

METHODES ANALYTIQUES
POUR
INFLUENTS / EFFLUENTS
DE BIOREACTEURS
OU
DE STATIONS D'EPURATION

1 – Partie théorique

JP. Kradolfer
M. Deront
N. Adler

ANNEXE 1- METHODES ANALYTIQUES Partie théorique

1.	Tranparence	78
2.	Turbidité	78
3.	Matières Sèches en Suspension (MSS).....	79
4.	Matières Minérales en Suspension (MMS) Matière Volatiles en Suspension (MVS).....	79
5.	Matières Sèches Totales (MST)	80
6.	Matières Minérales Totales (MMT) ET Matière Volatiles Totales (MVT).....	80
7.	Matières Décantables (MD).....	81
8.	Indice de Mohlman (IM)	82
9.	Carbone Organique Dissous (COD) Carbone Organique Total (COT).....	83
10.	Demande Chimique en Oxygène (DCO).....	84
11.	Demande Biologique en Oxygène 5 jours (DBO ₅)	85
12.	Relation entre la DBO ₅ , LA DCO ET LE COT	85
13.	Titre Alcalimétrique Complet (TAC).....	87
14.	Acides Gras Volatils (AGV)	87

Introduction

Dans ce document, pour chaque analyse, vous trouvez diverses indications théoriques :

But

Le but que l'analyse vise, mais aussi quelques définitions et des commentaires sur la nature de l'échantillon visé par cette mesure.

Principe

Description de la méthode de mesure, quelques données sur le fonctionnement de l'appareil nécessaire s'il est complexe, unité à employer pour l'expression du résultat et quelques pistes sur l'ordre de grandeur des valeurs à obtenir.

Pertinence de la mesure , Recommandations d'exploitation ou Signification du titre / de l'indice

Quelques indications sur la fiabilité de la mesure, son application particulière à certains types d'échantillons ou l'action à mener en fonction de la valeur mesurée

Norme fédérale

Quand elles sont disponibles, on les indique comme dans les textes officiels (où elles ne sont que rarement exprimées aux normes ISO), et on ajoute la valeur en unité ISO.

GRANDEURS PHYSIQUES, LEURS SYMBOLES, DEFINITIONS ET UNITES AUX NORMES ISO, TELS QU'ILS SONT UTILISES DANS CE MANUEL :

GRANDEUR	SYMBOLE	DEFINITION	UNITE SI	AUTRES UNITES
masse	$m(B)$	$m(B)$	kg	t, g, mg, μg , ng
volume	$V(B)$	$V(B)$	m^3	dm^3 , cm^3 , L, mL
masse volumique	ρ_B	$\rho_B = m(B)/V(B)$	kg/m^3	kg/dm^3 , g/cm^3 , kg/L, g/mL
quantité de matière	$n(B)$	$n(B)$	mol	mmol
masse molaire	$M(B)$	$M(B) = m(B)/n(B)$	kg/mol	g/mol
fraction molaire	$x(B)$	$x(B) = n(B)/n(\text{mélange})$	sans unité	
concentration en quantité de matière	$c(B)$ ou $[B]$	$c(B) = n(B)/V(\text{mélange})$	mol/m^3	mol/L
fraction massique	$w(B)$	$w(B) = m(B)/m(\text{mélange})$	sans unité	g/g, g/kg, mg/kg, $\%(\rho/\rho)$, ppm, ppb
concentration massique	$\beta(B)$	$\beta(B) = m(B)/V(\text{mélange})$	kg/m^3	kg/dm^3 , g/cm^3 , kg/L, g/L, g/mL, $\%(\rho/v)$, ppm, ppb
fraction volumique	$\varphi(B)$	$\varphi(B) = V(B)/[\sum_i V(i)]$	sans unité	L/L, m^3/m^3
concentration volumique	$\sigma(B)$	$\sigma(B) = V(B)/V(\text{mélange})$	sans unité	mL/mL, mL/100mL, $\%(v/v)$, ppm, ppb
solubilité	$S^*(B)$	$S^*(B) = m(B)/m(\text{solvant})$		g/100g
volume molaire	$V_n(B)$	$V_n(B) = V(B)/n(B)$	m^3/mol	L/mol
volume massique	$V_m(B)$	$V_m(B) = V(B)/m(B)$	m^3/kg	L/g, mL/g
rendement	η	$\eta = \text{valeur pratique}/\text{valeur théorique}$	sans unité	%
facteur de dilution	f	$f = c(\text{finale})/c(\text{initiale})$	sans unité	
facteur de correction	t	$t = c(\text{réelle})/c(\text{nominale})$	sans unité	
température absolue	T		K	
température en degrés Celsius	θ	$\theta = T - T_0$ $T_0 = 273.15 \text{ K}$	$^{\circ}\text{C}$	
pression	p	F_n/S	Pa	bar, mbar, atm, Torr

1. Transparence

But

Mesurer la transparence de l'eau, contrôler rapidement le fonctionnement du clarificateur et mesurer l'influence du rejet de la STEP sur la transparence des eaux de l'exutoire.

Principe

La méthode au **disque de Secchi** est très courante. Un disque blanc (diamètre 28 cm) fixé au bout d'une perche est plongé dans l'eau jusqu'à disparition visuelle du disque. La longueur immergée de la tige correspond à la transparence.

La méthode de **Snellen** permet d'effectuer des mesures de transparence en amont et en aval du rejet de la STEP (pour autant que l'exutoire de la STEP soit une rivière).

L'eau à mesurer est introduite dans un cylindre muni d'un fond transparent placé à 2 cm au-dessus d'un texte normalisé. L'eau est évacuée par un robinet jusqu'à ce que le texte soit visible à travers la colonne d'eau.

Le résultat est indiqué en centimètres (ISO) de hauteur d'eau.

L'expérience montre que les valeurs obtenues peuvent être associées à la qualité de l'épuration :

	selon Secchi	selon Snellen
Eau brute :	5-20 cm	-
Eau épurée claire :	60-100 cm	20-30 cm
Eau très claire :	plus de 100 cm	plus de 30 cm

Pertinence de la mesure

Cette analyse dépend principalement de l'acuité visuelle du manipulateur et de la qualité de l'éclairage ambiant. D'un opérateur à l'autre, on peut constater de grandes disparités de valeurs.

Norme Fédérale

Transparence de l'effluent de la STEP : minimum 30 cm (ISO : 0.30 m) selon Snellen.

2. Turbidité

But

Mesurer la turbidité, soit la teneur de l'eau en matières qui la troublent. La différence de turbidité entre l'entrée et la sortie est un indicateur de rendement de l'installation. Comme la transparence, la mesure de turbidité permet de connaître l'influence des rejets de la STEP sur la transparence des eaux naturelles du milieu receveur.

La turbidité de l'eau, soit sa teneur en matières insolubles (particules solides, colloïdales, bactéries, micro-algues), influence la température de l'eau (un liquide foncé absorbe mieux la chaleur qu'un liquide clair) et diminue la pénétration des rayons UV qui jouent un rôle important de limiteurs du développement de la flore.

Principe

L'échantillon d'eau est introduit dans un flacon de mesure normalisé et mesuré dans un turbidimètre, soit un genre de photomètre qui mesure et calcule le rapport entre la lumière transmise et la lumière diffusée à 90°. Ce type d'analyse s'appelle aussi **néphélogéométrie**.

Le résultat est indiqué en NTU ("nephelometric turbidity unit" ou unité de turbidité néphélogéométrique).

On attribue les termes "eau claire" ou "eau trouble" aux mesures approximatives suivantes :

Eau claire :	moins de 5 NTU
Eau légèrement trouble :	entre 5 et 50 NTU
Eau trouble :	plus de 50 NTU

Pertinence de la mesure

On peut établir une corrélation entre la turbidité et les mesures de matières sèches, cependant elle est spécifique à l'échantillon (donc à la culture du bioréacteur ou à la STEP). Elle doit alors être établie pour chaque cas. On peut toutefois trouver des corrélations-type dans la littérature, mais elles sont établies sur des suspensions de particules ou de colloïdes bien définis.

3. Matières Sèches en Suspension (MSS)

But

Mesurer la masse des matières flottantes en suspension et décantables contenues dans les eaux, dans le but de contrôler le fonctionnement des ouvrages de traitement. La MSS des bassins de boues activées renseigne sur la quantité de biomasse. Dans les bassins de décantation, la MSS renseigne sur l'efficacité de la décantation, la quantité de matière qui s'en échappe dans l'exutoire ou la présence de bactéries filamenteuse allégeant la biomasse.

Principe

L'échantillon le plus homogène possible est pesé, puis filtré sur une membrane filtrante de 0.45 microns ou centrifugé. La pesée des matières retenues sur le filtre ou contenues dans le culot est effectuée après séchage à 105°C, soit jusqu'à masse constante. 24 heures suffisent pour une mesure de MSS, tant que l'échantillon ne dépasse pas 250 ml.

Le résultat est généralement indiqué soit en $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, ou sans unité (ISO) puisqu'il s'agit d'une fraction massique. Si on souhaite calculer l'Indice de Mohlman, on peut considérer que la masse volumique de l'échantillon est égale à 1 et on exprime le résultat en concentration : $\beta(\text{MSS}) = X \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

Norme fédérale

Dans l'effluent de la STEP, $20 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (ISO : $w(\text{MSS}) = 20 \cdot 10^{-6}$) en moyenne sur 24 heures : 4 examens sur 5 doivent donner des valeurs égales ou inférieures.

Si la STEP draine plus de 10000 EH : $15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (ISO : $w(\text{MSS}) = 15 \cdot 10^{-6}$).

4. Matières Minérales en Suspension (MMS) **Matières Volatiles en Suspension (MVS)**

But

Déterminer la teneur en matières minérales et organiques dans les matières en suspension des eaux usées brutes, dans les boues activées ou l'entrée et la sortie du système de digestion des boues.

Principe

Le résidu obtenu sur le filtre lors de la détermination des matières sèches est calciné avec la membrane dans un four à 550 °C. Le résidu calciné est refroidi au dessiccateur et pesé.

Le résultat est indiqué soit en $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, ou sans unité (ISO) puisqu'il s'agit d'une fraction massique.

La partie brûlée (perte au feu) est assimilée à la matière organique, mais ceci est approximatif, car d'une part certains composés organiques produisent après calcination un résidu minéral (NaCl, etc.) appelé aussi "cendres de calcination". D'autre part, certains produits minéraux tels les carbonates, se décomposent et perdent de la masse sous forme de gaz carbonique.

Pertinence de la mesure

Le rapport $w(\text{MMS}) / w(\text{MSS})$ renseigne sur la qualité des boues activées. Par temps sec, il est de l'ordre de 30 % (ISO : 0.30).

5. Matières Sèches Totales (MST)

But

Mesure de la totalité des substances présentes dans l'eau ou la boue (à l'exception des gaz dissous) dans le but de déterminer les quantités de matières amenées par les eaux usées ou extraites avec les boues. Cette mesure est importante pour:

- un contrôle des bassins de boues activées (B.A.)
- l'analyse de fonctionnement de la STEP
- le calcul de la production de boues par équivalents-habitants (EH) raccordés
- le tarif appliqué par le prestataire qui incinère les boues.

Principe

Un échantillon de boue ou d'eau de masse connue est séché à l'étuve à 105 °C jusqu'à constance de la masse (généralement 24 heures suffisent) dans un creuset taré, refroidi au dessiccateur et pesé. Les matières sèches ainsi obtenues serviront, le cas échéant, à la détermination de la teneur en matières minérales et organiques, selon la technique décrite ci-dessous.

Le résultat est indiqué soit en $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, ou sans unité (ISO) puisqu'il s'agit d'une fraction massique.

6. Matières Minérales Totales (MMT) ET Matières Volatiles Totales (MVT)

But

Déterminer la teneur en matières minérales et organiques dans les eaux usées brutes, les boues activées, les boues fraîches et digérées.

Dans un bassin à boues activées, la MVT permet d'estimer la biologie présente.

Dans un réacteur (un chemostat), la MVT permet d'estimer la concentration de biomasse active, pour autant qu'elle ne soit pas en partie fixée sur les parois.

Calculer les rendements de digestion des boues.

Principe

Le résidu obtenu lors de la détermination des matières sèches est calciné dans un four à 550 °C. Le résidu calciné est refroidi au dessiccateur et pesé.

Le résultat est indiqué soit en $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, ou sans unité (ISO) puisqu'il s'agit d'une fraction massique.

La partie brûlée (perte au feu) est assimilée à la matière organique totale, mais ceci est approximatif, car d'une part certains composés organiques produisent après calcination un résidu minéral (NaCl, etc.) appelé aussi "cendres de calcination". D'autre part, certains produits minéraux tels les carbonates, se décomposent et perdent leur gaz carbonique.

7. Matières Décantables (MD)

Par matières décantables, on entend le volume de matières déposées dans un kilogramme d'eau après un temps de sédimentation.

But

Cette méthode sert de contrôle de fonctionnement de la partie biologique du traitement. Elle peut également servir au contrôle de fonctionnement du décanteur primaire et au contrôle des surnageants de digesteurs et des filtrats de déshydratation.

La détermination de la courbe de décantation en fonction du temps (courbe de Kynch) permet de tirer des conclusions concernant l'aptitude à la décantation d'une boue (utilisation de flocculants, etc.) et de dimensionner la surface d'un clarificateur.

Cette méthode permet par ailleurs de mettre en évidence l'influence de la géométrie du récipient et de la concentration initiale de la boue sur la valeur de l'Indice de Mohlman.

Principe

Un décimètre-cube (en pratique : un litre) d'échantillon homogénéisé est introduit dans le récipient cône ou cylindre. La lecture du volume de matières décantées est effectuée régulièrement. La courbe *volume de matières décantables* en fonction du *temps* est tracée. Les résultats sont indiqués en $\text{cm}^3\cdot\text{dm}^{-3}$ ou sans unité (ISO) puisqu'il s'agit d'une fraction volumique. Si on souhaite calculer l'Indice de Mohlman, on exprimera les matières décantables en concentration volumique : $\sigma(\text{MD}) = X \text{ ml}\cdot\text{L}^{-1}$ ou $\text{cm}^3\cdot\text{dm}^{-3}$.

Trois essais seront effectués sur les boues activées (essais en cône ou en cylindre, selon la technique employée à la STEP)

Boues brutes

boues diluées 2 fois

boues concentrées 2 fois (concentrées par élimination de surnageant correspondant à la moitié du volume total, réhomogénéisation, puis nouvel essai de décantation.)

Un essai est effectué sur l'eau de sortie

(S'il y a présence de boues filamenteuses, l'échantillon de boues sera dilué 4 fois)

Test en cylindre : Essais réalisés en cylindre de 1 000 cm^3

Test en cône : Cône Imhoff en verre, plexiglas ou PVC, contenance 1000 cm^3 (lors d'une première utilisation, contrôler la graduation).

Effectuer les mêmes essais que pour le test en cylindre.

Recommandation d'exploitation

Après 30 minutes, le volume de matières décantables pour les boues activées d'une STEP au fonctionnement normal est de 200 à 300 ml·L⁻¹ ou cm³·dm⁻³ (ISO : $\varphi(\text{MD}) = 0.2$ à 0.3)

Le volume de matières décantables dans l'effluent d'un lit bactérien à forte charge peut varier de 0.1 à 1 ml·L⁻¹ ou cm³·dm⁻³ (ISO : $\varphi(\text{MD}) = 0.1 \cdot 10^{-3}$ à $1 \cdot 10^{-3}$). Ceci est causé par le détachement aléatoire de lambeaux de biofilm.

Pertinence de la mesure

Le rapport $\varphi(\text{MD}) / w(\text{MSS})$ renseigne sur le fonctionnement de la décantation primaire. Par temps sec, il est de l'ordre de 0.5 à 0.6 (50 à 60 %).

Norme Fédérale

Un échantillon d'effluent peut contenir au maximum 0.3 ml·L⁻¹ de boues décantées (ISO : $\varphi(\text{MD}) = 0.3 \cdot 10^{-3}$) en 2 heures.

Remarques

Dans le cas d'installations à faible charge, il peut arriver que les boues remontent à la surface avant les 30 minutes de décantation. Ce phénomène, qui est favorisé par une élévation de la température, est lié à un dégagement gazeux de N₂ dû à un processus de dénitrification. Attendre alors 2 heures que ce processus se termine et recommencer le test après homogénéisation de l'échantillon.

Lorsque le volume de boues dépasse 500 ml·L⁻¹ (ISO : $\varphi(\text{MD}) = 0.5$) après 30 minutes, il est utile de procéder à des tests de décantation avec dilutions. Ces tests permettent de mettre en évidence la présence de boues trop concentrées ou de boues filamenteuses qui décantent mal.

Dans la pratique, le volume des boues supérieur à 500 ml avec le cône Imhoff donne des valeurs plus faibles qu'en cylindre en raison de la géométrie du récipient. En revanche, pour des valeurs inférieures, le cône fournit des valeurs plus grandes que celles obtenues avec le cylindre (10 à 20 %).

8. Indice de Mohlman (IM)

But

L'indice de Mohlman renseigne sur la qualité des boues activées.

Principe

L'indice de Mohlman est le rapport entre le volume des boues en ml·L⁻¹ (ISO : $\sigma(\text{MD})$) et la teneur en matières en suspension du même échantillon de boues en g·L⁻¹ (ISO : $\beta(\text{MSS})$). On obtient ainsi le volume occupé par 1 g de matières en suspension après 30 minutes de décantation pour les boues activées et après 2 heures pour l'effluent d'un lit bactérien.

Cette valeur caractérise la capacité de décantation de boues activées.

En pratique, la détermination de l'indice de Mohlman revient à:

1. Mesurer le volume de matières décantables (MD) en 30 minutes (boues activées) et l'exprimer en concentration volumique $\sigma(\text{MD}) = X \text{ ml} \cdot \text{L}^{-1}$
2. Mesurer la teneur en matières sèches en suspension à 105 °C et l'exprimer en concentration massique $\beta(\text{MSS}) = Y \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$

L'indice est calculé sur la base de ces deux analyses : $V_m(\text{IM}) = \sigma(\text{MD}) / \beta(\text{MSS})$ en mL·g⁻¹

Signification de l'indice

Si $80 < IM < 150$ ou $80 \text{ mL}\cdot\text{g}^{-1} < V_m(IM) < 150 \text{ mL}\cdot\text{g}^{-1}$: installation en bon état.

Si $V_m(IM) > 80 \text{ mL}\cdot\text{g}^{-1}$:

- boues en phase de minéralisation
- phénomène physique dans le cas
 - a) de stations recevant des eaux d'égouts unitaires chargées de limon après de fortes pluies
 - b) de déphosphatation

La présence de limon fait augmenter la masse des boues d'où une décantabilité plus grande et par suite une modification du rapport poids/volume.

Si $V_m(IM) > 150 \text{ mL}\cdot\text{g}^{-1}$: boues légères et filamenteuses suite à un manque d'aération

9. Carbone Organique Dissous (COD) **Carbone Organique Total (COT)**

But

Ils sont multiples :

Suivi de la dépollution de la charge organique sur un bioprocédé

Corrélation du COD ou du COT avec la mesure de la DCO

Vérification de la non-carence d'un milieu de culture

Contrôle de la qualité des eaux de rejet d'une STEP

Principe

Le carbone organique contenu dans les eaux usées d'origine domestique ou dans les effluents industriels est présent sous forme de composés divers se trouvant dans des états d'oxydation variés.

Le carbone organique total $\beta(\text{COT})$ comprend la somme du carbone organique présent sous forme soluble (par exemple les sucres simples, les alcools ou les acides organiques) et sous forme insoluble (par exemple les particules de cellulose).

Le carbone organique dissous $\beta(\text{COD})$ correspond à la partie organique soluble dans l'eau (non retenue par un filtre de porosité $0.45 \mu\text{m}$)

Le carbone total $\beta(\text{C.T.})$ comprend la somme du carbone organique et du carbone inorganique $\beta(\text{C.I.})$.

$$\beta(\text{CT}) = \beta(\text{COT}) + \beta(\text{CI})$$

Les instruments analytiques mesurent tous la totalité du carbone dissous, certains mesurent simultanément la totalité du carbone particulaire. Dans les deux cas, il est indispensable de différencier ou séparer le carbone organique du carbone inorganique.

Un micro-échantillon à analyser est injecté d'une part dans le tube à combustion chauffé à 680°C en présence d'un catalyseur au platine où les atomes de carbone des composés organiques et inorganiques sont oxydés en dioxyde de carbone. Un détecteur photométrique infrarouge génère un signal dont la surface est proportionnelle à la concentration de CO_2 . Le calculateur incorporé détermine la surface du pic et la convertit en concentration de carbone total, au moyen d'une équation de calibration prédéterminée par la mesure d'une solution standard.

L'échantillon est simultanément injecté dans un orifice conduisant à un four chauffé à 150°C , où seul le carbone inorganique (CI ou IC en anglais) est converti en CO_2 . Le CI déduit du carbone total donne le COT.

Les échantillons prélevés, acidifiés avec H_2SO_4 à pH 2 (soit $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$) peuvent se conserver une semaine.

Normes fédérales

Les normes de rejet de l'Ordonnance Fédérale sont de $\beta(\text{COD}) = 10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ et parfois de $15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ lorsque les charges d'entrée sont importantes.

Les objectifs pour les eaux de surface (lacs et rivières) sont de $\beta(\text{COD}) = 1 \text{ à } 3 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

10. Demande Chimique en Oxygène (DCO)

But

Détermination de la charge polluante d'une eau usée en matières organiques avant et après un traitement physique, chimique ou biologique afin de contrôler le fonctionnement d'une STEP et l'activité des microorganismes.

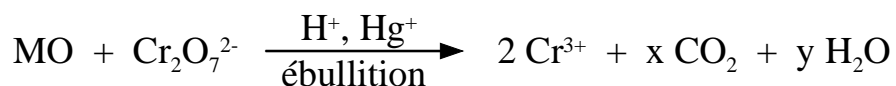
Corrélation de la DCO avec la mesure du COD ou du COT

Contrôle de l'influence du rejet de la STEP sur la qualité de l'exutoire.

Principe

Les matières oxydables (MO : composés organiques et certains composés minéraux) contenues dans l'échantillon sont oxydées par un excès de dichromate de potassium (puissant oxydant chimique) en milieu acide maintenu à $150 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 90 minutes en présence de sulfate d'argent (catalyseur d'oxydation) et de sulfate de mercure (agent complexant les chlorures). Les composés oxydables réduisent l'ion dichromate (Cr^{6+}) jaune-orange en ion chrome (Cr^{3+}) vert. La quantité de dichromate restant ou la quantité de chrome trivalent produite est mesurée colorimétriquement à 420 nm (gamme 150 ppm) ou à 620 nm (gamme 1500 ppm), respectivement.

La plupart des composés organiques sont oxydés entre 95 et 100 % de la valeur théorique. La pyridine et les composés similaires résistent toutefois à l'oxydation dans les conditions définies ci-dessus. Certains composés minéraux peuvent également être oxydés, comme l'ammoniaque en présence d'un excès de chlorures.



Nous utiliserons une mini-méthode de mesure de la DCO, telle qu'elle est commercialisée par la société HACH. Ses avantages sont les suivants : manipulations simplifiées, faibles quantités de réactifs utilisées, possibilité de traiter simultanément jusqu'à 25 échantillons, prise en considération des composés volatils. Bonne corrélation avec la méthode classique. L'inconvénient réside en une faible prise d'échantillon, ce qui peut poser des problèmes de reproductibilité pour des extraits contenant de grandes quantités de matières solides en suspension.

Pertinence de la mesure

Les rapports $\beta(\text{DCO}) \text{ soluble} / \beta(\text{DCO}) \text{ totale}$ et $\beta(\text{DCO}) \text{ décantable} / \beta(\text{DCO}) \text{ totale}$ se mesurent dans le cadre de la dénitrification. En STEP, par temps sec, il est de l'ordre de 30 à 40 % (ISO : 0.30 à 0.40). Le rapport $\beta(\text{DCO}) \text{ décantable} / \beta(\text{DCO}) \text{ totale}$ est aussi un paramètre de surveillance de l'efficacité de la décantation primaire.

Normes

La norme vaudoise est de $60 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (ISO : $\beta(\text{DCO}) = 60 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-3}$) pour un rejet dans les eaux superficielles.

11. Demande Biologique en Oxygène 5 jours (DBO₅)

But

La DBO₅ est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène qui est utilisée pour la dégradation de matières organiques décomposables par les processus biochimiques induits par des microorganismes. La détermination de la DBO₅ sert :

- à évaluer la concentration des polluants organiques dans les entrées et sorties de stations d'épuration biologiques
- à déterminer le rendement d'épuration
- à déterminer les besoins en O₂ des bassins de boues activées.

Principe de la méthode manométrique

Une quantité d'eau est versée dans une bouteille reliée à un transducteur de pression. L'oxydation des matières organiques provoque la formation de CO₂ qui sera piégé par une solution de KOH. Ainsi, il se développe une dépression dans la bouteille. Cette dépression est mesurée toutes les 24 heures, pendant 5 jours.

L'adjonction de thiosinamine (N-allyl-thiourée) permet de bloquer la nitrification car l'oxydation des dérivés ammoniacaux et des nitrites en nitrates absorbe également de l'oxygène et ce phénomène parasite la mesure. Cette amine joue un rôle d'inhibiteur.

Indications

Il est recommandé d'effectuer chaque mesure à double.

La valeur du pH devrait être comprise entre 6.5 et 7.5

Pour l'analyse d'eaux de STEP, on utilise généralement les quantités suivantes :

Eaux brutes : 164 ml ; eaux décantées : 250 ml ; eaux épurées : 432 ml

En cas de risque de nitrification, ajouter une pointe de spatule de N-allyl-thiourée.

Normes

$\beta(\text{DBO}_5) = 20 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1} \text{ O}_2$ et Rendement $> 90 \%$ (ISO : $\eta > 0.90$)

Si la STEP draine plus de 10000 EH : $\beta(\text{DBO}_5) = 15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1} \text{ O}_2$ **et** $\eta > 0.90$

12. Relation entre la DBO₅, LA DCO ET LE COT

Lorsqu'on établit pour une eau usée des relations entre la DBO₅, la DCO et le COT, il faut tenir compte de certains facteurs qui peuvent modifier les corrélations.

Parmi ceux-ci:

- a) Une partie de la DCO de certaines eaux industrielles est due à l'oxydation par le dichromate des ions ferreux, des sulfures, des sulfites, des composés azotés et d'autres composés minéraux.
- b) Certains composés sont totalement ou partiellement résistants à l'oxydation chimique ou biologique, et ne participent pas ainsi à la DCO ou la DBO₅. Cependant, la totalité du carbone organique est comptabilisée lors de la détermination du COT.

- c) La DBO_5 est influencée par différents facteurs, sans effet sur la détermination de la DCO ou du COT, tels que, pH, adaptation des micro-organismes, taux de dilution, et composés toxiques.

Rapport DCO / COT

On constate que le rapport DCO / COT est une indication du "taux d'oxydation" des produits organiques.

Par exemple :

$$CH_4 : \frac{\beta(DCO)}{\beta(COT)} = 5.33 \text{ (composé ayant un faible "taux d'oxydation")}$$

$$C_6H_5COOH : \frac{\beta(DCO)}{\beta(COT)} = 2.86 \text{ (cas intermédiaire)}$$

$$HOOC-COOH : \frac{\beta(DCO)}{\beta(COT)} = 0.67 \text{ (composé ayant un "taux d'oxydation" élevé)}$$

$$CO_2 : \frac{\beta(DCO)}{\beta(COT)} = 0 \text{ (composé ayant un "taux d'oxydation" maximum)}$$

Pendant le traitement (biologique ou chimique) une diminution du rapport DCO / COT peut être observée. Ce fait peut s'expliquer par la transformation de la matière organique en composés intermédiaires sans conversion appréciable en CO_2 . Une réduction de la DCO peut ne pas entraîner une diminution équivalente du COT (Exemple : la fermentation acétique où $CH_3-CH_2OH + O_2 \rightarrow CH_3COOH$)

Rapport DBO/DCO

Considérons en premier lieu un composé totalement biodégradable tel que le glucose.

Dans ce cas, supposant que $\beta(DCO)_{pratique} = \beta(DCO)_{théorique}$, on a : $\beta(DBO_{\infty}) / \beta(DCO) \approx 1$.

Dans le cas où le composé n'est pas biodégradable, on a $\beta(DBO_{\infty}) / \beta(DCO) \approx 0$

et pour un composé partiellement biodégradable, on a $\beta(DBO_{\infty}) / \beta(DCO) = 0.2$ à 0.4

Pendant le traitement biologique la diminution du rapport DBO_{∞} / DCO est due au fait que la teneur en matière non dégradables représente une fraction plus importante de la DCO dans l'eau traitée que dans l'eau brute. La valeur de ce rapport pour des eaux domestiques non traitées varie de 0.4 à 0.8

Rapport DBO_5 / COT

Alors qu'il est difficile de relier la DBO_5 au COT pour les eaux industrielles, le rapport DBO_5 / COT pour les eaux usées urbaines varie de 1.0 à 1.6.

Rapport DBO_5 / DCO

Le rapport DBO_5 / DCO varie de 0.01 à 0.7. Ce rapport a une importance déterminante pour la définition de la chaîne d'épuration d'un effluent. En effet, une valeur importante du rapport DBO_5 / DCO implique la présence d'une grande proportion de matières biodégradables et permet d'envisager un traitement biologique. Inversement, une valeur faible de ce rapport indique qu'une grande partie de la matière organique n'est pas biodégradable et, dans ce cas, il est préférable d'envisager un traitement physico-chimique.

Pour une eau domestique non traitée, le rapport DBO_5 / DCO est de 0.7 et pour un effluent de décantation secondaire, il varie de 0.4 à 0.8.

Rapport COT / DOC

COT d'entrée par rapport à la DCO de sortie.

Ce rendement permet d'apprécier l'élimination du carbone sans tenir compte du carbone dans les matières en suspension en sortie de STEP.

Le COT est calculé à partir de la DCO d'entrée :

$$\beta(\text{COT}) \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1} = 0.375 \cdot \beta(\text{DCO})$$

13. Titre Alcalimétrique Complet (TAC)

But

Le TAC est un paramètre important lors du contrôle de la digestion anaérobie. Il représente le pouvoir tampon de la suspension des boues en digestion, donc le pouvoir de stabilisation du pH. Chimiquement, le TAC correspond à la mesure des carbonates, hydrogénocarbonates et hydroxydes.

Principe

Un échantillon de filtrat des boues est titré jusqu'à pH 4.5 avec une solution d'acide sulfurique $0,05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Ceci correspond à une valeur de pH inférieure de 0.5 au demi-pKa du couple $\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$ qui assure que tous les alcalis faibles (donc susceptibles de participer à l'effet tampon) sont mesurés.

Signification du titre

Une valeur de 2000 à $5000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de CaCO_3 indique un bon fonctionnement de la digestion anaérobie qui se traduit par une capacité à supporter une acidification biologique sans modification notable du pH.

14. Acides Gras Volatils (AGV)

But

Détermination de la teneur en acides organiques volatils dans les boues fraîches et en digestion, lors du contrôle de la digestion anaérobie.

Principe

Les acides organiques volatils sont des produits intermédiaires apparaissant lors de la dégradation de la matière organique (acidogénèse) et servant de matières premières lors de la méthanogénèse (digestion méthanique).

L'accumulation d'acide propionique corrobore souvent la faible production de méthane. La valeur globale en acides gras volatils doit être inférieure à $5 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$, entre 5 et $20 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ la situation est critique, il faut corriger le pH, enfin au-delà de $20 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ la méthanisation va être inhibée, signifiant la perte progressive puis complète d'activité du réacteur. La production de méthane cessera complètement.

Les échantillons sont traités chimiquement pour éliminer les contaminants biologiques (protéines), puis dosés par HPLC. La méthode mesure séparément les acides acétique, propionique, iso-butyrique, n-butyrique, iso-valérique, n-valérique et lactique.

Rapport AGV / TAC

La valeur $c(\text{AGV})$ obtenue par HPLC est convertie en acide acétique en la multipliant par la masse molaire de cet acide, soit $M(\text{CH}_3\text{COOH}) = 60 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ et donne une concentration massique $\beta(\text{AGV})$.

Le rapport $\beta(\text{AGV}) / \beta(\text{TAC})$ est souvent très élevé au démarrage de l'installation, il doit être ramené vers 0.5, puis 0.2. Ce rapport donne une idée du fonctionnement du digesteur.

METHODES ANALYTIQUES
POUR
INFLUENTS / EFFLUENTS
DE BIOREACTEURS
OU
DE STATIONS D'EPURATION

2 – Partie pratique

JP. Kradolfer
A.-C. Porchet
M. Deront
N. Adler

ANNEXE 2 - METHODES ANALYTIQUES Partie pratique

1. Transparence (selon Snellen).....	92
2. Turbidité	93
3. Matières Sèches en Suspension (MSS).....	94
4. Matières Totales en Suspension (MTS) Matières Volatiles en Suspension (MVS).....	96
5. Matières Sèches Totales (MST)	97
6. Matières Minérales Totales (MMT) Matières Volatiles Totales (MVT).....	98
7. Matières Décantables (MD).....	99
8. Indice de Mohlman (IM)	100
9. Carbone Organique Dissous (COD) Carbone Organique Totale (COT).....	101
10. Demande Chimique en Oxygène (DCO).....	102
11. Demande Biologique en Oxygène 5 jours (DBO ₅)	103
12. Titre Alcalimétrique Complet (TAC).....	105
13. Analyses chimiques.....	108

Introduction

Dans ce document, pour chaque analyse, vous trouvez diverses indications pratiques :

Matériel

Pour la plupart des analyses, un casier rouge est à disposition près des fenêtres du labo CH C3 464. Vérifiez que vous disposez réellement devant vous de chaque objet décrit dans la liste, mais rappelez-vous que les balances et spectrophotomètres sont installés contre le mur opposé du labo, les minéralisateurs sont sous la hotte ventilée, les trompes à eau pour le vide sont sur votre paillasse et les portoirs ou appareils à filtrer sont dans la boîte de votre Setup, à votre couleur. Ne laissez pas ce matériel se disperser tous azimuts, merci !

Préliminaire

Un petit rappel pour que vous ne vous laissiez pas "avoir" par un détail oublié...

Mode opératoire

Une liste d'opérations que vous aurez avantage à suivre scrupuleusement. L'exactitude de vos résultats et l'obtention d'une évaluation finale honorable en dépendent !

Expression des résultats

Nous sommes persuadés de l'étendue de votre perspicacité, toutefois nous avons prévu parfois un petit guide pour vous aider au calcul.

Signification

Parfois un commentaire est ajouté concernant la signification du résultat d'analyse par rapport à l'objet analysé.

Normes ou Normes fédérales

Quand elles sont disponibles, nous vous indiquons les normes cantonales ou fédérales. Celle-ci ne sont pas toujours aux normes ISO, leurs unités sont parfois bizarres et nous les traduisons.

Prix par analyse

Quand il n'est pas nul, nous indiquons le prix de chaque analyse : ce prix comprend les réactifs et toutes les fournitures consommables, mais exclut l'amortissement des appareils et le temps de travail.

**GRANDEURS PHYSIQUES, LEURS SYMBOLES, DEFINITIONS ET UNITES
AUX NORMES ISO, TELS QU'ILS SONT UTILISES DANS CE MANUEL :**

GRANDEUR	SYMBOLE	DEFINITION	UNITE SI	AUTRES UNITES
masse	m(B)	m(B)	kg	t, g, mg, µg, ng
volume	V(B)	V(B)	m ³	dm ³ , cm ³ , L, mL
masse volumique	ρ _B	ρ _B = m(B)/V(B)	kg/m ³	kg/dm ³ , g/cm ³ , kg/L, g/mL
quantité de matière	n(B)	n(B)	mol	mmol
masse molaire	M(B)	M(B) = m(B)/n(B)	kg/mol	g/mol
fraction molaire	x(B)	x(B) = n(B)/n(mélange)	sans unité	
concentration en quantité de matière	c(B) ou [B]	c(B) = n(B)/V(mélange)	mol/m ³	mol/dm ³ , mol/L
fraction massique	w(B)	w(B) = m(B)/m(mélange)	sans unité	g/g, g/kg, mg/kg, %(p/p), ppm, ppb
concentration massique	β(B)	β(B) = m(B)/V(mélange)	kg/m ³	kg/dm ³ , g/cm ³ , kg/L, g/L, g/mL, %(p/v), ppm, ppb
fraction volumique	φ(B)	φ(B) = V(B)/[Σ _i V(i)]	sans unité	L/L, m ³ /m ³
concentration volumique	σ(B)	σ(B) = V(B)/V(mélange)	sans unité	mL/mL, mL/100mL, %(v/v), ppm, ppb
solubilité	S*(B)	S*(B) = m(B)/m(solvant)		g/100g
volume molaire	V _n (B)	V _n (B) = V(B)/n(B)	m ³ /mol	dm ³ /mol L/mol
volume massique	V _m (B)	V _m (B) = V(B)/m(B)	m ³ /kg	dm ³ /kg L/g, mL/g
rendement	η	η = valeur pratique/valeur théorique	sans unité	%
facteur de dilution	f	f = c(finale)/c(initiale)	sans unité	
facteur de correction	t	t = c(réelle)/c(nominale)	sans unité	
température absolue	T		K	
température en degrés Celsius	θ	θ = T - T ₀ T ₀ = 273.15 K	°C	
pression	p	F _n /S	Pa	bar, mbar, atm, Torr

1. Transparence (selon Snellen)

Matériel

Appareil selon Snellen : Cylindre de verre de 0.600 m de haut, diamètre intérieur 22 mm, gradué en cm et muni à la base d'un robinet de vidange. La base du cylindre est plane et en verre incolore.

Le cylindre est fixé sur un support au moyen d'une pince, de manière que la base du cylindre se trouve à 20 mm au-dessus de l'échantillon de texte ci-dessous (Arial en taille 11) :

ABCDEFGHIJKLMNPO

Mode opératoire

1. Introduire l'échantillon fraîchement prélevé et bien mélangé jusqu'à la marque supérieure du cylindre.
2. Laisser **immédiatement** s'écouler l'eau par le robinet de vidange en observant le texte à travers la colonne d'eau.
3. Fermer le robinet dès que le texte est distinctement lisible.
4. Noter le niveau de l'eau.
5. Si la mesure n'est pas possible, c'est-à-dire, si la hauteur d'eau est plus petite que 50 mm, diluer l'échantillon avec de l'eau potable (dilution 1:2 ou plus).

La détermination doit être rapide, afin d'éviter autant que possible la décantation des matières en suspension avant et pendant la mesure.

Effectuer la mesure en lumière tamisée. **La mesure dépend fortement** de l'opérateur et de la luminosité.

Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en transparence en cm, au cm près, en tenant compte de l'éventuelle dilution.

Exemple : Transparence (T_S) selon Snellen sur une eau décantée diluée 3 fois, soit $f = 3$

Observation : Hauteur d'eau mesurée après dilution : $h = 130$ mm

$$h / f = 4.33$$

Résultat : Transparence selon Snellen : $T_S = 40$ mm

L'expérience montre que les valeurs obtenues peuvent être associées à la qualité de l'épuration:

Eau épurée claire: 200-300 mm

Eau très claire: plus de 300 mm

Norme Fédérale

Transparence de l'effluent de la STEP : minimum 30 cm (ISO : 300 mm) selon Snellen.

Prix par analyse : nul

2. Turbidité

Matériel

Turbidimètre "TurbiCheck" d'AquaLytic

Flacons de mesure avec bouchons

Pissette d'eau déminéralisée

Pistolet à air comprimé

Préliminaire

Assurez-vous que le flacon de mesure que vous allez utiliser soit propre. Vérifiez aussi son bouchon. S'ils sont sales, lavez-les à l'eau déminéralisée puis séchez-les à l'air comprimé. Si le flacon porte des traces de dépôts calcaires, lavez-le d'abord à l'HCl 0.1 mol·dm⁻³. Si le flacon est rayé, il faut le remplacer.

Mode opératoire

Mettre en marche le turbidimètre en pressant la touche **On/Off** et attendre l'affichage **ntu**.

Introduire l'échantillon dans le flacon propre, remplir au moins jusqu'à la ligne de niveau blanche, refermer le bouchon.

Vérifiez que la paroi ne porte pas de bulles d'air adhérentes.

Introduire le flacon dans le puits de mesure du turbidimètre en faisant coïncider le repère triangulaire blanc Δ du flacon avec le repère \blacktriangle gravé sur le bord du puits.

Enfoncer le flacon à fond dans le puits.

Couvrir le puits de mesure avec le capuchon.

Appuyer sur la touche **Read**.

L'afficheur indique **ntu** et clignote durant 8 secondes environ puis le résultat s'affiche en NTU.

Noter le résultat.

Laver le flacon et le bouchon à l'eau déminéralisée, sécher à l'air comprimé.

Expression des résultats

On l'exprime en NTU. Il peut être issu de plusieurs mesures, dans ce cas, calculer la moyenne et l'écart-type.

Signification

Dans le cas de la mesure d'échantillons hétérogènes (par exemple eaux de ruissellement, boues activées, milieux de culture microbiens...) la variabilité de la mesure est fréquente. Pour obtenir une mesure moyennée précise, on répète ainsi la procédure sur un même échantillon : après la première mesure, ressortir le flacon, le retourner pour mélanger, mais sans secouer pour ne pas ajouter de bulles sur la paroi, le replacer dans le puits, poser le capuchon et presser la touche **Read**. Répéter encore une dizaine de fois cette procédure.

Prix par analyse : nul

3. Matières Sèches en Suspension (MSS)

Matériel

Tubes à centrifuger et centrifugeuse ou	Paire de brucelles
appareil de filtration Millipore	Etuve à $\theta = 105\text{ °C}$
Filtres $0.45\text{ }\mu\text{m}$ en nitrocellulose	Dessiccateur garni de silicagel avec indicateur d'humidité

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous la veille de la manip que des tubes à centrifuger et des membranes filtrantes **séchés** soient disponibles, sinon les mettre à sécher à 105 °C .

Mode opératoire

Deux méthodes sont proposées. On peut n'en choisir qu'une ou bien effectuer les deux pour recouper les résultats. ►►► Important : la méthode par centrifugation ne permet pas d'effectuer l'analyse des matières minérales en suspension (MMS).

Par centrifugation

- Choisir un tube à centrifuger préalablement séché à 105 °C et conservé au dessiccateur
- Peser le tube à centrifuger, variable $m(T)$
- Introduire un volume connu d'échantillon homogène, variable $V(P)$
- Centrifuger puis éliminer le surnageant
- Sécher le tube et son contenu à 105 °C pendant la nuit
- Placer au dessiccateur pour refroidissement
- Peser le tube, variable $m(M)$

Par filtration (voir démo "Filt1024.exe")

- Choisir une membrane filtrante de $\varnothing = 47\text{ mm}$ et de porosité de $0.45\text{ }\mu\text{m}$
- Rincer la membrane à l'eau déminéralisée
- Sécher la membrane à 105 °C pendant toute la nuit
- Tarer la membrane, variable $m(T)$, puis la placer sur le dispositif à filtrer
- Filtrer un volume connu, variable $V(P)$, entre 0.050 et 0.100 dm^3 d'échantillon homogène
- Retirer la membrane, la placer dans une coupelle
- Sécher la membrane à 105 °C pendant la nuit
- Placer au dessiccateur pour refroidissement
- Peser la membrane, variable $m(M)$.

Expression des résultats

Soustraire la tare de la pesée finale, pour obtenir la masse nette $m(N)$ des matières en suspension, puis rapporter le résultat à un volume de 1 litre.

$$m(N) = m(M) - m(T)$$

$$\beta(MMS) = m(N) / V(P) \text{ [mg}\cdot\text{dm}^{-3}\text{]}$$

Exprimer la MSS en $\beta(MMS)$ [$\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$] au mg près

Norme fédérale

Dans l'effluent de la STEP, $\beta(\text{MMS}) \leq 20 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ en moyenne par 24 heures : 4 examens sur 5 doivent donner des valeurs égales ou inférieures.

Prix de chaque analyse : nul par centrifugation, 1.10 CHF par filtration

4. Matières Totales en Suspension (MTS) Matières Volatiles en Suspension (MVS)

Matériel

Membranes filtrantes portant les matières totales en suspension (MSS)

1 four allant jusqu'à $\theta = 650\text{ °C}$ ou plus

creusets de porcelaine (150 cm^3) préalablement séchés à 105 °C et conservés au dessiccateur

1 pince à creuset

1 dessiccateur garni de dessiccant

1 balance de précision

Préliminaire

Cette analyse ne peut se mettre en œuvre que si les MSS ont été mesurées par **filtration**.

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous la veille de la manip que des creusets de porcelaine **séchés** soient disponibles, sinon les mettre à sécher à 105 °C . Assurez-vous aussi de démarrer le four à calciner suffisamment tôt.

Mode opératoire

1. Choisir un creuset propre et sec, le peser, variable **m(T)**.
2. Introduire la membrane filtrante portant les MSS et de masse **m(M)**.
3. Calciner durant 2 heures (voir démo "Four1024.exe").
4. Retirer les creusets du four
5. Mettre les creusets à refroidir 10 minutes dans le dessiccateur
6. Peser les creusets, variable **m(C)**.

Expression des résultats

Rappel :

Prise d'échantillon pour MMS : **V(P)** L

Masse nette des matières en suspension : **m(N)** mg

tare du creuset : **m(T)** mg

pesée après calcination : **m(C)** mg

$$\beta(\text{MMS}) = [m(\text{C}) - m(\text{T})] / V(\text{P}) \quad w(\text{MMS}) = \beta(\text{MMS}) / \beta(\text{MSS})$$

$$\beta(\text{MVS}) = [m(\text{M}) - m(\text{C}) - m(\text{T})] / V(\text{P}) \quad w(\text{MVS}) = 1 - w(\text{MMS})$$

Résultat à exprimer en $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ou en % des matières sèches ou en fraction massique w (sans unité)

Prix par analyse : nul

5. Matières Sèches Totales (MST)

Matériel

Creusets de porcelaine (150 cm³) préalablement séchés à 105 °C et conservés au dessiccateur

Etuve à 105 °C

Dessiccateur garni de gel de silice avec indicateur d'humidité

Balance de précision, lecture au mg pour les eaux, lecture au dixième de g pour les boues.

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous la veille de la manip que des creusets de porcelaine **séchés** soient disponibles, sinon les mettre à sécher à 105 °C.

Mode opératoire

- Choisir un creuset propre et sec, le peser, variable **m(T)**.
- Introduire environ 100 cm³ de l'échantillon fraîchement prélevé et mélangé puis le peser, variable **m(P)**.
- Sécher le contenu du creuset dans l'étuve à 105 °C pendant la nuit
- Placer le creuset dans le dessiccateur et laisser refroidir 1 heure.
- Peser le creuset, variable **m(B)**.
- Si on projette de mesurer plus tard les résultats des MMT et MVT, remettre le creuset au dessiccateur ou directement calciner au four si on souhaite les résultats tout de suite (voir la procédure plus loin).

Expression des résultats

$$w(\text{MST}) = [m(\text{B}) - m(\text{T})] / [m(\text{P}) - m(\text{T})]$$

Traditionnellement, on multiplie le résultat par 1000 et l'exprime :

en mg·g⁻¹ pour les eaux à 1 mg près,

en g·kg⁻¹ pour les boues à 1 g près.

ISO : on l'exprime en fraction massique, donc sans unité

Prix par analyse : nul

6. Matières Minérales Totales (MMT) Matières Volatiles Totales (MVT)

Matériel

- 1 four allant jusqu'à 650 °C ou plus
- creusets contenant les matières sèches totales (MST)
- 1 pince à creuset
- 1 dessiccateur garni de dessiccant
- 1 balance de précision

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous de démarrer le four à calciner suffisamment tôt.

Mode opératoire

1. Préchauffer le four à 550 °C
2. Placer les creusets contenant les matières sèches dans le four
3. Calciner durant 2 heures (voir démo "Four1024.exe")
4. Retirer les creusets du four
5. Mettre les creusets à refroidir 10 minutes dans le dessiccateur
6. Peser les creusets.

Expression des résultats

Masse de la prise : $m(P)$ g

Masse du creuset vide (tare) : $m(T)$ g

Masse du creuset avec matières sèches : $m(B)$ g

Masse du creuset avec matières minérales : $m(M)$ g

$$w(\text{MMT}) = [m(M) - m(T)] / [m(P) - m(T)]$$

$$w(\text{MVT}) = 1 - w(\text{MMT})$$

Résultat à exprimer en fraction massique w , en $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ou en % des matières sèches.

Prix par analyse : nul

7. Matières Décantables (MD)

Matériel

1 cône Imhoff de 1000 cm³ ou

1 cylindre gradué de 1000 cm³

Mode opératoire

Le cône Imhoff ou le cylindre sont remplis avec 1.0 kg d'échantillon frais brut, dilué ou concentré (c'est-à-dire immédiatement après prélèvement) et bien mélangé.

La lecture du volume des matières décantées est effectuée très rapidement au début puis de manière plus espacées pendant au moins une heure.

Expression des résultats

Les matières décantables $V_m(\text{MD})$ sont exprimées en $\text{cm}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$

Les valeurs mesurées sont portées sur un graphe en fonction du temps (courbe de Kynch).

Norme Fédérale

Un échantillon d'effluent peut contenir au maximum $0.3 \text{ cm}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$ de boues décantées en 2 heures.

Prix par analyse : nul

8. Indice de Mohlman (IM)

Expression des résultats

L'indice de Mohlmann s'obtient par un calcul : le quotient des matières décantables après 30 minutes par la teneur en matières sèches totales.

$$V_m(\text{IM}) = 10^{-3} \cdot V_m(\text{MD}) / w(\text{MST})$$

Indice de Mohlman exprimé en $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

Signification de l'indice

Si $80 < V_m(\text{IM}) < 150$: installation en bon état.

Si $V_m(\text{IM}) < 80$:

- boues en phase de minéralisation
- phénomène physique dans le cas
 - a) de stations recevant des eaux d'égouts unitaires chargées de limon après de fortes pluies
 - b) de déphosphatation

La présence de limon fait augmenter le poids des boues d'où une décantabilité plus grande et par suite une modification du rapport poids/volume.

Si $V_m(\text{IM}) > 150$: boues légères et filamenteuses suite à un manque d'aération

9. Carbone Organique Dissous (COD) **Carbone Organique Totale (COT)**

Matériel

Tubes "TOC"

Solution H_2SO_4 $c = 0.5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

Pipettes plastique

Mode opératoire

Les échantillons prélevés sont acidifiés avec H_2SO_4 jusqu'à pH 2. Ils peuvent se conserver dans leur tube une semaine au réfrigérateur. La mesure elle-même est effectuée par le personnel du LBE.

Normes fédérales

Les normes de rejet de l'Ordonnance Fédérale sont de $10 \text{ mg(COD)} \cdot \text{dm}^{-3}$ et parfois de $15 \text{ mg(COD)} \cdot \text{dm}^{-3}$ lorsque les charges d'entrée sont importantes.

Les objectifs pour les eaux de surface sont de 1 à $3 \text{ mg(COD)} \cdot \text{dm}^{-3}$.

Prix de chaque analyse : 2.25 CHF

10. Demande Chimique en Oxygène (DCO)

Matériel

Appareil à DCO	Tubes contenant les réactifs gamme 150 ppm (0 à 150 mg·dm ³)
Solution étalon	Pointes de pipettes 2 ou 2.5 cm ³

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous d'allumer le réacteur DCO suffisamment tôt.

Mode opératoire

- Allumer le réacteur DCO. Préchauffer à 150 °C.
- Préparer des tubes HACH contenant la solution de digestion pour DCO (gamme 0-150 mg·dm⁻³) : un pour le blanc (eau), un pour la solution étalon (100 mg·dm⁻³) et un tube pour chacun des échantillons (eau brute : dilution 3 fois – eau décantée : dilution 2 fois – eau épurée : sans dilution)

SECURITÉ : Les tubes contiennent de l'acide sulfurique concentré et des sels de mercure. Il faut donc les manier avec précaution, car leur contenu est toxique et corrosif.

- Tenir le tube légèrement incliné au-dessus d'un évier, dévisser le bouchon et pipeter 2 cm³ d'eau, de solution étalon ou d'échantillon.
- Fermer hermétiquement le bouchon, puis retourner le tube plusieurs fois en le tenant par le bouchon. Attention: le tube devient très chaud lors du mélange et il y a risque de surpression.
- Placer les tubes dans le réacteur DCO, noter leur emplacement, puis laisser pendant au moins 1h30 à 150 °C.
- A la fin du chauffage, retourner plusieurs fois chaque tube pendant qu'il est encore chaud, puis placer les tubes sur un portoir métallique.
- Allumer le photomètre HACH DR-2000, puis entrer le numéro de programme pour la DCO faible : 4 3 0, puis READ/ENTER.
- Régler la longueur d'onde adéquate en tournant le bouton de réglage, puis appuyer sur READ/ENTER.
- L'affichage indique " mg/l DCO H". Placer le tube d'essai à blanc dans le photomètre, avec l'indication HACH tournée vers l'opérateur. Placer le capuchon sur l'adaptateur, puis appuyer sur la touche ZERO.
- Placer successivement les différents tubes dans le photomètre comme précédemment, puis appuyer sur la touche READ/ENTER. L'affichage indique ATTENDRE, puis le résultat en mg/l DCO s'affiche. Noter le résultat dans votre journal de labo, puis multiplier les valeurs mesurées par le facteur de dilution.
- Eteindre le réacteur DCO si plus personne ne l'utilise aujourd'hui.

Expression des résultats

$\beta(\text{DCO})$ en mg·dm⁻³

Normes

La norme vaudoise est de 60 mg(DCO)·dm⁻³ pour un rejet dans les eaux superficielles.

Prix de chaque analyse : 4.46 CHF

11. Demande Biologique en Oxygène 5 jours (DBO₅)

Matériel

Flacons bruns WTW	Barreaux magnétiques
Têtes OxiTop WTW	NaOH en pastilles
Godets de caoutchouc	N-allyl-thiourée
Ballons jaugés de trop-plein	Armoire climatisée à 20 °C, avec agitateurs

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous que l'armoire climatisée est allumée et réglée à 20 °C.

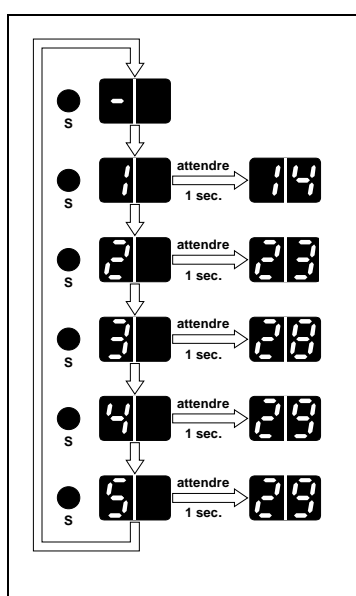
Mode opératoire

1. Rincer le flacon brun avec l'échantillon à mesurer. Egoutter correctement.
2. Homogénéiser l'échantillon en l'agitant et en l'aérant pour qu'il se sature en air dissous.
3. Mesurer la quantité désirée (voir tableau ci-dessous à droite) avec le ballon jaugé de trop-plein et verser dans le flacon brun propre.
4. Introduire l'agitateur magnétique dans chaque bouteille.
5. Insérer le godet de caoutchouc dans le col du flacon brun.
6. Ajouter 2 pastilles de NaOH dans le godet de caoutchouc au moyen d'une brucelle
7. Refermer soigneusement le flacon brun en y vissant la tête OxiTop.
8. Presser simultanément les touches **M** et **S** de la tête OxiTop pour l'initialiser.
9. Installer l'assemblage flacon+tête sur l'agitateur de l'armoire climatisée.

La mesure va démarrer dès que la tête mesurera une température de 20 °C. L'OxiTop va enregistrer automatiquement une valeur chaque 24 heures, pendant 5 jours.

Pendant ce laps de temps, pour consulter la valeur actuelle, presser la touche **M**.

Après les 5 jours, lire chaque valeur en pressant la touche **S** selon la démarche ci-dessous à gauche :



Gamme de mesure de DBO ₅ en mg·dm ⁻³	volume d'échantillon en cm ³	facteur à multiplier au résultat
0 – 40	432	1
0 – 80	365	2
0 – 200	250	5
0 – 400	164	10
0 – 800	97	20
0 – 2000	43.5	50
0 – 4000	22.7	100

Expression des résultats

Valeur lue sur la tête OxiTop \times facteur = $\beta(\text{DBO}_5)$ en $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$

Prix de chaque analyse : 0.10 CHF

12. Titre Alcalimétrique Complet (TAC)

Matériel

Burette de 50 cm ³	Barreau magnétique
Bécher de 150 cm ³	pHmètre étalonné
Agitateur magnétique	Solution d'acide sulfurique $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$

Préliminaire

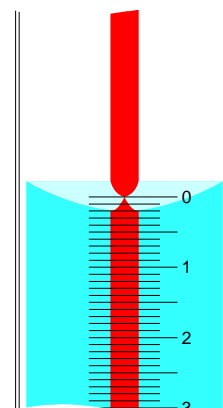
Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous d'avoir la solution H_2SO_4 à disposition et veillez à ce que le pHmètre soit étalonné, sinon : procédez à son étalonnage.

Mode opératoire

- Prélever un échantillon de boue en digestion, le centrifuger ou le filtrer de manière à obtenir au moins 50 cm³ de filtrat.
- Mesurer précisément **50 cm³** et les introduire dans un bécher.
- Introduire un barreau magnétique, placer le bécher sur l'agitateur magnétique et introduire l'électrode de pH
- Remplir la burette de solution d'acide sulfurique au moyen d'un entonnoir, s'assurer qu'aucune bulle ne subsiste dans la pointe en dessous du robinet. Si nécessaire : écouler du liquide pour chasser la bulle puis rajouter de l'acide jusqu'au dessus du niveau zéro. **Enlever l'entonnoir** et ajuster le niveau zéro grâce à la bande colorée de la paroi arrière de la burette, selon la figure de droite :
- Titrer jusqu'à pH 4.5 avec la solution d'acide $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$
- Lire le volume **V** d'acide consommé selon la même démarche illustrée.



Expression des résultats

$$\beta(\text{TAC}) = \frac{V(\text{H}_2\text{SO}_4)[\text{cm}^3] \cdot c(\text{H}_2\text{SO}_4)[\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}] \cdot M(\text{CaCO}_3)[\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}] \cdot 1000 [\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}]}{V(\text{prise})[\text{cm}^3]}$$

- où $V(\text{H}_2\text{SO}_4)[\text{cm}^3]$: volume d'acide consommé en cm³ (lu sur la burette)
 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)[\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}]$: concentration molaire de la solution d'acide (égale à 0.05 mol·dm⁻³)
 $V(\text{prise})[\text{cm}^3]$: volume de la prise en cm³ (égal à 50 cm³)
 $M(\text{CaCO}_3)[\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}]$: masse molaire du CaCO₃ (égale à 100 g·mol⁻¹)
1000 [mg·g⁻¹] : conversion d'unité, le résultat est exprimé en mg(CaCO₃)·dm⁻³.

NOTE : Il faut une mole H_2SO_4 pour transformer une mole de CaCO_3 en H_2CO_3

Si les quantités et concentrations décrites dans le mode opératoire sont respectées, la formule peut se réduire à : $\beta(\text{TAC}) = V(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot 100 [\text{mg}(\text{CaCO}_3)\cdot\text{dm}^{-3}]$

Signification du titre

Une valeur β (TAC) de 2000 à 5000 $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$ de CaCO_3 indique un bon fonctionnement de la digestion anaérobie.

Prix de chaque analyse : 0.10 CHF

Acides Gras Volatils (AGV)

Matériel

Tubes 13 cm³

Tubes Eppendorf

Solution Ba(OH)₂ c = 0.15 mol·dm⁻³

Solution ZnSO₄ c = 0.15 mol·dm⁻³

Filtres pour seringues 0.2 μm

Seringues 5 cm³

Vials HPLC avec capuchons à sertir

Préliminaire

Lisez le mode opératoire. Si des notions vous échappent, consultez la **partie théorique** avant de poser des questions à l'assistant.

Assurez-vous que vous disposez de tout le matériel nécessaire **avant** de commencer les manipulations.

En particulier : assurez-vous d'avoir suffisamment de solutions de traitement de protéines (Ba(OH)₂ et ZnSO₄).

Mode opératoire

Pipeter, dans un tube de 13 cm³, 2400 μl (2.4 cm³) d'échantillon.

ajouter : 300 μl de Ba(OH)₂ c = 0.15 mol·dm⁻³

 300 μl de ZnSO₄ c = 0.15 mol·dm⁻³

Mélanger au Vortex

Répartir dans deux tubes Eppendorf

Centrifuger 10 min à 13000 RPM

Prélever le surnageant des deux tubes Eppendorf dans une seringue

Filtrer à travers un filtre 0.2 μm, directement dans un vial HPLC

Placer un capuchon et sertir à la pince

L'échantillon sera dosé par un collaborateur du LBE.

Expression des résultats

Les résultats seront donnés en mmol·dm⁻³ d'acide acétique, propionique, iso-butyrique, n-butyrique, iso-valérique, n-valérique et lactique.

Une valeur égale ou supérieure à 10 mmol·dm⁻³ d'acide propionique indique un risque certain d'inhibition de la méthanisation.

Prix de chaque analyse : 2.15 CHF

13. Analyses chimiques

Les analyses chimiques se font à l'aide de kits du commerce. Leur utilisation est décrite dans des fichiers Acrobat au format .pdf disponibles selon la clé suivante :

- Les fichiers détaillés portent la formule du ion, sans charge
- Les fichiers résumés portent la formule du ion, sans charge, suivie des signes -R

Exemple : fichier résumé de l'analyse des phosphates : PO4-R.pdf

Analyses décrites dans ces fichiers :

prix par mesure :

ammonium	NH_4^+	0.80 CHF
azote total	N_{total}	6.16 CHF
nitrate	NO_3^-	1.91 CHF
phosphore total	P_{total}	2.26 CHF
phosphate	PO_4^{3-}	0.53 CHF

Ces fichiers sont disponibles à l'adresse suivante :

Nouveau : une copie de ces fichiers figure aux pages suivantes.



1. Méthode

L'azote ammoniacal ($\text{NH}_4\text{-N}$) se présente en partie sous la forme d'ions ammonium et en partie sous la forme d'ammoniaque. Il existe un équilibre pH-dépendant entre ces deux formes.

Dans une solution fortement alcaline ne contenant pratiquement que de l'ammoniaque, ce dernier réagit avec un agent de chloration pour donner de la monochloramine. Celle-ci forme avec du thymol un dérivé bleu d'indophénol qui est dosé par photométrie.

La méthode est analogue à EPA 350.1, APHA 4500-NH₄ D et ISO 7150/1.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Cuve mm	Domaine de mesure		Nombre de dosages
	mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$	mg/l de NH_4^+	
50	0,010 - 0,500	0,013 - 0,644	500
20	0,03 - 1,50	0,04 - 1,93	
10	0,05 - 3,00	0,06 - 3,86	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. site Web.

3. Applications

Ce test dose aussi bien les ions ammonium que l'ammoniaque dissous.

Echantillons:

Eaux souterraines et eaux de surface

Eau de mer¹⁾

Eau potable

Eaux usées

Eaux d'aquarium

Solutions nutritives servant d'engrais

Sols et aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

¹⁾ Pour doser l'ammonium dans l'eau de mer, après addition du réactif $\text{NH}_4\text{-1}$, ajouter 0,1 ml d'hydroxyde de sodium en solution 5 mol/l. Puis procéder comme décrit au § 7 («Mode opératoire»).

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 2 et 0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$. Le dosage n'est pas encore perturbé par les concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %			
Al^{3+}	1000	Mg^{2+}	100
Ca^{2+}	1000	Mn^{2+}	10
Cd^{2+}	100	Ni^{2+}	100
CN^-	1	NO_2^-	100
Cr^{3+}	100	Pb^{2+}	1000
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	1000	PO_4^{3-}	100
Cu^{2+}	10	S^{2-}	1
F ⁻	10	SiO_3^{2-}	500
Fe^{3+}	100	Zn ²⁺	100
Hg ²⁺	100		
		EDTA	500
		Amines primaires ¹⁾	0
		Amines secondaires ²⁾	0
		Tensio-actifs ³⁾	500
		Na acétate	10 %
		NaCl	10 %
		NaNO_3	20 %
		Na_2SO_4	20 %

Les réducteurs gênent.

¹⁾ testé avec la méthylamine

²⁾ testé avec la diméthylamine

³⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs!

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

1 flacon de réactif $\text{NH}_4\text{-1}$

3 flacons de réactif $\text{NH}_4\text{-2}$

1 flacon de réactif $\text{NH}_4\text{-3}$

1 AutoSelector

Autres réactifs et accessoires:

Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535.0001

Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l, art. 1.09137.

Acide sulfurique 0,5 mol/l, art. 1.09072.

Spectroquant® CombiCheck 50, art. 1.14695.0001

Sodium hydroxyde en solution 1,000 l Combi-Titrisol®, 5 mol/l,

art. 1.09913.0001

Pipettes pour volumes de pipetage de 0,60 et 5,0 ml

Cuves rectangulaires 10, 20 et 50 mm (2 de chaque), art. 1.14946.0001,

1.14947.0001 et 1.14944.0001

Marc Deront EPFL-LBE,

19-févr.-13 LabNotes.doc

6. Préparation

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Le pH doit être compris entre 4 et 13.
L'ajuster si nécessaire avec de l'hydroxyde de sodium en solution ou de l'acide sulfurique.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (20 - 30 °C)	5,0 ml	Pipetter dans une éprouvette.
Réactif $\text{NH}_4\text{-1}$ (20 - 30 °C)	0,60 ml	Ajouter à la pipette et mélanger.
Réactif $\text{NH}_4\text{-2}$	1 microcuiller bleue arasée (dans le bouchon du flacon $\text{NH}_4\text{-2}$)	Ajouter et agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif.
Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction A).		
Réactif $\text{NH}_4\text{-3}$	4 gouttes	Ajouter et mélanger.
Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction B), puis introduire l'échantillon dans la cuve et mesurer dans le photomètre.		

Pour la mesure dans la cuve de 50 mm, le volume de l'échantillon ainsi que les quantités des réactifs $\text{NH}_4\text{-1}$, $\text{NH}_4\text{-2}$ et $\text{NH}_4\text{-3}$ doivent être doublés.

Remarques concernant la mesure:

- La réaction colorée étant fortement dépendante de la température, les réactifs doivent avoir une température entre 20 et 30 °C.
- Selon le type de photomètre, il est nécessaire de préparer un échantillon à blanc (comme l'échantillon à mesurer, mais avec de l'eau distillée à la place de l'échantillon).
- Les cuves utilisées pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- Les échantillons exempts d'ammonium virent au jaune après addition du réactif $\text{NH}_4\text{-3}$.
- Le pH de la solution à mesurer doit être env. 12,5.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction B indiqué plus haut.
- A des concentrations d'ammonium supérieures à 100 mg/l, d'autres produits de réaction se forment et on obtient des résultats trop faibles. Dans ce cas, il est conseillé d'effectuer un contrôle de plausibilité des résultats par la dilution de l'échantillon (1:10, 1:100).

8. Assurance de la qualité d'analyse

La validation des résultats des mesures suppose que la pratique de l'assurance de la qualité d'analyse a été réalisée (ATV A 704).

Pour cela le CombiCheck 50 Spectroquant® peut être utilisé.

Cet article contient une solution étalon avec 1,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$ pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, ainsi qu'une solution additive pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice).

Données caractéristiques de la qualité:

Le contrôle en cours de production a déterminé les données suivantes selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51 (cuve de 10 mm):

Ecart-type du procédé (mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)	± 0,025
Coefficient de variation du procédé (%)	± 1,7
Fiabilité (mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)	± 0,06
Nombre de lots	20

Données caractéristiques du procédé:

	Domaine de mesure mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$	
	0,010 - 0,500	0,05 - 3,00
Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)	0,003	0,01
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)	max. ± 0,015	max. ± 0,08

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site Web.

9. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Rincer la verrerie avec de l'eau distillée jusqu'à absence d'ammonium.
Ne pas employer de détergent!



1. Méthode

Les composés azotés organiques et inorganiques sont transformés en nitrates selon la méthode de Koroleff à l'aide d'un oxydant dans un thermoréacteur. Dans une solution acidifiée avec de l'acide sulfurique et phosphorique, les nitrates forment avec le diméthyl-2,6-phénol (DMP) le nitro-4-diméthyl-2,6-phénol qui est dosé par photométrie.

La minéralisation est analogue à EN ISO 11905-1.
Le dosage des nitrates est analogue à ISO 7890/1.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure	Nombre de dosages
0,5 - 15,0 mg/l de N	25

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. site Web.

3. Applications

Echantillons:

Eaux souterraines, eau potable et eaux de surface
Eaux industrielles
Eaux usées
Eaux d'entrée et effluents de stations d'épuration
Sols après prétraitement approprié de l'échantillon
Ce test **ne convient pas** pour l'eau de mer.

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 7,5 et 0 mg/l de N. Le dosage n'est pas encore perturbé par les concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %							
Al ³⁺	1000	Cu ²⁺	1000	Ni ²⁺	1000	Tensio-actifs ¹⁾	100
Ca ²⁺	1000	F ⁻	1000	Pb ²⁺	100	DCO (K hydrogéné-phtalate)	350 ²⁾
Cd ²⁺	1000	Fe ³⁺	500	PO ₄ ³⁻	1000	Na acétate	10 %
Cl ⁻	1000	Hg ²⁺	100	SiO ₃ ²⁻	100	NaCl	0,2 %
Cr ³⁺	10	Mg ²⁺	1000	Sn ²⁺	100	Na ₂ SO ₄	10 %
Cr ₂ O ₇ ²⁻	10	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000		

¹⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

²⁾ En doublant la quantité de réactif N-1K, la DCO tolérable augmente à 700 mg/l. Pour des valeurs de DCO plus élevées, les résultats obtenus sont trop faibles.

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs!

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

1 flacon de réactif N-1K
1 flacon de réactif N-2K
1 flacon de réactif N-3K
25 tubes à essai avec réactif
1 tube avec l'échantillon à blanc (bouchon blanc); n'est utilisé qu'en cas d'emploi du photomètre SQ 118
1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

Autres réactifs et accessoires:

Merckoquant® Test Chlorures, art. 1.10079.0001, domaine de mesure 500 - 3000 mg/l de Cl⁻
Spectroquant® DCO Test en tube, art. 1.14541.0001, domaine de mesure 25 - 1500 mg/l
Spectroquant® DCO Test en tube, art. 1.14691.0001, domaine de mesure 300 - 3500 mg/l
Merckoquant® Test Peroxydes, art. 1.10011.0001, domaine de mesure 0,5 - 25 mg/l de H₂O₂
Sodium sulfite anhydre pour analyses, art. 1.06657.
Spectroquant® CombiCheck 50, art. 1.14695.0001

Tubes vides 16 mm avec bouchons filetés (25 unités), art. 1.14724.0001
Pipettes pour volumes de pipettage de 1,0 et 10 ml
Thermoréacteur

6. Préparation

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Vérifier la teneur en chlorures avec le test Chlorures Merckoquant® et vérifier éventuellement la DCO avec le test en tube DCO Spectroquant® approprié. En cas de teneurs en chlorures supérieures à 1000 mg/l ou de valeurs de DCO supérieures à 700 mg/l, l'échantillon doit être dilué avec de l'eau distillée.

7. Mode opératoire

Minéralisation:

Echantillon préparé	10 ml	Pipetter dans un tube vide.
Réactif N-1K	1 microcuiller bleue arasée (dans le bouchon du flacon N-1K)	Ajouter et mélanger.
Réactif N-2K	6 gouttes	Ajouter, boucher hermétiquement le tube et mélanger.

Chauffer le tube pendant 1 heure à 120 °C¹⁾ dans le thermoréacteur préchauffé. Laisser refroidir le tube bouché jusqu'à température ambiante dans un support d'éprouvettes.
Ne pas refroidir à l'eau froide!
Au bout de 10 minutes, secouer brièvement le tube. (Des troubles ou des dépôts apparaissent souvent dans la solution de minéralisation.)

¹⁾ Une température de minéralisation de 100 °C peut éventuellement entraîner des résultats trop faibles.
Vérifier l'absence de peroxydes avec le test Peroxydes Merckoquant® dans les échantillons minéralisés à 100 °C. Si nécessaire, détruire les peroxydes en ajoutant une pointe de spatule de sulfite de sodium.

Préparer l'échantillon à mesurer:

Echantillon minéralisé et refroidi (en cas de troubles ou de dépôts, utiliser le surnageant limpide ou le filtrat)	1,0 ml	Pipetter dans le tube à essai. Ne pas mélanger le contenu!
Réactif N-3K	1,0 ml	Ajouter à la pipette, boucher le tube hermétiquement et mélanger (lunettes de protection! le tube devient brûlant!). Toujours saisir le tube par son bouchon!

Laisser reposer le tube brûlant pendant 10 minutes (temps de réaction).
Ne pas refroidir avec de l'eau froide!
Mesurer l'échantillon dans le photomètre.

Remarques concernant la mesure:

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant 30 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut. Après 60 minutes la valeur mesurée aurait augmenté de 5 %.

8. Assurance de la qualité d'analyse

La validation des résultats des mesures suppose que la pratique de l'assurance de la qualité d'analyse a été réalisée (ATV A 704).

Pour cela le CombiCheck 50 Spectroquant® peut être utilisé.
Cet article contient une **solution étalon** avec 5,0 mg/l de N pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, ainsi qu'une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice).

Données caractéristiques de la qualité:

Le contrôle en cours de production a déterminé les données suivantes selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51:

Ecart-type du procédé (mg/l de N)	± 0,12
Coefficient de variation du procédé (%)	± 1,6
Fiabilité (mg/l de N)	± 0,3
Nombre de lots	9

Données caractéristiques du procédé:

Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de N)	0,2
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de N)	max. ± 0,8

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site Web.

9. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Pour de plus amples informations sur l'élimination ou la reprise, adressez-vous à la succursale Merck la plus proche ou votre revendeur local.



1. Méthode

Dans une solution sulfurique et phosphorique, les ions nitrates forment avec le diméthyl-2,6-phénol (DMP) le nitro-4-diméthyl-2,6-phénol qui est dosé par photométrie.

La méthode est analogue à ISO 7890/1.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Cuve mm	Domaine de mesure		Nombre de dosages
	mg/l de NO ₃ -N	mg/l de NO ₃ ⁻	
50	0,10 - 5,00	0,4 - 22,1	100
20	0,5 - 12,5	2,2 - 55,3	
10	1,0 - 25,0	4,4 - 110,7	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. site Web.

3. Applications

Ce test ne convient pas pour des eaux d'une teneur en chlorures supérieure à 1000 mg/l et d'une DCO supérieure à 500 mg/l.

Echantillons:

Eaux souterraines, eau potable et eaux de surface
Eaux de source et eaux de puits
Eaux minérales
Eaux usées et eaux industrielles
Sols et engrais après prétraitement approprié de l'échantillon

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 10 et 0 mg/l de NO₃-N. Le dosage n'est pas encore perturbé par les concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %			
Al ³⁺	1000	Hg ²⁺	100
Ca ²⁺	500	Mg ²⁺	1000
Cd ²⁺	250	Mn ²⁺	1000
Cl ⁻	1000	NH ₄ ⁺	1000
CN ⁻	100	Ni ²⁺	500
Cr ³⁺	500	NO ₂ ⁻	5 ¹⁾
Cr ₂ O ₇ ²⁻	50	Pb ²⁺	100
Cu ²⁺	500	PO ₄ ³⁻	1000
F ⁻	1000	SiO ₃ ²⁻	500
Fe ³⁺	100	Zn ²⁺	1000
		Tensio-actifs ²⁾	1000
		DCO (K hydrogénéophthalate)	500
		Substances organiques (glucose)	500
		Na acétate	25 %
		NaCl	0,2 %
		Na ₂ SO ₄	25 %

¹⁾ Pour des concentrations supérieures, éliminer les ions nitrites comme indiqué au § 6.

²⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs!

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

1 flacon de réactif NO₃-1
1 flacon de réactif NO₃-2
1 AutoSelector

Autres réactifs et accessoires:

Merckoquant® Test Chlorures, art. 1.10079.0001, domaine de mesure 500 - ≥3000 mg/l de Cl⁻
Merckoquant® Test Nitrites, art. 1.10007.0001, domaine de mesure 2 - 80 mg/l de NO₂⁻
Acide amidosulfonique pour analyses, art. 100103
Acilit® bandelettes indicatrices pH 0 - 6, art. 1.09531.0001
Acide sulfurique 25 % pour analyses, art. 1.00716.1000
Merckoquant® Test Nitrates, art. 110020, domaine de mesure 10 - 500 mg/l de NO₃⁻
Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675.0001
Tubes vides 16 mm avec bouchons filetés (25 unités), art. 1.14724.0001
Pipettes pour volumes de pipettage de 0,50 et 4,0 ml
Cuves rectangulaires 10, 20 et 50 mm (2 de chaque), art. 1.14946.0001, 1.14947.0001 et 1.14944.0001

6. Préparation

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Vérifier la teneur en chlorures avec le test Chlorures Merckoquant®. Les échantillons contenant plus de 1000 mg/l de Cl⁻ doivent être dilués avec de l'eau distillée.
- Vérifier la teneur en nitrites avec le test Nitrites Merckoquant®. Si nécessaire, éliminer les ions nitrites gênant (les quantités données sont valables pour des teneurs en nitrites jusqu'à 50 mg/l): Ajouter env. 50 mg d'acide amidosulfonique à 10 ml d'échantillon et dissoudre. **Le pH de cette solution doit être compris entre 1 et 3.** L'ajuster si nécessaire avec de l'acide sulfurique. Ensuite faire bouillir **brèvement** la solution et laisser refroidir.
- Vérifier la teneur en nitrates avec le test Nitrates Merckoquant®. Les échantillons contenant plus de 110,7 mg/l de NO₃⁻ doivent être dilués avec de l'eau distillée.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Réactif NO ₃ -1	4,0 ml	Pipetter dans une éprouvette sèche. ¹⁾
Echantillon préparé (5 - 25 °C)	0,50 ml	Ajouter à la pipette, ne mélanger pas!
Réactif NO ₃ -2	0,50 ml	Ajouter à la pipette (attention! l'éprouvette devient brûlante!) et mélanger.
Laisser reposer la solution réactionnelle brûlante pendant 10 minutes (temps de réaction). Ne pas refroidir avec de l'eau froide!		
Introduire l'échantillon dans la cuve et mesurer dans le photomètre.		

¹⁾ Des tubes vides art. 1.14724.0001 sont recommandés, qui peuvent être fermés avec des bouchons filetés, ce qui permet de mélanger sans danger.

Pour la mesure dans la **cuve de 50 mm**, le volume de l'échantillon ainsi que les quantités des réactifs NO₃-1 et NO₃-2 doivent être doublés.

Remarques concernant la mesure:

- Selon le type de photomètre, il est nécessaire de préparer un échantillon à blanc (comme l'échantillon à mesurer, mais avec de l'eau distillée à la place de l'échantillon).
- Les cuves utilisées pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant 30 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut. (Après 60 minutes la valeur mesurée aurait augmenté de 5 %.)

8. Assurance de la qualité d'analyse

La validation des résultats des mesures suppose que la pratique de l'assurance de la qualité d'analyse a été réalisée (ATV A 704). Pour cela le CombiCheck 20 Spectroquant® peut être utilisé. Cet article contient une **solution étalon** avec 9,0 mg/l de NO₃-N pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, ainsi qu'une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice).

Données caractéristiques de la qualité:

Le contrôle en cours de production a déterminé les données suivantes selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51 (cuve de 10 mm):

Ecart-type du procédé (mg/l de NO ₃ -N)	± 0,09
Coefficient de variation du procédé (%)	± 0,73
Fiabilité (mg/l de NO ₃ -N)	± 0,2
Nombre de lots	4

Données caractéristiques du procédé:

	Domaine de mesure mg/l de NO ₃ -N	
	0,10 - 5,00	1,0 - 25,0
Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de NO ₃ -N)	0,04	0,2
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de NO ₃ -N)	max. ± 0,10	max. ± 0,5

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site Web.

9. Remarque

Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.



1. Généralités

En règle générale, au cours des dosages photométriques, seuls les ions libres sont mis en évidence. Dans les eaux résiduaires et autres matrices on trouve surtout des ions de métaux lourds liés en complexes. Pour mettre en évidence la **teneur totale** de métal dissous - c'est-à-dire aussi la partie liée en complexes - il faut effectuer une minéralisation au cours de la préparation d'échantillons. On se sert pour cela du Crack Set 10 combiné à un thermoréacteur. On peut aussi utiliser le Crack Set 10 pour le prétraitement d'échantillons pour la détermination de la teneur en phosphore total.

2. Méthode

Les complexes des métaux lourds et les composés contenant du phosphore sont détruits par minéralisation avec de l'acide sulfurique et du peroxydisulfate. Le chrome(III) est oxydé en chrome(VI), les composés de phosphore sont réduits en orthophosphates.

3. Nombre de minéralisations

Les réactifs suffisent pour 100 minéralisations.

4. Applications

Prétraitement d'échantillons pour le dosage du plomb, du cadmium, du chrome, du fer, du cuivre, du nickel, du phosphore total et du zinc



La DCO de l'échantillon ne doit pas dépasser 200 mg/l.
Il peut se former de l'acide cyanhydrique toxique par addition d'acide dans les échantillons contenant des cyanures!

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs!

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

- 1 flacon de réactif R-1
- 1 flacon de réactif R-2
- 1 flacon de réactif R-3
- 1 boîte de papier indicateur Acilit® pH 0,5 - 5,0 (art. 1.09560.0001)
- 1 capuchon doseur bleu

Accessoires:

- Tubes vides 16 mm avec bouchons filetés (25 unités), art. 1.14724.0001
- Thermoréacteur
- Pipette pour un volume de pipetage de 10 ml

6. Préparation

A la première utilisation, **remplacer le bouchon fileté noir du flacon de réactif R-2 par le capuchon doseur bleu.**

Tenir le flacon de réactif **verticalement** et à chaque dosage, pousser le glisseur dans le capuchon doseur **jusqu'à la butée. Avant chaque dosage**, s'assurer que le glisseur soit **retiré**.



La série de mesures étant terminée, **reboucher le flacon de réactif avec le bouchon fileté noir car le réactif est sensible à l'humidité atmosphérique qui influence sa fonction.**

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (pH 5 - 8)	10 ml	Pipetter dans un tube vide.
Réactif R-1	1 goutte	Ajouter et mélanger.
Réactif R-2	1 dose	Ajouter, boucher hermétiquement le tube et mélanger.
Chauffer le tube pendant 1 heure à 120 °C ¹⁾ dans le thermoréacteur préchauffé. Laisser refroidir le tube bouché jusqu'à température ambiante dans un support d'éprouvettes. Ne pas refroidir à l'eau froide!		
Réactif R-3	3 gouttes	Ajouter après refroidissement du tube et mélanger.
Vérifier le pH de la solution à l'aide du papier indicateur Acilit®. Si nécessaire, ajuster le pH comme indiqué dans la notice jointe du coffret test Spectroquant® concerné.		

¹⁾ Une température de minéralisation de 100 °C peut éventuellement entraîner des résultats trop faibles (p. ex. pour les polyphosphates).

La solution de minéralisation peut être directement analysée avec les **coffrets tests Spectroquant®** indiqués dans le tableau:

Paramètre	Art.	Paramètre	Art.
Plomb	1.14833.0001	Cuivre	1.14553.0001
	1.09717.0001		1.14767.0001
Cadmium	1.14834.0001	Nickel	1.14554.0001
	1.01745.0001		1.14785.0001
Chromates	1.14758.0001	Zinc	1.14566.0001
Fer	1.14549.0001	Phosphates	1.00861.0001
	1.14896.0001		1.14832.0001
	1.00796.0001		1.14848.0001
	1.14761.0001		
1.14761.0002			

Les articles imprimés sur fond bleu sont des tests en tube.

8. Remarque

Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.



pour le dosage des orthophosphates

1. Méthode

Dans une solution sulfurique les ions orthophosphates forment avec les ions molybdates l'acide phosphomolybdique. Celui-ci est réduit par l'acide ascorbique en bleu de phosphomolybdène («PMB») qui est dosé par photométrie. **La méthode est analogue à EPA 365.2+3, US Standard Methods 4500-P E, ISO 6878/1 et EN 1189.**

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Cuve mm	Domaine de mesure			Nombre de dosages
	mg/l de PO ₄ -P	mg/l de PO ₄ ³⁻	mg/l de P ₂ O ₅	
50	0,010 - 1,000	0,03 - 3,07	0,02 - 2,29	420
20	0,03 - 2,50	0,09 - 7,67	0,07 - 5,73	
10	0,05 - 5,00	0,2 - 15,3	0,11 - 11,46	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. site Web.

3. Applications

Ce test ne dose que les orthophosphates. Une minéralisation de l'échantillon est nécessaire pour doser le phosphore total (cf. § 6).

Echantillons:

Eaux souterraines et eaux de surface, eau de mer
Eau potable
Eaux usées
Solutions nutritives servant d'engrais
Sols après prétraitement approprié de l'échantillon
Aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 2 et 0 mg/l de PO₄-P. Le dosage n'est pas encore perturbé par les concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %							
Ag ⁺	1000	F ⁻	50	Pb ²⁺	25	EDTA	1000
AsO ₄ ³⁻	0,2	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	2,5	Tensio-actifs ¹⁾	100
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	10	SiO ₃ ²⁻	1000	DCO (K hydrogénéphthalate)	150
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000	Na acétate	1 %
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000	NaCl	5 %
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000			NaNO ₂	10 %
Cr ₂ O ₇ ²⁻	5	Ni ²⁺	500			Na ₂ SO ₄	10 %
Cu ²⁺	250	NO ₂ ⁻	1000				

Les réducteurs perturbent.

¹⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs!

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

2 flacons de réactif PO₄-1
2 flacons de réactif PO₄-2
1 AutoSelector

Autres réactifs et accessoires:

Spectroquant® Crack Set 10C, art. 1.14688.0001
+ thermoréacteur

ou

Spectroquant® Crack Set 10, art. 1.14687.0001
+ tubes vides 16 mm avec bouchons filetés (25 unités),
art. 1.14724.0001
+ thermoréacteur

Merckoquant® Test Phosphates, art. 1.10428.0001,
domaine de mesure 10 - 500 mg/l de PO₄³⁻

Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535.0001

Acide sulfurique 0,5 mol/l, art. 109072

Spectroquant® CombiCheck 10, art. 1.14676.0001

Acide chlorhydrique 25 % pour analyses, art. 100316

Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l (4 % env.), art. 109137

Pipette pour un volume de pipetage de 5,0 ml

Cuves rectangulaires 10, 20 et 50 mm (2 de chaque), art. 1.14946.0001,
1.14947.0001 et 1.14944.0001

6. Préparation

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- On peut déterminer le phosphore total après prétraitement avec un des Crack Sets Spectroquant®.
- Vérifier la teneur en phosphates avec le test Phosphates Merckoquant®. Les échantillons contenant plus de 15,3 mg/l de PO₄³⁻ doivent être dilués avec de l'eau distillée.
- **Le pH doit être compris entre 0 et 10.**
L'ajuster si nécessaire avec de l'acide sulfurique.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (10 - 35 °C)	5,0 ml	Pipetter dans une éprouvette.
Réactif PO ₄ -1	5 gouttes ¹⁾	Ajouter et mélanger.
Réactif PO ₄ -2	1 microcuiller bleue arasée (dans le bouchon du flacon PO ₄ -2)	Ajouter et agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif.
Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction), puis introduire l'échantillon dans la cuve et mesurer dans le photomètre.		

¹⁾ Pendant l'addition du réactif tenir le flacon verticalement.

Pour la mesure dans la cuve de 50 mm, le volume de l'échantillon ainsi que les quantités des réactifs PO₄-1 et PO₄-2 doivent être doublés.

Remarques concernant la mesure:

- Selon le type de photomètre, il est nécessaire de préparer un échantillon à blanc (comme l'échantillon à mesurer, mais avec de l'eau distillée à la place de l'échantillon).
- Les cuves utilisées pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- L'échantillon à blanc est légèrement coloré en jaune.
- Le pH de la solution à mesurer doit être compris entre 0,80 et 0,95.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut.

8. Assurance de la qualité d'analyse

La validation des résultats des mesures suppose que la pratique de l'assurance de la qualité d'analyse a été réalisée (DWA A 704).

Pour cela le CombiCheck 10 Spectroquant® peut être utilisé. Cet article contient une **solution étalon** avec 0,80 mg/l de PO₄-P pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, ainsi qu'une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice).

Données caractéristiques de la qualité:

Le contrôle en cours de production a déterminé les données suivantes selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51 (cuve de 10 mm):

Ecart-type du procédé (mg/l de PO ₄ -P)	± 0,037
Coefficient de variation du procédé (%)	± 1,5
Fiabilité (mg/l de PO ₄ -P)	± 0,07
Nombre de lots	21

Données caractéristiques du procédé:

	Domaine de mesure mg/l de PO ₄ -P	
	0,010 - 1,000	0,05 - 5,00
Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de PO ₄ -P)	0,004	0,02
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de PO ₄ -P)	max. ± 0,020	max. ± 0,10

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site Web.

9. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Ne rincer la verrerie qu'avec des détergents exempts de phosphates. Sinon, la remplir d'acide chlorhydrique (10 % env.) et la laisser reposer pendant plusieurs heures.
- Nettoyer de temps en temps comme suit toutes les surfaces de verre entrant en contact avec le complexe bleu:
Verser de l'hydroxyde de sodium en solution (0,4 % env.) dans les éprouvettes et les cuves et laisser reposer pendant 1 heure maximum.