

Contrôle de TP de méthodes de prélèvement
et d'analyse SAE5

TP₁

- a)- Donner le principe de dosage de l'oxygène dissous selon la méthode de Winkler. **(1point)**
- b)- Prouver par des réactions chimiques qu' 1 mole de thiosulfate correspond au quart de l'oxygène dissous d'après le dosage. **(2points)**
- c)- Si la concentration de thiosulfate utilisé pour titrer un échantillon d'eau de mer est égale à 0,005 mol/l et son volume équivalent vaut 15,4ml, calculer la concentration de l'oxygène dissous dans l'eau de mer en mol/l **(1point)** et en ml/l. **(1point)**
- d)- D'après la concentration calculée de l'oxygène dissous, est-ce que vous êtes dans le domaine d'application de la méthode de Winkler ou non ? **(0.5point)**

TP₂

- a)- Pourquoi avez- vous utilisé deux indicateurs différents dans le calcul du T_A et T_{Ac} ? **(0.5point)**
- b)- Si le volume d'eau est égal à 250ml et la teneur de l'acide chlorhydrique vaut 0.04mol/l et le V_{eq} de l'acide chlorhydrique est égal à 2,3ml, calculer le T_A en milliéquivalents par litre **(1point)** et en degré français. **(0.5point)**

TP₃

- a)- Donner le principe de détermination des chlorures dans un échantillon d'eau par la méthode de **Charpentier- Volhard**. **(1point)**
- b)- Dans le cas de la méthode de **Mohr**, citer le nom de l'indicateur utilisé et le nom du titrant. **(1point)**
- c)- Si vous avez utilisé **100ml** d'eau à analyser et si la teneur du titrant vaut **N/10** et son volume trouvé au point équivalent V_e égal **15ml**, calculer la teneur en chlorures exprimée en milligrammes de **Cl** par litre d'eau. **(1point)**

TP₄

- a)- Définir la dureté. **(1point)**

b)- Pourquoi avez-vous utilisé une solution **tampon ammoniacal dans le milieu réactionnel ?
(0.5point)**

TP₅

1)-a)- Le prélèvement d'un échantillon d'eau est un processus délicat, alors quelles sont les précautions nécessaires à suivre pendant l'échantionnage ?(6 précautions) (1.5point)

1)-b)- Quelles sont les principales informations fournies pour faire une analyse de l'eau ? (6 informations) (1.5point)

2)-a)- Définir la DBO (1point)

2)-b)- pourquoi le test DBO standard est-il exécuté dans l'obscurité à 20 °C pendant 5 jours ? (1point)

3)-b)- Quelles sont les méthodes permettant la conservation et le stockage des échantillons d'une façon générale ? (0.75point)

3)-b)- Quelles sont les conditions de conservation des échantillons ? (2.25point)

Bon courage

Master I : Sciences analytiques et environnement

Documents non autorisés

Durée :1.5h

Corrigé type du contrôle de TP de méthodes de prélèvement et
d'analyse SAE5

TP₁

a)- **Le principe de dosage de l'oxygène dissous selon la méthode de Winkler :** Le principe du dosage est de former un précipité de manganèse (Mn(II)) et de l'oxyder par l'oxygène dissous (Mn(III) et Mn(IV)). En milieu acide et en présence d'iode, le manganèse est réduit, ce qui libère de l'iode. L'iode est alors titré par le thiosulfate.

b)- **Prouver par des réactions chimiques qu' 1 mole de thiosulfate correspond au quart de l'oxygène dissous d'après le dosage :**

- (1) Formation du précipité de Mn(II) par la soude
$$\text{Mn}^{2+} + 2 \text{OH}^- \text{ ----> Mn(OH)}_2$$
- (2) Oxydation du Mn (II) par l'oxygène.
 - (a)
$$\text{Mn(OH)}_2 + 1/4 \text{O}_2 + 1/2 \text{H}_2\text{O} \text{ ----> Mn(OH)}_3$$
 - (b)
$$\text{Mn(OH)}_2 + 1/2 \text{O}_2 + \text{H}_2\text{O} \text{ ----> Mn(OH)}_4$$
- (3) Réduction du Manganèse par l'iode en milieu acide (a)
$$\text{Mn(OH)}_3 + \text{I}^- + 3 \text{H}^+ \text{ ----> Mn}^{2+} + 3 \text{H}_2\text{O}$$

(b)
$$\text{Mn(OH)}_4 + 2 \text{I}^- + 4 \text{H}^+ \text{ ----> Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O} + \text{I}_2$$
 donc 1 mole d'oxygène (O₂) libère 2 moles d'iode (I₂)
- (4) Dosage de l'iode par le thiosulfate
$$2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \text{ ----> S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$$

Finalement, à 1 mole de thiosulfate correspond 1/4 mole d'oxygène.

c- Si la concentration de thiosulfate utilisé pour titrer un échantillon d'eau de mer est égale à 0,005 mol/l et son volume équivalent vaut 15,4ml, alors la concentration de l'oxygène dissous dans l'eau de mer en mol/l et en ml/l :

$$n_{\text{O}_2} = n_{\text{thio}} / 4$$

$$n_{\text{thio}} = C_{\text{thio}} * V_{\text{thio}} = 0,005 * 15,4 * 10^{-3} = 7,7 * 10^{-5} \text{ mol}$$

$$n_{\text{O}_2} = n_{\text{thio}} / 4 = 7,7 * 10^{-5} / 4 = 1,925 * 10^{-5} \text{ mol}$$

$$C_{\text{O}_2} = n_{\text{O}_2} / V_{\text{eau}} = 1,925 * 10^{-5} / 150 * 10^{-3} = 1,283 * 10^{-4} \text{ mol/l}$$

$$1 \text{ mol} \rightarrow 22,4 \text{ l}$$

$$1,283 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l} \rightarrow C_{O_2}$$

$$C_{O_2} = 1,283 \cdot 10^{-4} \cdot 22,4 = 0,00286 \text{ l/l} = 2 \text{ ml/l}$$

d- D'après la concentration calculée de l'oxygène dissous, nous sommes dans le domaine d'application de la méthode de Winkler parce que $2 \text{ ml/l} \in [0-8] \text{ ml/l}$.

TP₂

a)- On a utilisé deux indicateurs différents parce que le calcul du T_A nécessite un milieu de $\text{pH} \geq 8,3$ par contre le calcul du T_{Ac} oblige un pH voisin de 4,3.

b)- Si le volume d'eau est égal à 250ml et la teneur de l'acide chlorhydrique vaut 0.04mol/l et le V_{eq} de l'acide chlorhydrique est égal à 2,3ml, calculer le T_A en milliéquivalents par litre et en degré français.

$$T_A = V_{eq} \cdot 0,04 / 250 \text{ équivalent / l}$$

$$T_A = V_{eq} \cdot 0,04 \cdot 10^3 / 250 \text{ milliéquivalent / l}$$

$$T_A = 2,3 \cdot 0,04 \cdot 10^3 / 250 = 0,368 \text{ milliéquivalent / l}$$

$$T_A = 0,368 / 0,2 = 1,84 \text{ f}^\circ$$

TP₃

a)- Le principe de détermination des chlorures dans un échantillon d'eau par la méthode de **Charpentier- Volhard** : Les chlorures d'un volume connu d'eau sont précipités en présence d'acide nitrique par excès de nitrate d'argent titré. L'excès de sel argentique est déterminé par une solution titrée de sulfocyanure d'ammonium en présence d'alun de fer.

b)- Dans le cas de la méthode Mohr, l'indicateur utilisé est le chromate de potassium et le titrant est le nitrate d'argent.

c)- Si on a utilisé **100ml** d'eau à analyser et si la teneur du titrant vaut **N/10** et son volume trouvé au point équivalent V_e égal **15ml**, alors la teneur en chlorures exprimée en milligrammes de **Cl** par litre d'eau :

$$\text{la teneur en chlorures} = V \cdot 10 \cdot 3,55 = 15 \cdot 10 \cdot 3,55 = 532,5 \text{ mg / l}$$

TP₄

a)- Définition de **la dureté** : la dureté de l'eau est quantité d'ions calcium, magnésium, aluminium, fer, strontium, etc. présents dans l'eau, les deux premiers cations (Ca^{2+} et Mg^{2+}) étant généralement les plus abondants.

b)- L'utilisation d'une solution **tampon ammoniacal** est pour assurer un pH du milieu réactionnel voisin de **10**.

TP₅

1)-a)- les précaution nécessaires :

1_ le matériel d'échantillonnage doit faire l'objet d'une attention particulière. 2_ utilisation de verre en polyéthylène haute densité avec couvertures en téflon lavé

3_ traiter les flacons de prélèvement avec de l'acide nitrique, puis les rincer abondamment et les refermer.

4_ il n'est pas recommandé d'utiliser des récipients en métal en raison de problèmes de corrosion.

5_ il est recommandé d'utiliser des détergents exempts de phosphates afin de ne pas contaminer les échantillons.

6_ stérilisation à la chaleur du verrier.

7_ il faut éviter de réutiliser ou de mélanger la verrerie.

8_ les échantillons destinés à l'analyse microbiologique doivent être prélevés dans des récipients stériles.

9_ bien refermer les flacons de réactifs après utilisation

10_ vérifiez la date de produits et de réactifs

11_ Bien refermer la verrerie et inscrire le nom de l'échantillon

1)-b)- Les principales informations fournies pour l'analyse d'eau

1_ identifiant de l'échantillon.

2_ la date et l'heure de l'analyse.

3_ pollution de l'eau.

4_ les utilisations de cet échantillon (boire, laver, arroser).

5_ source d'eau (puits, rivière, réservoir).

6_ le motif de la demande d'échantillon (analyse préliminaire ou examen périodique).

7_ apparence spéciale comme l'odeur de couleur condition.

8_ météorologiques (température, pression atmosphérique).

2)-a)- Demande Biochimique en Oxygène (DBO) :

C'est la mesure de la quantité d'oxygène utilisée par les micro-organismes aérobies pour décomposer les déchets. Elle est connue sous le nom de demande biochimique en oxygène DBO

La valeur DBO est le plus souvent exprimée en mg/L ou ppm.

Milligrammes d'oxygène consommés par litre d'échantillon pendant 5 jours d'incubation à 20 °C.

2)-b)-pourquoi le test DBO standard est-il exécuté dans l'obscurité à 20 °C pendant 5 jours ?

Raison :

- Environ 65 à 70 % du contenu organique des eaux usées sont oxydés dans des conditions aérobies en 5 jours et 20 °C est la température optimale pour le métabolisme des micro-organismes et leur activité.
- La réaction doit se produire dans l'obscurité car des algues peuvent être présentes et, si la lumière est disponible, peuvent en fait produire de l'oxygène dans la bouteille.

3-a)- Méthodes de conservation et stockage des échantillons :

- Congélation rapide
- Conservation au froid naturel
- Conservation humide

3-b)- Conditions de conservation des échantillons :

- Il est préférable de commencer l'analyse immédiatement après la préparation de l'échantillon, mais si cela n'est pas possible, il doit être conservé par :
 - Prendre les précautions nécessaires lors du stockage de l'échantillon en termes de température et de sensibilité à la lumière.
 - Les prélèvements relatifs aux tests virologiques sont conservés dans un milieu réfrigéré et les échantillons relatifs aux tests biologiques sont conservés à température ambiante.
 - Les échantillons hautement contagieux doivent porter un signe de danger pour alerter ceux qui les portent et ceux qui les examinent.
 - Respecter la parfaite propreté du poste de travail et des deux conteneurs de transport de l'échantillon.

- • Portez des gants et un vêtement de protection spécial pour protéger l'échantillon de toute matière en suspension ou contaminée.
- • Les échantillons sont prélevés dans des récipients en verre ou en plastique avec des fermetures hermétiques, et ils doivent être propres et bien stérilisés.
- • Jetez les échantillons gâtés dans leurs propres contenants.
- • Conserver les échantillons dans une atmosphère sombre complètement à l'abri de la lumière du soleil.
- • Tous les échantillons doivent avoir une période de validité qui ne doit pas être dépassée.
- • Lorsqu'il y a des fumées toxiques, les précautions nécessaires doivent être prises, car les échantillons sont conservés dans un endroit bien ventilé
- • Ne laissez jamais d'échantillons à proximité d'aliments et évitez de fumer devant eux.