

Annexe 2-3-6 SOP supplémentaires



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

Laboratoire Régional Centre

Supplément de Procédures D'opérations standards Ver. 1.01

- 28. *Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans l'eau par GCMS*
- 29. *Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans le sol par GCMS*
- 38. *Mesure de la Conductivité Electrique (χ)*
- 39. *Dosage de l'oxygène dissous (Méthode électrochimique à la sonde)*
- 40. *pH mètre*
- 41. *Fonctionnement de l'évaporateur rotatif*
- 42. *Balance analytique SARTORIUS BP 221S*
- 43. *Système de purification d'eau (Nex power 1000)*
- 44. *Détermination du Plomb dans les sédiments et sols par ED-XRF*
- 45. *Analyse des groupes fonctionnels par FTIR Technique KBr*

Juin 2012



Procédures D'operations Standards

Laboratoire Régional Centre

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

Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable

Système de Contrôle qualité

Liste des Procédures d'opérations Standard (CRL) pour le contrôle de qualité			ISO		Other (Norme)		SOP realised	
No.	SOP No.	Titre	Number	année	Number		année	version
1	LRC/ECH/4.01	Manuel D'échantillonnage	5667				2011	1.0
2	LRC/DES/1.01	Mesure de Debit					2011	1.0
3	LRC/MES/1.01	Dosage des Matieres en suspension(MES)	11923	1997	NA :6345		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)	6876	2004	NA :2364		2011	1.0
6	LRC/DCO/1.01	Dosage de la demande Chimique en Oxygene (DCO)	6060	1989	NA :1134		2011	1.0
7	LRC/DBO/1.01	Dosage de la demande blochimique en oxygene apres cinq(05) Jours (DBO5)	1428464	2003	NA :1135		2011	1.0
8	LRC/SUL/1.01	Dosage des Sulfures	13358	1997			2011	1.0
9	LRC/CN/1.01	Dosage des Cyanures totaux	1752799	1984	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 phenols	6439	1990	NA :2065		2011	1.0
12	LRC/HUG/1.01	Dosage des matieres 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:8923		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 :8923		2011	1.0
16	LRC/CD/1.01	Dosage du Cadmium (Cd)	8288	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)	8288	1986	NA:2362		2011	1.0
20	LRC/HG/1.01	Dosage du Mercure (Hg) AAS	5686	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)	8288	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
25	LRC/DMA/1.01	Dosage du Mercure (Hg) DMA-80			US EPA 7473			
26	LRC/HYC/1.01	Dosage de l'indice hydrocarbure	2729490	2000			2011	1.0
27		Dosage des composees organochlores	8465	1996			2012	-
28	LRC/PAH/1.01	Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans l'eau par GCMS	28540				2012	1.0
29	LRC/PAH/2.01	Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans le sol par GCMS	18287				2012	1.0
30		Dosage des Coliformes totaux	2704256	2000				
31		Dosage des Coliformes fécaux	2704256	2000				

Liste des Procédures d'opérations Standard (CRL) pour le contrôle de qualité			ISO		Other (Norme)		SOP realised	
No.	SOP No.	Titre	Number	année	Number		année	version
32	LRC/NH/1.01	Doage d'Ammonium					2011	1.0
33	LRC/CLO/1.01	Dosage de Chlorine					2011	1.0
34	LRC/MD/1.01	Maitreis déacntable					2011	1.0
35	LRC/NIT/1.01	Dosage des nitrates					2011	1.0
36	LRC/OCT/1.01	Total carbon organic					2011	1.0
37	LRC/COT/1.01	Azote total					2011	1.0
38	LRC/CND/1.01	Mesure de la conductivite electrique (χ)	7888	1989			2012	1.0
39	LRC/OW/1.01	Dosage de l'oxygène dissous Méthode électrochimique à la sonde	5814	1990			2012	1.0
40	LRC/PH/1.01	Détermination du pH	10523	1994			2012	1.0
41	LRC/REV/1.01	Fonctionnement de l'évaporateur rotatif					2012	1.0
42	LRC/BAL/4.01	Balance analytique SARTORIUS BP 221S	9001	14001			2012	1.0
43	LRC/PEA/1.01	Système de purification d'eau (Nex power 1000)	90001	14001			2012	1.0
44	LRC/XRP/2.01	Détermination du Plomb dans les sédiments et sols par ED-XRF					2012	1.0
45	LRC/FTR/2.01	Analyse des groupes fonctionnels par FTIR Technique KBr					2012	1.0

Index

Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans l'eau par GCMS	4
Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans le sol par GCMS	16
Mesure de la Conductivité Electrique (<i>X</i>)	27
Dosage de l'oxygène dissous (Méthode électrochimique à la sonde)	32
Détermination du pH	38
Fonctionnement de l'évaporateur rotatif	42
Balance analytique SARTORIUS BP 221S	46
Système de purification d'eau (Nex power 1000)	49
Détermination du Plomb dans les sédiments et sols par ED-XRF	52
Analyse des groupes fonctionnels par FTIR Technique KBr	57



**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

GCMS

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre :

**Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans l'eau
par GCMS**

Norme internationale : ISO/ DIS 28540**Domaine :****Analyse des HAP dans l'eau****Fait par :****M^{me} NECHAOUNI Leila****M^{me} KIMRI Leila****M^{me} OMRI Linda****Date de préparation :****Octobre 2010****Responsable :****M^{me} NECHAOUNI Leila****M^{me} KIMRI Leila****M^{me} OMRI Linda****Date d'approbation:****Juin 2012****Approuvé par :****M. MOALI Mohamed****1. Élément analysé**

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP voir tableau 4.2)

2. Mesures de sécurité

Les standards utilisés sont très nocifs pour la santé et l'environnement des gants et des lunettes de protection sont conseillés.
Les déchets de standards et de solvant sont stockés.

3. Appareillage et matériel

- Flacons en verre brun de 1l de type pyrex
- Ampoules à décanter de 2l
- Erlenmeyer de 250ml
- Support d'ampoules
- Ballon SPC29- de 300 ml
- Entonnoirs
- Colonne chromatographique (pour la purification d'extrait)
- Dessiccateur
- Tubes à essai (20ml ,10 ml).

Modified: 2012/6/19**SOP No.LRC/PAH/1.01****4/60**

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

- fioles jaugées (10ml, 100ml), micro seringues (25µl, 50 µl), pipettes (1ml), et des pipettes pasteur.
- Viales de 1ml
- Ajustable de bouchon de vials
- Évaporateur rotatif LABOROTA 4000, Heidolph.
- Chromatographe en phase gazeuse de marque SHIMADZU, modèle GCMS 2010
- Un échantillonneur automatique AOC-20i
- Un détecteur de spectromètre de masse de marque SHIMADZU, modèle GCMS 2010
- Logiciel permettant l'acquisition et le traitement des données provenant de l'instrument.
- Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0.25 mm Di, d'épaisseur 0.25µm et de type HP5ms

4. Réactifs et étalons

4.1 Réactifs

Noms de réactif	Numéro de CAS	Pureté	Formule chimique	Marque
Sulfate de sodium	77-82-6		Na_2SO_4	Kanto chemical
Chlorure de sodium	7647-14-5	99.5%	NaCl	PROLABO
Hexane	110-54-3	PESTINORM ≥95%	C_6H_{14}	PROLABO
Acétone	016-00346	99.5%	$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$	WAKO
Gel de silice 40	63231-67-4			Sigma Aldrich

- Sulfate de sodium, Na_2SO_4 , anhydre, purifié préalablement par un chauffage à 300 °C pendant 8 h
- Chlorure de sodium, NaCl , anhydre, purifié préalablement par un chauffage à 300 °C pendant 8 h
- Gaz d'Hélium (He) pour la chromatographie en phase gazeuse 99,99%
- Gaz d'Azote (N_2) pour évaporer les extraits.

4.2 étalons

- Solution standard mère de 2000 ppm RESTEK (mixture de 19 HAP) voir (tableau 4.2) Pour ces composés : Naphtalène ; 1-Methylnaphthalene ; 2-Methylnaphthalene; Acenaphthylene le taux de récupération est faible donc, difficile de les analyser avec cette méthode)
- Solution standard interne Phénanthrène-D10
- Solution standard interne Fluoranthène-D10
- Solution standard interne Benzo (a) pyrène-D12
- Solution standard d'injection p-Terphenyl-D14

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/1.01

5/60

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Noms	Numéro de CAS	Pureté	Formule chimique	Marque
Naphtalène	91-20-3	99%	C ₁₀ H ₈	RESTEK
1-Methylnaphthalene	90-12-0	99%	C ₁₁ H ₁₀	RESTEK
2-Methylnaphthalene	91-57-6	97%	C ₁₁ H ₁₀	RESTEK
Acenaphthylene	208-96-8	99%	C ₁₂ H ₈	RESTEK
Acenaphthene	83-32-9	99%	C ₁₂ H ₁₀	RESTEK
Fluorene	86-73-7	99%	C ₁₃ H ₁₀	RESTEK
Phénanthrène	85-01-8	99%	C ₁₄ H ₁₀	RESTEK
Anthracène	120-12-7	99%	C ₁₄ H ₁₀	RESTEK
Fluoranthene	206-44-0	98%	C ₁₆ H ₁₀	RESTEK
Pyrène	129-00-0	98%	C ₁₆ H ₁₀	RESTEK
Benz[a]anthracène	56-55-3	99%	C ₁₈ H ₁₂	RESTEK
Chrysene	218-01-9	99%	C ₁₈ H ₁₂	RESTEK
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
Benzo[a]Pyrène	50-32-8	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
3-Methylcholanthrene	56-49-5	99%	C ₂₁ H ₁₆	RESTEK
Indeno (1, 2, 3-cd) Pyrène	193-39-5	99%	C ₂₂ H ₁₂	RESTEK
Dibenzo [a,h]anthracène	53-70-3	99%	C ₂₂ H ₁₄	RESTEK
Benzo[ghi]perylene	191-24-2	99%	C ₂₂ H ₁₂	RESTEK
Phenanthrene-D10	1517-22-2		C ₁₄ D ₁₀	SUPELCO
Fluoranthene-D10	93951-69-0		C ₁₆ D ₁₀	SUPELCO
Benzo(a) pyrene-D12	63466-71-7		C ₂₀ D ₁₂	SUPELCO
P-Terphenyl-D14	1718-51-0		C ₁₈ D ₁₄	SUPELCO

5. Prélèvement et conservation

Prélever les échantillons dans des flacons en verre brun ayants un volume de 1000 ml et fermés avec des bouchons contenant des joints en téflon et les conservés à 4°C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 7 jours afin d'éviter les pertes.

Remplir la bouteille d'échantillonnage au ménisque.

6. Principe

La détermination des hydrocarbures polycycliques aromatiques dans un échantillon d'eau se fait par extraction liquide-liquide à l'aide d'un solvant organique (hexane) et après purification si nécessaire et concentration avec le rotavapeur puis avec un jet d'azote l'extrait est analysé par chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectre de masse.

7. Solutions standards

7.1 Préparation des solutions standards

Le domaine d'application utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse se situe entre 0.5 et 3 mg/l de HAP.

On prépare une série de dilutions avec l'hexane dans des fioles de 10 ml à partir de la solution mère de 2000 ppm selon les proportions suivantes :

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/1.01

6/60

	Concentration de solution étalon (ppm)	Volume prélevé de solution mère (µl)	Volume final (ml)
(a)	0	0	10
(b)	0.5	2.5	10
(c)	1	5	10
(d)	1.5	7.5	10
(e)	2	10	10
(f)	2.5	12.5	10
(g)	3	15	10
(h)	10	50	10

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C et utilisées pendant 6 mois

7.2 Préparation de solution standard d'injection

A partir de la masse pesée (0.01g) du standard d'injection p-Terphenyl-D14, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml. (A)

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C.

7.3 Préparation de solution standard interne

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Phénanthrène-D10, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Benzo (a) pyrène-D12, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Fluoranthène-D10, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

On prépare une mixture de 30 ppm de standard interne en prélevant 30 ml des trois solutions préparées dans une fiole de 100 ml et on complète avec de l'hexane. (B)

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C

Préparation de la solution du standard interne ajouté aux échantillons

-A partir de la mixture de 30ppm du standard interne (B) on prend 10 ml et on prépare une dilution avec l'acétone dans une fiole de 100 ml (3ppm) (C)

Note - Cette solution est ajoutée aux échantillons d'eau

Préparation de la solution standards pour le calcul du taux de récupération

A partir de la solution (h) de 10 ppm, on prend 1ml et on prépare une dilution avec l'acétone dans une fiole de 10ml (1ppm) (D)

7.4 Préparation des solutions de calibration

On donne ci-dessous un tableau récapitulatif des différentes concentrations préparées dans des viales pour tracer la courbe de calibration.

Concentration de solutions standards (ppm)	Volume prélevé de solutions standards (ml)	Volume ajouté de solution standard d'injection (A) (µl)	Volume ajouté de solution standard interne (Mixture) (B) (µl)
0	1 (a)	10	20
0.5	1 (b)	10	20
1	1(c)	10	20
1.5	1(d)	10	20
2	1(e)	10	20
2.5	1(f)	10	20
3	1(g)	10	20

Note - Ces solutions sont préparées pour chaque série d'échantillon analysé. Elles ne peuvent être réutilisées.

On prépare une autre série de standard pour vérifier le taux de récupération du standards interne on donne ci-dessous un tableau récapitulatif des différentes concentrations préparées dans des viales.

Volume prélevé de l'hexane (ml)	Volume prélevé de standard interne (B) (µl)	Concentration de standard interne (ppm)	Volume prélevé de standards d'injection(A) (µl)	Concentration de standard d'injection (ppm)
1	5	0.15	10	1
1	10	0.30	10	1
1	15	0.45	10	1
1	20	0.60	10	1
1	25	0.75	10	1

8. Procédures de prétraitement**8.1 Prétraitement de l'échantillon (Extraction des HAP par l'Hexane)**

Marquer le niveau de l'eau sur le flacon en verre de l'échantillon



Ajouter 200µl de standards interne(C) à l'échantillon
Fermer le flacon et mélanger vigoureusement



Transférer l'échantillon dans une ampoule à decanter de 2000 ml



Ajouter 30g de NaCl anhydre
Agiter pour homogénéiser



Rincer soigneusement la bouteille avec le solvant d'extraction afin d'extraire les HAP adsorbés et le transférer dans l'ampoule à decanter
(L'extraction se fait avec 100 ml d'Hexane)



Agiter pendant 15mn en évacuant à chaque fois l'air



Laisser decanter puis Transférer l'échantillon (la phase aqueuse) dans le flacon en verre
Récupérer la phase organique dans un ballon à travers un entonnoir
Contenant un peu de coton imbibé d'hexane avec 10g de Na₂SO₄ anhydre



Répéter l'extraction avec 100 ml d'hexane et transférer à nouveau l'échantillon dans l'ampoule
Agiter pendant 15 min en évacuant à chaque fois l'air



Laisser decanter puis récupérer la phase organique dans le même ballon
Contenant un peu de coton imbibé d'hexane avec 10g de Na₂SO₄ anhydre



Concentrer l'extrait récupérer avec l'évaporateur rotatif à 10 ml



Transférer l'extrait dans un tube et le concentré à 1ml sous un jet d'azote
Ajouter 10µl de standard d'injection à l'extrait dans le tube



Transférer l'extrait dans une vial Effectuer l'analyse par GCMS

8.2 Taux de récupération

On prend 1000 ml d'échantillon d'eau pure dans un flacon, on ajoute 1ml de la mixture du standard de HAP (D) et on procède au prétraitement de l'échantillon comme s'est indiqué ci-dessus puis l'analysé avec le GCMS.

8.3 Test du blanc

Un échantillon d'eau pure est utilisé pour le test du blanc, il est traité de la même façon qu'un échantillon réel et doit accompagner chaque série d'analyse dans le but d'assurer une performance de la procédure.

La valeur détectée doit être moins de 50% de la plus basse concentration

8.4 Purification de l'extrait après extraction

La purification est nécessaire seulement si l'extrait est coloré

8.4.1 Préparation du gel de silice

On pèse 95g de gel de silice, on le met dans l'étuve pendant 15 h à 130°C.

On ajoute à 95g de gel de silice, 5ml de H₂O (5%), on mélange pendant 30 mn jusqu'à homogénéisation et on laisse refroidir dans un dessiccateur pendant 15 heures

Ce gel est utilisé pendant 7 jours.

8.4.2 Préparation de la colonne de purification

Placer un petit bout de coton imbibé d'hexane à l'intérieur de la colonne ; transférer 5 g du gel de silice dilué avec une quantité d'hexane, laisser décanter puis ajouter 2 cm de Na₂SO₄. Jeter la quantité en excès de l'hexane juste au dessus du Na₂SO₄ pour éviter la formation de bulle d'air.

8.4.3 Élu­tion de l'extrait

Laver la colonne avec 10 ml d'hexane



Transférer l'extrait avec une pipette pasteur

Jeter l'hexane sans dépasser le niveau de Na_2SO_4 dans la colonne à un débit de (1ml/min)



Laver les parois du tube et de la colonne qui contient l'extrait avec 2 ml d'hexane et les transférer dans la colonne

Jeter l'hexane sans dépasser le niveau de Na_2SO_4 dans la colonne à un débit de (1ml/min)



Ajouter 8ml d'hexane dans la colonne

Jeter l'hexane sans dépasser le niveau de Na_2SO_4 dans la colonne à un débit de (1ml/min)



Récupérer l'extrait avec les 100 ml du mélange de 1% acétone / hexane (1ml acétone dans 99ml d'hexane, avec précision)

Goutte à goutte à 1ml/min dans un ballon juste au niveau de Na_2SO_4



Concentrer l'extrait avec l'évaporateur rotatif à 10 ml, le transférer dans un tube à essai gradué



Concentrer les 10ml sous un jet d'azote à 1ml

Ajouter 10µl de standard d'injection (A) à l'extrait dans le tube



Transférer l'extrait dans une vial et effectuer l'analyse par GCMS

9. Evaluation et Mesure

9.1 Mesure

Vérifier les conditions d'opération des différents systèmes (GC, MS, échantillonneur)

Introduire les vials qui contiennent les solutions de calibration ainsi que la vial qui contient l'extrait (l'échantillon) dans l'échantillonneur automatique effectuer l'analyse.

Le benzo(b) fluoranthene et le benzo (k) fluoranthene ne peuvent pas être séparé complètement donc ils ne peuvent pas être déterminé comme le benzo(b)fluoranthene

Les résultats sont exprimés en µg/L

a. Les paramètres de l'échantillonneur AOC-20i

#of Rinses with presolvent	2
#of Rinses with solvent (post)	3
#of Rinses with sample	2
Plunger speed (suction)	High
Viscosity com.time	0.2
Plunger speed (injection)	High
Syringe insertion speed	High
Injection Mode	Normal
Pumping Times	3
Inj. Port dwell Time	0.3sec
Terminal Air Grap	No
Plunger Washing Speed	High
Washing Volume	8µl
Syringe suction position	0.0mm
Syringe Injection position	0.0mm
Use 3 solvent vial	1 vial

b. Les paramètres chromatographiques

Column oven température	45°C
Injection température	250°C
Injection mode	Splitless
Sampling Time	1.00 min
Flow control mode	Linear Velocity
Pressure	64.9 KPa
Total Flow	50 mL/min
Column Flow	1.20 mL/min
Linear Velocity	40.0 cm/sec
Purge Flow	4.0 mL/min
Split Ratio	- 1.0
High Pressure Injection	On
High Press. Inj. pressure	250.0 kpa
High Press. Inj. time	1.5 min
Carrier Gas Saver	OFF
Splitter Hold	OFF

Oven Temperature Program

Rate	Température (°C)	Hold Time (min)
-	45.0	1.00
45.00	130.0	0.00
12.00	180.0	0.00
7.00	240.00	0.00
12.00	320.00	4.00

c. Les paramètres du spectromètre de masse

Ion Source Température	200.00 °C
Interface temperature	250°C
Solvent Cut Time	4.50 min
Detector Gain Mode	Relative
Detector Gain	0 kv
Threshold	0
Start Time	4 .8min
End Time	25.00 min
ACQ Mode	Scan
Event Time	0.50 sec
Scan Speed	833
Start m/z	45.00
End m/z	450.00

d. Target masse, référence masse and R.T,

Nom	Target masse (m/z)	Masse de référence (m/z)	Temps de rétention (min)
Naphtalène	128	102	5,02
1-Methylnaphthalene	142	115	5,83
2-Methylnaphthalene	142	115	5,98
Acenaphthylene	152	150	7,14
Acenaphthene	154	153	7,44
Fluorene	166	165	8,38
Phénanthrène	178	152	10,50
Anthracène	178	152	10,62
Fluoranthene	202	200	13,82
Pyrène	202	101	14,48
Benz[a]anthracène	228	226	18,05
Chrysene	228	226	18,15
Benzo[b]fluoranthene	252	250	20,58
Benzo[k]fluoranthene	252	250	20,63
Benzo[a]Pyrène	252	250	21,21
3-Methylcholanthrene	268	269	21,96
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrène	276	138	23,26
Dibenzo [a,h]anthracène	278	139	23,30
Benzo[ghi]perylene	276	138	23,72
Phenanthrene-D10	188	80	10,45
Fluoranthene-D10	212	106	13,77
Benzo(a) pyrene-D12	264	-	21,18
P-Terphenyl-D14	244	243	15,20

9.2 Evaluation

Le calcul des standards de calibration et des échantillons se fait par la méthode PAH « new » GCMS solution.

Les valeurs analysés sont automatiquement corrigés parle taux de récupération du standard interne.

Des standards internes sont utilisés pour calculer le taux de récupération dans cette méthode on utilise trois déterres qui correspondent a un groupe de composes qui ont des temps de rétention proche voir tableau ci-dessous.

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Composés	Standard internes
Acénaphthène	Phenanthrene-d10
Fluorene	Phenanthrene-d10
Phénanthrène	Phenanthrene-d10
Anthracène	Fluoranthene-d10
Fluoranthene	Fluoranthene-d10
Pyrene	Fluoranthene-d10
Benzo(a) anthracene	Benzo(a)pyrene-d10
crystalline	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(b)fluoranthene	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(k)fluoranthene	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(a)Pyrène	Benzo(a)pyrene-d10
3-Methylcholanthrene	Benzo(a)pyrene-d10
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrène	Benzo(a)pyrene-d10
Dibenzo [a,h]anthracène	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo[ghi]perylene	Benzo(a)pyrene-d10

Vérifier le taux de récupération du standard interne par la deuxième courbe de calibration(7.4)

On copie le dossier pour chaque échantillon et batch processing pour la deuxième courbe de calibration puis copier datafile pour chaque échantillon en utilisant GCMS solution méthode « new PAHD » puis le calcul de taux de récupération de pour chaque déterré en utilisant l'équation ci-dessous.

La fiabilité des résultats est vérifiée par le taux de récupération des standards internes misent dans l'échantillon selon la formule suivante :

$$\frac{\text{Concentration trouvée}}{\text{Concentration théorique}} \times 100$$

Si le taux est compris entre 70% 130% le résultat est fiable.

Expression des résultats :

La concentration des échantillons est calculée par l'équation suivante :

$$C = \frac{m_{ex}}{V_s}$$

C : concentration de chaque composé de HAP trouvé dans la phase aqueuse en µg/L

m_{ex} : la quantité du composé dans l'extrait en µg

V_s : volume de l'échantillon en L

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/1.01

14/60

10. limites de Détection

	limite de detection* (µg/L)	limite de quantification* (µg/L)
Acenaphthene	0.6	2
Fluorene	0.2	0.4
Phenanthrene	0.02	1
Anthracene	0.04	0.2
Fluoranthene	0.02	0.05
Pyrene	0.02	0.1
Benz[a]anthracene	0.02	0.1
Chrysene	0.02	0.05
Benzo[fluoranthene	0.2	0.5
Benzo[a]pyrene	0.2	0.5
3-Methylcholanthrene	0.2	0.5
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.2	0.6
Dibenz[a,h]anthracene	0.2	0.6
Benzo[ghi]perylene	0.3	0.9

*Quand 10 D'echantillon est pris

11. Référence

DRAFT INTERNATIONAL STANDARD ISO/ DIS 28540

12. Enregistrement et Révisions des Modes Opératoires Normalisés

première Révision faite par M^{me} KIMRI Leila

Procédures D'opérations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre : Dosage des Hydrocarbures Aromatique polycyclique dans le sol par GCMS		
Norme internationale : ISO 18287		
Domaine : Analyse de sol	Fait par : M ^{me} NECHAOUNI Leila M ^{me} KIMRI Leila M ^{me} OMRI Linda	
Date de préparation : Février 2011	Responsable : M ^{me} NECHAOUNI Leila M ^{me} KIMRI Leila M ^{me} OMRI Linda	
Date d'approbation: Juin 2012	Approuvé par : M. MOALI Mohamed	
1. Élément analysé Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) Cette méthode permet l'identification et la quantification des HAP présents dans le sol		
2. Mesure de sécurité Les standards utilisés sont très nocifs pour la santé et l'environnement des gants et des lunettes de protection sont conseillés pendant les pratiques. Les déchets de standards et de solvant sont stockés.		
3. Appareillage et matériel -Tubes en verre brun de 100 ml. -Ampoules à décanter de 300 ml -Support d'ampoules -Ballon SPC29- de 300 ml -Entonnoirs -Colonne chromatographique (pour la purification d'extrait) -Dessiccateur -Tubes à essai (20ml ,10 ml). -fioles jaugées (10ml, 100ml), micro seringues (25µl, 50 µl), pipettes (1ml), et des pipettes pasteur. -Viales de 1ml -Ajustable de bouchon de viales -Évaporateur rotatif LABOROTA 4000, Heidolph.		
Modified: 2012/6/19 SOP No.LRC/PAH/2.01 16/60		

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

-Chromatographie en phase gazeuse de marque SHIMADZU, modèle GCMS 2010

-Un échantillonneur automatique AOC-20i

-Un détecteur de spectromètre de masse de marque SHIMADZU, modèle GCMS 2010

-Logiciel permettant l'acquisition et le traitement des données provenant de l'instrument.

-Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0.25 mm Di, d'épaisseur 0.25µm et de type HP5ms

4. Réactifs et étalons**4.1 Réactifs**

Noms de réactif	Numéro de CAS	Pureté	Formule chimique	Marque
Sulfate de sodium	77-82-6		Na ₂ SO ₄	Kanto chemical
Chlorure de sodium	7647-14-5	99.5%	NaCl	PROLABO
Hexane	110-54-3	PESTINORM ≥95%	C ₆ H ₁₄	PROLABO
Acétone	016-00346	99.5%	C ₃ H ₆ O	WAKO
Ethanol	64-17-5	99.5%	C ₂ H ₆ O	Panreac
Gel de silice 40	63231-67-4	*****	*****	Sigma Aldrich

-Sulfate de sodium, Na₂SO₄, anhydre, purifié préalablement par un chauffage à 300 °C pendant 8 h

-Chlorure de sodium, NaCl, anhydre, purifié préalablement par un chauffage à 300 °C pendant 8 h

-Gaz d'Hélium (He) pour la chromatographie en phase gazeuse

-Gaz d'Azote (N₂) pour évaporer les extraits.**4.2 étalons**

-Solution standard mère de 2000 ppm RESTEK (mixture de 19HAP)

-Solution standard interne Phénanthrène-D10

-Solution standard interne Fluoranthène-D10

-Solution standard interne Benzo (a) pyrène-D12

-Solution standard d'injection p-Terphenyl-D14

Noms	Numéro de CAS	Pureté	Formule chimique	Marque
Naphtalène	91-20-3	99%	C ₁₀ H ₈	RESTEK
1-Methylnaphthalene	90-12-0	99%	C ₁₁ H ₁₀	RESTEK
2-Methylnaphthalene	91-57-6	97%	C ₁₁ H ₁₀	RESTEK
Acenaphthylene	208-96-8	99%	C ₁₂ H ₈	RESTEK
Acenaphthene	83-32-9	99%	C ₁₂ H ₁₀	RESTEK
Fluorene	86-73-7	99%	C ₁₃ H ₁₀	RESTEK
Phénanthrène	85-01-8	99%	C ₁₄ H ₁₀	RESTEK

Modifié: 2012/6/19**SOP No.LRC/PAH/2.01****17/60**

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Anthracène	120-12-7	99%	C ₁₄ H ₁₀	RESTEK
Fluoranthene	206-44-0	98%	C ₁₆ H ₁₀	RESTEK
Pyrène	129-00-0	98%	C ₁₆ H ₁₀	RESTEK
Benz[a]anthracène	56-55-3	99%	C ₁₈ H ₁₂	RESTEK
Chrysène	218-01-9	99%	C ₁₈ H ₁₂	RESTEK
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
Benzo[a]Pyrène	50-32-8	99%	C ₂₀ H ₁₂	RESTEK
3-Methylcholanthrene	56-49-5	99%	C ₂₁ H ₁₆	RESTEK
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrène	193-39-5	99%	C ₂₂ H ₁₂	RESTEK
Dibenzo [a,h]anthracène	53-70-3	99%	C ₂₂ H ₁₄	RESTEK
Benzo [ghi]perylene	191-24-2	99%	C ₂₂ H ₁₂	RESTEK
Phénanthrène-D10	1517-22-2		C ₁₄ D ₁₀	SUPELCO
Fluoranthene-D10	93951-69-0		C ₁₆ D ₁₀	SUPELCO
Benzo(a) pyrène-D12	.63466-71-7		C ₂₀ D ₁₂	SUPELCO
P-Terphenyl-D14	1718-51-0		C ₁₈ D ₁₄	SUPELCO

5. Prélèvement et conservation

Prélever les échantillons dans des flacons en verre ayants un volume de****ml et fermés avec des bouchons contenant des joints en téflon et les conservés à 4°C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 7 jours afin d'éviter les pertes.

6. principe

La détermination des hydrocarbures polycycliques aromatiques dans un échantillon de sédiment se fait par extraction ultrasonique et après purification si nécessaire et concentration avec le rotavapeur puis un jet d'azote l'extrait est analysé par chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectre de masse.

7. Solutions standards**7.1 Préparation des solutions standards**

Le domaine d'application utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse se situe entre 0.5 et 3.0 mg/l de HAP

On prépare une série de dilutions avec l'hexane dans des fioles de 10 ml à partir de la solution mère de 2000 ppm selon les proportions suivantes :

	Concentration de solution étalon (ppm)	Volume prélevé de solution mère (µl)	Volume final (ml)
(a)	0	0	10
(b)	0.5	2.5	10
(c)	1	5	10
(d)	1.5	7.5	10
(e)	2	10	10
(f)	2.5	12.5	10
(g)	3	15	10
(h)	10	50	10

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/2.01

18/60

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C et utilisées pendant un mois

7.2 Préparation de solution standard d'injection

A partir de la masse pesée (0.01g) du standard d'injection p-Terphenyl-D14, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml. (A)

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C.

7.3 Préparation de solution standard interne

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Phénanthrène-D10, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Benzo (a) pyrène-D12, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

-A partir de la masse pesée (0.01g) du standard interne Fluoranthene-D10, on prépare une dilution avec l'hexane dans une fiole de 100 ml (100 ppm).

On prépare une mixture de 30 ppm de standard interne en prélevant 30 ml des trois solutions préparées dans une fiole de 100 ml et on complète avec 10 ml d'hexane. (B)

Note - Ces solutions sont conservées à -25°C

Préparation de la solution du standard interne ajouté aux échantillons

-A partir de la mixture de 30ppm du standard interne (B) on prend 10 ml et on prépare une dilution avec l'acétone dans une fiole de 100 ml (3ppm)(C)

Note - Cette solution est ajoutée aux échantillons d'eau

Préparation de la solution standards pour le calcul du taux de récupération

A partir de la solution (h) de 10 ppm, on prend 1ml et on prépare une dilution avec l'acétone dans une fiole de 10ml (1ppm) (D)

7.4 Préparation des solutions de calibration

On donne ci-dessous un tableau récapitulatif des différentes concentrations préparées dans des vials pour tracer la courbe de calibration.

Concentration de solutions standards (ppm)	Volume prélève de solutions standards (ml)	Volume ajouté de solution standard d'injection (A) (μl)	Volume ajouté de solution standard interne (Mixture) (B) (μl)
0	1 (a)	10	20
0.5	1 (b)	10	20
1	1 (c)	10	20
1.5	1 (d)	10	20
2	1 (e)	10	20
2.5	1 (f)	10	20
3	1 (g)	10	20

Note - Ces solutions sont préparées pour chaque série d'échantillon analysé. Elles ne peuvent être réutilisées.

On prépare une autre série de standard pour vérifier le taux de récupération du standards interne on donne ci-dessous un tableau récapitulatif des différentes concentrations préparées dans des viales.

Volume prélevé de l'hexane (ml)	Volume prélevé de standard interne (B) (µl)	Concentration de standard interne (ppm)	Volume prélevé de standards d'injection(A) (µl)	Concentration de standard d'injection (ppm)
1	5	0.15	10	1
1	10	0.30	10	1
1	15	0.45	10	1
1	20	0.60	10	1
1	25	0.75	10	1

8. Procédure de prétraitement

8.1 Prétraitement de l'échantillon (Extraction des HAP)

Prendre un tube en verre brun de 100 ml et mettre 20g de sédiment non séché



Ajouter 200µl du standard interne (C)(dilué dans l'acétone)

Agiter pour homogénéiser



Ajouter 50 ml d'acétone

Agiter le tube verticalement pendant 10 min

Placer le tube dans l'ultrason pour extraction pendant 10min

Laisser reposer



Récupérer la phase organique (acétone) dans une ampoule de 300 ml

Ajouter 50ml d'acétone dans la phase solide

Agiter le tube verticalement pendant 10 min

Placer le tube dans l'ultrason pour extraction pendant 10min

Laisser reposer



Récupérer la phase organique dans la même ampoule

Ajouter 20 ml du mélange Ethanol/Hexane (1 :1) dans la phase solide

Récupérer la phase organique dans la même ampoule

Laver la phase solide avec 50ml d'hexane



Récupérer la phase organique dans l'ampoule et jeter la phase solide

Ajouter 50ml de la solution NaCl de 5% à la phase organique

Agiter l'ampoule pendant 10min



Récupérer la phase organique dans une autre ampoule de 300ml

Ajouter 50ml d'hexane dans la phase aqueuse

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/2.01

20/60

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Mélanger pendant 10 min



Récupérer la phase organique dans la même ampoule 300ml
Jeter la phase aqueuse



Laver la phase organique avec 50ml d'eau ultrapure
Agiter doucement
Jeter la phase aqueuse après séparation



Laver la phase organique avec 25ml d'eau ultrapure
Agiter doucement
Jeter la phase aqueuse après séparation



Récupérer la phase organique dans un ballon muni d'un entonnoir contenant du coton imbibé d'hexane avec 10g du Na_2SO_4 anhydre



Concentrer avec l'évaporateur rotatif à 10 ml
Concentrer avec un jet d'azote à 1 ml puis ajouter 20µl du standard d'injection (A) au moment de l'analyse par GC/MS

8.2 Préparation du taux de récupération

On prend un tube brun de 100 ml vide et on met 10ml de l'eau pure on ajoute 1ml de la mixture des 19HAP (D) et on procède aux mêmes étapes du prétraitement de l'échantillon comme c'est indiqué ci-dessus puis l'analyse avec le GCMS.

Le taux de récupération doit être compris entre 70% à 130% pour les standards certifier.

(Cette préparation se fait une fois par moi).

8.3 Test du blanc

On prend un tube brun de 100 ml vide et on met 200µl de standard interne et on procède aux mêmes étapes du prétraitement de l'échantillon comme c'est indiqué ci-dessus puis l'analyse avec le GCMS

8.4 Purification de l'extrait après extraction

La purification est nécessaire seulement si l'extrait est coloré

8.4.1 Préparation du gel de silice

On pèse 95g de gel de silice, on le met dans l'étuve pendant 15 h à 130°C.

On ajoute à 95g de gel de silice, 5ml de H_2O (5%), on mélange pendant 30 mn jusqu'à homogénéisation et on laisse refroidir dans un dessiccateur pendant 15 heures

Ce gel est utilisé pendant 7 jours.

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/2.01

21/60

8.4.2 Préparation de la colonne de purification

Placer un petit bout de Cotton imbibé d'hexane à l'intérieur de la colonne
Transférer 5 g du gel de silice dilué avec une quantité d'hexane, laisser décanter puis ajouter

2 cm de Na_2SO_4

Jeter la quantité en excès de l'hexane juste au dessus du Na_2SO_4 pour éviter la formation de bulle d'air

8.4.3 Éluion de l'extrait

Laver la colonne avec 10 ml d'hexane



Transférer l'extrait avec une pipette pasteur

Jeter l'hexane sans dépasser le niveau de Na_2SO_4 dans la colonne à un débit de (1ml/min)

Laver les parois du tube et de la colonne qui contient l'extrait avec 2 ml d'hexane et les transférer dans la colonne



Ajouter 8ml d'hexane dans la colonne

Jeter l'hexane sans dépasser le niveau de Na_2SO_4 dans la colonne à un débit de (1ml/min)



Récupérer l'extrait avec les 100 ml du mélange de 1% acétone / hexane (1ml acétone dans 99ml d'hexane, avec précision)

Goutte à goutte à 1ml/min dans un ballon juste au niveau de Na_2SO_4



Concentrer l'extrait avec l'évaporateur rotatif à 10 ml, le transférer dans un tube à essai gradué



Concentrer les 10ml sous un jet d'azote à 1ml

Ajouter 10µl de standard d'injection (A) à l'extrait dans le tube



Transférer l'extrait dans une vial et effectuer l'analyse par GCMS

9. Evaluation et Mesure**9.1 Mesure**

Vérifier les conditions d'opération des différents systèmes (GC, MS, échantillonneur)

Introduire les viales qui contiennent les solutions de calibration ainsi que la vial qui contient l'extrait (l'échantillon) dans l'échantillonneur automatique effectuer l'analyse

Le benzo(b) fluoranthene et le benzo (k) fluoranthene ne peuvent pas être séparés complètement donc ils ne peuvent pas être déterminés comme le benzo(a)fluoranthene. Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données.

Les résultats sont exprimés en mg/Kg

a. Les paramètres de l'échantillonneur AOC-20i

#of Rinses with presolvent	2
#of Rinses with solvent (post)	3
#of Rinses with sample	2
Plunger speed (suction)	High
Viscosity com.time	0.2
Plunger speed (injection)	High
Syringe insertion speed	High
Injection Mode	Normal
Pumping Times	3
Inj. Port dwell Time	0.3sec
Terminal Air Gap	No
Plunger Washing Speed	High
Washing Volume	8µl
Syringe suction position	0.0mm
Syringe Injection position	0.0mm
Use 3 solvent vial	1 vial

b. Les paramètres chromatographiques

Column oven temperature	45°C
Injection temperature	250°C
Injection mode	Splitless
Sampling Time	1.00 min
Flow control mode	Linear Velocity
Pressure	64.9 KPa
Total Flow	50 mL/min
Column Flow	1.20 mL/min
Linear Velocity	40.0 cm/sec
Purge Flow	4.0 mL/min
Split Ratio	- 1.0
High Pressure Injection	On
High Press. Inj. pressure	250.0 kpa
High Press. Inj. time	1.5 min
Carrier Gas Saver	OFF

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Splitter Hold OFF

Oven Temperature Program

Rate	Température (°C)	Hold Time (min)
-	45.0	1.00
45.00	130.0	0.00
12.00	180.0	0.00
7.00	240.00	0.00
12.00	320.00	4.00

c. Les paramètres du spectromètre de masse

Ion Source Température	200.00 °C
Interface temperature	250°C
Solvent Cut Time	4.50 min
Detector Gain Mode	Relative
Detector Gain	0 kv
Threshold	0
Start Time	4.8min
End Time	25.00 min
ACQ Mode	Scan
Event Time	0.50 sec
Scan Speed	833
Start m/z	45.00
End m/z	450.00

d. Target masse, référence masse and R.T,

Nom	Target masse (m/z)	Temps de rétention (mn)	Masse de référence (m/z)
Naphtalène	128	5,0242	102
1-Methylnaphthalene	142	5,833	115
2-Methylnaphthalene	142	5,975	115
Acenaphthylene	152	7,142	150
Acenaphthene	154	7,442	153
Fluorene	166	8,383	165
Phénanthrène	178	10,508	152
Anthracène	178	10,617	152
Fluoranthène	202	13,817	200
Pyrène	202	14,483	101
Benz[a]anthracène	228	18,050	226
Chrysene	228	18,150	226
Benzo[b]fluoranthene	252	20,583	250
Benzo[k]fluoranthene	252	20,633	250
Benzo[a]Pyrène	252	21,208	250
3-Methylcholanthrene	268	21,958	269
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrène	276	23,258	138
Dibenzo [a,h]anthracène	278	23,300	139
Benzo[ghi]perylene	276	23,717	138
Phenanthrene-D10	188	10,450	80
Fluoranthene-D10	212	13,767	106
Benzo(a) pyrene-D12	264	21,175	-
P-Terphenyl-D14	244	15,200	243

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/2.01

24/60

9.2 Evaluation

Le calcul des standards de calibration et des échantillons se fait par la méthode PAH « new » GCMS solution.

Les valeurs analysés sont automatiquement corrigés par le taux de récupération du standard interne.

Des standards internes sont utilisés pour calculer le taux de récupération dans cette méthode on utilise trois déterres qui correspondent à un groupe de composés qui ont des temps de rétention proche voir tableau ci-dessous.

Composés	Standard internes
Acénaphthène	Phenanthrene-d10
Fluorene	Phenanthrene-d10
Phénanthrène	Phenanthrene-d10
Anthracène	Fluoranthene-d10
Fluoranthène	Fluoranthene-d10
Pyrene	Fluoranthene-d10
Benzo(a) anthracene	Benzo(a)pyrene-d10
crystalline	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(b)fluoranthene	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(k)fluoranthene	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo(a)Pyrene	Benzo(a)pyrene-d10
3-Methylcholanthrene	Benzo(a)pyrene-d10
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrene	Benzo(a)pyrene-d10
Dibenzo [a,h]anthracène	Benzo(a)pyrene-d10
Benzo[ghi]perylene	Benzo(a)pyrene-d10

Vérifier le taux de récupération du standard interne par la deuxième courbe de calibration (7.4)

On copie le dossier pour chaque échantillon et batch processing pour la deuxième courbe de calibration puis copier datafile pour chaque échantillon en utilisant GCMS solution méthode « new PAHD » puis le calcul de taux de la récupération de pour chaque déterré en utilisant l'équation ci-dessous.

La fiabilité des résultats est vérifiée par le taux de récupération des standards internes misent dans l'échantillon selon la formule suivante :

$$\frac{\text{Concentration trouvée}}{\text{Concentration théorique}} \times 100$$

Si le taux est compris entre 70% 130% le résultat est fiable.

Expression des résultats :

$$W_n = \frac{m_{ex}}{m} \times \frac{P_{w_s}}{100}$$

W_n : la concentration de chaque composé de HAP trouvé dans le sédiment séché en $\mu\text{g/g}$ (mg/Kg)

m_{ex} : la quantité de chaque composé de HAP dans l'extrait en μg .

m : la masse du sédiment utilisé pour l'extraction en g.

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Pw_s : le pourcentage massique d'humidité présente dans le sédiment séché (ce facteur n'est pas utilisé si le sédiment est déjà séché).

$$Pw_s = \frac{W_d}{W} * 100$$

W : la masse du sédiment avant séchage.

W_d : la masse du sédiment après séchage.

$$Pw = \frac{W - W_d}{W} * 100$$

Pw : le pourcentage en eau

10. limites de Détection

noms	Limites de détection ($\mu\text{g/Kg}$)	Limites de quantification ($\mu\text{g/Kg}$)
Acénaphthènes	30	70
Fluorene	6	20
Phénanthrène	1	4
Anthracène	2	6
Fluoranthene	0.6	2
Pyrène	1	4
Benz[a]anthracène	1	4
Chrysene	1	3
Benzo[b]fluoranthene	7	20
Benzo[a]Pyrène	7	30
3-Methylcholanthrene	7	30
Indeno (1, 2,3-cd) Pyrène	8	30
Dibenzo [a, h] anthracène	10	30
Benzo [ghi] perylene	20	50

11. Référence

ISO 18287

12. Enregistrement et Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Février 2010: première Révision faite par M^{me} NECHAOUNI Leila et
M^{me} KIMRI Leila

Modifié: 2012/6/19

SOP No.LRC/PAH/2.01

26/60

Titre:**Mesure de la Conductivité Electrique (χ)****Normes internationales: ISO : 7888; 1989****Qualité de l'eau****Domaine :****Analyse de l'eau****Réalisée par :****M. HOUAS Omar****Date de préparation****Janvier 2012****Responsable :****M. HOUAS Omar****Date d'approbation :****Juin 2012****Approuvé par :****M. MOALI Mohamed****1. Eléments ciblés:**

Mesurer la conductivité électrique de tous types d'eau.

Domaine d'application

La conductivité électrique peut être utilisée pour contrôler la qualité : des eaux de surface ; des eaux dans la distribution de l'eau et les stations de traitement, et les eaux résiduaires.

Principe :

Le pH est l'unité de mesure qui définit le degré d'acidité ou d'alcalinité d'une solution. Il est généralement mesuré sur une échelle de 0 à 14. La valeur du pH quantifie le degré d'activité de l'ion hydrogène d'un acide ou d'une base en terme d'activité de l'ion hydrogène.

Définition et Principe:

La conductivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes. La plupart des matières dissoutes dans l'eau se trouvent sous forme d'ions chargés électriquement. La mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la quantité de sels dissous dans l'eau.

2. Précautions de sécurité:

De façon à conserver et à garantir le bon état de fonctionnement, l'utilisateur doit observer les précautions de sécurité ainsi que les avertissements figurant dans le manuel d'utilisation.

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

Conductimètre inoLab® Cond 720

Appareillage universel Meter WTW Multi Line P4

Cellule de conductivité standard

TTETRA Con® 325

Modified: 2012/6/20**SOP No.LRC/CND/1.01****27/60**

3.2 Matériel :

- (1) Becher de calibration et de mesure
- (2) Bêchers : de capacité 250ml.
- (3) Erlenmeyer de capacité 250 à 300ml
- (4) Papier hygiénique
- (5) Pissette
- (6) Fiole jaugée de 100ml
- (7) Dessiccateur

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Pour cette analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:

N°	Réactifs	Formule chimique	N° CAS(	Marque
1	Etalon de conductivité	KCl 0.01M	1413 $\mu\text{S/cm}$ à 25°C	Panreac
2	Control standard conductivity cells	KCl 0.01M	1278 $\mu\text{S/cm}$ à 20°C 1413 $\mu\text{S/cm}$ à 25°C	WTW
3	Chlorure de potassium	KCl	99%	

3.4 Préparation des Réactifs:**3.4.1 Solution de potassium chlorure 0.1 mol/L**

Dissoudre 0.7456 g de KCl dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter avec de l'eau distillée à 100ml.

3.4.2 Solution de potassium chlorure 0.01 mol/L

Prendre 10ml de la solution KCl 0.1M dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter avec de l'eau distillée à 100ml.

NB : sécher le potassium chlorure 2 heures à 110°C, refroidir dans le dessiccateur.

4. Calibration / Etalonnage :

a conductivité est également fonction de la température de l'eau, elle est plus importante lorsque la température augmente. Les résultats doivent donc être présentés pour une conductivité équivalente à 20 ou 25°C. Les appareils de mesure utilisés sur le terrain font généralement la conversion automatiquement.

Ce paramètre doit impérativement être mesuré sur le terrain. La procédure est facile, et permet d'obtenir une information très utile pour caractériser l'eau (χ à 25°C) :

$\chi = 0.005 \mu\text{S/cm}$	eau déminéralisée
$10 < \chi < 80 \mu\text{S/cm}$	eau de pluie
$30 < \chi < 100 \mu\text{S/cm}$	eau peu minéralisée, domaine granitique
$300 < \chi < 500 \mu\text{S/cm}$	eau moyennement minéralisée, domaine des roches carbonatées (karst)
$500 < \chi < 1000 \mu\text{S/cm}$	eau très minéralisée, saumâtre ou saline
$\chi > 30000 \mu\text{S/cm}$	eau de mer

4.1 Etalonnage de la constante de la cellule :

Les constantes des cellules sont normalement déterminées comme 1.0 – 1.1. Avec le temps il peut changer, elles doivent être ré-déterminées avec une solution de 0.01M KCl ou 0.1M KCl (voir le mode d'emploi).

Il suffit de faire un test de la valeur de la constante tous les 6 mois.

Les valeurs (χ) $\mu\text{S/cm}$ théoriques en solution de 0.01M KCl et en solution de 0.1M KCl sont les suivantes :

T °C	(χ) $\mu\text{S/cm}$ de KCl 0.01M	(χ) $\mu\text{S/cm}$ de KCl 0.1M
15	1147	
16	1173	
17	1199	
18	1225	11190
19	1251	11430
20	1278	11670
21	1305	11910
22	1332	12150
23	1359	12390
24	1386	12640
25	1413	12880

La constante de la cellule est calculée :

$$C = \frac{\text{Valeur théorique}}{\text{Valeur mesurée}}$$

Si l'appareil n'a pas la possibilité de corriger la constante de la cellule, il faut multiplier la valeur trouvée avec la constante de cellule.

4.2 Mesures : Directe, Titrations

L'électrode pH peut être utilisée pour des mesures directes (mesure des valeurs pH).

Ou pour des mesures indirectes comme indicateur de titration (mesure de l'alcalinité et/ou d'acidité).

En tout cas l'électrode doit être étalonnée avant les mesures.

5. Evaluation et Mesure:

5.1 Mesure

Plonger l'électrode dans le médium à mesurer.

Faire attention qu'il n'y a pas de bulles d'air dans la cellule.

Attendre que la valeur se stabilise.

Noter la conductivité (mS/cm) ou ($\mu\text{S/cm}$) dans votre registre de mesures.

La conductivité est automatiquement corrigée à 25°C.

Nettoyer l'électrode immédiatement avec de l'eau distillée.

5.1.1 Mode Opérateur (inoLab® Cond 720):

- Poser l'appareil de mesure sur une surface plane

- Raccorder la cellule de mesure de la conductivité à l'appareil de mesure.

- Allumer l'appareil, à l'écran s'affiche rapidement le test d'affichage.
- L'appareil de mesure commute ensuite automatiquement sur le mode de mesure sélectionné en dernier lieu
- calibrer ou contrôler l'appareil de mesure avec la sonde
- Contrôler la constante de cellule [C] :
 - Appuyer sur la touche (CAL) et répéter la pression jusqu'à ce que l'indication LF CELL apparaisse
 - Appuyer sur la touche RUN ENTER La constante de cellule sélectionnée en dernier lieu s'affiche
 - Retour au mode de mesure: appuyer sur la touche (M) lorsque la constante de cellule est affichée
- Sélectionner le mode de mesure avec M.
- Immerger la cellule de mesure de la conductivité dans le milieu de mesure
- Appuyer sur la touche M jusqu'à ce que le symbole de conductivité apparaisse dans le champ d'affichage de l'état. Selon le réglage, l'une des indications suivantes apparaît au visuel
- Attendre que la valeur mesurée soit stable. Même procédure suivie pour la température, salinité et Résidu d'évaporation (TDS)

5.2 Evaluation et expression des résultats :

Le résultat doit être exprimé par $(\chi)_{25}$, en milli siemens par mètre ou autres unités, c'est-à-dire par la conductivité électrique à 25° C

Exemples : $(\chi)_{25} = 2,52 \text{ mS} / \text{m}$ Température de mesure 25,0 ° C

6. Caractéristiques Techniques:

*Modèles : inoLab® Cond 720 Conductimètre tout simplement fiable, y compris TetraCon® 325 et accessoires

*Plages de mesure -

Conductivité: 0,0 $\mu\text{S/cm}$... 500 mS/cm

- Résolution : En 5 plages de mesure ou AutoRange, en plus pour

C = 0,1 cm-1: 0,00 $\mu\text{S/cm}$... 19,99 $\mu\text{S/cm}$

C= 0,01 cm-1: 0,000 $\mu\text{S/cm}$... 1,999 $\mu\text{S/cm}$

- Température : -5,0 ... +99,9 °C

- Salinité : 0,0 ... 70,0

- TDS: 0 ... 1999 mg/l

Résistance spéc. 0,000 ... 1999 M Ωcm

*Précision (± 1 digit)

- Conductivité: $\pm 0,5 \%$ de la valeur mesurée

- Température: $\pm 0,1 \text{ K}$

*Température de référence : au choix 20 °C ou 25 °C*Constante de

*cellule: fixe 0,475 cm-1, 0,1 cm-1 et 0,01 cm-1 réglable

au choix de 0,25 ... 2,5 cm-1 und 0,09 ... 0,11 cm-1

* Calibration: avec 0,01 mol KCl

7. Contrôle de la qualité

Il suffit de faire un test de la valeur de la constante de la cellule chaque mois.

8. Maintenance, nettoyage et stockage:**8.1 Maintenance :**

Pas de maintenance spéciale ; l'électrode doit être nettoyée avec de l'eau savonneuse ou des détergents sans frotter.

8.2. Nettoyage :

Essuyer l'appareil de mesure de temps à autre avec un chiffon humide ne peluchant pas. Si nécessaire, désinfecter le boîtier à l'isopropanol.

Rincer la sonde toujours avant et après des mesures avec beaucoup d'eau distillée, le cas où la sonde est très sale, rincer en premier avec beaucoup d'eau claire, et après avec de l'eau distillée.

8.3. Stockage :

La sonde (électrode de conductivité) est toujours conservée au sec après avoir été soigneusement nettoyée.

Message d'erreur	Cause	Remède
*OFL :	-Valeur mesurée située hors de la plage de mesure -Cellule de mesure non raccordée -Câble rompu	- Raccorder la cellule de mesure -Remplacer la cellule de mesure
*E3 :	-Cellule de mesure souillée -Solution de calibration inappropriée	-Nettoyer la cellule, la changer si nécessaire -Contrôler les solutions de calibration
*LoBat :	-Piles largement épuisées	-Changer les piles
*Appareil ne réagit pas aux touches activées	-Etat de fonctionnement indéfini ou charge inadmissible CEM	-Remise à zéro processeur: Appuyer sur la touche (AR) et allumer l'appareil
*Vous aimeriez savoir quelle version de logiciel est utilisé par l'instrument	-Par exemple question du Service WTW	-Appuyer sur la touche (AR) et allumer l'appareil La version du logiciel s'affiche

9. Référence

ISO:10523:1994 Qualité de l'eau
Mode d'emploi inoLabCond 720

10. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

Janvier 1, 2012: La première révision faite par Mr HOUAS Omar.

Modifié: 2012/6/20

SOP No.LRC/CND/1.01

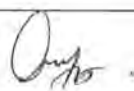
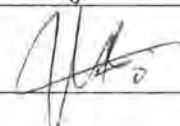
31/60

Procédures D'operations Standards

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

Dosage de l'oxygène dissous (Méthode électrochimique à la sonde)

Normes internationales: ISO : 5814; 1990**Qualité de l'eau**

Domaine :	Réalisée par :
Analyse de l'eau	M ^{elle} SAOUD Hadda 
Date de préparation	Responsable :
Janvier 2012	M. HOUAS Omar 
Date d'approbation :	Approuvé par :
Juin 2012	M. MOALI Mohamed 

1. Eléments ciblés:

Détermination de l'oxygène dans les eaux environnementales (les eaux naturelles, résiduelles et salines) et les eaux industrielles.

Domaine d'application

La présente norme internationale prescrit une méthode électrochimique de dosage de l'oxygène dissous dans les eaux à l'aide d'une cellule électrochimique qui est isolée de l'échantillon par une membrane perméable au gaz.

Définition et Principe:

Une sonde à oxygène comporte dans le cas le plus simple une électrode de travail et une contre-électrode. Ces deux électrodes se trouvent dans un système électrolytique séparé de l'échantillon par une membrane perméable au gaz. L'électrode de travail réduit les molécules d'oxygène en ions hydroxydes. Lors de cette réaction électrochimique, un courant passe dans la sonde, partant de la contre-électrode en direction de l'électrode de travail. Plus la solution mesurée contient d'oxygène, plus ce courant signalétique est fort. A partir de ce signal, l'oxymètre calcule à l'aide d'une fonction de dissolution la concentration en oxygène de la solution mesurée.

2. Précautions de sécurité:

La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour assurer la sécurité environnement et la sécurité du personnel de laboratoire. Dans cette analyse, il est demandé de porter des gants, Blouse et :

- de Vérifier l'état du matériel avant les manipulations
- Ne rien laisser trainer au sol ou sur les paillasses
- Ranger le matériel une fois utilisé
- Lire les instructions inscrites sur le matériel
- Ne jamais manipuler seul
- Se laver les mains avant et après les manipulations
- Suivre les précautions particulières liées aux produits que l'on va employer.

Modified: 2012/6/20

SOP No.LRC/OX/1.01

32/60

3. Appareillage, Matériels, Produits Chimiques et Réactifs

3.1 Appareillage

- Oxymètre inolab oxi 730 et ses accessoires.
- Multi paramètre (WTW. MULTILINE P4)
- Agitateur magnétique stirrer VELD Scientifica.
- Balance analytique. Marque SARTORIUS model: BP 221S. Max: 220 g; d=0.1mg

3.2 Matériel :

- (1) Barreaux Magnétiques
- (2) Bêchers
- (3) Fioles de 100ml
- (4) Papier hygiénique
- (5) Pissette

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Pour cette analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:

N°	Réactifs	Formule chimique	N° CAS(	Marque
1	Acid chlorhydrique	HCl	37%	BIOCHIM
2	Solution de Potassium chlorure 0.01 mole/l	KCl	E/SET 300 572	WTW
3	Solution électrolyte pour électrode d'O ₂ dissous	NaH ₂ PO ₄	99%	PROLABO
4	Solution nettoyage pour électrode d'O ₂ dissous	-	RL-205 204	WTW

3.4 Préparation des Réactifs:

3.4.1 Composition de la solution de thio-urée (nettoyage) :

1 – 2% Thio-urée en 1M HCl. (Si thio-urée n'est pas disponible : 5% eau ammoniacale).

3.4.2 Composition de l'électrolyte de référence :

100ml 1M KCl + 1ml 0.01M NaH₂PO₄p.a

4. Etalonnage :

L'étalonnage est effectué dans le bécher d'étalonnage et de stockage Oxi Cal-S, dont l'éponge doit être humidifiée.

Connecter l'électrode d'oxygène et laisser s'écouler le temps de polarisation (peut demander presque une heure la première fois) ;

L'appareil affichera READY quand il sera prêt.

Presser le bouton MODE RUN de façon à placer l'instrument dans le mode Cal.

Presse rapidement MODE RUN (affichage ---) ; après un moment la pente relative de l'électrode apparaît (entre 0.6 et 1.2).

Il est important que cette valeur reste plus grande que 0.6, au cas où elle tombe sous 0.75, l'électrode doit être nettoyée ou galvanisée.

Retirer du bécquet d'étalonnage et de stockage Oxi Cal -S pour mesurer.

5. Evaluation et Mesure:

Effectuer la mesure sur le médium à analysé en se conformant aux instructions du fabricant de l'appareil.

5.1 Mode Opérateur :

- Poser l'appareil de mesure sur une surface plane
- Raccorder la sonde à oxygène à l'appareil de mesure
- Allumer l'appareil
- calibrer ou contrôler l'appareil de mesure avec la sonde
- choisissez un paramètre de Mesure (la concentration en oxygène ou saturation en oxygène sinon pression partielle en oxygène) En appuyer sur la touche (M) jusqu'à ce que l'indication de paramètre s'affiche sur l'écran.

*NB : lors de la mesure de concentration de milieu de mesure dont la teneur en sel est supérieur à 1g/l, il faut procéder à une correction de teneur d'oxygène comme suit : Activer la correction de la teneur en sel avec la touche de direction, à l'écran apparaît l'indication SAL, Lors de la mesure, la teneur en sel réglée est prise en compte .par la suite désactiver la correction de la teneur en sel, l'indicateur SAL s'éteint.

6. Evaluation et expression des résultats :

Exprimer la concentration de l'oxygène dissous en milligrammes d'oxygène par litre, en noter le résultat à la première décimale.

Soit par le taux de saturation (%)

EXEMPLE ; O₂ dissous 7.20 mg/l ou 80% en saturation

7. Caractéristiques Techniques:

*Modèles : inoLab® Oxi 730

*Plages de mesure

- Concentration O₂: 0,00 ... 19,99 mg/l, 0,0 ... 90,0 mg/l**
- Saturation O₂ : 0,0 ... 199,9%, 0 ... 600%**
- Pression partielle O₂: 0,0 ... 199,9 mbar, 0 ... 1250 mbar
- Température:-5,0 ... +50,0 °C

* = dépend de la sonde oxygène et du milieu

*Précision (± 1 digit)

- Concentration O₂: ± 0,5% de la valeur mesurée
- Précision Saturation O₂: ± 0,5% de la valeur mesurée
- Température: ± 0,1 K

*Compensation: -0 ... +50 °C automatique par compensation IMT

*Correction de salinité: automatique de 0,0 ... 70,0 réglable par l'afficheur

*Calibration : Calibration rapide OxiCal® dans OxiCal®-SL

*Longueur (mm) 250

*Largeur (mm) 300

*Hauteur (mm) 70

*Poids Kg Environ 1,3

*T° de Stockage -25°C.....+65°C

*T° de Fonctionnement 00°C.....+55°C

*Humidité Moyenne annuel :<75%

*Humidité relative 30 jours /an : 95%

*Humidité Admissible Reste des jours : 85%

*Correction de la pression automatique par sonde de pression
atmosphérique intégrée dans la plage 500 ...1100 mbar

*EMV : Réglementation UE 89/336/CEE, EN 61326-1:1997, EN 61000-3-2 A14:2000, EN 61000-3-3:1995, FCC Class A

*Sécurité de l'appareil Réglementation UE 73/23/CEE

*Classe de protection 3, EN 61010-1 A2 :1995

*Catégorie climatique 2, VDI/VDE 3540

8. Maintenance, nettoyage et stockage:

8.1 Maintenance :

L'électrode est prête à être utilisée quand elle est livrée .la régénération est nécessaire à la fin de la vie de l'électrolyte ou de la tête de membrane (voir le manuel) ou si l'électrode ne fonctionne pas bien (membrane endommagée ou contamination de l'électrolyte).

8.1.1 Remplacement de la tête de membrane :

Déconnecter l'électrode de l'instrument.

Dévisser la tête de membrane.

Rincer l'électrode avec de l'eau claire, si nécessaire, la laver.

Remplir la nouvelle tête avec la solution électrolyte :

Avec la tête de membrane inclinée, mouiller de quelques gouttes d'électrolyte la membrane et la grille d'activité.

Alors bien remplir toujours avec la solution d'électrolyte, l'espace pour l'électrolyte.

Introduire l'électrode verticalement dans la tête et visser.

Le surplus de l'électrolyte s'enfuit.

S'il ya des bulles d'air dans la tête de membrane, le remplissage doit être recommencé.

8.2 Nettoyage :

Essuyer l'appareil avec un chiffon humide (éviter l'utilisation des produits chimique tel que les solvants). Si nécessaire, désinfecter le boîtier à l'isopropanol.

Il est recommandé de nettoyer l'électrode avec des détergents, mais sans frotter la surface de la membrane Téflon.

Enfin rincer avec beaucoup de l'eau claire et laisser l'électrode toujours dans le tube dans des conditions humides.

8.3. Stockage :

L'électrode est stockée dans le tube OXICAL avec l'éponge humide (eau distillée).

L'électrode doit être polarisée pendant 5 – 10min avant d'être calibrée, si elle a été déconnectée de l'appareil.

9. Résolution des problèmes et vérifications fonctionnelles :

Message d'erreur	Cause	Remède
*OFL :	- Plage d'affichage dépassée - Sonde à oxygène: - Non raccordée - Câble rompu - Usée - Court-circuit entre électrode or et électrode plomb	- Raccorder la sonde - Changer la sonde - Changer la sonde - Nettoyer la sonde, la changer si nécessaire
*E3	- Calibration incorrecte - Sonde à oxygène: - Solution électrolyte usée - Membrane souillée - Système d'électrodes contaminé - Trop vieille - Cassée	- Nettoyer la cellule, la changer si nécessaire - Régénérer la sonde - Nettoyer la membrane - Régénérer la sonde - Changer la sonde - Changer sonde
*E7:	- Membrane endommagée - Tête de membrane pas assez serrée	- Régénérer la sonde - Serrer la tête de membrane
*AR clignote sans cesse pendant longtemps	- Pas de valeur mesurée Stable - Membrane souillée	- Nettoyer la membrane
*Symbole de sonde clignote	- Intervalle de calibration écoulé	- Calibrer à nouveau le système de mesure
*Indication LoBat	- Piles largement épuisées	- Changer les piles
*Indication to	- Time-out de l'interface	- Vérifier l'appareil raccordé
*Valeur mesurée trop faible	- Passage de fluide insuffisant	- Exposer la sonde au passage de fluide
*Valeur mesurée trop élevée	- Teneur élevée en substances dissoutes - Des bulles d'air viennent percuter la membrane à vitesse élevée - La pression de gaz carbonique est trop élevée > 1 bar	- Corriger fonction de solubilité au moyen de l'équivalent de salinité - Ne pas exposer la membrane directement au passage du fluide - pas de mesure possible

9. Référence

ISO:5814:1990 Qualité de l'eau
Mode d'emploi inoLabCond 7300

10. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

Janvier 1, 2012: La première révision faite par M^{elle} SAUD Hadda

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:**Détermination du pH****Normes internationales: ISO : 10523; 1994****Qualité de l'eau****Domaine :****Réalisée par :****Analyse de l'eau****M^{lle} SAOUD Hadda****Date de préparation****Responsable :****Janvier 2012****M. HOUAS Omar****Date d'approbation :****Approuvé par :****Juin 2012****M. MOALI Mohamed****1. Eléments ciblés:**

Mesure basée sur la détermination de concentration en ions oxonium H_3O^+ dans les eaux environnementales (les eaux naturelles, résiduaires et salines) et les eaux industrielles.

Domaine d'application :

La présente méthode est applicable à tous les types d'échantillons d'eau potable ou résiduaire de pH compris entre 03 et 10. (Eaux usées et sur certaines eaux de surfaces)

Principe :

Le pH est l'unité de mesure qui définit le degré d'acidité ou d'alcalinité d'une solution. Il est généralement mesuré sur une échelle de 0 à 14. La valeur du pH quantifie le degré d'activité de l'ion hydrogène d'un acide ou d'une base en terme d'activité de l'ion hydrogène

2. Précautions de sécurité:

La sécurité en laboratoire doit être réalisée pour assurer la sécurité environnement et la sécurité du personnel de laboratoire. Dans cette analyse, il est demandé de porter des gants, Blouse et :

- de Vérifier l'état du matériel avant les manipulations
- Ne rien laisser trainer au sol ou sur les paillasses
- Ranger le matériel une fois utilisé
- Lire les instructions inscrites sur le matériel
- Ne jamais manipuler seul
- Se laver les mains avant et après les manipulations

Suivre les précautions particulières liées aux produits que l'on va employer.

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

pH mètre 3510 et ses accessoires (Sonde, solution de calibration ...etc.)

Modified: 2012/6/20**SOP No.LRC/PH/1.01****38/60**

Multi paramètre (WT . MUTILINE P4)

Agitateur magnétique

3.2 Matériel :

- (1) Barreaux Magnétiques
- (2) Bécher
- (3) Pissette

3.3 Produits chimiques et réactifs:

Pour cette analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue

3.3.1 Liste des produits chimiques nécessaires:

N°	Réactifs	Formule chimique	N° CAS	Marque
1	Solution tampon de pH 4	pH 4	77-24-76 Potassium Hydrogen phthalate	WTW
2	Solution tampon de pH 7	pH 7	7778-77-0 Potassium dihydrogen phosphate 10028-24-7 di-sodium hydrogen phosphate	WTW
3	Solution tampon de pH 10	pH 10	877-24-7 Glycin	WTW
4	Solution de nettoyage			WTW
5	Solution KCl 3M	KCl	7447-40-7	WTW

4. Calibration / Etalonnage :

La calibration est automatiquement exécutée avec des tampons aux pH 7 et pH 4, ou manuellement.

4.1 Mode Opérateur :

- Brancher les sondes de pH et température ainsi que l'alimentation électrique
- Entrer dans le mode « SETUP » paramétré l'instrument comme souhaité (valider chaque choix à l'aide de la touche « ENTER » puis appuyer sur « ESC » pour sortir du mode « SETUP »)
- Appuyer sur la touche « CAL », plonger l'électrode pH et Température dans le premier tampon pH et agiter.
- Appuyer sur « CAL » une fois la lecture stable. Répéter cette procédure pour les autres tampons
- Placer l'électrode pH et température dans un échantillon inconnue et agiter
- Lire la valeur de pH indiquée
- Appuyer sur la touche « STO » pour mémoriser le résultat obtenu
- Sélectionner le mode Résultats pour visualiser les mémorisées
- Utiliser les flèches de direction pour basculer du mode « pH » au mode « mv »

4.2 Mesures : Directe, Titrations

L'électrode pH peut être utilisée pour des mesures directes (mesure des valeurs pH).

Ou pour des mesures indirectes comme indicateur de titration (mesure de l'alcalinité et/ou d'acidité).

En tout cas l'électrode doit être étalonnée avant les mesures.

5. Expression des résultats:

Indiquer le pH à deux décimaux près, et indiquer la température de mesure au degré près.

EXEMPLE ; pH 8.45, mesuré à 10.2°C

pH 7.62, mesuré à 16.4°C en laboratoire, 2h Après L'échantillonnage

6. Contrôle qualité

L'électrode est calibrée au niveau du labo ; une re-calibration est seulement nécessaire si on mesure dans des solutions avec des valeurs pH extrêmes (pH < 3 ou pH > 10).

7. Caractéristiques Techniques:

*Modèles : PH mètre 3510

*pH (étalonnage 1,2 ou 3 points)

- Gamme : -2,000 à 16,000 pH

Résolution : 0,001 / 0,01 / 0,1 pH

- Précision : $\pm 0,003$ pH

*mV (absolus ou relatifs)

- Gamme : 1999 à +1999 mV

- Résolution : 0,1 mV

- Précision : $\pm 0,2$ mV

- Impédance d'entrée > 1012 ohms

*Mesure de température

- Gammes : -10 à +105°C / 14 à 221°F

- Résolution : 0,1°C / 1°F

- Précision : $\pm 0,5^\circ\text{C}$ / $\pm 1^\circ\text{F}$

*Gamme CA T : 0 à 100°C / 32 à 212°F

*Compensation manuelle en T° 0 à 100°C / 32 à 212°F

*Sélection automatique du tampon

Jenway (2,00 ; 4,00 ; 7,00 ; 9,20 et 10,00)

DIN (3,06 ; 4,65 ; 6,79 ; 9,23 ; 12,75)

NIST (1,68 ; 4,01 ; 6,87 ; 9,18 ; 12,45)

JIS (1,68 ; 4,01 ; 6,87 ; 9,18 ; 12,45) ou tampons saisis manuellement

*Etalonnage : 1, 2 ou 3 points sélectionnable par l'utilisateur

*Sorties : Analogique 1 mV par 0,01 pH

RS232

*Affichage : LCD personnalisé rétro-éclairé

*Alimentation : Alimentation 9 Vca

*Taille : 275 (L) x 240 (l) x 150 (P) mm

*Poids : 850 g

8. Maintenance, nettoyage de pH mètre 3510 :**8.1 Maintenance :**

Il est uniquement nécessaire de garder les surfaces externes propres et exemptes de poussière. Pour ajouter une protection en-dehors des périodes d'utilisation, mettre l'appareil hors tension et le recouvrir de la housse de protection optionnelle.

8.2 Nettoyage :

Pour les utilisations générales, les électrodes combinées peuvent être nettoyées à l'aide d'une solution de détergent doux ou d'une solution commerciale de nettoyage de verrerie (à condition qu'elles ne soient pas fortement acides). Essuyer la surface de l'électrode avec un chiffon propre imprégné de l'agent nettoyant, et/ou laisser la membrane reposer dans la solution jusqu'à ce qu'elle soit propre. Rincer et répéter si nécessaire. Les électrodes ayant séché doivent être laissées à tremper pendant la nuit dans de l'eau distillée chaude.

Ne pas utiliser de solvants tels que le tétrachlorure de carbone, le trichloréthylène, le pétrole, l'éther, etc. pour nettoyer les électrodes possédant un corps en plastique ou un manchon de protection en plastique.

9. Référence

ISO:10523:1994 Qualité de l'eau
Mode d'emploi pH mètre 3510

10. Enregistrement et révisions des modes opératoires normalisés

Janvier 1, 2012: La première révision faite par M^{elle} SAOUD Hadda.

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:

Fonctionnement de l'évaporateur rotatif

Normes internationales:

Objectifs:

Concentration des échantillons

Réalisée par:

M^{me} KIMRI Leila

Date de préparation

Février 2012

Responsable par

M^{me} NeCHAOUNI LeilaM^{me} KIMRI LeilaM^{me} Omri lynda

Date d'Approuvé

juin 2012

Approuvé par:

M. MOALI Mohamed

1. Principe**1.1 Principe de fonctionnement:**

L'évaporateur rotatif est un appareil utilisé en chimie afin de distiller rapidement des solvants, dans le but de concentrer partiellement une solution. Le principe de cet appareil est basé sur la distillation sous vide (partiel). La solution est mise en rotation pour éviter des bulles d'ébullition trop grosses ou mousseuses, puis la pression est diminuée avec une pompe et la solution est chauffée en fonction du solvant à éliminer pour accélérer l'évaporation.

2. les parties de l'évaporateur rotatif:

- L'évaporateur rotatif de marque Heidolph LABOROTA est constitué de différentes parties :
- Un bain-marie d'eau de marque Heidolph (jusqu'à 180°C) afin de chauffer la solution à concentrer.
- Un ballon d'échantillon dont la forme est adaptée et il est plongé dans le bain-marie.
- Un réfrigérant de marque Heidolph2 qui condense les gaz.
- Un ballon réceptacle de marque Heidolph1 dans lequel les gaz condensés sont recueillis.
- Un dispositif de marque LABOROTA 4000-efficient qui fait tourner le ballon suivant son axe de symétrie afin de permettre une homogénéisation du milieu et une évaporation tranquille. (jusqu'à 270 rpm)
- Un refroidisseur de marque Julabo.

Modified: 2012/6/20

SOP No.LRC/REV/1.01

42/60

- Une pompe écologique ECO2 de marque Buchi (Vaccum pump V-700) avec un cadron (Vaccum controller V-850).

3. Utilisation et fonctionnement

3.1. Réglage de l'inclinaison du ballon de l'évaporateur

Pour modifier l'inclinaison du ballon de l'évaporateur, tourner l'entraînement rotatif. Pour cela, prenez le réfrigérant de la main droite, tournez le bouton gris (1) d'au moins 1 tour vers la gauche vers « Unlock » et pivotez prudemment le réfrigérant jusqu'à l'obtention de l'inclinaison souhaitée du ballon.



Figure 1.

Tournez de nouveau le bouton rotatif (1) dans la direction « lock ».

3.2. Utilisation du dispositif de levage manuel

Le dispositif de levage est actionné à l'aide de la grosse poignée(3) située à l'avant de l'appareil.

Abaissez la poignée(3) « push » pour déverrouiller le dispositif de levage. Actionnez la poignée(3) vers la gauche pour descendre, vers la droite pour monter l'entraînement complet avec le jeu de verres et le ballon d'évaporation.



Figure 2

Lorsque vous relâchez la poignée (3) « push », le dispositif de levage se verrouille automatiquement dans la position choisie.

3.3 Réglage de la profondeur de plongée du ballon

Le dispositif de levage permet également de plonger le ballon d'évaporation dans le liquide du bain. Pour que le ballon d'évaporation plonge toujours à la même profondeur dans le liquide lors de l'utilisation de l'évaporateur rotatif, il est pratique de fixer la profondeur de plongée.



Figure3

Pour cela, débloquez le bouton rotatif noir (2 figure 1) sur la colonne de levage en le tournant vers la gauche. La butée en hauteur (5 figure 3) tombe en bas (aidez-la à la main si nécessaire). Descendez le dispositif de levage jusqu'à ce que la profondeur de plongée souhaitée dans le bain chauffant (4) soit atteinte. Il faudra peut-être là aussi pousser légèrement la butée en hauteur (5) à la main si le dispositif de levage ne se déplace.

Bloquez le bouton rotatif (2 figure 1) en le tournant vers la droite. La profondeur de plongée du ballon d'évaporation est maintenant réglée de manière fixe.

Si la profondeur de plongée n'est pas tout à fait satisfaisante lors du premier réglage, recommencez l'opération.

3.4 Déplacement du bain chauffant



Figure 4

Les pieds du bain chauffant étant installés dans des rails, le déplacement peut se faire de la distance nécessaire sans que cela pose problème.

Si nécessaire, après le décalage, réglez de nouveau la profondeur de plongée et l'inclinaison du ballon d'évaporation.

3.5 Remplissage du bain chauffant

Si vous utilisez de l'eau déionisée ou distillée comme caloporteur, mélangez-la à 0,2 % de borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (protection contre la corrosion).

L'utilisation de l'eau du robinet comme caloporteur peut causer des dépôts calcaires dans le bain chauffant et cela peut provoquer la création précoce de rouille en raison de corrosion.

4. Recommandations

- Le réfrigérant et les ballons sont bien nettoyés pour éviter toutes contaminations.
- Une fois la concentration terminée, arrêter la pompe et évacuer l'air à partir du réfrigérant pour pouvoir enlever le ballon qui comporte la solution concentrée.
- Rincer l'axe de rotation avec le solvant utilisé après chaque concentration d'échantillon
- Nettoyer le bain chauffant régulièrement et enlever les dépôts calcaires.
- N'utilisez jamais le bain chauffant sans liquide.
- La hauteur de remplissage minimale et maximale est indiquée par des marques l'intérieur du réservoir.
- La hauteur de remplissage max ne doit être atteinte que lorsque les ballons d'évaporation sont immergés.
- Le bain chauffant peut être transporté en toute sécurité au moyen des deux poignées.

5. Référence

Operation manual of purification d'eau Nex power 1000

6. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opératoires Normalisés

première révision faite par M^{me} Kimri

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:**Balance analytique SARTORIUS BP 221S****Normes internationales:**

ISO 9001 / ISO 14001

Objectifs:**Daily calibration****Réalisée par:****M. TILLOU****Date de préparation****Février 2012****Responsable par****M. TILLOU****Date d'Approuvé****juin 2012****Approuvé par:****M. MOALI Mohamed****1. Spécifications de système:**

La balance analytique est un appareil de mesure très utilisé au laboratoire. Elle sert à peser les aliquotes d'échantillons ainsi que les produits chimiques servant à la préparation de réactifs. En effet, le degré de précision des résultats d'analyses effectuées au laboratoire dépend étroitement de la justesse de cet appareil.

2. Caractéristiques techniques :

Certifié: ISO 9001

Certifié: CE

Marque: Sartorius

Model: BP 221s

Origine: République Fédérale d'Allemagne

Modèle	BP 221S	
Structure de l'étendue de pesée	Echelons multiples	
Étendue de pesée	g	220
Précision de lecture	g	0,0001
Étendue de tarage (soustractive)	g	-220
Reproductibilité (écart-type)	g	$\leq \pm 0,0001$
Écart de linéarité	g	$\leq \pm 0,0002$
Temps de mesure (typique)	s	≤ 2
Conditions réglementaires d'utilisation	°C	+5...+40
Gamme de température spécifiée	°C	+10...+30

Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/BAL/4.01****46/60**

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

Dérive de sensibilité +10...+30°C	/°C	≤ ±1·10 ⁻⁶
Dimensions du plateau	mm	Ø 80
Hauteur de la chambre de pesée	mm	225
Poids net, environ	kg	5,4
Dimensions (L x P x H)	mm	204x297x332
Valeur de poids d'ajustage externe (classe de précision minimale)	g	200 (E2)
Raccordement au réseau, tension par bloc d'alimentation STNG6	230 VAC ou 115 VAC	
	-20% ... +15%, protection IP 20	
Fréquence	Hz	48-63
Consommation (typ.)	VA	au maximum 16 ; typique 8
Durée de fonctionnement avec accumulateur externe YRB 05 Z en cas de charge totale, environ :	h	32
Interface intégrée	RS 232 C-S/V24-V28	
	; 7 bits ; parité paire, marque, impaire, espace ; Vitesse de transmission 150...19200 bauds, 1 ou 2 bits d'arrêt, handshake via logiciel/hardware	

3. Fonctionnement de l'appareil :

- Pour fournir des résultats précis, la balance a besoin d'un temps de préchauffage d'au moins 30 minutes.
- Appuyez sur une des deux touches tare pour mettre l'affichage pondéral à zéro.
- Déposez maintenant votre échantillon sur le plateau de la balance.
- Lisez le poids sur l'afficheur pondéral dès que l'unité «g» ou une autre unité sélectionnée apparaît comme symbole de stabilité.

4. Entretien et maintenance:**Nettoyage**

N'utilisez pas de produits de nettoyage agressifs (détergents ou produits similaires) mais un chiffon humecté d'eau savonneuse. Veillez à ce que le liquide ne pénètre pas dans l'appareil et essuyez avec un chiffon doux et sec.

Vous pouvez enlever des restes d'échantillon/ de poudre en utilisant avec précaution un pinceau à épousseter ou un aspirateur de table. Veillez à ce que liquide et poussières ne pénètrent pas dans la fente du plateau.

Une maintenance régulière de la balance par un spécialiste du service après-vente garantit une précision de mesure durable.

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/BAL/4.01**47/60*

5. Conseils d'installation:

L'appareil doit être installé dans un endroit respectant les conditions suivantes :

- poser la balance sur une surface stable et plane
- éviter les rayonnements de chaleur extrêmes, par exemple dus à un radiateur ou aux rayons du soleil directs, protéger la balance des courants d'air causés par des fenêtres ou des portes ouvertes, éviter les vibrations extrêmes pendant la pesée,
- protéger la balance d'un environnement corrosif
- la balance ne doit pas être utilisée dans une zone à risques d'explosions.
- N'exposez pas l'appareil trop longtemps à une humidité extrême.
- l'appareil continuellement branché.
- Mise à niveau de la balance avec le niveau à bulle afin de peser dans un plan strictement horizontal.

6. Control de qualité :

- Ajustage :

En ajustant, la balance se réadapte aux conditions ambiantes qui ont changé. (Voir manuel)

- La vérification périodique (mensuelle) de la balance pour s'assurer des informations transmises par la balance sont correctes.
- La balance doit être suivie d'une fiche de control périodique (cf. tableau suivant)

Date	Opérateur	Poids utilisé « g »	Poids trouvé « g »	Précision de la balance « g »	Conformité
Janvier					Oui ou Non
Février					

Poids de calibrage externes :

modèle de balance	Classe de précision (OIML)	Poids en «g»	Référence
BP 221S	E2	1x200	YCW 5228

5. Référence

Operation manual of purification d' SATORIUS 221S

6. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opératoires Normalisés

Première révision faite par M. TILLO

Titre:

Système de purification d'eau (Nex power 1000)

Normes internationales:

ISO 9001 / ISO 14001

Objectifs:

Purification d'eau

Réalisée par:

M. TILLOU

Date de préparation

mai 2012

Responsable par

M. TILLOU

Date d'Approuvé

juin 2012

Approuvé par:

M. MOALI Mohamed

4. Principe**1.1 Principe De purification de l'eau:**

Une eau pure (à 100%) est composée exclusivement de molécules d'eau en équilibre avec les ions hydroxyle et hydrogène ($10^{-7}M$ à $25^{\circ}C$). Cette composition fournit une résistivité électrique caractéristique de $18,2 \text{ Mohms.cm}$. Toutefois, l'eau ayant la capacité unique de dissoudre pratiquement tous les composés chimiques, dans une certaine mesure, et d'accueillir quasiment toutes les formes de vie, sa pureté est constamment menacée par cinq types d'impuretés. Il s'agit des particules en suspension, des composés inorganiques, des molécules organiques, des gaz dissous, ainsi que des microorganismes et de leurs biomolécules. Pour la production d'eau ultra pure de laboratoire, l'eau potable du robinet passe par une série d'étapes de purification visant à éliminer ces différents types d'impuretés.

2 Spécifications de système:

- Le Nex power 1000 est constitué de deux systèmes : système RO (osmose inverse) et UP (ultra pur), il peut y être produit de l'eau pure et l'eau ultra pure simultanément sur un même système compact.
- le pack filtre simplement échangeable.
- Disponible pour produire la classe mondiale de l'eau de qualité analytique.

3. Caractéristiques de Nex Power 1000

Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'e Certifié ISO 9001 (NO: K-920)

Certifié CE

Model : NEX POWER 1000

Série N° : NPG 1061020-01

Origine : Korea

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/EAU/1.01

49/60

4. Spécification :

Nex Power 1000	
Le débit du produit	Max.18L/Hr
Volume quotidien	60L/jours
Qualité de l'eau produite	ASTM Type II, I grade • Produit RO: 5 à 30 $\mu\text{S}/\text{cm}$ • Produit UP: < 18.3 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$
Affichage qualité de l'eau (Affichage numérique)	RO: de 0 à 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ UP : 1 à 18.3 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$
Pression de fonctionnement de la pompe	0 à 10 kg/cm^2
Température de l'eau d'alimentation	2 à 35 ° C
Indice de colmatage Max (SDI)	5
Taux de rejet de sel	99%
Fonction de sécurité	- basse pression d'eau du robinet ; - modos d'exploitation auto / manuel - fonctions d'arrêt automatique du moteur: 1- Pression faible 2- Réservoir plein 3- Suspension de l'approvisionnement en eau du Robinet
Données d'analyse de l'eau UP	(Unité : ppb) 1. TOC : 1~5 / 5~10 2. Silicate : <1 3. Métaux Lourds : <0,1 4. Microorganismes : <1 (cfu/ml)
Accessoires standards	1. prefilter, 14" A/C filter, Human RO Pack, Power UP Pack, 0,2 μm Capsule filter 2. Capteur de niveau, Manuel
Dimension (L x H x D)	400x638x530mm
Puissance	210~230V, 50/60Hz, 100W
Modèle	Scholar

5. Maintenance et entretien:

Pour le bon fonctionnement de l'appareil ainsi que pour avoir une meilleure qualité d'eau analytique :

- les filtres doivent être changés périodiquement comme c'est indiqué dans le tableau ci-dessous.
- Nettoyage régulier.
- Eliminer toute fuite d'eau à l'intérieur de l'appareil.

N°	FILTRE	Part N°	Symptômes	Période d'échange
1	10" Prefilter	HMC-10PF	Lorsque la couleur du filtre devient brune	20~40 jours
2	14" A/C filter	HMC-PR14AC	/	120 jours
3	Human RO Pack	HMC-RO Pack	Supérieure à 25 $\mu\text{S}/\text{cm}$	12~18 mois
4	Power Up Pack	HMC-UP Pack	Inférieure à 10 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$	12~18 mois
5	0.22 μm Capsule filter	HMC-0.22CF	/	12~18 mois

6. Méthode de changement des filtres

- Arrêter le système
- Fermer l'eau de robinet
- Appuyer sur RO puis UP → laisser le système fonctionner pendant 20 secondes
- Arrêter le système (pour enlever toute la pression d'écoulement d'eau dans le système) ensuite changer le filtre.

7. Contrôle de la qualité

- Fiche de maintenance de l'appareil :

Date	Heure	Opérateur	Remarque

- fiche de suivi de la qualité de l'eau produite :

Date	opérateur	RO	UP		Observation
		conductivité	conductivité	résistivité	

8. Référence

Operation manual of purification d'eau Nex power 1000

9. Enregistrement et les Révisions des Modes**Opérateurs Normalisés**

première révision faite par M. Tillou.



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

XRF

Procédures D'opérations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Détermination du Plomb dans les sédiments et sols par ED-XRF		
Domaine : Analyse de Sédiment	Réalisée par : M^{lle} Sophia AZOUANI M^{lle} Lynda Guerfi	
Date de préparation Janvier 2012	Responsable: M. HOUAS Omar	
Date d'approbation: Juin 2012	Approuvé par : M. MOALI Mohamed	
1. Élément ciblé Détermination du Plomb dans les sédiments et sols par ED-XRF. 2. Domaine d'application Le présent manuel décrit une méthode pour une macro analyse du Plomb dans des sédiments et ceci pour des concentrations variant de 0,32 mg/kg à 82.7mg/kg. Selon la directive de l'union européenne 86/278/EEC, la valeur limite tolérée du Pb dans les sols est de 50 mg/kg, nous considérons cette valeur comme référence pour la détermination des échantillons pollués. Grace à Cette technique une lecture rapide de la pollution dans la zone de l'oued el Harrach est donc facilement applicable. Ceci dit des modifications doivent être apportées à ce manuel pour une approche plus véritable du résultat final 3. Principe La XRF est une technique d'analyse globale élémentaire utilisée pour identifier et quantifier des éléments chimiques dans un échantillon. Ce dernier est irradié par des rayonnements X Ces rayons, lorsqu'ils possèdent une énergie suffisante, excitent les électrons des orbitales les plus proches du noyau de l'atome qui passe à un niveau d'énergie supérieure. Lors du retour à l'équilibre, l'atome se "désexcite" par transition d'un électron de niveau inférieur, ce qui confère à cet atome une énergie potentielle plus basse. Le surplus d'énergie est libéré sous forme d'un rayonnement X, caractéristique de chaque élément chimique.		
Modified: 2011/6/20	SOP No.LRC/XRP/2.01	52/60

Cet instrument est par cet effet conçu pour la détection et la mesure de divers éléments allant du sodium à l'uranium dans divers matrices. Les limites de détection varient de l'ordre de 10 à 100 ppm dans les phases liquide et solide.

4. Précautions de sécurité

- Les rayons X sont nuisibles, l'analyse d'échantillons par XRF doit être effectuée par un personnel qualifié et le panneau de couverture ne doit être retiré pour accéder à l'intérieur du spectromètre que par un technicien agréé.
- L'inhalation des poudres et poussières issues du traitement et de la manipulation des échantillons et standards présente un risque pour la santé humaine, il est fortement recommandé de porter un masque durant les différentes procédures de traitement.

5. Appareillage, Matériels, Produits Chimiques et Réactifs

5.1 Appareillage

(1) Spectromètre à dispersion en énergie :

- Xray tube : 9W Rhodium X-ray tube
- Detector : Si-PIN detector with thin Beryllium window
- Operation : with Minipal4 software
- Dimension : 530(W)×500(D)×220 (H)mm
- Spectrometer Chamber : 12 positions.

(2) Broyeur automatique « Retsch »

(3) mortier en agate

(4) Tamis 500 µm et 200 µm

(4) Port échantillon

(5) filme en polypropylène

5.2 Produits chimiques et réactifs

Pour cette analyse, utiliser uniquement des réactifs (standard) de qualité analytique reconnue

6. Calibration / Etalonnage

La calibration est exécutée avec des standards solides préparés à partir du sédiment marin CRM 7302 a.

6.1 Préparation des standards

6.2 Standard certifié :

Sédiment marin 7302 a

6.3 Blanc :

Poudre de riz (commercialisée)

6.4 Dilution des standards

Préparer les dilutions en respectant les concentrations en plomb attendues

Exemple : peser 1.00 g du CRM 7302 a (82,7 mg/kg), puis peser 1.00 g du blanc.

Homogénéiser le tout à l'aide du mortier en agate puis disposer le standard obtenu dans un port échantillon, cette dilution de 50 % nous permet de obtenir un standard d'une concentration de 41.35 mg/kg.

A partir de cette dernière concentration on procède à la prochaine dilution, jusqu'à obtenir les concentrations voulues ;

Standard	Pourcentage (%)	Concentration (mg/kg)
Std 1	100	82.70
Std 2	50	41.35
Std 3	25	20.68
Std 4	12.5	10.34
Std 5	6.25	5.17

7. Prétraitement de l'échantillon:

7.1 Séchage :

Une forte teneur en eau dans un échantillon donné peut provoquer une instabilité du résultat final. Il est donc recommandé de réduire la teneur en eau pour atteindre un rapport de 0.2 (masse en eau / masse échantillon).

Le séchage s'effectue à l'air libre

7.2 Broyage :

Afin d'obtenir un échantillon prêt à l'analyse, le sédiment est transformé en poudre libre, les particules sont broyées pour obtenir une poudre très fine (200 µm).

7.2.1 Broyage automatique (grossier) : broyeur « Retsch »

7.2.2 Broyage Manuel : se fait à l'aide d'un mortier et d'un pilon en agate « ASONE »

7.3 Tamisage

La distribution des tailles de particules influe sur les propriétés des solides à analyser par XRF. dans un souci de contrôle de qualité, il est donc impératif de contrôler la répartition

granulométrique et la bonne homogénéisation de l'échantillon. Cette propriété est assurée en effectuant un tamisage primaire à 500 µm suivi d'un tamisage à 200 µm.

Après tamisage l'échantillon est pesé et stocké dans un sac codifié.

Avant toute analyse un minimum de 1 g de l'échantillon traité est placé dans un port échantillon

7.4 Préparation des ports échantillons

Assembler chaque partie de la cellule (port échantillon) en emboitant entre celles-ci le film en polypropylène

une fois l'échantillon disposé dans la coupelle, l'assainir de petit tapotement afin de bien répartir la poudre sur toute la surface de cette dernière (augmenter l'intensité du signal en augmentant la densité de la poudre)

8. Mesure et Evaluation

Les mesures sont effectuées à l'aide de l'application : 1201208_7302 a

Voir manuel : « Opération Manuel »

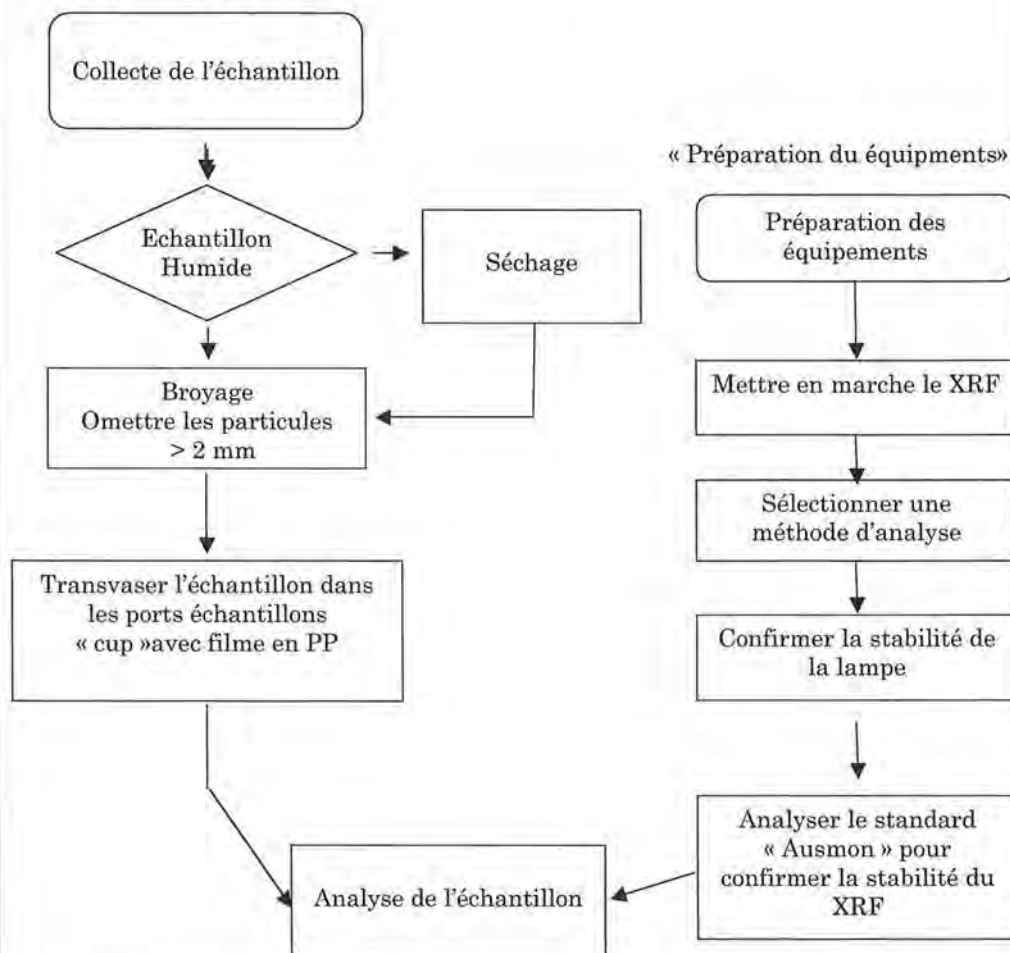
9. Maintenance de l'appareillage

Voir manuel: "Manuel maintenance XRF"

10. Qualité de contrôle

Pour la bonne stabilité des résultats il est recommandé de

- Après la mise en marche patienter entre 15 à 30 min pour la stabilisation de l'instrument.
- Avant toute analyse passer le standard AUSMON pour confirmer la stabilité journalière du XRF
- Refaire chaque analyse un minimum de trois fois.

11. Schémas de procédure au niveau de laboratoire :**« Préparation du sédiment »****12. Référence**

« Opération Manuel » préparé dans le cadre du Projet de Renforcement de la Capacité de Surveillance Environnementale en Algérie (phase 2).

«Manuel maintenance XRF » préparé dans le cadre du Projet de Renforcement de la Capacité de Surveillance Environnementale en Algérie (phase 2).

13. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

première révision faite par M^{lle} Sophia AZOUANI et M^{lle} Lynda Guerfi ,2012.



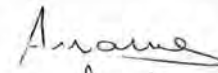
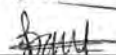
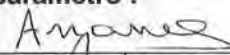
Ministère de l'Aménagement du Territoire, et de l'Environnement
Observatoire National de l'Environnement et du Développement Durable

Laboratoire Régional Centre



STANDARD OPERATION PROCEDURE

FTIR

Procedures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Analyse des groupes fonctionnels par FTIR Technique KBr		
Normes internationales: Non disponible		
Les objectifs: Analyse des liquides et des sédiments	Réalisé par : M ^{me} Anane Radhia  M ^{me} Bensouilah Ouahiba 	
Date de La préparation: Novembre 2007	Responsables du paramètre : M ^{me} Anane Radhia 	
Date d'approbation : Février 2011	Approuvé par : M. Mohamed Moali 	
1. Paramètre a analysé: Analyse les matières organiques non volatiles en identifiant les groupes fonctionnels des structures inconnues. 2. Contrôle de Sécurité: Prenez soin de ne pas regarder le laser ni via le miroir qui traverse le compartiment de l'échantillon 3. Appareillage, Matériels, Produits Chimiques et Réactifs 3.1 Appareillage Spectromètre SHIMADZU 8400 P.C disposant du Logiciel <u>IR Solution</u> et IR Analyse pour l'acquisition et l'analyse des données, de marque La pastille de KBr analysée en mode échantillon est considérée comme Blanc à condition que le spectre de cette dernière soit linéaire et de 100% de transmittance. 3.2 Matériel : Micro pipette. Micro spatule. Mortier et pilon en agate. Presse à pastille. Moule à pastille. Dessiccateur. 3.3 Produits Chimiques et Réactifs Les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue		
<i>Modified: 2012/6/20</i> <i>SOP No. LRC/FTR/1.01</i> <i>57/60</i>		

3.3.1 Liste des produits chimiques

Bromure de potassium (KBr) de marque

3.3.2 Préparation des réactifs

Broyer finement une bonne quantité de KBr puis la réserver dans le dessiccateur Les échantillons doivent être prélevés dans des bouteilles en verre brun, ils doivent être analysés dès que possible.

4.2 Prétraitement des échantillons**4.2.1 Prétraitement d'un échantillon solide:**

Sécher l'échantillon solide à l'aire libre, broyez-le finement puis préparez la pastille. Mettez 10g d'échantillon solide dans un Erlenmeyer ; y ajouter 10 à 20 ml de n – Hexane bien agiter ; filtrer à travers une membrane de 0,45µm de diamètre, sécher la phase aqueuse à une température de 50°C.

Récupérer la deuxième phase solide préalablement séchée à 100°C.

A partir de ces deux résidus, préparer deux pastilles selon le mode opératoire cité ci-dessous.

4.2.2 Prétraitement d'un échantillon liquide

Le prétraitement des échantillons d'eau varie selon la nature et l'origine de ces dernières (eau naturelle, eau résiduaire ou bien eau de mer)

1. Filtrer 100 ml d'échantillon à travers une membrane de 0,45µm puis récupérer 20 ml de filtrat laisser sécher le filtre et le filtrat à l'air libre ou sur une plaque chauffante entre 50 - 55 °c. Récupérer les deux résidus et préparer une pastille pour chacun.

2. Prélever 20ml d'échantillon et laisser le sécher sur une plaque chauffante entre 50 – 55 °c à l'air libre. Préparer la pastille avec le résidu.

3. Extraction avec N-Hexane, prélever 100 ml d'échantillon dans une ampoule à décanter, ajouter 5 ml N-Hexane, récupérer la 1^{er} phase dans un bécher, la 2eme phase dans une capsule. Filtrer la 1^{ère} phase même procédure que n°1.

Pipeter 1 à 3 µl de la phase 2 préalablement, sécher puis préparer la pastille

4.2.3 Préparation échantillon huileux

Prélever à l'aide d'une micropipette 1 à 3 µl de la surface de l'échantillon (1^{ère} phase) puis préparer la pastille

Dans un mortier, écraser à l'aide d'un pilon le mélange KBr 0,200 g avec l'échantillon 0,002 g ≈ 1%. Assembler la base et le cylindre, mettez l'un des disques dans le cylindre (surface lisse vers le haut).

Mettez tous le mélange (KBr + Ech) dans le cylindre en recouvrant régulièrement la surface du disque. Laissez tomber le 2^{ème} disque dans le cylindre (surface lisse vers le bas) puis glisser le plongeur.

Mettez l'ensemble du moule sous la presse à pastille, compressez jusqu'à 5 tonnes.

Décompresser après 5 min de stabilisation, démonter les pièces du moule.

5. Condition de Mesure

Prenez soin de ne pas regarder le laser ni via le miroir qui traverse le compartiment de l'échantillon.

Allumer le PC et l'imprimante.

Sélectionner le mode de mesure : Absorbance ou transmittance.

Nombre de balayages: 20 scan.

Résolution FTIR: 4 cm^{-1}

Sélectionner spectre fond d'absorption (BKG) à vide.

Sélectionner spectre fond d'absorption (BKG) avec une pastille de KBr (Blanc).

Sélectionner spectre échantillon avec la pastille KBr (le lingé de base).

Sélectionner spectre échantillon après avoir placé une pastille de (KBr + Echantillon)

6. Mesure et Evaluation

6.1 Mesure

Sélectionner spectre fond d'absorption (BKG) à vide.

Sélectionner spectre fond d'absorption (BKG) avec une pastille de KBr (Blanc).

Sélectionner spectre échantillon avec la pastille KBr (la ligne de base).

Sélectionner spectre échantillon après avoir placé une pastille de (KBr + Echantillon) cette dernière doit être préparée comme suit.

La gamme spectrale varie de $400\text{ à }4000\text{cm}^{-1}$

6.2 Evaluation

Se référer au -STJ Library Panorama Search with irAnalyze Soft. USB Dongle du STJ 1180 est requis pour accéder à ce logiciel.

7. Contrôle de qualité

Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux
Vérifier le fond d'absorption de l'appareil (BKG)

Vérifier la ligne de base

Le prétraitement de l'échantillon varie en fonction de sa nature.

Après analyse les pics doivent être à plus de 10% de transmittance à défaut l'échantillon doit être dilué.

Le matériel utilisé doit être lavé soigneusement avec un détergent et rincer à l'eau

Distillée puis à l'acétone

Film de polystyrène.

Vérifier la couleur du gel de silice (appareil et dessiccateur)

8. Référence

- Infrared Spectroscopy Tutorial: <http://www.umsl.edu/documents/TR/IR2.html>

- <http://www.youtube.com/watchV=DDTIJglh86E8>feature=channel page

- HandBook of Chemistry and Physics – David R. Lide – Editor – in – Chief 90TH Edition 2009-2010.

- Inorganic Library of FTIR spectra –MINERALS – Nicodrom 1998 – Volume (1 à 4).

- <http://www.cem.msu.edu/~reusch/VirtualText/Spectrpy/InfraRed/problems/irmsprb.htm>

- Analyse chimique – Méthodes et techniques instrumentales modernes –

6^{ème} édition DUNOD.

Procedures D'operations Standards

ONEDD-LRC

Laboratoire Régional de l'environnement

- STJ Library Panorama Search With ir Analyze Soft USB Dongle: STJ 1180

*Modifié: 2012/6/20**SOP No. LRC/XRP/1.01**60/60*