

Contrôle de méthodes de prélèvement
et d'analyse SAE5

TP₁

- a)- Décrire les méthodes de prélèvement des échantillons d'eau lorsque les rivières sont de faible profondeur, lorsque la profondeur ou le débit élevé empêche le prélèvement à la main et lorsque la profondeur du cours d'eau est importante. **(1,5 points)**
- b)- Quelles sont les précautions qui doivent être prises pour protéger les échantillons d'eau de toute contamination ou altération ? **(5 précautions) (1,25 points)**
- c)- Le prélèvement est une étape essentielle qui doit être réalisée avec soin pour garantir la fiabilité des résultats de l'analyse. Citer les techniques de prélèvement les plus courantes (sans explication). **(1,25 points)**
- d)- La préservation des échantillons à l'azote liquide offre plusieurs avantages. Citer ces avantages. **(1,5 points)**
- e)- Définir la **DBO**. **(1 point)**
- f)- Quelles sont les **significations** du test **DBO** ? **(0,75 points)**

TP₂

- a)- Donner le principe de détermination de l'**alcalinité** des eaux naturelles. **(0,5 points)**
- b)- Si vous avez utilisé l'**acide chlorhydrique N/50** et tous les réactifs nécessaires ; écrire toutes les étapes expérimentales permettant la détermination de **T_A** et **T_{AC}**. **(2 points)**
- c)- Si le volume équivalent de l'acide chlorhydrique vaut **8,4 ml** et le volume de l'échantillon d'eau est **100 ml** :
- Trouver la **relation** calculant le **T_A**, puis calculer sa valeur en **milliéquivalents par litre** et en **degré français**. **(2 points)**

TP₃

- a)- Donner le principe de détermination des **chlorures** dans un échantillon d'eau par la méthode de **Charpentier- Volhard**. **(1 point)**
- b)- Ecrire des réactions chimiques expliquant la méthode de **Charpentier- Volhard**. **(0,75 points)**
- c)- Si vous avez utilisé **100ml** d'eau à analyser et si la teneur de tous les réactifs vaut **N/10**, trouver la relation calculant la teneur en chlorures exprimée en milligrammes de **Cl⁻** par litre d'eau. **(1point)**

TP₄

- a)- Donner le principe de dosage de l'**oxygène** dissous selon la méthode de **Winkler**. **(1 point)**
- b)- Prouver par des réactions chimiques qu' **1 mole** de **thiosulfate** correspond au **quart** de l'**oxygène** dissous d'après le dosage. **(2 points)**
- 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** et en **ml/l**. **(1,5 points)**

TP₅

- Citer brièvement **deux méthodes** permettant le calcul de **la dureté**. **(1 point)**

Bon courage

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

TP₁

a)- Les méthodes de prélèvement des échantillons d'eau :

- Lorsque les rivières sont de faible profondeur : l'idéal est de se placer au centre du cours d'eau et de remplir les bouteilles à la main, au milieu de la colonne d'eau, en faisant face au courant
- Lorsque la profondeur ou le débit élevé empêche le prélèvement à la main : l'utilisation d'un pont est la façon la plus facile d'avoir accès au centre du cours d'eau.
- Lorsque la profondeur du cours d'eau est importante : il est recommandé de prendre un échantillon intégré des 5 premiers mètres de la colonne d'eau. Cet échantillonnage consiste à descendre l'échantillonneur jusqu'à une profondeur de 5 m, en prenant bien soin de ne pas toucher le fond, et à le remonter rapidement jusqu'à la surface afin d'obtenir un échantillon représentatif de la colonne d'eau.

b)- Les précautions qui doivent être prises pour protéger les échantillons de toute contamination ou altération : (**5 précautions**)

- Les mesures sur le terrain (oxygène dissous, température, etc.) ne doivent jamais être faites à partir d'un échantillon qui sera expédié au laboratoire. Il faut prendre ces mesures directement dans le cours d'eau ou à partir d'un échantillon que l'on jettera une fois l'opération terminée ;
- La partie intérieure des bouteilles et des bouchons ne doit jamais être touchée. Pendant l'échantillonnage, il est recommandé de garder les bouchons dans un sac de plastique propre.
- Une fois l'échantillon prélevé, il faut bien prendre soin de visser hermétiquement le bouchon ;
- Les bouteilles doivent être conservées dans un endroit propre, à l'abri de la

poussière. La propreté du véhicule est également nécessaire, afin d'éviter les problèmes de contamination ;

- Il faut éviter de prélever avec l'échantillon de grosses particules, comme les feuilles ou détritiques (au besoin, reprendre un autre échantillon);
- Il ne faut pas toucher le fond du cours d'eau avec l'échantillonneur ou les bouteilles, afin d'éviter de mettre en suspension des particules de sédiments qui risquent de contaminer l'échantillon ;
- Il faut toujours immerger les bouteilles sous la surface de l'eau et éviter de prélever la couche superficielle ;
- Lorsqu'on échantillonne à partir d'un pont, selon la direction du vent et du courant, il faut se placer en amont ou en aval de celui-ci, de façon à réduire au minimum les risques de contamination des échantillons par la poussière et les débris. Il faut particulièrement s'assurer que la corde de l'échantillonneur ne frotte pas sur le rebord du pont ;
- Les produits pétroliers (essence, huiles, fumées d'échappement) sont des sources potentielles de contamination. Lorsqu'on échantillonne à partir d'une embarcation, il est préférable d'arrêter le moteur. Il faut éviter toute trace d'huile ou d'essence présente à la surface de l'eau au moment d'immerger l'échantillonneur ;
- Il ne faut jamais laisser les échantillons exposés au soleil, mais les mettre le plus rapidement possible dans des glacières.

c)- Le prélèvement est une étape essentielle qui doit être réalisée avec soin pour garantir la fiabilité des résultats de l'analyse. Les techniques de prélèvement les plus courantes sont (sans explication).

- Prélèvement par aspiration
- Prélèvement manuel
- Prélèvement mécanique
- Prélèvement par coupe
- Prélèvement par dissolution

d)- La préservation des échantillons à l'azote liquide offre plusieurs avantages. Ce sont :

- Elle peut préserver les échantillons pendant de longues périodes : Les échantillons peuvent être conservés à l'azote liquide pendant des années, voire des décennies.

-Elle peut préserver les échantillons dans leur état d'origine : L'azote liquide empêche les réactions chimiques qui peuvent décomposer les échantillons.

-Elle est sûre et facile à utiliser : La préservation à l'azote liquide ne nécessite pas d'équipements ou de matériaux complexes.

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

f)- Les significations du test DBO sont :

- Le test DBO indique la quantité de pollution organique présente dans un écosystème aquatique.
- Il estime le rythme respiratoire des organismes vivants.
- Données du test DBO utilisées pour le développement de critères d'ingénierie pour la conception de stations d'épuration.

TP₂

a)- Le principe de détermination de l'alcalinité des eaux naturelles :

Ces déterminations sont basées sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minéral dilué en présence d'un indicateur coloré.

b)- Si vous avez utilisé l'acide chlorhydrique N/50 et tous les réactifs nécessaires ; écrire toutes les étapes expérimentales permettant la détermination de T_A et T_{Ac}

1- Détermination du T_A

Prélever 100ml d'eau à analyser dans une capsule de porcelaine blanche de 2cm de diamètre environ. Ajouter 1 à 2 gouttes de phph . Une coloration rose doit alors se développer. Dans le cas contraire le T_A est nul, ce qui se produit en général pour les eaux naturelles dont le pH est inférieur à 8,3. Verser ensuite doucement l'acide dans la capsule à l'aide d'une burette, en agitant constamment, et ceci jusqu'à décoloration complète de la solution (pH 8,3)

Soit V le nombre de millilitres d'acide utilisés pour obtenir le virage.

2- Détermination du T_{Ac}

Utiliser l'échantillon traité précédemment ou le prélèvement primitif s'il n'y a pas eu de coloration. Ajouter 2 gouttes de solution de méthylorange et titrer de nouveau avec le même acide jusqu'au virage du jaune au jaune orangé (pH 4,3) . S'assurer qu'une goutte d'acide en excès provoque le passage de la coloration du jaune orangé au rose orangé (p

H 4). Soit V le nombre de millilitres d'acide versés depuis le début du dosage. Retrancher de ce volume 0,5 ml, quantité d'acide nécessaire pour le virage de l'indicateur.

c)- Si le volume équivalent de l'acide chlorhydrique vaut 8,4ml et le volume de l'échantillon d'eau est 100 ml :

Au PE : $n_{Cl} = n_{Alca}$

$$C_{Cl} \cdot V_{\text{éq}} = T_A V_{\text{Eau}}$$

$$T_A = C_{Cl} \cdot V_{\text{éq}} / V_{\text{Eau}}$$

$$T_A = 0,02 * V_{\text{éq}} / 100 \text{ équivalents / litre}$$

$$T_A = 0,02 * V_{\text{éq}} * 1000 / 100 \text{ milliéquivalents / litre}$$

$$T_A = 0,02 * V_{\text{éq}} * 10$$

$$T_A = 0,2 * V_{\text{éq}}$$

$$T_A = V_{\text{éq}} / 5$$

Calcul : $V_{\text{éq}} = 8,4 \text{ ml}$

En milliéquivalents / litre ?

$$T_A = V_{\text{éq}} / 5 = 8,4 / 5 = 1,68 \text{ milliéquivalents / litre}$$

En degré français ?

$$1f^\circ = 0,2 \text{ méq/L}$$

$$X = T_A = 0,2 V_{\text{éq}}$$

Donc

$$T_A = V_{\text{éq}}$$

$$T_A = 8,4 f^\circ$$

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)- Ecrire des réactions chimiques expliquant la méthode de **Charpentier- Volhard**.



c)- Si vous avez utilisé **100ml** d'eau à analyser et si la teneur de tous les réactifs vaut **N/10**, trouver la relation calculant la teneur en chlorures exprimée en milligrammes de **Cl⁻** par litre d'eau.

$$n_{\text{AgNO}_3} = n_{\text{Cl}^-} + n_{\text{KSCN}}$$

$$V_{\text{AgNO}_3} * C_{\text{AgNO}_3} = V_{\text{Eau}} * C_{\text{Cl}^-} + V_{\text{KSCN}} * C_{\text{KSCN}}$$

$$100 * C_{\text{Cl}^-} = V * C_{\text{AgNO}_3} - v * C_{\text{KSCN}}$$

$$100 * C_{\text{Cl}^-} = (V-v) 10^{-1}$$

$$C_{\text{Cl}^-} = (V-v) 10^{-1} / 100 = 10^{-3} (V-v) \text{ mol/l}$$

$$C_{\text{Cl}^-} = (V-v) * 10^{-3} * 35,5 * 10^3 =$$

$$C_{\text{Cl}^-} = (V-v) * 10 * 3,55 \text{ mg/L}$$

TP4

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)
$$\text{Mn(OH)}_3 + \text{I}^- + 3 \text{H}^+ \text{ ----> Mn}^{2+} + 3 \text{H}_2\text{O}$$

 + 1/2 I₂
 (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 :

$$n_{O_2} = n_{thio} / 4$$

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

$$n_{O_2} = n_{thio} / 4 = 7,7 * 10^{-5} / 4 = 1,925 * 10^{-5} \text{ mol}$$

$$C_{O_2} = n_{O_2} / V_{eau} = 1,925 * 10^{-5} / 150 * 10^{-3} = 1,283 * 10^{-4} \text{ mol/l}$$

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

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

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

TP5

Deux méthodes permettant le calcul de la dureté :

- La méthode de la courbe d'étalonnage : $C_{CaCO_3} = f(V_{EDTA})$

- Titrage volumétrique par l'EDTA en présence du NET et d'une solution tampon ammoniacale.