.
3. Le laboratoire doit disposer de salles ou d'aires de stockage en suffisance pour les fournitures et pour les équipements. Les salles ou aires de stockage doivent être séparées des salles ou locaux accueillant le laboratoire et suffisamment protégées contre l'infestation, la contamination et/ou la détérioration.

3.3 Installations de manutention des éléments d'essai et de référence

1. Pour éviter une contamination ou des mélanges, il doit exister des salles ou des locaux distincts pour la réception et le stockage des échantillons et de solutions de référence.
2. Les salles ou aires de stockage des réactifs doivent être séparées des salles ou locaux abritant le laboratoire. Elles doivent permettre le maintien de l'identité, de la concentration, de la pureté et de la stabilité et assurer un stockage sûr des substances dangereuses.

3.4 Salles d'archives

Il faut prévoir des salles d'archives pour le stockage et la consultation en toute sécurité des plans d'analyse, des données brutes, des rapports finals, des échantillons, des réactifs et solutions de référence et des spécimens. La conception technique et les conditions de

l'archivage doivent protéger le contenu contre toute détérioration induite.

3.5 Evacuation des déchets

La manutention et l'évacuation des déchets doivent s'effectuer de manière à ne pas mettre en péril l'intégrité des analyses. Il faut pour cela disposer d'installations permettant de collecter, de stocker et d'évacuer les déchets de façon appropriée, et définir des procédures de décontamination et de transport.

4. Appareils, matériaux et réactifs

1. Les appareils, notamment les systèmes informatiques validés, utilisés pour l'obtention, le stockage et la consultation des données et pour la régulation des facteurs d'environnement qui interviennent dans l'analyse doivent occuper un emplacement correct, être de conception appropriée et avoir une capacité suffisante.
2. Les appareils utilisés dans une étude doivent être périodiquement inspectés, nettoyés, entretenus et étalonnés conformément aux modes opératoires normalisés. On conservera des relevés de ces activités. L'étalonnage doit pouvoir, s'il y a lieu, être rapporté à des normes de métrologie nationales ou internationales.
3. Les appareils et matériaux utilisés dans une analyse ne doivent pas interférer de façon préjudiciable avec les systèmes d'essai.
4. Il faut étiqueter les produits chimiques, réactifs et solutions et en mentionner la nature (avec la concentration, le cas échéant), la date d'expiration et les instructions particulières pour le stockage. Il faut disposer d'informations sur l'origine, la date de préparation et la stabilité. La date d'expiration peut être prorogée sur la base d'une évaluation ou d'une analyse étayée par des documents.

5. Systèmes d'essai

5.1 Physiques et chimiques

1. Les appareils utilisés pour l'obtention de données chimiques et physiques doivent occuper un emplacement correct, être de conception appropriée et avoir une capacité suffisante.
2. L'intégrité des systèmes d'essai physiques et chimiques doit être vérifiée.

6. Eléments d'essai et de référence

6.1 Réception, manutention, échantillonnage et stockage

1. Il faut tenir des registres mentionnant la caractérisation des éléments d'essai et de référence, la date de réception, la date d'expiration et les quantités reçues et utilisées dans les études.
2. Il faut définir des méthodes de manipulation, d'échantillonnage et de stockage qui assurent le maintien de l'homogénéité et de la stabilité dans toute la mesure du possible et évitent une contamination ou un mélange.
3. Les récipients de stockage doivent porter des renseignements d'identification, la date d'expiration et les instructions particulières de stockage.

6.2 Caractérisation

1. Tout élément d'essai et de référence doit être identifié de façon appropriée (code, numéro d'immatriculation du Chemical Abstracts Service [numéro du CAS], nom, paramètres biologiques, par exemple).
2. Pour chaque étude, il faut connaître la nature exacte des éléments d'essai ou de référence, notamment le numéro du lot, la pureté, la composition, les concentrations ou d'autres caractéristiques qui permettent de définir chaque lot de façon appropriée.
3. Lorsque l'élément d'essai est fourni par le donneur d'ordre, il doit exister un mécanisme, défini en coopération par le donneur d'ordre et l'installation d'essai, qui permet de vérifier l'identité de l'élément d'essai soumis à l'étude.
4. Pour toutes les études, il faut connaître la stabilité des éléments d'essai et de référence dans les conditions de stockage et d'essai.
5. Si l'élément d'essai est administré ou appliqué dans un véhicule, il faut déterminer l'homogénéité, la concentration et la stabilité de l'élément d'essai dans ce véhicule. Pour les éléments d'essai utilisés dans les études sur le terrain (mélanges en réservoir, par exemple) ces informations peuvent être obtenues grâce à des expériences distinctes en laboratoire.
6. Un échantillon de chaque lot de l'élément d'essai sera conservé à des fins d'analyse pour toutes les études, à l'exception des études à court terme.

7. Modes opératoires normalisés :

1 Un laboratoire doit posséder des modes opératoires normalisés écrits, approuvés par la direction de l'installation, qui doivent assurer la qualité et l'intégrité des données obtenues par cette installation. Les révisions des modes opératoires normalisés doivent être approuvées par la direction de l'installation d'essai.

2 Chaque section ou zone distincte de laboratoire doit avoir un accès immédiat aux modes opératoires normalisés correspondant aux travaux qui s'y effectuent. Des ouvrages, méthodes d'analyse, articles et manuels publiés peuvent servir de compléments à des modes opératoires normalisés.

3 Les déviations par rapport aux modes opératoires normalisés relatifs à l'étude doivent être étayées par des documents et reconnues comme applicables par le Directeur de l'étude, ainsi que par le ou les Responsables principaux des essais, le cas échéant.

4 On doit disposer de modes opératoires normalisés pour les catégories suivantes d'activités de l'installation d'essai, dont la liste n'est pas limitative. Les tâches précises mentionnées sous chaque rubrique ci-après doivent être considérées comme des exemples.

1. Eléments d'essai et de référence

Réception, identification, étiquetage, manutention, échantillonnage et stockage.

2. Appareils, matériaux et réactifs

a) Appareils

Utilisation, entretien, nettoyage et étalonnage

b) Systèmes informatiques

Validation, exploitation, entretien, sécurité, maîtrise des modifications et sauvegarde

c) Matériaux, réactifs et solutions

Préparation et étiquetage

3. Enregistrement des données, établissement des rapports, stockage et consultation des données

Codage des études, collecte des données, établissement des rapports, systèmes d'indexation, exploitation des données, y compris l'emploi de systèmes informatisés

4. Système d'essai (lorsqu'il y a lieu)

- a) Préparation du local et conditions d'ambiance pour le système d'essai.
- b) Méthodes de réception, de transfert, de mise en place correcte, de caractérisation, d'identification et d'entretien du système d'essai.
- c) Préparation du système d'essai, observations et examens avant, pendant et à la conclusion de l'analyse.
- d) Manipulation des individus appartenant au système d'essai qui sont trouvés mourants ou morts au cours de l'étude.
- e) Collecte, identification et manipulation de spécimens, y compris l'autopsie et l'histopathologie.
- f) Installation et disposition de systèmes d'essai sur des parcelles expérimentales.

5. Mécanismes d'assurance qualité :

Affectation du personnel chargé de l'assurance qualité à la planification, l'établissement du calendrier, la réalisation, l'explication et la notification des inspections.

8. Réalisation de l'analyse

8.1 Plan de l'analyse

1. Pour chaque analyse il convient d'établir un plan écrit avant le début des travaux. Le plan de l'analyse doit être approuvé par le responsable de l'analyse, qui le date et le signe, et sa conformité aux BPL doit être vérifiée par le personnel d'assurance qualité comme indiqué à la section 2.2.1.b ci-dessus. Ce plan doit également être approuvé par la direction du laboratoire et le donneur d'ordre si la réglementation ou la législation du pays où l'étude est réalisée l'impose.

2. a) Les amendements apportés au plan de l'analyse doivent être justifiés et approuvés par le responsable de l'analyse, qui les date et les signe, puis conservés avec le plan de l'analyse.

b) Les déviations du plan de l'analyse doivent être décrites, expliquées, déclarées et datées en temps utile par le Directeur de l'étude et par le ou les Responsables principaux des essais, puis conservées avec les données brutes de l'analyse.

3. Pour les études à court terme, on peut utiliser un plan général d'étude accompagné d'un complément spécifique de l'analyse considérée.

8.2 Contenu du plan de l'étude

Le plan de l'analyse doit comporter les renseignements suivants, dont la liste n'est pas limitative :

1. Identification de l'analyse, de l'élément d'essai et de l'élément de référence

a) Un titre descriptif ;

b) Un exposé précisant la nature et l'objet de l'analyse ;

c) L'identification de l'élément d'essai par un code ou par un nom (IUPAC, numéro du CAS, paramètres biologiques, etc.) ;

d) L'élément de référence à utiliser.

2. Renseignements relatifs au donneur d'ordre et à l'installation d'essai

a) Le nom et l'adresse du donneur d'ordre ;

b) Le nom et l'adresse de toute installation d'essai et de tout site d'essai concernés ;

c) Le nom et l'adresse du responsable de l'analyse ;

d) Le nom et l'adresse du ou des Responsables principaux des essais, et la ou les phases de l'analyse déléguées par le responsable de l'analyse au ou aux Responsables principaux des essais.

3. Dates

a) La date de l'approbation du plan de l'analyse par apposition de la signature du responsable de l'analyse. La date de l'approbation du plan de l'analyse par apposition de la signature de la direction de l'installation d'essai et du donneur d'ordre si la réglementation ou la législation du pays où l'analyse est effectuée l'impose.

b) Les dates proposées pour le début et la fin de l'expérimentation.

4. Méthodes d'essai

L'indication de la Ligne directrice de l'OCDE pour les essais ou d'une autre ligne directrice ou méthode à utiliser.

5. Points particuliers (lorsqu'il y a lieu)

a) La justification du choix du système d'essai ;

b) La caractérisation du système d'essai, c'est-à-dire l'espèce, la race, la variété, l'origine, le nombre d'individus, la gamme de poids, le sexe, l'âge et autres informations pertinentes ;

c) La méthode d'administration et les raisons de son choix ;

d) Les taux de dose et/ou les concentrations, ainsi que la fréquence et la durée de l'administration ou de l'application ;

e) Des renseignements détaillés sur la conception de l'expérience, qui comprennent une description du déroulement chronologique de l'analyse, de tous les matériaux, méthodes et conditions, de la nature et de la fréquence des analyses, des mesures, des observations et des examens à réaliser, ainsi que des méthodes statistiques à utiliser (le cas échéant).

6. Enregistrements et comptes rendus

La liste des enregistrements et des comptes rendus qu'il faut conserver.

8.3 Réalisation de l'étude

1. Il faut donner à chaque analyse une identification qui lui soit propre. Tous les éléments relatifs à une analyse donnée doivent porter cette identification. Les spécimens de l'analyse doivent être identifiés de façon à confirmer leur origine. Cette identification doit permettre la traçabilité, en tant que de besoin, du spécimen et de l'analyse.

2. L'analyse doit se dérouler conformément au plan arrêté.
3. Toutes les données obtenues au cours de la réalisation de l'analyse doivent être enregistrées de manière directe, rapide, précise et lisible par la personne qui les relève. Les relevés de données doivent être signés ou paraphés et datés.
4. Toute modification des données brutes doit être consignée de façon à ne pas cacher la mention précédente ; il faut indiquer la raison du changement avec la date, la signature ou le paraphe de la personne qui y procède.
5. Les données obtenues directement sous forme d'entrée informatique doivent être identifiées comme telles lors de l'introduction des données par la ou les personnes responsables de la saisie directe. La conception du système informatique doit toujours permettre la rétention de l'intégralité des vérifications à rebours de façon à montrer toutes les modifications apportées aux données sans cacher la mention initiale. Il doit être possible d'associer toutes les modifications apportées aux données avec les personnes y ayant procédé grâce, par exemple, à des signatures électroniques mentionnant la date et l'heure. Les raisons des modifications seront mentionnées.

9. Etablissement du rapport sur les résultats de l'analyse

9.1 Généralités

1. Il faut établir un rapport final pour chaque l'analyse. Pour les études à court terme, un rapport final normalisé pourra être préparé et s'accompagner d'un complément particulier à l'analyse.
2. Les Responsables principaux des essais ou les scientifiques participant à l'analyse doivent signer et dater leurs rapports.
3. Le responsable de l'analyse doit signer et dater le rapport final afin d'indiquer qu'il assume la responsabilité de la validité des données. Le degré de conformité avec les présents Principes de bonnes pratiques de laboratoire doit être indiqué.
4. Les corrections et additions apportées à un rapport final doivent se présenter sous forme d'amendements. Ces amendements doivent préciser clairement la raison des corrections ou des additions et être signés et datés par le responsable de l'analyse.
5. La remise en forme du rapport final pour se conformer aux conditions de soumission imposées par une autorité nationale réglementaire ou chargée de l'homologation ne constitue pas une correction, une addition ou un amendement à ce rapport final.

9.2 Contenu du rapport final

Le rapport final doit donner les renseignements suivants, sans se limiter à ceux-ci :

1. Identification de l'étude et des éléments d'essai et de référence
 - a) Un titre descriptif ;
 - b) L'identification de l'élément d'essai par un code ou par un nom (IUPAC, numéro du CAS, paramètres biologiques, etc.) ;
 - c) L'identification de l'élément de référence par un nom ;
 - d) La caractérisation de l'élément d'essai, notamment sa pureté, sa stabilité et son homogénéité.

2. Renseignements relatifs au donneur d'ordre et à l'installation d'essai
 - a) Le nom et l'adresse du donneur d'ordre ;
 - b) Le nom et l'adresse de chaque installation et site d'essai concernés ;
 - c) Le nom et l'adresse du responsable de l'analyse ;
 - d) Le nom et l'adresse du ou des Responsables principaux des essais et les phases de l'analyse qui leur sont déléguées, le cas échéant ;
 - e) Le nom et l'adresse des scientifiques ayant fourni des comptes rendus pour le rapport final.

3. Dates

Les dates de début et d'achèvement de l'expérimentation.

4. Déclaration

Une déclaration sur le programme d'assurance qualité énumérant les types d'inspections réalisées et leurs dates, y compris la ou les phases inspectées, ainsi que les dates auxquelles chacun des résultats des inspections a été communiqué à la direction et au responsable de l'analyse, ainsi qu'au ou aux Responsables principaux des essais, le cas échéant. Cette déclaration servira, en outre, à confirmer que le rapport final reflète les données brutes.

5. Description des matériaux et des méthodes d'essai

- a) Une description des méthodes et des matériaux utilisés ;
- b) L'indication de la Ligne directrice de l'OCDE pour les essais, ou d'une autre ligne directrice ou méthode.

6. Résultats

- a) Un résumé des résultats ;
- b) Toutes les informations et les données demandées par le plan de l'étude ;
- c) Un exposé des résultats, comprenant les calculs et les déterminations d'intérêt statistique ;
- d) Une évaluation et un examen des résultats et, s'il y a lieu, des conclusions.

7. Stockage

Le lieu où le plan de l'étude, les échantillons des éléments d'essai et de référence, les spécimens, les données brutes, ainsi que le rapport final doivent être conservés.

10. Stockage et conservation des archives et des matériaux

10.1 Seront conservés dans les archives pendant la période spécifiée par les autorités compétentes :

- a) Le plan de l'analyse, les données brutes, les échantillons des éléments d'essai et de référence, les spécimens et le rapport final de chaque l'analyse ;
- b) Des rapports sur toutes les inspections réalisées conformément au programme d'assurance qualité, ainsi que les schémas directeurs ;
- c) Les relevés des qualifications, de la formation, de l'expérience et des descriptions des tâches du personnel ;
- d) Des comptes rendus et des rapports relatifs à l'entretien et à l'étalonnage de l'équipement ;
- e) Les documents relatifs à la validation des systèmes informatiques ;
- f) Le dossier chronologique de tous les modes opératoires normalisés ;
- g) Des comptes rendus de surveillance de l'environnement.

En l'absence d'une période de conservation requise, l'élimination définitive de tout matériel d'étude doit être étayée par des documents. Lorsque des échantillons des éléments d'essai et de référence et des spécimens sont éliminés avant l'expiration de la période de conservation requise pour quelque raison que ce soit, cette élimination doit être justifiée et étayée par des documents. Des échantillons des éléments d'essai et de référence et des spécimens ne doivent être conservés qu'aussi longtemps que la qualité de la préparation en permet l'évaluation.

10.2 Le matériel conservé dans des archives sera indexé de façon à en faciliter le stockage et la consultation méthodiques.

10.3 Seul le personnel autorisé par la direction aura accès aux archives. Toute entrée et sortie de matériel archivé doit être correctement consignée.

10.4 Si une installation d'essai ou un dépôt d'archives cesse ses activités et n'a pas de successeur légal, les archives doivent être remises au ou aux donneurs d'ordre de la ou des analyses.

Enregistrement des Bonnes Pratiques de Laboratoire

Les huit fichiers suivants font partie de la déclaration des Bonnes Pratiques de Laboratoire.

Chacun de ces fichiers est gardés dans le bureau du Directeur, ou selon la suggestion du responsable de contrôle de qualité du laboratoire.

Les listes contenues doivent être mise à jour comme cela est prévu dans les BPL.

- N° 1 BPL : Bonnes Pratiques de Laboratoire
- N° 2 Organisation : Liste du Personnel
- N° 3 Procédures de Gestion d'analyses d'échantillons
- N° 4 SOP
- N° 5 Liste des Standards : Références certifiées
- N° 6 Fiche de présence aux Réunions CQ
- N° 7 Liste des Clients Conventionnés
- N° 8 Fiche de quotidienne des clients, avec code date
- N° 9 Spécimens de Documents de Laboratoire

Annexe 2-3-2 Organisation: liste du personnel

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Date de Recrutement</i>	<i>Diplôme</i>	<i>Expériences et Formations (ONEDD)</i>	<i>Taches Confiées</i>
<i>Moali Mohamed</i>	1997	Ingénieur d'état Chimie industrielle Option : Génie des Procédés	Technique d'analyse des matières organiques contenues dans les eaux et sédiments par GCMS et système de management du laboratoire d'analyse Physico-chimique (Japan)	Directeur laboratoire
<i>Houas Omar</i>	1989	Ingénieur d'état Chimie Option : environnement	Gestion de Déchets industriels et Urbain (Japan), SAA, XRF, DMA 80	Responsable section Inorganique, gestion laboratoire (intérim), gestion Stock Magasin
<i>Lakhdari Mohamed</i>	1987	Ingénieur d'application Biologie Marine Option : pollution marine	Echantillonnage, GC (analyse des organochlorés) -Technique d'analyse des matières organiques contenues dans les eaux et sédiments par GCMS et système de management du laboratoire d'analyse Physico-chimique (Japan)	Echantillonnage
<i>Nechaoui Leila</i>	02/11/1991	Ingénieur d'application Chimie	Orthophosphates, Phosphore Total, GCMS, initiation FTIR, Gestion environnementale industrielle et urbaine (Japan)	Orthophosphates, Phosphore Total, GCMS
<i>Anane Radia</i>	1990	Ingénieur d'application Aquaculture	NTK, Cyanures, Fluorures, FTIR	NTK, Cyanures, Fluorures, FTIR, Matières Décantables
<i>Tibeche Amel</i>	2006	Ingénieur d'état Hydrogéologie	DCO, Huiles et Graisses, MES, NTK, fluorures, Cr +6, cyanures, méthyle de mercure, hydrocarbures (GC), TPH, PCB, TOC, TN, traitement de sédiment SAA, initiation FTIR, XRF	DCO, Huiles et Graisses, MES, fluorures, chlorures, nitrates, ammonium, Hydrocarbures, TOC, Cr +6
<i>Bensouilah Ouahiba</i>	04/03/2007	Ingénieur d'état Ecologie environnement	DBO5, Sulfides, phénols, Méthyle de Mercure (GC) Hydrocarbure Totaux (GC), TOG, TOC, Cr+6, FTIR, Interprétation des Données	DBO5, Sulfides, phénols, Méthyle de Mercure (GC) Hydrocarbure Totaux (GC), TN, TOC, FTIR
<i>Djoghlaif Hadda</i>	03/06/2007	Ingénieur d'application (DES) Biologie Génétique	DBO5, Sulfides, Phénol, CN-, Microbiologie initiation TOC, XRF	DBO5, DCO, MES, Huiles et Graisses, Chlorures, Phénols, Sulfides
<i>Azouani Sophia</i>	2007	Master recherche physico-chimie Option : Génie des Procédés	Chrome 6+, DBO5, DCO, MES Huiles et Graisses analyseur de mercure, XRF, SAA -Contrôle de la pollution des substances dangereuses dans l'environnement	SAA
<i>Mebrek Hanifa</i>	2007	Ingénieur d'application (DES) Microbiologie	Microbiologie XRF	DBO5, DCO, MES, Huiles et Graisses, Chlorures, Echantillonnage
<i>Kimri Leila</i>	2008	Ingénieur d'état Chimie Option : Génie des Procédés	GCMS, initiation FTIR	GCMS
<i>Guerfi Lynda</i>	2009	Ingénieur d'application (DES) Chimie	SAA XRF	SAA
<i>Omri Lynda</i>	2008	Ingénieur d'application Chimie Industrielle option : Chimie Organique	GCMS	DBO5, DCO, MES, Huiles et Graisses, NTK, GCMS
<i>Seraajia Naasse</i>	2003	Ingénieur d'état en Géographie et Aménagement	Gestion des déchets (Japan)	Echantillonnage
<i>Saoud Hadda</i>	2011	-ingénieur d'état en Océanographie et Aménagement -DEUA Biologie	/	Codification des échantillons
<i>Tillou Souleyman</i>	2011	Magistère en science de la nature option : Ecologie et environnement	/	

Annexe 2-3-3 Procédures de gestion d'analyses d'échantillons



*Ministère de l'Aménagement du Territoire et de
L'Environnement*

*Observatoire National de l'Environnement et du
Développement Durable*

Laboratoire Régional Centre

***PROCEDURES DE GESTION
D'ANALYSES D'ECHANTILLONS
PAR LE LABORATOIRE REGIONAL
CENTRE***

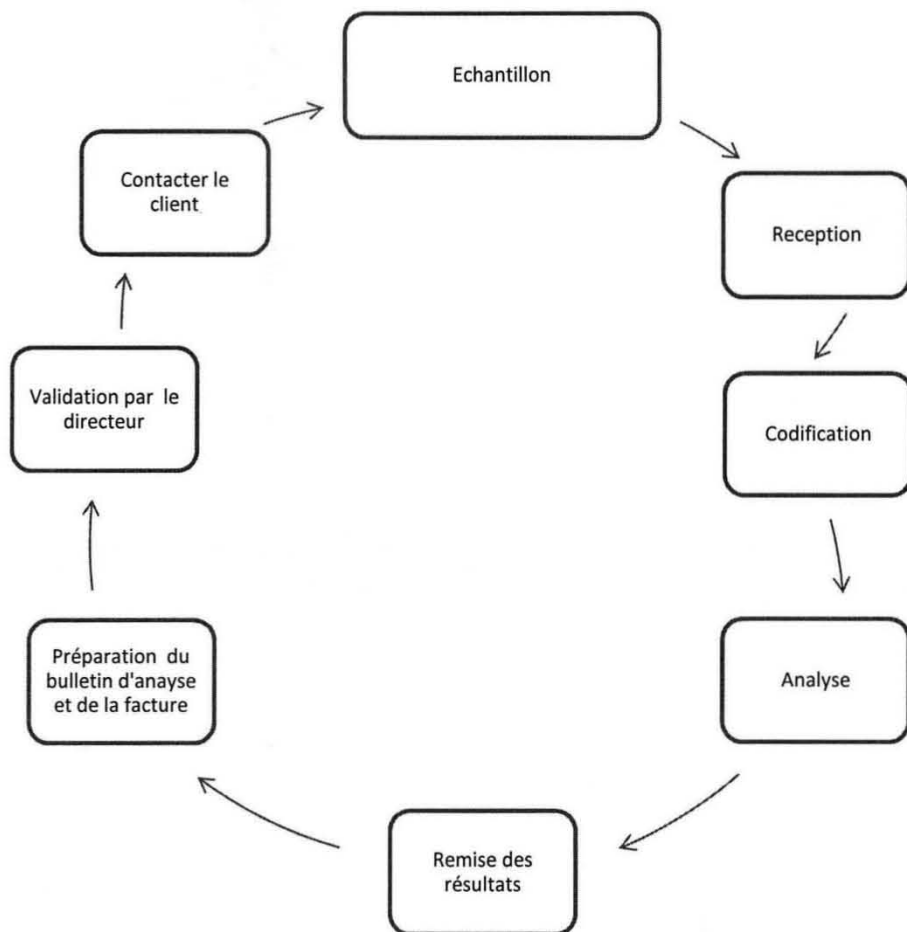
- **De la réception à la facturation :**

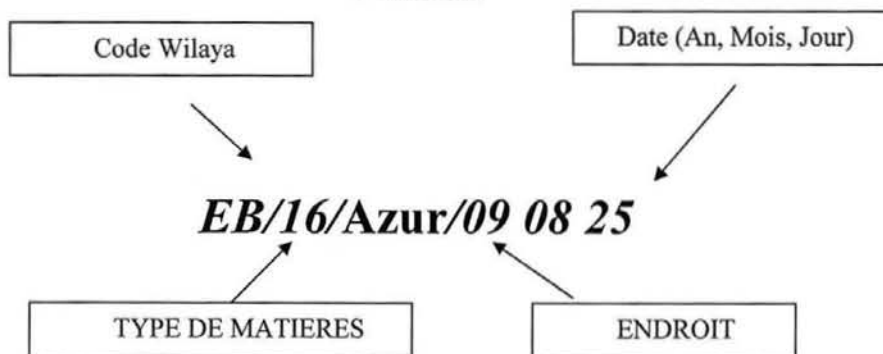
- 1- La réception de l'échantillon se fait par la section logistique.
- 2- Dès la réception de l'échantillon, le responsable de la section logistique, s'assure qu'il a fait l'objet d'un bon de commande ou d'une convention.
- 3- Dans le cas contraire, la réception est purement et simplement refusée.
- 4- Dès la réception, l'échantillon reçoit un numéro de code selon le modèle de codification ci-joint.
- 5- Il doit être inscrit sur le registre, côté et paraphé, de réception des échantillons dont la reglette est comme suit :

N°	Date de réception	Code Echantillon	Client	Analyses demandées	Livré par

- 6- Si le prélèvement d'échantillon est exécuté par l'équipe du laboratoire où il est remis obligatoirement avec la fiche d'analyse "in situ".
- 7- La personne responsable de la réception des échantillons, renseigne la section concernée par les analyses demandées par le client ou apportées par l'équipe du LRC.
- 8- L'ensemble des documents bon de réception d'échantillon, fiche d'analyse "in situ" et fiche d'analyses sont remis au responsable de la section logistique
- 9- La section d'analyse concernée (Physico- chimique, Organique ou inorganique) procède aux analyses demandées.
- 10- Toutes les étapes, de la réception de l'échantillon, traitement et analyses effectuées, sont transcrites sur le registre des appareils et équipements utilisés par la section d'analyses. Il doit assurer la qualité du traitement de l'échantillon et des analyses conformément aux procédures standard d'opérations (S.O.P).

- 11- Une fois les analyses effectuées, la section d'analyses remet les résultats d'analyses effectuées au responsable de la section logistique en remplissant la fiche d'analyse qui doit être signée et datée par l'ingénieur (s) qui assure les paramètres demandés
- 12- Le responsable de section logistique devra à son tour préparer le bulletin et la facture y afférents et présenter le dossier au directeur du laboratoire pour vérification finale et signature.
- 13- La section logistique prendra contact avec le client pour l'informer que les analyses demandées ont été effectuées et qu'il doit se présenter pour retirer le bulletin et la facture y afférents contre remise d'un chèque libellé au nom de l'ONEDD avec le montant arrêté sur la facture.
- 14- Tout dossier traité et finalisé doit être archivé et classé par la section logistique
- 15- Mensuellement, le directeur transmet l'ensemble des documents d'analyses (bons de commandes, bulletins d'analyses, factures) et chèques y afférents à la direction générale pour comptabilisation et encaissement des chèques.



CODIFICATION DES ECHANTILLONS**EXEMPLE****La lecture de l'exemple ci-dessus donne :**

Eau de baignade /Wilaya d'Alger/Plage Azur/Année 2009, le Mois d'Aout, 25Jour du Mois.

Abréviation pour les types de matières

- EB : Eau de baignade mer
- EN : Eau naturelle, (Cours d'eau, barrage, lac, etc.....)
- ES : Eau souterraine (puits, forage, piézomètre,)
- RI : Rejet industriel, (urbaine, step, etc.,)
- MS : Matière Solide, Sédiment, Boue, Sol, Déchet, etc.....
- BI : Biote.

REGLE D'ABREVIATION DU NOM DE L'ENDROIT :

- Si le nom de l'endroit se constitue d'un seul mot, prenez les (04) premières lettres :

Pelage EZZEBOUGE —————> EB/02/EZZE/09 07 02
Oued El Harach 1 —————> EN/OEH1/09 10 25.

- Si le nom de l'endroit se constitue de deux (02) ou plus de mots, prenez les premières deux (02) lettres des premières deux(02) mots, exemples :

Saidal Cherchel —————> SACH
Saidal Mohamadia —————> SAMO
Plage Bordj El Bahri —————> BOBA

Dans le cas de plusieurs prélèvements au même endroit le même jour :

- Si vous faites au même endroit plusieurs prélèvements le même jour, ajoutez à la fin **a, b, c,...** pour éviter les doublements.

Saidal Gue de Constantine le 18/02/2009 à 11h30 —————> RI/16/SACO/09 02 18a

Saidal Gue de Constantine le 18/02/2009 à 12h00 —————> RI/16/SACO/09 02 18b

Annexe 2-3-4 Spécimens de documents de laboratoire

Spécimens de Documents
De laboratoire



Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable
Laboratoire Régional du Centre

Fiche d'Analyse In – Situ

Code de l'échantillon

Date du prélèvement :
Heure du prélèvement :
Nom de l'échantillonneur :
Wilaya :
Daïra :
Lieu :
Position par GPS :

Classification de l'échantillon : Eau Boue Sédiment

Temps : Ensoleillé Nuageux Pluvieux

Odeur :

Couleur :

Température de l'air : °C

Température de l'échantillon : °C

Consistance : Fluide Visqueux Solide

pH (Electrode) :

Conductivité spécifique :ms/cm

Salinité : ‰

Oxygène dissous : mg/l

Saturation en Oxygène :%

Observations : (autres constatations relatives à l'état apparent de la faune et la flore à proximité du lieu rejet.....)



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

**Fiche d'Analyse In – Situ
Eaux de baignade Saison.....**

Date de prélèvement :
 Nom de l'échantillonneur :
 Wilaya :
 Commune :
 Plage :

Désignations	Point 1 (P1)	Point 2 (P2)
Heure de prélèvement		
Position par GPS		
Coloration	Changement anormal de la couleur	Changement anormal de la couleur
	Pas de changement anormal de la couleur	Pas de changement anormal de la couleur
film visible à la surface de l'eau et odeur (Huile minérale)	Présence	Présence
	Absence	Absence
mousse persistante (Substances Tensioactives)	Présence	Présence
	Absence	Absence
odeur spécifique Phénols (mg/l en C ₆ H ₅ OH)	Présence	Présence
	Absence	Absence
Transparence (M)	< 1	< 1
	1	1
	2	2
Résidu goudronneux et matières flottantes (bois, plastique, bouteille et toute autre matière débris ou éclats)	Présence	Présence
	Absence	Absence
Température de l'échantillon	°C	°C
pH (Electrode)		
Conductivité spécifique	ms/cm	ms/cm
Salinité	‰	‰
Oxygène dissous	mg/l	mg/l
Saturation en Oxygène	%	%
Observations		



Ministère de l'Aménagement du Territoire, de l'Environnement et du Tourisme
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable
Laboratoire Régional Centre

Fiche d'analyse : Section Inorganique
 N° du20

Code de l'échantillon :.....
 Type d'échantillon :.....
 Date du prélèvement :.....à.....
 Lieu de prélèvement :.....
 Date de réception :.....

Paramètres	Normes d'analyse	Résultats	Observation
Aluminium			
Argent			
Baryum			
Cadmium			
Calcium			
Chrome			
Cobalt			
Cuivre			
Etain			
Fer			
Magnésium			
Manganèse			
Molybdène			
Mercuré			
Nickel			
Plomb			
Zinc			

Analyses réalisées par :.....
 Date :.....à.....

Signature

Chef de section



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

**Fiche d'analyse : Section Organique
N°..... du20**

Code de l'échantillon :.....
 Type d'échantillon :.....
 Date de prélèvement :.....à.....
 Lieu de prélèvement :.....
 Date de réception au laboratoire :.....

Paramètres	Normes d'analyse	Résultats	Observation
Hydrocarbure totaux			
Hydrocarbure aromatiques polycycliques			
Benzène, Toluène, Xylène (BTX)			
Composés organiques chlorés			

Analyses réalisées par :.....
 Date :.....à.....

Signature

Chef de section



Ministère de l'Aménagement du Territoire, de l'Environnement et du Tourisme
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable
Laboratoire Régional Centre

Fiche d'analyse : Section Physico-chimie
N°..... du2011

Code de l'échantillon :.....
Type d'échantillon :.....
Date du prélèvement :.....à.....
Lieu du prélèvement :.....
Date de réception au laboratoire :.....

Paramètres	Normes d'analyse	Résultats	Observation
Température			
pH			
Conductivité spécifique			
Potentiel redox			
Matière en suspension (MES)			
Matières décantables			
Azote Kjeldahl			
Phosphore total			
Orthophosphates			
Demande chimique en oxygène (DCO)			
Demande biologique en oxygène pendant cinq jours (DBO5)			
Cyanures			
Fluorures			
Indice de phénols			
Huiles et Graisses			
Azote Total (TN)			
Carbone organique total (TOC)			
Sulfide			
Chlorures			
Ammonium			
Nitrates			

Analyses réalisées par :.....
Date :.....à.....

Signature

Chef de section



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

Laboratoire Régional Centre

BON DE MAGASIN N°.....

Date :.....

M:

Fonction:

Division:

Matériels et réactifs demandés:

N°	DESIGNATIONS	QUANTITE	OBSERVATIONS

Le bénéficiaire



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

Laboratoire Régional Centre

BON DE MAGASIN N°.....

Date :.....

M:

Fonction:

Division:

Matériels et réactifs demandés:

N°	DESIGNATIONS	QUANTITE	OBSERVATIONS

Le bénéficiaire



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

DIRECTION GENERALE

RC : 02 B 0021250	N.I.S : 0002160710150 73	N° d'article : 1605 55 04 010
Capital : dotation initial	Compte BNA N°001 00608 0300 303 411/23 Agence Bologhine	
NIF : 0 002 1600 21250 54	Mat Fiscal : 002 160 790 336 43	

Alger le,

FACTURE N° /20 /LRC

Client :

Adresse :

Type d'échantillon	Désignation	Prix unitaire (DA)	Quantité	Total HT
Analyse d'eau				
Montant en HT				
TVA 17%				
Montant TTC				

Arrêtée la présente facture à la somme de:

.....Dinars Algérien

Directeur



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

Laboratoire Régional Centre

Réf :

Date :

Bulletin d'Analyse

Pour le compte de :

Adresse :

Spécification de l'échantillon :

Lieu de prélèvement :

Prélèvement effectué le : Par(*) :

Date de réception de l'échantillon au laboratoire :

Présentation des Résultats d'Analyses

Paramètres	Unités	Résultats	Normes d'analyse
Température	°C		
pH	-		
Oxygène dissous	mg/l		
DCO	mg/l		
DBO5	mg/l		
MES	mg/l		
Huiles et graisses	mg/l		
Azote Kjeldahl	mg/l		
Phénols	mg/l		
Sulfide	mg/l		
Phosphore total	mg/l		
Hydrocarbures totaux	mg/l		
Organochlorés	mg/l		
Aluminium	mg/l		
Cadmium	mg/l		
Cobalt	mg/l		
Cuivre	mg/l		
Chrome	mg/l		

(*) : Prélèvement effectué par le **Laboratoire** ou le **client**

Directeur de Laboratoire

Annexe 2-3-5 SOP version 1.01



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

Laboratoire Régional Centre



***Procédures D'opérations standards
Ver. 1.01***

Octobre 2011



Japan International Cooperation Agency

Procédures D'opérations Standards

Laboratoire Régional Centre

Ministère de l'Aménagement du Territoire, de l'Environnement

Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable

Systeme de Contrôle qualité

Préface

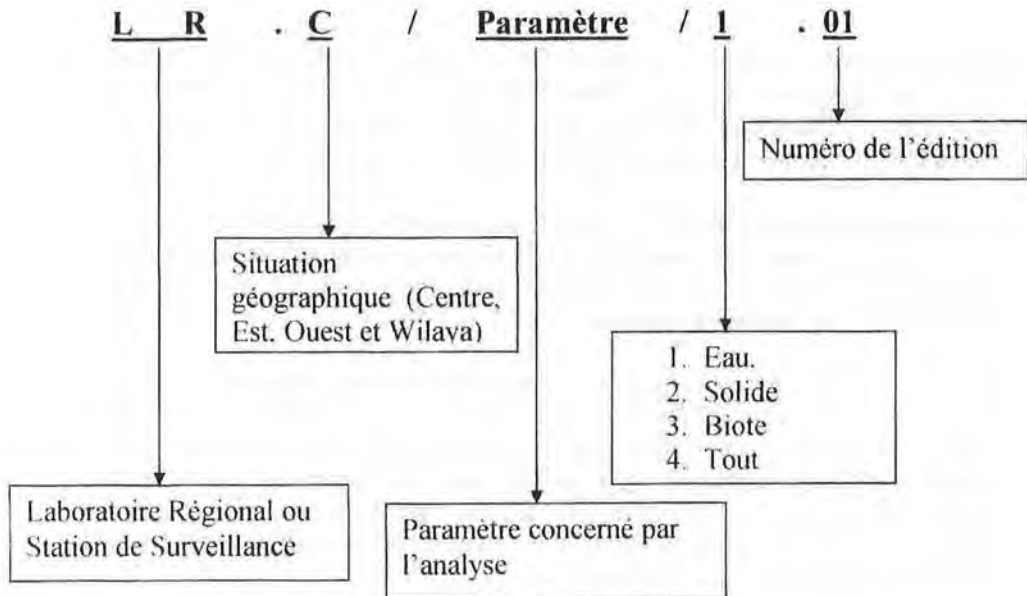
Dans le cadre des principes inhérents aux Bonnes Pratiques de Laboratoire (BPL), le Laboratoire Régional Centre de l'ONEDD a établi un manuel de Procédures d'Opérations Standards (SOP) en se basant sur des méthodes d'analyses ISO avec l'assistance technique des experts de la JICA.

Ce Manuel décrit dans le détail la conduite de plusieurs méthodes d'analyses qui vise à assurer la réalisation uniforme d'une tâche particulière dans le processus analytique, avec comme objectif la mise en place d'un système d'assurance et de contrôle de qualité au sein du Laboratoire.

En effet, ces méthodes sont appliquées dans le Laboratoire Régional Centre de l'ONEDD sur des échantillons environnementaux (eaux, sédiments et biotes) pour être en conformité avec les exigences de Bonnes Pratiques de Laboratoire établies par l'Organisation de Coopération de Développement Economique (OCDE). Il est mis à la disposition de tout le staff du Laboratoire Régional Centre qui s'y réfère, pour la réalisation des analyses physico-chimiques dont ils ont la charge chacun en ce qui le concerne.


Le Directeur
M. MOALI

Explication du code de la Méthode d'analyse



Liste des Procédures d'opérations Standard (CRL) pour le contrôle de qualité			ISO		Other (Norme)	SOP réalisée	
No.	SOP No.	Titre	Number	année	Number	année	version
1	LRC/ECH/1.01	Manuel D'échantillonnage	5667			2011	1.0
2	LRC/DES/1.01	Mesure de Débit				2011	1.0
3	LRC/MES/1.01	Dosage des Matières en suspension(MES)	11923	1997	NA:5345	2011	1.0
4	LRC/NTK/1.01	Dosage de l'azote Kjeldahl	5663	2000	NA:2361	2011	1.0
5	LRC/PO4/1.01	Dosage du Phosphore(P)	6878	2004	NA:2364	2011	1.0
6	LRC/DCO/1.01	Dosage de la demande Chimique en Oxygène (DCO)	6080	1989	NA:1134	2011	1.0
7	LRC/DBO/1.01	Dosage de la demande biochimique en oxygène après cinq(05) Jours (DBO5)	1428464	2003	NA:1135	2011	1.0
8	LRC/SUL/1.01	Dosage des Sulfures	13356	1997		2011	1.0
9	LRC/CN/1.01	Dosage des Cyanures totaux	1752799	1994	NA:1767	2011	1.0
10	LRC/FLU/1.01	Dosage des fluorures	10359-2	1994		2011	1.0
11	LRC/PHE/1.01	Dosage de l'indice phénols	6439	1990	NA:2085	2011	1.0
12	LRC/HUG/1.01	Dosage des matières extractibles par l'hexane(Huiles et Graisses)		JIS K 0102:24.2		2011	1.0
13	LRC/CR6/1.01	Dosage du Chrome (VI) Cr6+	11083	1984	NA:6923	2011	1.0
14	LRC/MN/1.01	Dosage du Manganèse (Mn)				2011	1.0
15	LRC/AL/1.01	Dosage du Aluminium (Al)	12020	1997	NA:6923	2011	1.0
16	LRC/CD/1.01	Dosage du Cadmium (Cd)	8286	1986	NA:2362	2011	1.0
17	LRC/CO/1.01	Dosage du Cobalt (Co)	8288	1986	NA:2362	2011	1.0
18	LRC/CR/1.01	Dosage du Chrome (Cr)	9174	1998		2011	1.0
19	LRC/CU/1.01	Dosage du Cuivre (Cu)	8289	1986	NA:2362	2011	1.0
20	LRC/HG/1.01	Dosage du Mercure (Hg) AAS	5665	1999	NA:2761	2011	1.0
21	LRC/NI/1.01	Dosage du Nickel (Ni)	8288	1986	NA:2362	2011	1.0
22	LRC/PB/1.01	Dosage du Plomb (Pb)	8289	1986	NA:2362	2011	1.0
23	LRC/SN/1.01	Dosage de l'Etain (Sn)				2011	1.0
24	LRC/ZN/1.01	Dosage Du Zinc (Zn)	8288	1986	NA:2362	2011	1.0
26	LRC/HYC/1.01	Dosage de l'indice hydrocarbure	2729490	2000		2011	1.0
32	LRC/NH/1.01	Dosage d'Ammonium				2011	1.0
33	LRC/CLO/1.01	Dosage de Chlorine				2011	1.0
34	LRC/MD/1.01	Matière décomposable				2011	1.0
35	LRC/NIT/1.01	Dosage des nitrates				2011	1.0
36	LRC/OCT/1.01	Total carbon organique				2011	1.0
38	LRC/COT/1.01	Azote total				2011	1.0

Index

Echantillonnage.....	4
Mesure de Debit.....	8
Dosage des Matières En Suspension	13
Dosage de L'Azote Kjeldahl	19
Dosage du Phosphore (P).....	24
Dosage de la DCO	30
Dosage de la Demande Biochimique Oxygène (DBO5)	37
Dosage des Sulfides (S)	41
Dosage des cyanures totaux.....	46
Dosage des Fluorures	51
Dosage de l'Indice de Phenols.....	59
Dosage des Huiles et Graisses	64
Dosage du Chrome Hexavalent (Cr VI).....	69
Dosage du Manganèse (Mn)	75
Dosage du l'Aluminium(Al).....	82
Dosage du Cadmium (Cd)	88
Dosage du Cobalt (Co).....	94
Dosage du Chrome(Cr)	101
Dosage du Cuivre (Cu)	108
Dosage du Mercure (Hg).....	115
Dosage du Nickel (Ni)	122
Dosage du Plomb (Pb)	128
Dosage du L'Etain (Sn)	134
Dosage du Zinc (Zn)	140
Dosage de l'Indice Hydrocarbure	146
Dosage de l'Ammonium	156
Dosage des Chlorures.....	161
Determination des Matieres Decantables	165
Dosage des Nitrates	167
Dosage du carbone organique total (TOC) et de l'Azote total	173

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement	
Titre: Echantillonnage			
Normes internationales: ISO: 5667-2 ; 1991 (Techniques de prélèvement des échantillons d'Eaux de surfaces, Eaux résiduaires et les Sédiments)			
Les objectifs: Prélèvement et collecte des échantillons d'eaux de surfaces, eaux résiduaires, eaux de forage, sédiments et les sols		Elaboré par M. LAKHDARI MOHAMED	
Date de préparation Janvier 2007		Responsable M. LAKHDARI MOHAMED 	
Date d'approbation: octobre 2011		Approuver par: M. Mohamed MOALI 	
<p>1. Eléments ciblés : Milieux naturels, zones industrielles, zones urbaines</p> <p>2. PRINCIPE D'ECHANTILLONNAGE Le principe d'échantillonnage consiste à réaliser des prélèvements d'échantillons d'eaux, sédiments et sols dans des endroits ou zones prédéfinis dans l'espace et dans le temps, ces échantillons seront mis dans des flacons en verre ou en plastique avec un volume défini, ces échantillons doivent être bien représentatifs des points de prélèvement.</p> <p>3. Consigne de Sécurité : Pour la préservation de l'environnement et la santé pendant les prélèvements des échantillons il faut prendre la précaution suivante :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Choisir un accès facile au point de prélèvement. - Eviter le contact direct avec les échantillons. - Mettre la blouse et les gants de protection pour tout type d'échantillon. - Mettre des lunettes et masque de protection en cas d'échantillons dégageant des vapeurs. - Mettre des bottes en cas de terrains d'accès difficile. - Récupérer et vérifier tout le matériel utilisé sur les lieux de prélèvement. - Ramasser les déchets (papiers et autres) utilisés. <p>4. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs</p> <p>4.1 Appareillage (1) Valisette de terrains multi paramètres (pH, Temp., O₂ dissous, Cond., Sal)(.WTW,MULTILINE P4)</p>			
<i>Modified: 2011/10/20</i>		<i>SOP No.LRC/ECH/4.01</i>	
		<i>4/177</i>	

- (2) Débitmètre pour le calcul du débit d'écoulement d'eaux. **(SEBA HYDROMETRIE)**
 (3) GPS **(MAGELAN COLOR TRACK)**
 (4) Sonde pour la mesure de la profondeur d'eaux **(WL30TYPE 1A)**
 (5) Bouteille de prélèvement d'eaux de profondeur en verre de 03 litres **(RIGO)**
 (6) Benne en inox pour le prélèvement du sédiment. **(RIGO)**
 (7) Dispositif en inox pour le prélèvement du sol **(RIGO)**
NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage et le calibrage des Paramètres instrumentaux et les paramètres d'analyses in situ

4.2 Matériel :

- (1) Seau en acier inox ou plastique pour le prélèvement d'eaux de surfaces.
 (2) Bailler dispositif en plastique pour le prélèvement d'eaux sous terrains (forages)
 (3) Corde
 (4) Glacière avec de la glace pour la réfrigération des échantillons a 4 degrés
 (5) Flacons en verre claire et brun de 01 litre
 (6) Flacons en PET de 01 l et 0.2 l.
 (7) Sacs en plastiques pour la conservation des sédiments.
 (8) Divers ; étiquettes, marqueur, papiers, eau distillée, pelle, spatule, bassine, stylo, feuille d'analyse des paramètres in situ.

4.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

REACTIFS	FORMULE CHIMIQUE	MARQUE	PURETE
Acide nitrique	HNO ₃	BIOCHIM	68%
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	FLUKA	96%
Acide chlorhydrique	HCL	BIOCHIM	37%
Sodium hydroxyde	NaOH	PROLABO	98%
Solution de pH 4	pH4	WTW	-
Solution de pH 7	pH7	WTW	-
Solution de Potassium chlorure 0.01 mole/l	KCL	WTW E/SET 300 572	-
Solution électrolyte pour électrode d'O ₂ dissous	NaH ₂ SO ₄	PROLABO	99%
Solution de nettoyage pour électrode d'O ₂ dissous	-	WTW RL-205 204	-

5. Echantillonnage

5.1 PRELEVEMENT

En arrivant sur les lieux de prélèvement on commence par prendre les coordonnées géographiques des points de prélèvement par GPS et on note toutes les remarques observées sur les lieux de prélèvements.

5.1.1 EAUX DE SURFACES (Oued, Lac, Barrage, Mer) :

- Les eaux de surfaces sont prélevées généralement à l'aide d'un seau en acier inoxydable ou en plastique ou en attache une corde et on procède au prélèvement d'échantillon d'eau là où le débit d'écoulement est significatif au milieu de l'oued ou barrage soit au niveau du pont ou à l'aide d'une embarcation, éviter le prélèvement dans des eaux stagnante.

de pH

- pH 04

- pH 07

la pente(SLOPE) doit se situer

- $61 < S < - 51$

b / Électrode de conductivité

Calibration de l'électrode de conductivité avec une solution de chlorure de potassium

KCl 0.01 mole / l

la constante de cellule doit se situer

$0.500 > Cste > 0.450$

c / Électrode d'oxygène dissous

Calibration de l'électrode d'oxygène dissous avec une éponge saturée en eau distillée dans un tube en téflon

la pente **S** doit se situer

$1.5 > S > 0.6$

7.2 Maintenance

En cas d'affichage des erreurs (**E3**) pendant la calibration de multiparamètre procéder **par ordre** comme suit:

Nettoyer bien les électrodes avec de l'eau et détergent puis rincer avec l'eau distillée

(refaire la calibration)

Tremper les électrodes dans des solutions de nettoyage pendant quelques minutes

(refaire la calibration)

Changer les solutions de calibrations des électrodes **(refaire la calibration)**

Changer les solutions électrolytes des électrodes **(refaire la calibration)**

Changer par des électrodes neuves **(refaire la calibration)**

8. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Décembre, 2010: First Revision was made by M. Lakhdari Mohamed.

- Pour les eaux de profondeur on utilise la bouteille en verre de 03 litres attachée à une corde avec un poids (messageur) coulissant dans la corde, après en fait descendre la bouteille ouverte à la profondeur désiré et on lance le poids qui déclenche la fermeture de la bouteille avec l'échantillon d'eau.

5.1.2 EAUX RESIDUAIRES (EAUX USEES URBAINES OU INDUSTRIELLES)

Les eaux résiduaires urbaines ou industrielles sont prélevées au niveau des rejets finaux (regards fermés ou à ciel ouvert) des unités industrielles ou rejet urbain, à l'aide d'un seau en inox ou avec une canne de prélèvement (tige longue attachée à un flacon en PET à large col).

5.1.3 SEDIMENTS

Les sédiments sont prélevés avec une benne preneuse en acier inoxydable attachée à une corde et lancée ouverte vers le fond de l'oued ou barrage, en touchant le fond la benne se ferme avec les sédiments des qu'on commence la remontée ; au niveau des berges on utilise une spatule en inox ou une pelle.

5.2 REMPLISSAGE

5.2.1 EAUX

Après le prélèvement on procède au remplissage des flacons en verre ou en PET en fonction des paramètres recherchés après rinçage deux à trois fois avec le même échantillon ensuite on ferme hermétiquement et les met dans la glacière avec de la glace. (4°C)

5.2.2 SEDIMENT

Les sédiments sont récupérés directement de la benne dans des sacs en plastique avec la spatule ou une petite pelle

5.3 ETIQUETAGE

Chaque échantillon d'eau ou sédiment prélevé doit porter une étiquette ou en mentionne la date, le lieu exact du point de prélèvement (codification de l'échantillon)

NOTES IMPORTANTES:

- Tous les matériels utilisés pour l'échantillonnage doivent être propres et bien nettoyés avant et après son utilisation avec de l'eau et détergent.
- Le mode de conservation des échantillons dépend des paramètres à analyser au laboratoire (voir en annexe le tableau des méthodes de conservation des échantillons)

6. ANALYSES SUR TERRAINS

Les paramètres d'analyses qui peuvent être altérés rapidement pendant le transport tels que la température, valeur pH, Oxygène dissous, conductivité ainsi que l'odeur et la couleur sont analysés sur place en utilisant la valisette multi paramètres, les résultats sont reportés sur une fiche d'analyse in situ (voir en annexe la fiche in situ)

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage et le calibrage de l'Appareil de mesure (voir manuel d'utilisation de la valisette)

7. CONTRÔLE DES APPAREILS DE MESURE DE TERRAINS

7.1 Calibration des électrodes de mesure

a / Électrode pH :

Calibration avec deux solutions tampon

Pour le calcul du débit en utilise la formule suivante

$$Q \text{ (m}^3\text{/s)} = A \text{ (m}^2\text{)} \times V \text{ (m/s)}$$

Débit = (section) x (vitesse du courant)

2. Consigne de Sécurité :

Pour la préservation de l'environnement et la santé pendant les prélèvements des échantillons il faut prendre la précaution suivante :

- Choisir un accès facile au point de mesure de débit..
- Eviter le contacte directe avec les eaux.
- Mettre la blouse et les gants de protection.
- Mettre des bottes en cas de terrains d'accès difficile.
- Récupérer et vérifier tout le matériel utilisé sur les lieux de mesure.
- Ramasser les déchets (papiers et autres) utilisés.

3. Appareillage et Matériels utilisé

- (1) Appareil de mesure de la vitesse du courant d'eau (SEBA HYDROMETRIE MODELE 801 détecteurs cylindriques)
- (2) Sonde pour la mesure de la profondeur d'eau (WL30TYPE 1A)
- (3) Ruban Mettre de 30m de longueur (sert à mesurer la largeur de la rivière)
- (4) GPS (MAGELAN COLOR TRAK)
- (5) Perche graduée pour la mesure des petites profondeurs (tiges 1m x 3)
- (6) Bottes
- (4) Cuissard
- (8) Gants
- (9) Marqueur
- (10) Fiche de terrain de mesure du débit

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage et le calibrage de l'Appareil de mesure de la vitesse du courant d'eau (voir le manuel d'utilisation de l'appareil)

4. Plage de Mesures :

Jusqu'à 5 m /s

5. Mode Opérateur

5.1 Cas d'un Cours d'eau (Oued, Rivière)

5.1.1 Mesure de la largeur D de la rivière

Utiliser le mètre pour mesurer la largeur de la rivière (distance entre les deux berges) à partir du pont et noter la largeur en m sur la fiche .Localiser les intervalles réguliers de mesures (0 à 15% de la largeur de la rivière) b (m) et les noter sur la fiche.

5.1.2 Mesure de la profondeur H de la rivière

(1) à partir d'un pont

Utiliser la sonde pour la mesure de la profondeur de la rivière, en procédant comme suit : en fait descendre la sonde jusqu a la surface d'eau en entend (Un bip sonore) noter la distance (H0) entre le pont et la surface de la rivière en lisant la valeur sur le ruban gradué de la sonde ; Après, faire descendre encore la sonde jusqu'à ce qu'elle touche le fond de la rivière, puis noter la distance (H1) entre le pont et le fond de la rivière.

$$H \text{ (profondeur)} = H1 \text{ (fond)} - H0 \text{ (surface)}$$

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**Titre:**

Mesure de Debit

Normes internationales:(Techniques de mesure de la vitesse et le calcul du débit
d'écoulement d'un cours d'eau)**Les objectifs:**

Mesure et calcul du débit

Elaboré par

M. LAKHDARI Mohamed

Date de préparation

Juillet 2006

ResponsableM. LAKHDARI Mohamed **Date d'Approbation:**

octobre 2011

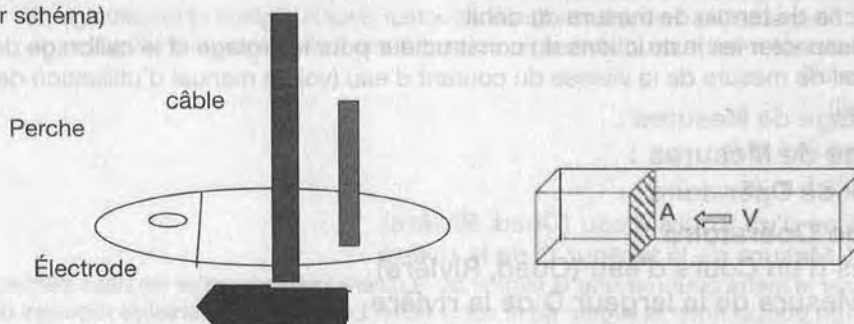
Approuver par:M. Mohamed MOALI **1. ZONES CIBLES:**

Milieux naturels, zones industrielles, zones urbaines

2. Principe:

Le compteur électromagnétique de courant utilise le principe de Faraday pour mesurer le courant d'eau passant par le détecteur qui possède des électrodes sur le coté. Le volume d'eau détecté est un volume sphérique de 12 cm de diamètre. Ce détecteur doit être utilisé dans des situations où l'étendue d'eau dépasse 4 cm soit de la surface, du fond ou de coté.

(Voir schéma)



Modified: 2011/10/20

SOP No. LRC/DES/1.01

8/177

(2) à partir de la berge

Valable pour les petites profondeurs en utilisant les perches graduées (tiges 1m x 3) pour la mesure de la profondeur (inférieur de 01 m) ; on se met au milieu du cours d'eau et on immerge la tige graduée dans l'eau à la position verticale jusqu'elle touche le fond puis on note la profondeur H sur la fiche

NB : - mesurer la profondeur H pour chaque intervalle.

- La mesure de la profondeur (H) et l'intervalle régulier (b) nous permet de calculer la section (S) du volume d'eau

5.1.3 Mesure de la vitesse V du courant d'eau

On utilise le compteur électromagnétique pour la mesure de la vitesse du courant d'eau. Après l'allumage de l'appareil et le choix du mode de mesure (mode de mesure de la moyenne fixe après 10 secondes), on fait descendre la sonde de mesure vers la surface de la rivière en orientant celle-ci vers le sens du courant. Ensuite, on lance la mesure et après 10 secondes, on aura la valeur moyenne de la vitesse en m/s. On répète la même mesure deux fois ou plus, jusqu'à avoir des valeurs rapprochées, et on note les valeurs sur la fiche de débit.

NB : Mesurer la vitesse V pour chaque intervalle.

5.2 Cas des rejets d'Eaux Usées urbaines ou industrielles

Pour la mesure et le calcul du débit d'écoulement des rejets d'eaux usées, on commence par le calcul de la section S(m²) du volume d'écoulement d'eau selon la forme géométrique du canal (circulaire, carré ou rectangulaire) ; après on procède à la mesure de la vitesse d'écoulement d'eau V(m/s) selon (chapitre 5.1.3)

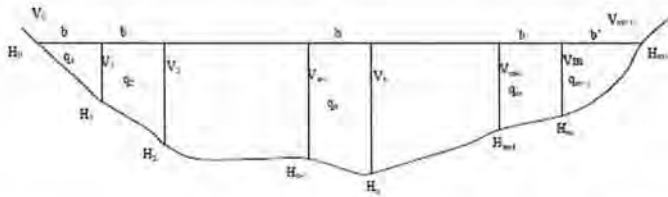
6. Evaluation

6.2.1 Calcul de Débit

La valeur de débit Q exprimé en m3/s est calculée pour chaque intervalle de mesure, en intégrant les valeurs mesurées sur terrain sur une feuille de calcul d'EXCEL

(Voir fiche de débit en annexe)

Shéma1:Présentation graphique des intervalles de mesure de débit



Shéma2:Présentation de la formule d'intégration des valeurs mesurées

$$\begin{aligned}
 Q &= q_1 + q_2 + \dots + q_n + \dots + q_{n+1} \\
 &= b \cdot \left(\frac{H_n + H_1}{2} \cdot \frac{V_n + V_1}{2} \right) + b' \cdot \left(\frac{H_1 + H_2}{2} \cdot \frac{V_{n-1} + V_2}{2} \right) + \\
 &\quad + b \cdot \left(\frac{H_n + H_{n-1}}{2} \cdot \frac{V_n + V_{n-1}}{2} \right)
 \end{aligned}$$

Ou' , Q : débit (m3/s)

q: débit pour chaque section (m3/s)

b, b': intervalle de point de mesure (m)

H: profondeur d'eau (m)

V: Vitesse (m/s)

7. Enregistrement et les Révisions des Modes Opérateurs Normalisés

December, 2010: First Revision was made by M. Lakhdari Mohamed.

CALCUL DU DEBIT DECOULEMENT D'EAU

No.	distance (m)	Mesure de la Profondeur (H)			Mesure de la Vitesse (V)		Mesure de la section (S)			Valeur Débit Q(m ³ /s)	
		Surface H0 (m)	Fond H1 (m)	Profondeur H(m)	Profondeur r corrigé Hx0,6 (m)	Vitesse mesuré V(m/s)	Vitesse moyenne V(m/s)	Profondeur r moyenne H(m)	Distance b(m)		Section S(m ²)
0											
1											
2											
3											
4											
5											
6											
Largeur de l'oned)		H(m)=H 1 - H 0			Q Total			0,000			



**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 en Suspension

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage des Matières En Suspension		
Norme internationale: ISO : 11923 ; 1997 Qualité de l'eau		
Domaine : Analyse de l'eau	Réalisée par: M ^{me} . TIBECHE	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable: M ^{me} . TIBECHE 	
Date d'approbation: octobre 2011	Approuvée par: M. MOALI Mohamed 	
1. Paramètre analysé: La présente norme internationale décrit une méthode pour le dosage des matières en suspension dans les eaux brutes, les eaux usées et les effluents. La limite inférieure de dosage est d'environ 2mg/l. À l'aide d'un appareil de filtration sous vide ou sous pression, l'échantillon est filtré sur un filtre en fibre de verre. Le filtre est ensuite séché à 105 °C et la masse du résidu retenu sur le filtre est déterminée par pesée.		
2. Précautions de Sécurité: La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour assurer la sécurité environnementale et la sécurité du personnel de laboratoire. Dans la mesure des éléments; il est demandé de porter des lunettes et/ou un appareil respiratoire à cartouche chimique si des solvants organiques sont utilisés pour le processus de mesure.		
3. Appareillage, Matériels, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Dispositif de filtration sous vide ou sous pression avec disque filtrant en fibre de verre borosilicate, ne contenant aucun liant: filter holder marque ADVANTEC, type: KSF-47 diamètre: 47mm.		
(2) Etuve de séchage, réglable à 105 ±2 °C, marque MEMMERT.		
(3) Balance analytique. Marque SARTORIUS model: BP 221S. Max: 220 g; d=0.1 mg.		
(4) Agitateur magnétique de marque HEIDOLPH, type MR 1000.		
(5) Dessiccateur et gel de silice.		
NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux		
3.2 Matériel :		
(1) Eprouvettes jaugées : de capacité 50ml, 100ml.		
(2) Pince à extrémités plates		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/MES/1.01</i>	<i>13/177</i>

- (3) Becher de capacité: 250 ml.
 (4) Support de séchage.
 (5) Filtres en fibre de verre borosilicate, ne contenant aucun liant de marque MILLIPORE type AP catégorie: AP 20 04700.
 (6) Papier poudre de marque MEAD-FLO , S -935-BJH.
 (7) Barreaux magnétiques.

3.3 Produits chimiques et réactifs:

N°	Réactifs	Formule chimique	N° CAS	Masse molaire	Pureté	Marque
1	Cellulose micro cristalline	C ₆ H ₁₀ O ₅	9004-34-6	--	--	ALFA AESAR

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue

4. Echantillonnage et prétraitement de L'échantillon

Le prélèvement doit être effectué dans des flacons en matériau transparent, le remplissage de ces flacons ne doit pas se faire complètement a fin de permettre un mélange efficace lors de l'agitation. L'analyse de l'échantillon doit se faire dans les 4 quatre heures qui suivent le prélèvement.

Si l'échantillon n'est pas analysé dans les 4 quatre heures il doit être conservé à l'abri de la lumière à 8°C.

L'échantillon ne doit pas être congelé.

Préparation des filtres:

Les filtres devant être utilisés lors de l'analyse doivent être:

- Numérotés sur leur face lisse.
- Lavés avec environ 100 ml d'eau distillée à travers le dispositif de filtration.
- Séchés à l'étuve à 105°C ± 2°C, pendant 2h.
- Mis dans le dessiccateur et réservés.

Préparation du papier poudre:

Le papier poudre devant être utilisé lors de l'analyse doit être:

- Déchiqueté en petits morceaux
- Lavé avec environ 100 ml d'eau distillée dans un bécher sur un agitateur magnétique.
- Filtré à travers le dispositif de filtration.
- Séché à l'étuve à 105°C ± 2°C, pendant 2h.
- Mis dans le dessiccateur et réservé.

4.1 Essai de contrôle

Répéter le mode opératoire cité en 5.1 en utilisant 200ml de la solution de Cellulose Micro Cristalline à 50mg/l, le rendement est compris entre 90-110%.

Préparation de la suspension de référence $\rho=500\text{mg/l}$: dissoudre 0.500g de cellulose Micro cristalline (séché a l'étuve) dans 1 litre d'eau distillée cette solution est stable pendant 3 mois.

Préparation de la suspension de référence de travail $\rho=50\text{mg/l}$: agiter la suspension de référence jusqu'a homogénéisation ensuite verser 100ml de cette suspension dans une fiole jaugée de 1 litre, compléter jusqu'au trait. La solution doit être fraîchement préparée, le jour de son utilisation.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

- (1) Laissez l'échantillon jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante.
- (2) Vérifier que la perte de masse du filtre est inférieure à 0.3mg/l.
- (3) Laisser le filtre s'équilibrer en humidité à l'air ambiant dans un dessiccateur; ensuite le peser.
- (4) Placer le filtre, partie lisse en bas, dans l'entonnoir de l'appareil de filtration à l'aide de la pince, et connecter le dispositif d'aspiration sous vide (ou sous pression).
- (5) Agiter vigoureusement le flacon et transférer immédiatement et d'un seul trait un volume convenable dans une éprouvette graduée.
- (6) Prendre 100ml d'échantillon à l'aide d'une éprouvette.
- (7) Filtrer l'échantillon, puis rincer l'éprouvette graduée avec environ 20ml d'eau distillée et utiliser cette portion pour laver le filtre. Rincer les parois internes de l'entonnoir avec une autre portion d'environ 20 ml d'eau distillée.
- (8) Si l'échantillon contient plus de 1000mg/l de matières dissoutes, laver le filtre avec trois fois 50ml d'eau distillée. Veiller à laver le bord du filtre.
- (9) Libérer le dispositif sous vide (ou sous pression) lorsque le filtre est pratiquement sec.
- (10) Retirer le filtre délicatement de l'entonnoir à l'aide de la pince.
- (11) Placer le filtre sur le support de séchage.
- (12) Mettre le support de séchage dans l'étuve à 105°C ± 2°C pendant 2h.
- (13) Retirer le support de séchage de l'étuve, le mettre dans le dessiccateur.
- (14) Peser le filtre comme précédemment.

Note 1 : la filtration s'effectue généralement en moins de 1 mn.

Note 2: si le filtre est bouché par 100 ml d'échantillon, réduire son volume à 50 ml.

Et si avec 50 ml d'échantillon, celui-ci est bouché, utiliser le papier poudre.

La masse pesée du papier poudre doit être d'environ 0,5 g.

Faire un blanc, avec un filtre, et 0,5g de papier poudre préparé qui est mélangé à 100 ml d'eau distillée.

Faire de même pour l'échantillon, en remplaçant l'eau par l'échantillon.

Et continuer la mesure comme décrite plus haut.

5.2 Solution à blanc

Répéter deux fois le mode opératoire précédent en utilisant 100ml d'eau distillée.

La perte de masse dans un essai à blanc doit être inférieure à 0.3mg par filtre.

5.3 Evaluation

5.3.1 Calcul

Dosage des matières en suspension, exprimée en milligramme par litre est donnée par l'équation :

$$[MES] = \frac{(P_1 - P_0) * 1000}{V_e}$$

Où

$$P_0 = b_0 - a_0 \quad P_1 = b_1 - a_1$$

b_0 : masse du filtre après filtration en milligramme du blanc

a_0 : masse du filtre avant filtration milligramme du blanc

b_1 : masse du filtre après filtration en milligramme de l'échantillon

a_1 : masse du filtre avant filtration milligramme de l'échantillon

V_e : volume d'échantillon en millilitre

5.3.2. Expression des résultats:

Arrondir les résultats obtenus à 2 chiffres significatifs.

5.3.3. Limite de détection:

La limite inférieure de dosage est d'environ 2,0 mg/l.

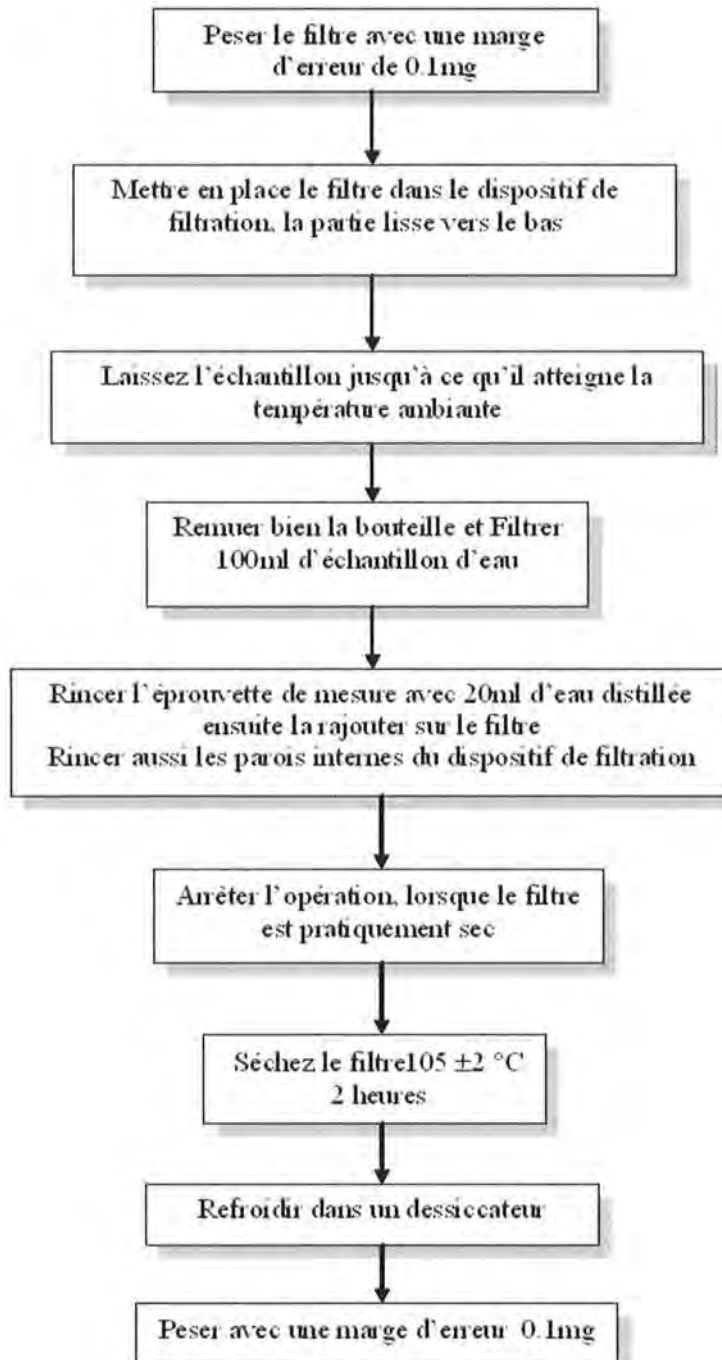
6. Contrôle qualité

Répéter le mode opératoire cité en 5.1 en utilisant 200ml de la solution de Cellulose Micro Cristalline à 50mg/l, le rendement est compris entre 90-110%.

7. Gestion des déchets

- les filtres usagés sont jetés avec les déchets solides du laboratoire.
- les échantillons filtrés sont jetés dans le réseau d'assainissement du laboratoire dilués avec beaucoup d'eau de robinet.

8. Référence : Norme internationale ISO : 11923 ; 1997

9. Schémas de procédure au niveau du laboratoire

10. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

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



**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

Azote Kjeldahl

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:

Dosage de L'Azote Kjeldahl

Normes internationales:**ISO 5663:1984****Qualité de l'eau - Dosage de l'azote Kjeldahl****Méthode : dosage de l'azote Kjeldahl après minéralisation au sulfate de cuivre.****Les objectifs:****Analyse de l'eau****Réaliser par****M^{me} ANANE Radhia***Anane***Date de préparation****Juillet 2006****Responsable****M^{me} ANANE Radhia***Anane***Date d'approbation****Juillet 2010****Approuvé par****M^r MOALI Mohamed***Moali***1. Élément analysé**

Dosage de l'azote Kjeldahl dans les rejets industriels.

2. Mesure de sécurité

La manipulation de produits dangereux nécessite le port de gants et des lunettes de protection.

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

- (1) Un bloc digesteur avec un système d'aspiration complet (BUCHI Digestion unit K=424)
- (2) Appareil à distiller à entraînement par la vapeur (VELP Scientifique VDK 127)
- (3) Neutralisateur de vapeur (BUCHID Scrubber B .414)

3.2. Matériel

- (1) Bouteille en polyéthylène 1L
- (2) Erlen Meyer 250 ml
- (3) Pince
- (4) Fioles 1000ml
- (5) Pipettes
- (6) Barreaux magnétiques
- (7) Burette
- (8) Fioles 100 ml 500 ml 1000 ml

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/NTK/1.01**19/177*

- (9) Pipettes 2 . 5 ml
(10) Pierre ponce

3.3. Produits chimiques et réactifs

- (1) Acide sulfurique pur d= 1,83 (H₂SO₄)
(2) Acide borique (H₃BO₃)
(3) Acide chlorhydrique (HCl)
(4) Catalyseur : (Sulfate de potassium K₂SO₄ +Sulfate de cuivre CuSO₄-5H₂O)
(5) Bleu de méthylène indicateur
(6) Hydroxyde de sodium (NaOH)
(7) Carbonate de sodium (Na₂CO₃)
(8) Rouge de méthyle

Nom du produit	Marque	Formule chimique	Pureté %	N° de CAS
Acide sulfurique	SIGMA-ALDRICH	H ₂ SO ₄	95-97%	7664-93-9
Acide borique	Vel ucb	H ₃ BO ₃		10043-35-3
Acide chlorhydrique	PANREAC	HCl	37%	7647-01-0
Sulfate de potassium	Vel ucb	K ₂ SO ₄	99%	7778-80-5
Sulfate de cuivre		CuSO ₄ -5H ₂ O		
Bleu de méthylène	MERCK	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S.XH ₂ O		6040.0100
Hydroxyde de sodium	PROLABO	NaOH	98%	1310-78-2
Carbonate de sodium	GERHARD BUCHMAN	Na ₂ CO ₃		479-19-8
Rouge de méthyle	MERCK	C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂		611-32-5

4. Echantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Les échantillons doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, ou conservés au réfrigérateur jusqu'à l'analyse et acidifier avec du H₂SO₄ à un pH 2

5. Nettoyage de l'appareillage

Le tube du système de distillation est nettoyé avec de l'eau distillée

6. Préparation des solutions standard

- (1) Hydroxyde de sodium 35%

Dissoudre 350 g de NaOH dans 800 ml H₂O, laisser refroidir puis ajuster à 1L d'H₂O.

- (2) Acide borique indicateur

A- Dissoudre 0,5 g de rouge de méthyle dans environ 800ml d'H₂O, ajuster à 1L.

B- Dissoudre 1,5 g de bleu de méthyle dans environ 800ml d'H₂O, ajuster à 1L.

C- Dissoudre 20 g d'acide borique avec un peu d' H₂O chaud.
 Additionner dans une fiole ou une éprouvette d'un litre (1L) la solution C, 10 ml de A, et 2 ml de B. Ajuster à 1L avec H₂O.

(3) Catalyseur

5g de sulfate de potassium K₂SO₄
 2g de sulfate de cuivre CuSO₄ 5H₂O

(4) Acide chlorhydrique

- Acide chlorhydrique 0,10 mol /L
 Prendre un volume V= 4,30 ml de HCL de densité d=1.19 dans 500ml d'H₂O
 - Acide chlorhydrique 0,02 mol /L
 Prendre un volume V= 200 ml de HCL à 0,10 mol /L dans 1000 ml d' H₂O

(5) Solution de carbonate de sodium 0,1 mol /L

Dissoudre 1,059g de Na₂CO₃ dans 100 ml (pour titrer le HCl).

7. Domaine d'application

La gamme de mesure de l'azote varie en fonction du volume ou la prise d'essai qui peut être choisie d'après le tableau

Tableau : Choix du volume de prise d'essai

Choix du volume de prise d'essai	
[C] Azote Kjeldahl mg/l	[V] ml prise d'essai
.....à 10	250
10 à 20	100
20 à 50	50
50 à 100	25

8. Evaluation et mesure

8.1. Mesure

On prend 25 ml d'échantillon (Voir tableau) et on ajoute 10 ml acide sulfurique Concentrée 5 g de Sulfate de potassium, 2 g sulfate de cuivre et 2 ou 3 pierres ponce.
 Chauffez au n°7 puis ajustez au n°8, dès l'apparition d'une fumée blanchâtre poursuivez la minéralisation pendant 60 mn jusqu'à optention d'une couleur claire, Laisser refroidir puis on procède à la distillation.

8.1.2. Distillation

On connecte le tube à l'appareil de distillation, doser avec 50 ml de NaOH a 35% on récupère le distillat dans 50ml de la solution d'acide borique, On arrête la distillation après 5mn

8.1.3. Titration

On Titre le distillat avec du HCl à 0,02 mole/l jusqu'à apparition d'un virage bleu violet

8.2. Evaluation

$$\text{NTK (mg/l)} = \frac{V1 - V2}{V0} \times C \times 14,01 \times 1000$$

V0 : Volume en ml de la prise d'essai

V1 : Volume de HCL utilisé pour la titration de l'échantillon

V2 : Volume en ml de la solution d'HCL pour doser le blanc

C : Concentration en mole/l de la solution titrée HCL

14,01 : Masse molaire de l'Azote

9. Qualité de contrôle

Il est recommandé de refaire chaque mois le HCL à 0,02mol/l dû à son instabilité.

10. Stockage des déchets

Les déchets liquide sont récupérer dans des fus.

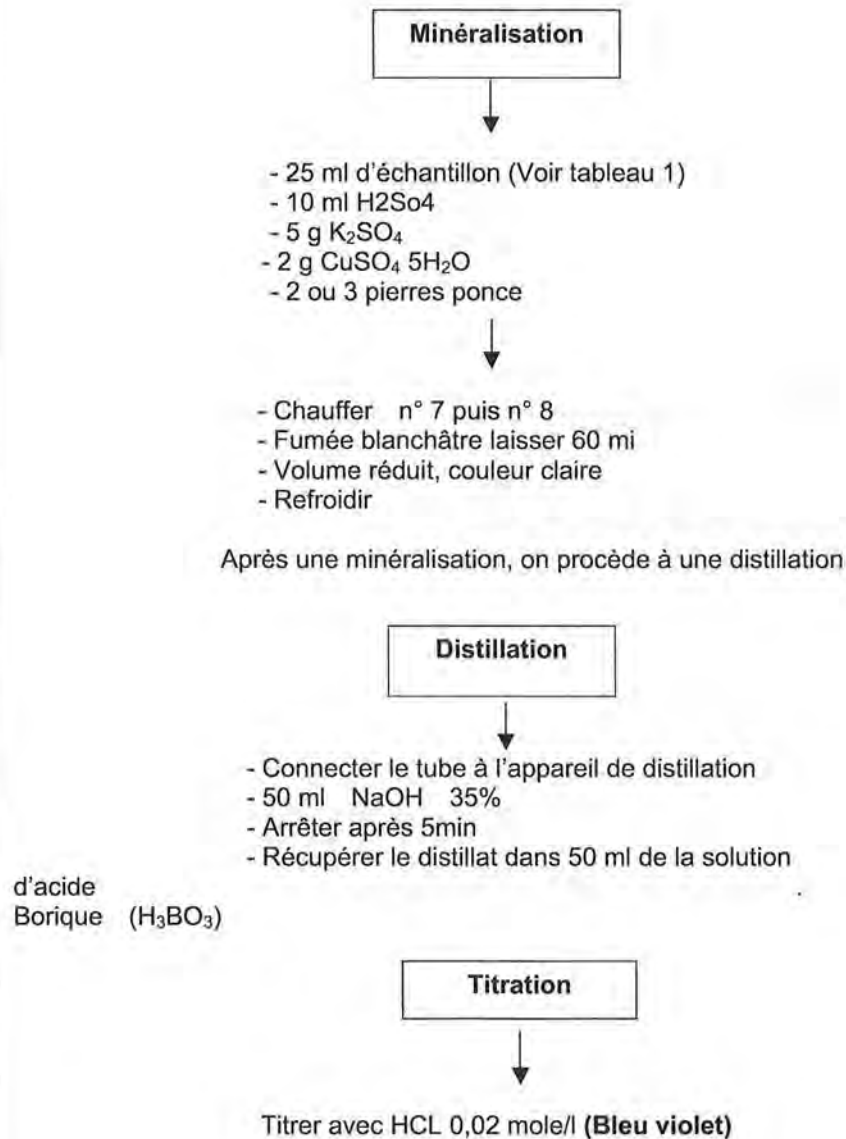
11. Référence

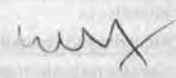

ISO 5663; 1984

NA: 236112.

12. Enregistrement et les révisions des modes opératoires normalisés

Mai, 2011: première révision faite par M^{me} ANANE Radhia

13. Schéma de procédure au niveau du laboratoire

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage du Phosphore (P)		
Normes internationales: ISO 6878:2004 Qualité de l'eau - Dosage du phosphore - Méthode spectrométrique au molybdate d'ammonium		
Domaine: Analyse de L'eau	Réalisée par : Mme NECHAOUNI Leila	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable par : Mme NECHAOUNI Leila 	
Date d'Approbation octobre 2011	Approuvé par: M. MOALI Mohamed 	
<p>1. Élément analysé Détermination du phosphore dans les eaux environnementales et industriels</p> <p>2. Domaine d'application Cette présente norme internationale est applicable pour tout types d'eau incluant les eaux industriel le domaine d'application 0.005 mg/l 0.8 mg /l.</p> <p>3. Précautions de sécurité Des lunettes de protection et des gants sont utilise avant la manipulation de l' acide sulfurique, travaille sous la hotte.</p> <p>4. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs</p> <p>4.1. Appareillage</p> <ul style="list-style-type: none"> (1) Spectromètre Aquamate (2) Autoclave sano clav <p>4.2. Matériel</p> <ul style="list-style-type: none"> (1) Fioles de 50 ml (2) Pipettes 25 ml, 2.5 ml ,10 ml ,5 ml ,50 ml (3) Flacons en verre borosilicaté (250 ml) (4) Cuvette 10 mm ou 1 cm 		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/PO4/1.01</i>	<i>24/177</i>

4.3. Produits Chimiques et Réactifs

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide sulfurique	Sigma Aldrich	H ₂ SO ₄	95-97%	7664-93-9
Hydroxyde de sodium	Prolabo.	NaOH	98%	1310-78-2
Acide ascorbique	Prolabo	(C ₆ H ₈ O ₆)		50-81-7
Ammonium heptamolybdate tétrahydraté	Prolabo	(NH ₄) ₆ MO ₇ O ₂₄ , 4H ₂ O	98.5%	12054-85-2
Tartrate de potassium et d'antimoine hémi hydraté	Merck	(K (SbO) C ₄ H ₄ O ₆ .1/2 H ₂ O)	99.5-103%	28300-75-5
Péroxodisulfate de potassium	Panreac	K ₂ S ₂ O ₈	99%	7727-21-1
Dihydrogenophosphate de potassium	Panreac	KH ₂ PO ₄	99%	7778-77-0

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

- (1) Acide sulfurique H₂SO₄ 9 mol/l
- (2) Hydroxyde de sodium (NaOH)
- (3) Acide ascorbique (C₆H₈O₆)
- (4) Ammonium heptamolybdate tétrahydraté ((NH₄)₆ MO₇ O₂₄, 4H₂O)
- (5) Tartrate de potassium et d'antimoine hémi hydraté (K (SbO) C₄H₄O₆.1/2 H₂O)
- (6) Péroxodisulfate de potassium K₂S₂O₈
- (7) Dihydrogenophosphate de potassium (KH₂PO₄) / (standard).

5. Echantillonnage et Prétraitement de l'Echantillon**5.1. Solution de lavage de la verrerie**

Toute la verrerie doit être lavée avec une solution chaude HCL 2mole / l et rincé soigneusement avec de l'eau avant utilisation ne pas utiliser de détergent

5.2. Préparation Des Réactifs

- (1) Acide Ascorbique :
Dissoudre 10g (C₆H₈O₆) dans 100 ml H₂O
- (2) Acide Sulfurique :
9 mol/l: 150 ml H₂SO₄ dilué avec 150 ml H₂O utilise pour le dosage des ortho phosphates
- (3) Acide Sulfurique :
4,5 mol/l: 230 ml de H₂SO₄, 9 mol/l dilué avec 70ml H₂O utilise dans le dosage du phosphore totale
- (4) Hydroxyde de Sodium
Dissoudre 8 g NaOH dans 100 ml H₂O
- (5) Péroxodisulfate de Potassium
Dissoudre 5g (K₂S₂O₈) dans 100ml de H₂O
- (6) Acide Molybdate II réactifs du dosage du phosphore total
1. Dissoudre 13 g {(NH₄)₆ MO₇ O₂₄, 4H₂O} dans 100 ml de H₂O

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/PO4/1.01**25/177*

2. Dissoudre 0,35 g {K (SbO) C₄ H₄O₆, 1/2H₂O} dans 100 ml de H₂O
 3. H₂SO₄ 4,5 mol/l
- Additionner 1+2+3 dans une bouteille d'un litre en verre inactinique.

(7) Acide Molybdate réactifs du dosage des orthophosphates

1. Dissoudre 13 g {(NH₄)₆ MO₇ O₂₄, 4H₂O} dans 100 ml de H₂O
2. Dissoudre 0,35 g {K (SbO) C₄ H₄O₆, 1/2H₂O} dans 100 ml de H₂O
3. H₂SO₄ 9 mole/l

Additionner 1+2+3 dans une bouteille d'un litre en verre inactinique réactifs des ortho phosphates seule la concentration de l'acide sulfurique et de 9mole/l
Ces réactifs sont stables au moins pendant deux mois

5.3. Préparation des solutions standards (phosphore total/ortho phosphate)

5.3.1. Solution mère de Phosphore 1.0g/l

Peser 4.39g de (KH₂PO₄), dissoudre dans une petite quantité d'eau jusqu'à dissolution puis compléter à un litre au trait de jauge.

5.3.2. Solution étalon de 100mg/l, 10 mg/l, 5mg/l

Les solutions étalons de la courbe de calibration sont préparées à partir de 5mg/l :
0.25mg/l, 0.5mg/l, 0.75mg/l, 1mg/l

Ces solutions étalons sont utilisées dans le dosage des ortho phosphate et phosphore totale

5.4. Prétraitement de l'échantillon

Le prélèvement doit être effectué dans des flacons transparents en polyéthylène ou en verre. L'analyse doit se faire dans les quatre heures qui suivent le prélèvement et filtré avant l'analyse des ortho phosphates. L'analyse du phosphore total échantillon n'est pas filtré.

Si l'échantillon n'est pas analysé le jour même acidifier avec l'acide sulfurique et conserver au réfrigérateur.

5.5. Solution à blanc

Prendre une quantité d'eau distille est la traite de la même façon que l'échantillon :

Ortho phosphate

40ml d'eau distillé ajouté 1 ml d'acide ascorbique 2 ml de la solution de Molybdate l'acide laisse reposer 25 min analyse à 880nm.

Phosphore total : prendre 40ml d'eau distille ajouter 4ml K₂S₂O₈ Chauffer entre 115°C et 120 C° pendant 30 min dans l'autoclave, refroidir transfère dans une fiole de 50 ml neutraliser a PH neutre, ajouter 1 ml d'acide ascorbique puis 2 ml de la solution de Molybdate d'acide temps de pause et 30 mn mesure 880 nm

5.6. Solution d'étalonnage

Etablir la courbe d'étalonnage à partir de ces standards, ces concentrations sont les même pour les ortho phosphate et phosphore total, les standard sont analyse de la même façon que le blanc.

6. Evaluation et Mesure

6.1. Evaluation

Conditions de l'appareillage

Allume le spectrophotomètre une demi-heure avant de faire la mesure
Utilise de l'eau distillée pour faire le zéro de base

6.2. Mesure

Mesure à 880 nm avec le spectrophotomètre

6.2.1. 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, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\frac{(A - A_0) * FV \max)}{VS} = C(\text{mg/l}) \text{ de phosphate}$$

Où

A : est l'absorbance de la prise d'essai

A0 : est l'absorbance de l'essai à blanc

f : est l'inverse de la pente de courbe d'étalonnage

Vmax : est le volume maximal de la prise d'essai (40 ml)

Vs : est le volume en millilitre de la prise d'essai

6.2.2. Expression des résultats

- Exemples : Phosphore (P) : 0,07 mg/l
- Phosphore (P) : 0,41 mg/l

6.2.3. Interférence

A partir de ces concentrations on a perturbations du phosphore :

Si 5 mg/l , H₂S 2mg de S/l ,F 70 mg/l, Fe 10 mg/l, Cr³⁺Cr⁶⁺10mg/l, Cu 10mg/l, No₂⁻ 1mg/l

7. Contrôle qualité

Analyse l'échantillon en double, si les deux résultats sont proches en prend la moyenne, dans le cas contraire en refait l'analyse.

8. limite de détection

LdD ortho phosphate est 0.05mg/l

9. Référence

ISO 6878:2004 Qualité de l'eau - Dosage du phosphore - Méthode spectrométrique au molybdate d'ammonium

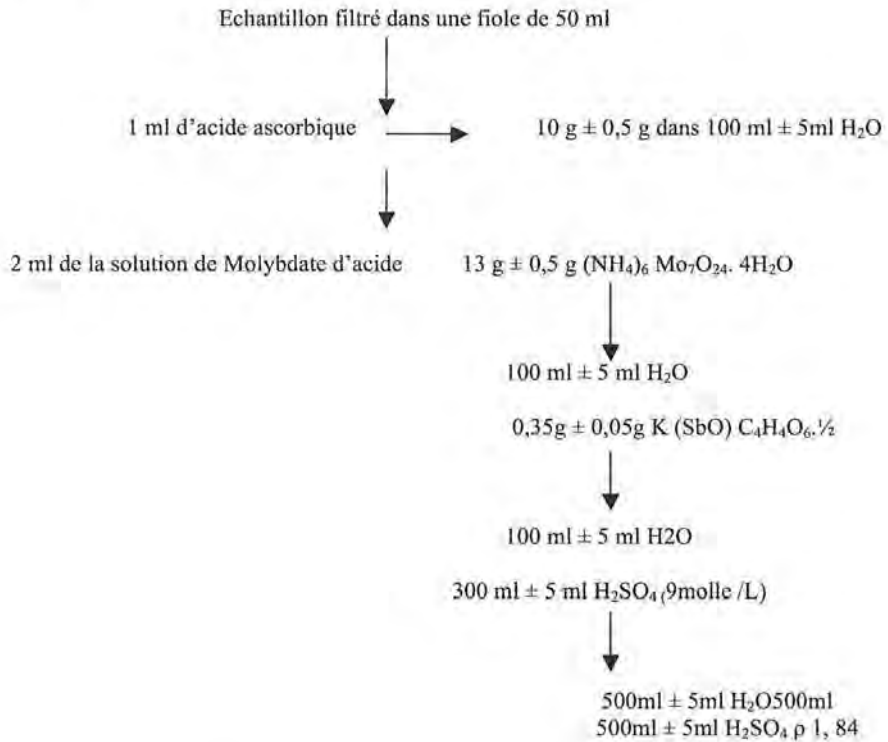
NA 2364

10. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Octobre, 2010: première révision faite par M^{me} NECHAOUNI Leila

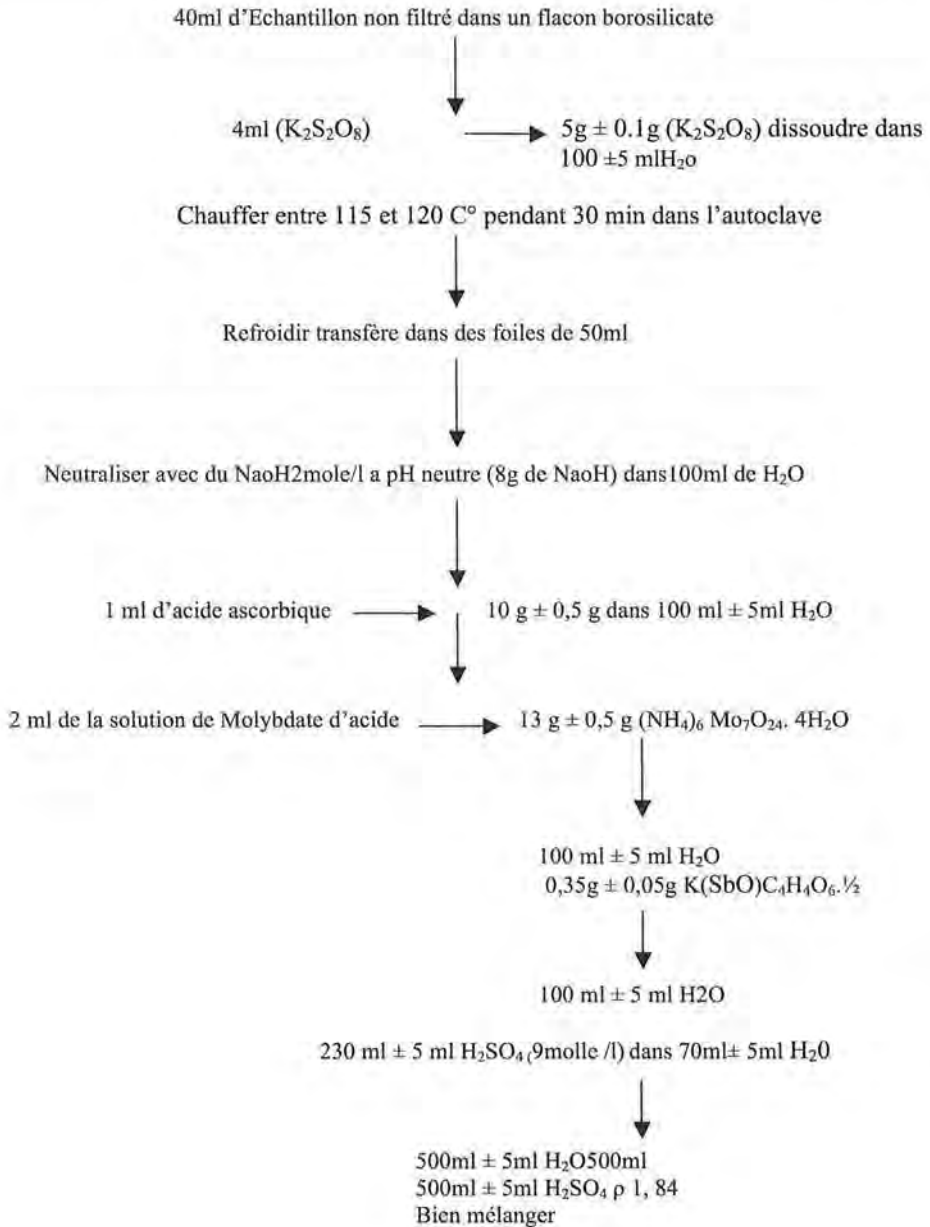
Dosage des Ortho phosphate

A un pH < 1, les ions ortho phosphates réagissent avec les ions molybdates en formant un Complexe qui peut être réduit par l'acide ascorbique en formant un composé de bleu de Phosphomolybdate



Laisser reposer 25 minutes.

Faire passer au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 880nm

Dosage du Phosphore Total

Laisser repose 30 minutes

Faire passer au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 880nm