

**CIR**

**Centre International de Référence**

**pour l'approvisionnement en eau  
collective et l'assainissement  
centre collaborant de l'O.M.S.**

Traduit de l'anglais avec la  
permission de la



241.0-83 PR-2534

Kb 3910

3910      ISBN = 2534  
241.0 83PR

SECONDE EDITION

AWWA No M12

TRADUIT DE L'ANGLAIS PAR

L'INSTITUT DU GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

DE

L'ECOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE - SUISSE

COPYRIGHT 1975 BY

AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION

6666 W. QUINCY AVE, DENVER, COLO. 80235

## TABLE DES MATIÈRES

	<u>PAGE</u>
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
<b>I. ANALYSES CHIMIQUES</b>	
Alcalinité	24
Aluminium	28
Azote ammoniacal	32
Calcium	38
Analyse de stabilité du carbonate de calcium	42
Anhydride carbonique (libre)	45
Chlorures	50
Chlore (résiduel) - Généralités	53
Chlore (résiduel) A - Méthode titrimétrique	54
Chlore (résiduel) B - Méthode colorimétrique	59
Chlore (résiduel) C - Méthode de terrain utilisant un set commercial de comparaison de couleur	64
Chlore (résiduel) D - Analyse à l'orthotolidine	65
Chlore (résiduel) E - Méthode de terrain utilisant un tube Nessler	70
Demande en chlore	72
Appendice Estimation de la concentration de la solution de chlore de dosage	76
Dioxyde de chlore - Généralités	78
Dioxyde de chlore A - Méthode titrimétrique	78
Dioxyde de chlore B - Méthode colorimétrique	81
Couleur	84
Cuivre	86
Fluorures	91
Dureté	95

	<u>PAGE</u>
Fer	99
Jar tests	104
Manganèse	119
Oxygène (dissous)	123
Valeur du pH	127
Phosphates	132
Résidu (filtrable)	138
Silice	140
Saveur et odeur	144
Température	148
Turbidité	149
II. ANALYSES BACTÉRIOLOGIQUES	
Introduction	158
A. Méthode des membranes filtrantes	160
B. Méthode de fermentation en tubes multiples	176
III. ANALYSES BIOLOGIQUES	
Introduction	201
A. Appareillage et réactifs	204
B. Prise d'échantillons	211
C. Examen des échantillons	215
D. Identification du plancton	221
E. Méthodes de dénombrement	227
F. Signification et application des résultats	232
INDEX	238
Supplément aux méthodes simplifiées d'analyse de l'eau - manuel de laboratoire	241

## PREFACE

La seconde édition de ce manuel est destinée à satisfaire un besoin : celui d'un volume adapté aux capacités des personnes qui travaillent sur le terrain, et qui trouvent le *Standard Methods* trop compliqué. Pour ce faire, il présente des méthodes de contrôle en station qui peuvent être employées : pour vérifier jour après jour les variations de la qualité de l'eau, et pour ajuster les dosages des réactifs de traitement.

Ce manuel n'est pas destiné à remplacer le *Standard Methods*. Il a pour but d'aider le débutant - en lui donnant l'expérience de méthodes plus simples - à acquérir l'habileté en laboratoire qui lui permettra, éventuellement, d'utiliser les méthodes plus évoluées décrites dans le *Standard Methods*. On peut donc considérer ce manuel comme une introduction au *Standard Methods*.

Ce manuel est un "premier livre" de méthodes habituelles, basées sur l'emploi d'un appareillage bon marché et facilement disponible et sur des techniques simples et faciles à suivre. Les méthodes décrites s'appliquent à beaucoup d'eaux potables. Cependant, la simplicité même des méthodes en limite l'usage à des eaux de haute qualité, de composition relativement connue et constante. Dans toutes les méthodes une importance particulière est attribuée au paragraphe intitulé "Avertissement", qui tente de délimiter leurs domaines d'application.

Dans la plupart des Etats, les départements de la Santé procèdent à des analyses chimiques et bactériologiques périodiques des eaux potables qui sont sous leur juridiction. Il est vivement recommandé aux responsables de stations de se procurer une copie de ces résultats, et de se renseigner également pour savoir si les méthodes décrites ici conviennent aux conditions particulières de leur région. Pour certaines sources d'approvisionnement en eau, seules les méthodes plus compliquées présentées dans la dernière édition du *Standard Methods* donneront des résultats convenables.

M.R. Freeman (Ecole Technique pour les eaux et les eaux usées) et Michael Taras (Fondation de Recherche AWWA) ont revu ce manuel pour le faire bénéficier des méthodes les plus récentes d'estimation précise de la teneur en chlore d'une eau. Ont également été modifiés des détails dans les paragraphes consacrés à l'alcalinité, au chlorure de calcium et à l'oxygène dissous. Enfin des erreurs présentes dans l'édition originale ont été éliminées.

## REMERCIEMENTS

Des remerciements chaleureux vont au personnel du Centre d'Engineering sanitaire Robert A. Taft, Cincinnati, Ohio pour son éminente contribution à la préparation de ce manuel. En particulier M. le Dr Herbert W. Jackson, avec l'aide de M. Michael E. Bender et d'autres collègues, a préparé le paragraphe concernant les analyses biologiques; M. Harold L. Jeter, aidé de spécialistes du centre, a préparé le paragraphe traitant des analyses bactériologiques. Des remerciements vont également à la Société américaine de microscopie, qui nous a autorisé à reproduire certaines illustrations dans la partie "analyses biologiques".

Committee B940 P Personnel, 1964

B.I. Corson	F.J. Maier	K.E. Schull
N.M. de Jarnette	D.H. Matheson	H.J. Webb
J.F. Erdei	J.E. O'Brien	D.B. Williams
H.P. Kramer		

## EN GUISE DE PREFACE A L'EDITION FRANCAISE

Certains passages de ce manuel sont marqués d'un astérisque; ils concernent principalement les Etats-Unis.

Le lecteur recherchera, dans sa région, les organismes officiels et les règlements correspondants. Il se renseignera sur la bibliographie existante et sur la disponibilité de certains produits ou appareils mentionnés.

Le traducteur : C. Wyss

## INTRODUCTION GENERALE

Avant d'entreprendre un quelconque examen d'eau, il est souhaitable de posséder certaines notions d'analyse quantitative. Autant que possible, un débutant consultera un enseignant compétent et il suivra au moins un des cours de peu de durée qui sont donnés périodiquement dans sa région par le département de l'Etat à la Santé; s'il peut en suivre plusieurs, ce ne sera que plus profitable. Cet enseignement en salle, ces démonstrations et ces travaux guidés en laboratoire, fournissent un complément de valeur à la pratique et aux lectures autonomes.

Le laboratoire d'un service des eaux est un endroit prévu pour du travail précis; par conséquent il doit être maintenu propre et en ordre. Dans cet optique, la première chose à faire est d'assigner à chaque appareil une place bien définie dans le laboratoire. Les armoires, tiroirs et étagères ne devraient pas être envahis d'outils, de fournitures et de pièces diverses d'appareillage; de même un laboratoire ne devrait servir ni de cuisine ni de salle à manger. Les figures 1 et 2 illustrent le matériel et les appareils courants d'un laboratoire type. (L'équipement nécessaire aux analyses bactériologiques et planctoniques est illustré dans les chapitres correspondants de ce Manuel).

Tous les réactifs doivent être contenus dans des récipients adéquats clairement étiquetés; il faut protéger les appareils et les réactifs de la poussière, de l'humidité et des vapeurs corrosives; un éclairage adéquat est nécessaire à l'endroit où seront exécutés des tests de couleurs; le nettoyage, le séchage, le graissage et les travaux courants doivent aisément pouvoir être réalisés. Une attention particulière sera portée à la balance analytique, à la verrerie jaugée, à l'eau distillée, aux solutions titrées, à l'équipement colorimétrique, aux registres de laboratoire et aux échantillons.

### 1. EQUIPEMENT DE PESEE

On emploie couramment deux types de balances :

- la balance "grossière", pouvant supporter des charges de l'ordre du kilo avec une précision de 0,1 gramme (abrégié "g"), qui convient pour la plupart des examens de routine.

- la balance analytique ordinaire qui peut peser jusqu'à 200 g de substance avec une précision de 0,000 1 g (0,1 milligramme, abrégé "mg"). Une balance de ce type est indispensable pour la préparation des solutions titrées; c'est un instrument délicat qui mérite les plus grands soins. Si un livret d'instructions est disponible, on respectera attentivement ses indications, pour assurer des pesées correctes et une utilisation de la balance au maximum des spécifications du fabricant.

Si l'on n'utilise pas la balance, son fléau et ses plateaux devraient être écartés de leurs couteaux au moyen du bouton adéquat, et la porte du coffret de balance fermée; elle devrait l'être également lors de la pesée finale, avec emploi du "cavalier" de fléau; faute de quoi des courants d'air peuvent occasionner des oscillations de l'aiguille. Le zéro de la balance doit être régulièrement ajusté, au moyen des vis de réglage. On emploiera de petites pinces à extrémités d'ivoire pour placer les contrepoids sur le plateau; on ajoutera les poids l'un après l'autre, en commençant par le plus lourd et en continuant par celui qui lui est immédiatement inférieur. Lors de l'adjonction de poids de 1 g ou plus, il est conseillé de relever le fléau de ses couteaux; si ces poids sont inférieurs à 1 g, on peut employer les supports de plateau. Il faut toujours remettre les poids à leur place, dans leur boîte. Le bon emploi veut qu'on nettoie les plateaux de la balance et le fond du coffret avec un pinceau en poil de chameau, avant et après usage.

Un assortiment de capsules de verre, appariées quant au poids, est souhaitable pour la pesée de la plupart des réactifs solides utilisés lors de la préparation de solutions titrées. Ces capsules protègent les plateaux métalliques de la balance contre l'attaque des produits corrosifs. Pratiquement, une capsule est placée sur chacun des plateaux métalliques, et le zéro est ajusté. Les poids exacts nécessaires sont transférés, au moyen des pinces brucelles à bout d'ivoire, de leur boîte dans la capsule de droite; la quantité désirée de produit est ajoutée, à la spatule, dans la capsule de gauche, jusqu'à équilibre parfait.



## 2. VERRERIE

La verrerie de laboratoire devrait généralement être du type "pyrex", résistant à la chaleur (et vendue selon les pays, sous les noms de "Pyrex" ou "Kimax"; l'un ou l'autre conviennent indifféremment lorsque l'on parle de pyrex dans ce Manuel ).

Les flacons, bēchers et agitateurs en polyéthylène conviennent pour la plupart des manipulations; cependant, ces objets ne résistant ni à la chaleur ni aux solutions fortement oxydantes, ils ne sont pas à employer dans de telles conditions.

Ballons jaugés: Les ballons jaugés sont des bouteilles ventrues, au long col étroit. Leurs contenances s'échelonnent entre 25 et 2000 millilitres (abrégé "ml"); le niveau correspondant à cette contenance est indiqué par un anneau gravé dans le col.

Un liquide dans un tube de verre présente une courbure à sa surface supérieure; cette surface incurvée du liquide s'appelle le ménisque. On regarde un ballon jaugé rempli, à hauteur d'oeil, de façon à ce que les sections avant et arrière de l'anneau du col apparaissent confondues en un seul segment, et que le bas du niveau de l'eau (le ménisque) soit tangent à cette ligne. Lors de l'emploi de verrerie jaugée, qu'il s'agisse de ballons, d'éprouvettes graduées, de burettes ou de pipettes, la lecture se fait toujours par rapport au bas de la courbure (le ménisque) comme indiqué à la figure 3.

Les ballons jaugés sont utilisés pour la préparation et la dilution des solutions titrées. De l'acide 0,02 N (voir chapitre 5), par exemple, peut se préparer en mesurant, au moyen d'une pipette (voir figure 1), 50 ml de solution mère d'acide 0,1 N, qu'on transfère dans un jaugé de 250 ml. Après avoir complété à la marque avec de l'eau distillée, les liquides sont mélangés intimement en retournant le ballon une quinzaine de fois au moins. Puisque les ballons sont prévus pour effectuer des mesures, leur contenu sera rapidement versé dans une bouteille propre, pour l'y conserver.

Cylindres gradués : L'instrument le plus utilisé dans un laboratoire est le cylindre gradué, appelé plus simplement cylindre. Disponibles en contenance pouvant atteindre plusieurs litres, les cylindres sont gradués en millilitres, exception faite de celui de 10 ml, subdivisé en fractions de millilitre, et de ceux de 250 ml ou plus, gravés à intervalles de 5 ou 10 ml.

Bien des pièces de verrerie jaugée sont marquées "In" (ou T.C.), ce qui signifie "volume introduit" (d'autres types de verrerie peuvent être marqués "Ex" (ou T.D.), ce qui signifie "volume délivré"). De l'eau adhère toujours à la paroi intérieure des ballons ou des cylindres; il en résulte une différence entre la quantité ajoutée dans un cylindre sec et la quantité qu'on en retire plus tard. S'il veut assurer l'exactitude des volumes mis en jeu, le chimiste analytique se méfiera de la verrerie de mesure sale, comme les pipettes, les burettes, les cylindres et les ballons jaugés.

Burettes : Une burette est un tube de verre gradué sur une partie de sa longueur. Les grandeurs les plus courantes sont celles de 10,25 et 50 ml. Les graduations en dixièmes de millilitre permettent d'estimer les fractions de dixième. La burette est fixée par une pince à un statif; on la remplit par le haut, généralement avec un entonnoir. Avant le titrage, on laisse s'écouler par le robinet, pour la jeter, la solution en excès au-dessus de la marque de zéro. On fait toujours deux lectures de burette, dont la différence représente le volume de solution titrante écoulé. Il faut éviter que des bulles d'air n'apparaissent, au cas où le liquide ne mouillerait pas la burette régulièrement sur toute sa longueur; il faut veiller également à ce que le robinet ne fuie pas, même à très faible débit, afin que la solution titrante ne s'écoule pas entre les titrages. Un robinet de burette nécessite des graissages fréquents pour bien fonctionner. On obtient les meilleurs résultats en appliquant un mince film de graisse, de la vaseline par exemple, sur la surface sèche du robinet. La graisse doit être utilisée avec parcimonie, un excès pouvant boucher la pointe de la burette et contribuer à ce que des bulles s'y forment.

Quoique la burette soit prévue pour délivrer un volume connu de solution titrante, elle peut fort bien se substituer à la pipette, que certaines personnes manient malaisément, lors de la mesure de volumes précis de solution titrée en colorimétrie.

Pour accélérer les titrages, la burette classique a été améliorée : une burette à remise à zéro automatique, est, par exemple, montée directement sur une bouteille-réservoir; un dispositif permet le passage rapide du liquide, de celle-ci dans celle-là. Ce système de burette est disponible en de nombreuses formes et exécutions.

L'une des plus simples est celle qui emploie une vulgaire pissette en polyéthylène comme réservoir et comme pompe.

Pipettes : On en trouve couramment deux sortes :

- celles avec un unique anneau gravé en haut, et appelées pipettes de transfert ou volumétriques.
- celles dont le corps est gradués (pipettes de mesure) et qui mesurent tout volume inférieur ou égal à la capacité de la pipette.

Une des extrémités de la pipette est effilée, l'autre est polie à la flamme, et donc aisément bouchée par le doigt. La pointe est introduite dans la bouteille, le liquide aspiré plus haut que l'anneau gravé, l'extrémité supérieure rapidement et parfaitement bouchée de l'index. Le bout de la pipette est essuyé avec un tissu propre; on soulève alors le doigt, juste assez pour laisser le niveau atteindre lentement la marque de zéro. L'écoulement est stoppé à nouveau en appuyant fermement l'index, après quoi on laisse s'échapper librement le volume mesuré dans le récipient où se fera la réaction, en enlevant complètement le doigt. Une fois le liquide écoulé, on met la pointe de la pipette en contact avec l'intérieur du récipient de réaction; on ne doit pas chasser la dernière goutte de la pipette en la soufflant.

Lors du remplissage de la pipette, l'extrémité de celle-ci doit rester immergée tant que dure l'aspiration. Une aspiration trop violente est à éviter, car elle peut créer des bulles d'air, qui montent à la surface, sont parfois longues à éclater, et rendent difficile une lecture précise.

L'aspiration orale est absolument à proscrire si la solution contient un poison ou dégage des vapeurs toxiques.

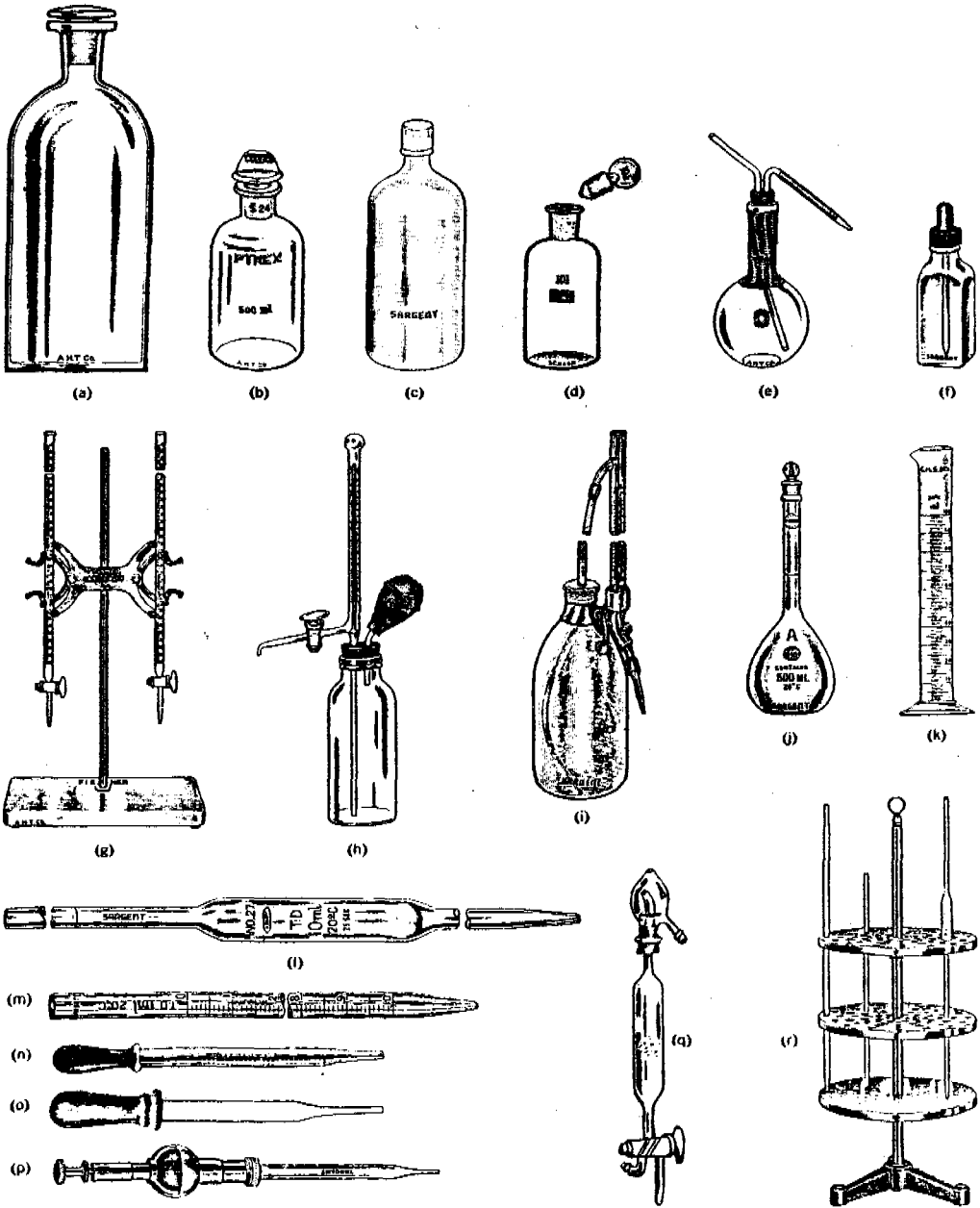
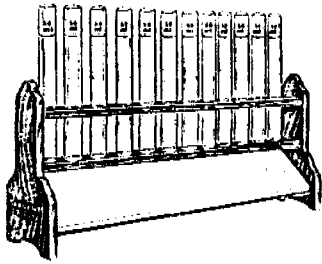


Fig. 1. Verrerie de laboratoire



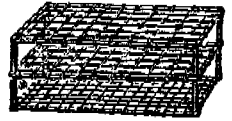
(s)



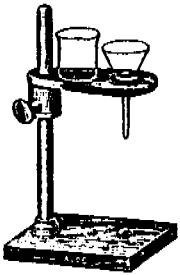
(t)



(u)



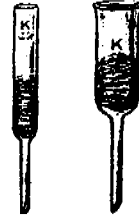
(v)



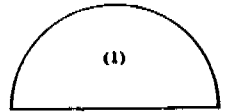
(w)



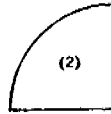
(x)



(y)

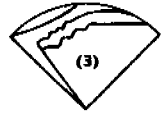


(1)



(2)

(2)



(3)

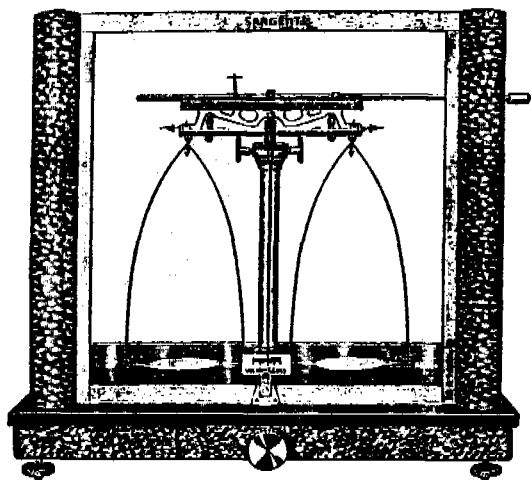
Fig. 1. Verrerie de laboratoire

## Légende

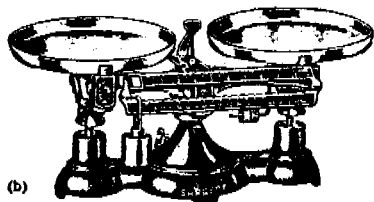
a) Bouteille (flacon) d'échantillonnage d'eau; b) bouteille de verre; c) bouteille de plastique; d) bouteille à bouchon rodé conique pour mesurer la DBO; e) pissette de verre; f) flacon avec bouchon compte-gouttes; g) burette et statif; h) burette automatique; i) burette automatique sur pissette en polyéthylène; j) ballon jaugé; k) cylindre gradué; l) pipette (de transfert à l'air); m) pipette (de mesure) graduée; n) pipette compte-gouttes graduée; o) compte-gouttes médical; p) pipette de sécurité; q) pipette automatique; r) support pour pipettes; s) tubes Nessler (grand modèle) avec support; t) bécher; u) flacon selon Erlenmeyer (col large); v) support à éprouvettes; w) entonnoir à filtrer et support; x) agitateur et billes de verre; y) tubes filtrants avec tampons en laine de verre; z) papier-filtre; 1) plié en demi-cercle; 2) plié une seconde fois en quart de cercle; 3) plié en quart de cercle avec un coin déchiré pour améliorer le contact lors de sa mise en place (ajustage étroit) dans l'entonnoir à filtrer.

## Légende

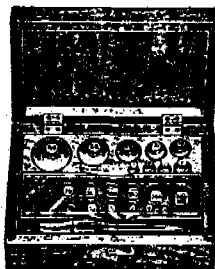
a) Balance analytique; b) balance à plateaux; c) poids de balance et pince; d) dessiccateur en verre; e) dessiccateur en aluminium; f) capsules de verre appariées quant à leur poids; g) égouttoir pour la verrerie; h) récipient de porcelaine; i) capsule pour évaporer; j) mortier et pilon; k) cuillère de mesure; l) bec Bunsen (à gaz); m) brûleur Fisher (hautes températures); n) plaque chauffante électrique; o) pince à creusets; p) pince à béchers; q) lampe infra-rouge pour le séchage; r) comparateur de couleur à disque; s) comparateur de couleur à fente; t) lumetron, photomètre pour tubes Nessler; u) photomètre de Hellige; v) cartouche de déminéralisation; w) installation de distillation d'eau.



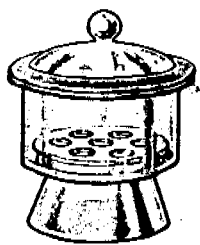
(a)



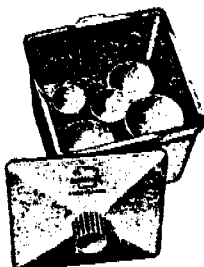
(b)



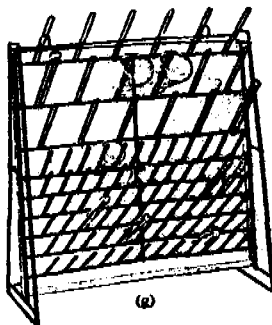
(c)



(d)



(e)



(g)



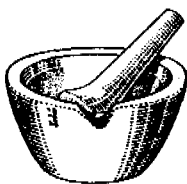
(h)



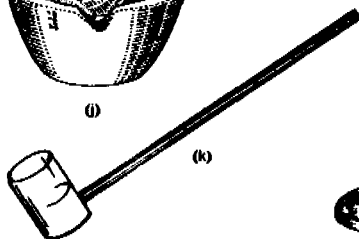
(f)



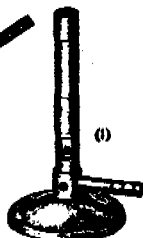
(i)



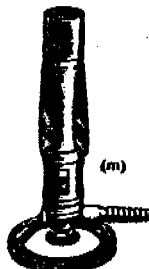
(j)



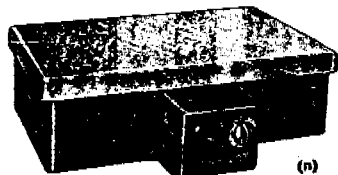
(k)



(l)



(m)



(n)

FIG. 2A. Autres appareils de laboratoire

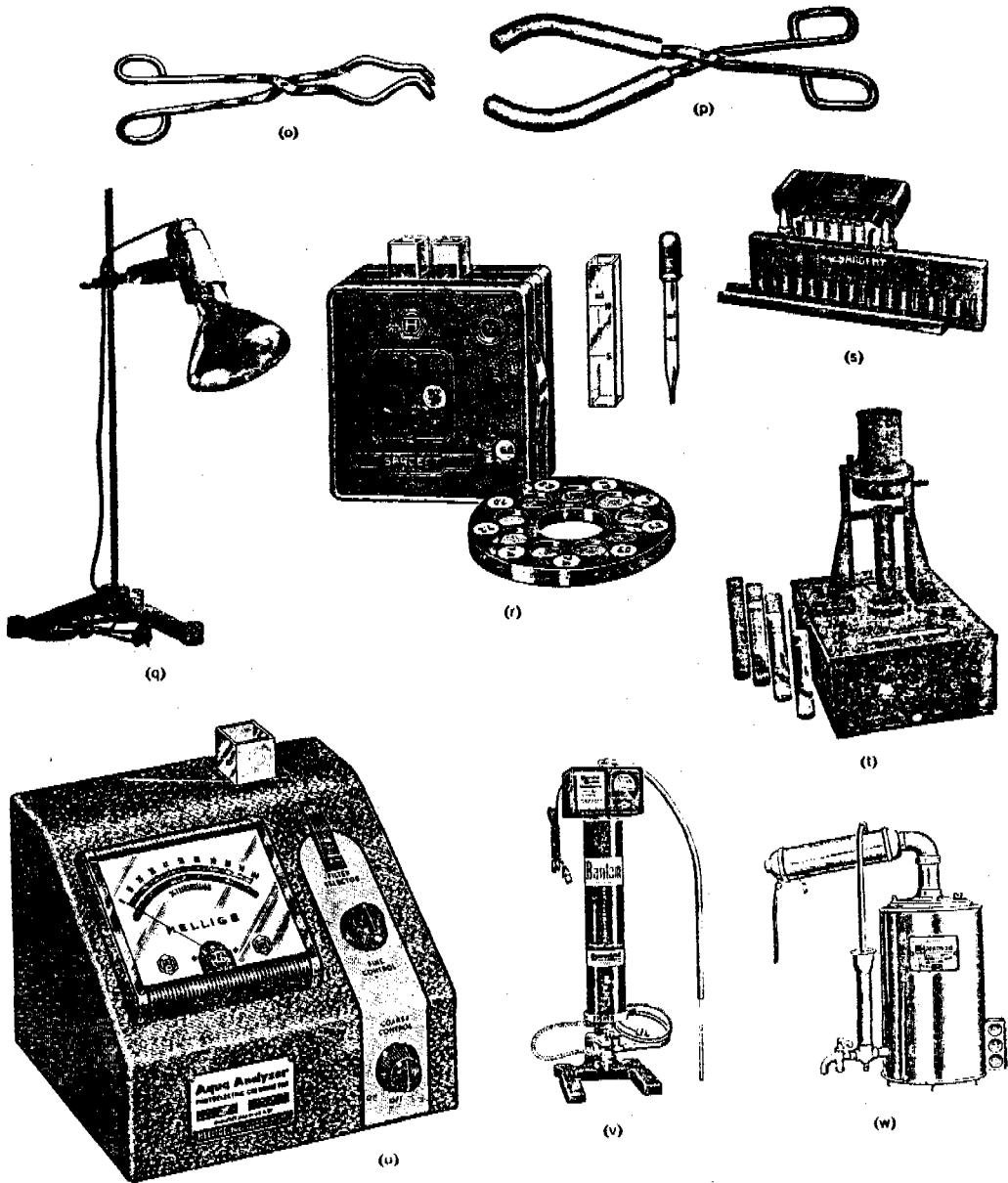


FIG. 2B - Autres appareils de laboratoire



Dans ces cas, il faut pouvoir disposer d'une pipette de sécurité munie d'une poire en caoutchouc et d'une valve de contrôle. Les compte-gouttes médicaux conviennent pour de petits volumes, de quelques gouttes à 1 ml.

Pour un travail précis, les échantillons devraient être mesurés avec des pipettes volumétriques. Afin de gagner du temps, mais en sacrifiant légèrement sur la précision, on peut obtenir, pour des analyses de routine, des résultats acceptables en utilisant, avec soin, des cylindres de 100 ou de 50 ml. Pour des volumes inférieurs à 50 ml, il est sage de ne compter que sur les pipettes volumétriques, car, alors, les erreurs de mesure influencent fortement le résultat final.

Soins à apporter à la verrerie: Le coin-lavage sera pourvu de savon, de détergent, de brosses et d'éponges en suffisance. Bien des analyses d'eau ont échoué parce que la vaisselle était sale. La verrerie, tant de mesure que de mélange, doit être propre. Les pipettes et les burettes seront rincées rapidement après usage - d'abord avec de l'eau du robinet, puis ensuite avec de l'eau distillée - avant que les matières dissoutes n'aient la moindre chance de sécher sur le verre. Près de chaque évier devrait se trouver un support de séchage pour la verrerie, afin d'y placer, col en bas, les bouteilles; les pipettes devraient de préférence pouvoir y être fixées. Ainsi, la verrerie peut être séchée immédiatement après lavage. Une serviette souillée ne sera en aucun cas employée pour essuyer l'intérieur des béchers, ballons ou bouteilles.

Un bon détergent de ménage est à recommander pour les lavages difficiles. La verrerie couverte de poussière, ou qui aurait contenu des substances collantes, du genre mélasses ou boues d'épuration, sera soigneusement récurée avec ce détergent.

On obtient un autre mélange nettoyant, très répandu dans les laboratoires, en introduisant 40 à 50 g de dichromate de potassium dans une bouteille à bouchon de verre ou de caoutchouc, et en y ajoutant soigneusement 1 litre d'acide sulfurique concentré. Il faut proscrire l'emploi des bouteilles de plastique, et des bouchons de liège ou de plastique, car il sont attaqués par ce mélange nettoyant d'acide chromique. En absorbant l'humidité, qu'elle provienne de la vaisselle mouillée ou de l'air, les cristaux de dichromate de

potassium se dissolvent : le pouvoir détersif diminue. On peut le restaurer en ajoutant de temps à autre un peu de dichromate de potassium; le mélange sera jeté s'il devient vert.

La solution détergente d'acide chromique requiert de grandes précautions de manipulation; elle ne doit être employée qu'en cas de nettoyage particulièrement difficile; elle est si puissante qu'elle attaque promptement la chair humaine, aussi bien que les habits de coton ou de laine, ainsi que la plupart des fibres synthétiques.

Où cela est nécessaire, on devra disposer également de liquides spéciaux de nettoyage, tels que l'alcool, le tétrachlorure de carbone et l'acide muriatique, dit aussi acide chlorhydrique (ce dernier est spécialement efficace contre les dépôts de fer et de carbonates).

Dessicateurs. Un dessicateur est un récipient de verre épais, muni d'un couvercle amovible, et d'un faux fond au-dessus de sa vraie base. L'espace sous le faux fond est rempli d'un agent dessicant, qui maintient l'air sec pendant que la vaisselle chaude se refroidit, jusqu'à température ambiante. Un dessicateur de 30 cm de diamètre est suffisant pour les besoins de la plupart des laboratoires d'analyse d'eau.

### 3. ACCESSOIRES DIVERS DE LABORATOIRE

Des statifs appropriés doivent être disponibles, pour y fixer burettes et entonnoirs; ils seront équipés de pinces permettant le réglage en hauteur.

Des spatules d'acier inoxydable et de plastique sont nécessaires pour la manipulation des réactifs solides.

On effectue d'habitude les opérations de chauffage au moyen de brûleurs Bunsen ou Fisher; de nombreux laboratoires utilisent une plaque électrique, ce qui élimine l'emploi du trépied, complément indispensable du brûleur à gaz.

En général, on peut régler la chaleur du gaz sur toute la plage allant des températures basses jusqu'aux températures élevées; les chauffages électriques bon marché, par contre, n'offrent pas la possibilité de réglages aussi fins.

Les pinces et les brucelles sont des instruments utiles pour manier les béciers et les erlenmeyers chauds. Une pissette, pour rincer les béciers et les erlenmeyers lors des transferts quantitatifs, est également une nécessité. Un crayon gras est utile pour l'identification temporaire des flacons d'échantillonnage ainsi que de la verrerie où sera poursuivie l'analyse.

#### 4. EAU DISTILLÉE

Pour la préparation des solutions décrites dans ce Manuel, on utilise de l'eau distillée. Pour être acceptable, elle sera exempte d'anhydride carbonique, d'ammoniac, de chlore résiduel et de chlorures. De l'eau distillée bouillie durant 15 minutes perd son anhydride carbonique et son chlore résiduel, mais garde à peu près tout son ammoniac et ses chlorures. Un bouilleur efficace, ou un échangeur d'ions à lit mixte (appelé appareil de déminéralisation), donnent une eau distillée de qualité satisfaisante.

Dans certains cas, cependant, afin d'obtenir une eau distillée convenable, on fera passer de l'eau distillée ordinaire à travers un lit de résine Amberlite MB-3 (produite par Rohm et Hass Co Philadelphie ou Bio-Rad AG 501-8(D) (produite par Bio-Rad Lab., Richmond, Calif.), ou à travers un lit mixte identique de résine échangeuse d'ions (voir figure 4).

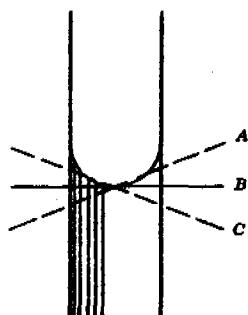


Fig. 3 Lecture du ménisque  
La lecture correcte se fait selon  
la ligne B

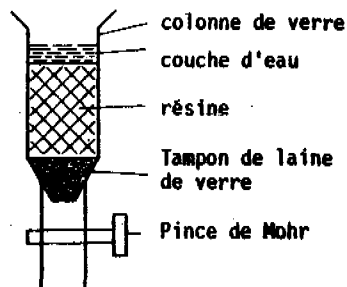


Fig. 4 Colonne échangeuse d'ions

## 5. SOLUTIONS DE TITRAGE ET SOLUTIONS TITRÉES

Le mot "normal" (abrégié "N") placé devant le nom d'un réactif, indique sa concentration, ou sa force. Le mot "titré" ("Standard") est employé dans le même sens, mais il indique simplement que la concentration est exactement connue, alors que "normal" indique quelle est cette concentration. La concentration d'une solution titrée est parfois nommée sa normalité. Ainsi, l'acide titré utilisé pour déterminer l'alcalinité de l'eau est de normalité 0,02, qu'on peut écrire, sans en changer le sens : 0,02 N, N/50 ou 1/50 N.

L'important, à propos des solutions normales, est de se souvenir que, par exemple, 100 ml d'hydroxyde de sodium 0,02 N neutralisent exactement 100 ml d'acide sulfurique 0,02 N. A l'opposé, une solution 0,1 N d'acide sulfurique représente une concentration différente, et plus forte, de l'acide.

On trouve facilement, sur le marché, des réactifs chimiques de haute pureté; cela permet la préparation de solutions de titrage suffisamment utiles par simple dissolution d'un poids prescrit de réactif dans un volume adéquat d'eau distillée. La réalisation de chaque solution est décrite dans la dernière édition du *Standard Methods* (voir chapitre 11), pour qui aurait le temps et le goût de le faire. Cependant, beaucoup de solutions titrées peuvent être achetées chez des fournisseurs sûrs; l'emploi de ces solutions est recommandé à ceux qui manquent de confiance en leur compréhension ou en leur capacité de les préparer.

Toutes les bouteilles contenant des solutions titrées seront étiquetées; elles porteront des indications de nom, de concentration, de date de préparation et, dans certains cas, on mentionnera les analyses auxquelles elles sont destinées.

Tous les réactifs utilisés lors de la préparation de solutions, seront de la meilleure qualité disponible. Les réactifs marqué "p.a." (pour analyse) (ou dans certains pays : "ACS grade", "primary standard grade" ou "analytical reagent grade") et les colorants garantis, dans certains pays, par la Biological Stain Commission conduiront aux meilleurs résultats; il faut donc les employer. Dans les méthodes décrites plus loin, deux noms seront parfois donnés pour le même produit (dihydrogénophosphate de potassium et phosphate monopotassique par exemple). Ces noms se rapportent à la même substance,

dont la mention sera suivie de la formule. Cette dernière sera comparée à celle figurant sur l'emballage du produit afin de prévenir toute confusion.

#### AVERTISSEMENT

*Pour éviter des lésions internes ou externes, tous les agents chimiques décrits dans cet ouvrage seront manipulés avec soin, tant sous la forme qu'ils ont à l'achat, qu'après dilution. Il est superflu de rappeler qu'une prudence particulière s'impose en travaillant avec des réactifs marqués Poison, Danger, Prudence ou Inflammable. Pour transporter et mesurer des solutions chimiques susceptibles d'action nocive par inhalation, absorption ou contact avec la bouche, les poumons ou la peau, on utilisera des pipettes de sécurité, automatiques et munies d'une poire.*

#### 6. DETERMINATION COLORIMETRIQUES

Comparaisons de couleur. Dans cet ouvrage, un certain nombre de déterminations exigent l'emploi de tubes Nessler pour des comparaisons de couleur. Le mieux est de placer l'échantillon dans un tube identique à ceux qui contiennent les standards colorés. Les tubes seront tous assortis, à savoir qu'ils seront de même taille et auront la même longueur de chemin optique. La comparaison de couleur se fera en regardant verticalement, de haut en bas, dans les tubes, placés sur une surface blanche, ce qui permet à la lumière d'être réfléchi vers le haut à travers les colonnes de liquide. Il existe deux modèles de tubes Nessler : le modèle haut et le modèle bas. On choisira généralement le premier.

Si l'on veut conserver assez longtemps des standards colorés, comme ceux au chromate-dichromate pour le chlore résiduel, on pourra couvrir le tube Nessler d'un film de plastique transparent fixé par du ruban adhésif. On peut dans ce cas regarder les couleurs à travers le film de plastique.

Dans bien des cas, on forme les couleurs à tester directement dans le tube Nessler où sera faite la comparaison finale. Les réactifs ajoutés, le contenu du tube sera soigneusement mélangé. Les tubes seront fermés avec des bouchons de caoutchouc propres et rincés, ils seront retournés quatre à six fois pour assurer une bonne homogénéisation. Une autre façon de faire et d'agir avec une baguette de verre dont une extrémité aura été aplatie à la flamme.

## Sets d'analyse et comparateurs

Comme pour les solutions titrées, on peut trouver chez de bons fournisseurs des standards permanents pour évaluer la couleur, la turbidité et bien des substances chimiques. On trouve deux types principaux de sets colorimétriques: le type à disque, contenant un disque de petits verres colorés et le type à fente, contenant les standards liquides dans des ampoules de verre.

Le comparateur à disque consiste en une boîte de plastique munie, devant, d'un oculaire et, derrière, d'un verre dépoli. Derrière l'oculaire on peut fixer le disque rotatif coloré. Entre le disque et le verre dépoli un compartiment divisé en deux reçoit d'une part l'échantillon d'eau non traité, et d'autre part, l'échantillon additionné de réactif. L'échantillon non traité est placé du même côté que le disque coloré, en alignement optique avec lui. La partie jumelle du compartiment est réservée à l'échantillon dans lequel on aura développé la coloration chimique. On estime la concentration visuellement, en comparant, à travers l'oculaire, la couleur créée et les couleurs permanentes du disque. Ce dernier peut s'enlever facilement pour être remplacé par un disque convenant à d'autres déterminations. Ainsi, un appareil de comparaison sert pour nombre d'analyses différentes.

Une bonne chose à faire est de tester ces sets déjà à l'achat, puis périodiquement par la suite. Les solutions titrées décrites dans ce Manuel conviennent pour tester l'étalonnage de ces standards permanents.

La plupart de ces sets sont prévus pour être utilisés avec les réactifs propres du fabricant; il faut donc racheter ces produits en cas de manque. Si l'on obtient des résultats étranges ou douteux, on vérifiera rapidement tout nouveau lot de réactifs. L'analyste sera attentif à toute détérioration des substances après un certain temps. Si des réactifs ne donnent pas de résultats satisfaisants avec les solutions titrées, on remplacera immédiatement les produits achetés.

Si une analyse n'est que peu souvent effectuée, une politique raisonnable consiste à n'acheter les solutions et les réactifs nécessaires que par petites quantités, et à noter la date de réception sur les bouteilles, afin qu'on sache s'ils sont périmés en cas de résultats douteux. De façon générale, les réactifs stables sont vendus en solution; les autres sont livrés

sous forme de pastilles de taille standard ou de poudres, qu'on peut manipuler avec une petite cuillère de mesure. La pastille ou la poudre peuvent être ajoutées sous forme sèche, ou dissoutes dans un volume d'eau connu, et suffisant pour une seule analyse.

Utilisés par une personne même peu entraînée, ces sets d'analyse donnent des résultats rapides, assez sûrs et cohérents; facilement transportables, ils sont très utiles pour des vérifications sur le terrain.

Beaucoup de ces sets d'analyse sont basés sur une version simplifiée des analyses du *Standard Methods*. Les réactifs sont prêts à l'emploi, et portent généralement un nombre code ou un nom de marque. Les deux sont utiles lors de commandes. Parmi les avantages des sets d'analyse, citons : l'absence de solutions et de standards à préparer à chaque fois; un appareillage bien étudié pour les déterminations. Le revers de la médaille concerne l'exactitude de ces tests, qui égale rarement celle d'un bon laboratoire. Quant à la précision (la possibilité de reproduire plusieurs fois le même résultat), elle équivaut à celle d'un laboratoire. Les sets d'analyse ne seront utilisés pour le contrôle d'eaux traitées ou brutes, que lorsque des examens auront prouvé que les résultats concernant ces eaux particulières sont équivalents, ou presque, aux valeurs obtenues par la méthode standard acceptée et reconnue.

On peut acheter des sets d'analyse pour les déterminations suivantes : aluminium, ammoniac, azote, chlore résiduel, dioxyde de chlore, couleur, cuivre, fluorures, fer, manganèse, pH, phosphates et polyphosphates, silice, turbidité, alcalinité, calcium, test de stabilité du carbonate de calcium (vendu sous le nom d'indicateur de stabilité d'Enslow), anhydride carbonique, chlorures, dureté et oxygène dissous. Les sept dernières déterminations mentionnées sont, en fait, des titrages plutôt que des tests colorimétriques.

Photomètres : Basés sur une estimation photoélectrique de la valeur de la coloration, ces instruments permettent de gagner du temps. Les plus simples sont équipés d'une série de filtres colorés et de cartes de calibration prévues pour un certain nombre d'analyses. Avant d'entreprendre une détermination, le filtre coloré et la carte de calibration adéquats sont insérés dans les fentes appropriées de l'appareil. Après traitement au moyen des réactifs fournis, l'échantillon coloré est placé dans le faisceau de la lampe électrique.

On lit directement la concentration par la position de l'aiguille sur la carte de calibration. Avec ces photomètres on prendra les mêmes précautions qu'avec les sets de comparaison. On utilisera les réactifs du fabricant et l'analyste se méfiera des réactifs douteux. On peut suivre la même méthode de vérification.

Un photomètre qui accepte les petits tubes Nessler conviendra pour la plupart des déterminations de ce Manuel. On forme les couleurs comme indiqué dans le Manuel, et on place le tube Nessler dans un support, afin de mesurer l'absorption de lumière produite par la combinaison du filtre coloré et de l'échantillon coloré. Avant d'entreprendre une quelconque analyse d'eau, on préparera une courbe d'étalonnage à partir d'une série de solutions titrées. L'échantillon traité sera ensuite mesuré dans les mêmes conditions, et la lecture, rapportée à la courbe d'étalonnage, donnera la concentration. L'emploi de cet instrument suppose la connaissance des méthodes photométriques; en conséquence les meilleurs résultats ne seront obtenus que par un analyste qualifié.

D'autres sets de comparaison, photomètres et spectrophotomètres sont disponibles sur le marché. L'énumération ou la description de tous les différents modèles dépasse les vues de cet ouvrage, qui ne peut, non plus, faire de recommandations quant à la justesse du choix de tel appareil pour tel laboratoire.

## 7. OBTENTION DES FOURNITURES DE LABORATOIRE\*

Plusieurs fournisseurs de laboratoire réputés sont dispersés à travers les Etats-Unis, le Canada et ailleurs. Les noms et adresses de certains d'entre eux sont publiés dans le "guide des acheteurs", partie 2, du *Journal American Water Works Association*. Les réclames présentes dans chaque numéro du *Journal AWWA* sont aussi une bonne source d'information. Plusieurs des grands fournisseurs publient des catalogues illustrant les appareillages en stock. Le débutant trouvera également de l'aide auprès du département de l'Etat à la Santé,

---

\* Voir préface



qui lui indiquera le fournisseur le plus proche qui puisse satisfaire ses demandes.

Lorsque, dans ce Manuel, référence sera faite à un produit d'un fabricant précis, qu'il soit entendu qu'un autre produit équivalent peut lui être substitué, pour autant que l'utilisateur soit à même de s'assurer que le substitut convienne aussi bien au but visé.

## 8. REGISTRES

Toutes les indications importantes seront enregistrées dans un cahier relié. Cela permet de se reporter de suite à toutes les analyses antérieures, et rend disponibles à toute heure tous les résultats de laboratoire, afin de vérifier ou de comparer les caractéristiques de l'eau. On peut fréquemment, en consultant ces registres, gagner un temps considérable dans les analyses de routine. Des indications aussi utiles que les proportions de produits dans une solution titrée, les facteurs de conversion etc, peuvent être placés, convenablement indexés, à la fin d'un livre d'enregistrements courants. La plupart des stations de traitement d'eau ont développé des formulaires d'enregistrement pour leurs propres fichiers, afin de satisfaire aux besoins spécifiques de l'installation. Ils fournissent des données de laboratoire aussi bien, par ailleurs, que d'autres informations indispensables à la marche de la station. On peut s'arranger pour que ces registres couvrent des périodes de temps convenables - registres hebdomadaires, mensuels ou annuels - en relation avec l'établissement d'un fichier permanent pour pouvoir y puiser. Les ministères de la Santé exigent généralement des stations qu'elles leur soumettent des rapports périodiques sur des formulaires ad hoc. Chaque installation devra s'arranger dans ce sens avec l'autorité et l'on peut suggérer que les copies de ces rapports fassent partie des registres de station. Si jamais il devait se présenter des cas où une station de pompage soit critiquée en raison de maladie, de corrosion ou d'autres événements malheureux, des registres complets et précis seront sa meilleure protection.

## 9. ECHANTILLONNAGE

Aucune analyse de laboratoire n'a la moindre valeur si l'échantillon examiné n'est pas représentatif de l'eau à contrôler. La hâte ou la négligence lors de l'acquisition et de la préparation de l'échantillon peuvent complètement annuler la précision des déterminations faites au laboratoire. Il est rarement suffisant de ne se fier qu'à un unique échantillon; souvent s'impose la nécessité d'utiliser un échantillon composite, préparé à partir de plusieurs échantillons individuels. Lors du choix d'une méthode d'échantillonnage, faire appel à son bon sens, mais penser qu'elle dépend premièrement des possibilités du laboratoire. En échantillonnant, on considérera en particulier :

- a) Le caractère des analyses de laboratoire envisagées.
- b) L'usage qui sera fait des résultats de tests ou d'analyses.
- c) La nature de l'eau échantillonnée, et la variation de ses caractéristiques durant la prise de l'échantillon.
- d) La variation de débit durant l'échantillonnage.

Pour les analyses physico-chimiques courantes, l'échantillon d'eau sera collecté dans une bouteille propre, en verre, avec bouchon de verre, ou dans une bouteille plastique. La taille de l'échantillon dépendra des analyses envisagées.

Les eaux de puits étant de composition pratiquement constante, il est rarement nécessaire d'en prendre un échantillon composé. On veillera cependant à pomper assez longtemps pour que l'échantillon récolté soit représentatif de l'eau profonde qui alimente le puits.

Les eaux d'étangs, de lacs, ou les eaux captives, sont souvent soumises à des fluctuations résultant de causes naturelles, comme les changements de saisons, les pluies, les vents et les courants internes. La variation n'est, d'habitude, ni aussi rapide ni aussi importante que celle rencontrée dans les eaux courantes. En général un seul échantillon sera représentatif, mais si certaines conditions provoquent des modifications, il faudra prendre plusieurs échantillons, à des endroits différents; si désiré, on pourra les combiner en une seule prise composite. Qu'on se souvienne enfin que les lacs peuvent être stratifiés et que la composition de l'eau peut varier avec la profondeur.

Le plus souvent, l'échantillonnage se fait à la station de traitement d'eau elle-même. C'est un endroit logique de prise, particulièrement si on y traite l'eau brute et si on la stocke en vue de sa distribution. Les lieux des prélèvements et leur fréquence seront dictés par le type d'installation et par le traitement appliqué. A titre d'exemple, de l'eau brute de puits peut n'exiger qu'une prise par jour, alors que, pompée dans un cours d'eau, il en faudra peut-être une par heure. De même, on échantillonnera, à intervalles appropriés, aux points où il est nécessaire de déterminer les quantités de réactifs exigés pour le traitement, et aux points où l'efficacité de ce dernier pourra être vérifiée. Bien des laboratoires, spécialement ceux d'installations desservant une importante population, sont équipés pour les mesures en continu, à tous les stades des opérations.

Tableau 1

Facteurs de conversion

	EQUIVALENCE				
	ppm ou mg/l	gr/USgal	lb/1000 USgal	gr/Impgal	lb/1000 Impgal
1 partie par million	1	0,0583	0,00834	0,0700	0,100
1 grain par US gallon	17,1	1	0,143	1,20	0,172
1 pound par 1000 US gallon	120	7	1	8,41	1,20
1 grain par Imperial gallon	14,3	0,833	0,119	1	0,143
1 pound par 1000 Imperial gallon	99,8	5,83	0,833	7	1

Une pratique, qui tend à se répandre, consiste à prélever des échantillons dans le réseau de distribution, pour les doubles analyses chimiques et bactériologiques. Des endroits propres et extérieurement non souillés seront choisis pour la récolte des échantillons destinés à la bactériologie. Les toilettes publiques seront, si possible, évitées comme points de prélèvement à fins bactériologiques. Que ce soit à but d'analyses bactériologiques ou chimiques, on veillera à ce que l'échantillon soit représentatif de l'eau du réseau, et à ce qu'il soit exempt de corps étrangers. La meilleure façon de procéder est de frotter et de nettoyer l'extérieur du robinet, et de laisser

couler l'eau librement jusqu'à ce que sa température atteigne la valeur constante qui existe dans le réseau de cette région particulière. On ne commencera qu'à ce moment les prélèvements. Les indications suivantes accompagneront l'échantillon : situation de la station ou de l'endroit, date du prélèvement, heure du prélèvement, température de l'eau, nom du manipulateur, ainsi que toute autre indication pouvant servir à expliquer des résultats étonnants.

## 10. FACTEURS DE CONVERSION

Au laboratoire, les réactifs sont pesés en grammes et milligrammes; les liquides se mesurent en litres et millilitres. Pour cela les indications habituelles sont exprimées en milligramme par litre (abrégé "mg/l"). Un litre d'eau pesant généralement 1'000'000 mg, 1 mg de substance dans 1 litre d'eau représente une partie par million (abrégé "ppm"). Par simplicité, l'unité "ppm" est souvent utilisée dans les opérations de station. Mais il faut comprendre que, dans le cadre de l'analyse de l'eau, ppm signifie ppm en poids, et jamais en volume. Ainsi donc, 1 ppm équivaut à 1 mg de substance dans 1'000'000 de mg d'eau, ou à 1 kg de matière dans 1'000'000 de kilos d'eau etc., mais jamais à 1 litre de matière dans 1'000'000 de litres d'eau. Semblablement, une dureté de 10 ppm en carbonate de calcium indique 10 mg de carbonate de calcium dans 1'000'000 mg d'eau ou 10 kg de carbonate de calcium dans 1'000'000 de kg d'eau.

Occasionnellement on peut devoir transformer des milligrammes par litre en grains par gallon, ou en livre par 1'000 gallons. Le tableau 1 donne un jeu de facteurs de conversion utiles à cet effet.

## 11. AUTRES PUBLICATIONS\*

Il existe un grand nombre d'excellentes publications se rapportant aux opérations de laboratoire d'une station d'eau; il est bon de posséder autant de ces ouvrages de référence que possible dans la bibliothèque du laboratoire. Citons-en trois, qu'on devrait trouver partout :

---

\* Voir préface

- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (préparé conjointement par American Public Health Association, l'American Water Works Association et le Water Pollution Control Federation). Le *Standard Methods* décrit tout ce qui concerne les méthodes acceptées d'analyse de l'eau et des déchets transportés par elle.
- *Safety Practice for Water Utilities*. Cet ouvrage, publié par l'AWWA indique les façons correctes de manipuler et d'éviter les blessures au laboratoire.
- *Water Quality and Treatment* publié également par l'AWWA. Cet ouvrage simple aide à comprendre les liens existant entre les résultats de laboratoire et le fonctionnement de la station, ainsi que la qualité de l'eau.

# I. ANALYSES CHIMIQUES

## ALCALINITE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Beaucoup d'agents chimiques utilisés dans le traitement de l'eau peuvent provoquer un changement de son alcalinité; les plus fortes modifications sont dues aux flocculants, aux adoucissants, à la chaux et au carbonate de soude anhydre. Cette analyse d'alcalinité vise à permettre le calcul du dosage des réactifs de floculation et d'adoucissement. L'alcalinité totale doit également être déterminée lors du test de stabilité du carbonate de calcium (voir p. 42) et lors de l'estimation de la dureté carbonatée (voir p. 95).

### 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode convient au titrage d'eaux dont l'alcalinité est due à des hydroxydes, des carbonates ou des bicarbonates. L'eau ne sera ni colorée ni trouble, ce qui pourrait masquer et modifier la réponse de l'indicateur. Le taux de chlore résiduel n'excédera pas 1,8 mg/l. Si une eau ne remplit pas toutes ces conditions, on se reportera aux méthodes décrites dans la dernière édition du *Standard Methods*.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une burette de 25 ml avec support
- 3.2. Un cylindre gradué de 100 ml, ou des pipettes volumétriques appropriées pour mesurer l'échantillon.
- 3.3. Au moins deux ballons de 250 ml, ou des pots de porcelaine.
- 3.4. Au moins deux agitateurs.
- 3.5. Trois pipettes compte-gouttes, ou des compte-gouttes médicaux de 0,5 - 1 ml de capacité, pour ajouter les solutions de thiosulfate de sodium, d'indicateur à la phénolphthaléine et d'indicateur au méthyl-orange.

#### 4. REACTIFS

4.1. Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (inutile si l'eau ne contient pas de chlore résiduel). Peser 2,5 g de thiosulfate de sodium,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

4.2. Solution indicatrice de phénolphtaléine. Peser 0,5 g de poudre du sel disodique de phénolphtaléine, et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

4.3. Solution indicatrice de méthyl-orange. Peser 0,05 g de poudre d'indicateur de méthyl-orange et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée. A température ambiante, la dissolution de la poudre peut prendre du temps et nécessiter une agitation de la solution.

4.4. Solution titrante d'acide sulfurique, 0,0200 N en  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . La préparation, le titrage et l'ajustement de la solution à 0,0200 N exactement, nécessitent quelque adresse (se référer à la dernière édition du *Standard Methods*). Cette solution à 0,0200 N peut être achetée dans les commerces spécialisés.

#### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Remplir la burette de solution titrante d'acide sulfurique. Noter le niveau du liquide dans la burette en regardant à la base du ménisque. Vérifier que le robinet ne fuie pas, ce qui entraînerait des pertes d'acide lorsqu'il est fermé.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage d'alcalinité indiquée :

Volume d'échantillon ml	Plage d'alcalinité mg/l de $\text{CaCO}_3$
100	0 - 250
50	251 - 500
25	501 - 1000

Exemple : Si l'alcalinité se situe dans la plage 0-250 mg/l de  $\text{CaCO}_3$  (carbonate de calcium), prendre un échantillon de 100 ml. Prendre deux ballons de 250 ml (ou des récipients de porcelaine) et introduire dans chacun des volumes identiques d'échantillon (volume déterminé ci-dessus); l'un des deux servira de témoin (ou blanc) pour la comparaison de couleurs.

5.3. Eliminer, si nécessaire, le chlore résiduel par adjonction d'une goutte (0,05 ml) de solution de thiosulfate de sodium dans chaque ballon (ou récipient) et mélanger.

5.4. Ajouter 2 gouttes de solution indicatrice à la phénolphtaléine dans un des ballons (ou récipient) et mélanger. Si l'échantillon tourne au rose-violet, cela indique la présence de carbonates ou d'hydroxydes; passer au point 5.5. Si l'échantillon demeure incolore, il est acide ou contient des bicarbonates; négliger les points 5.5. - 5.7. et passer au point 5.8.

5.5. Si l'échantillon a viré au rose, ajouter peu à peu l'acide de la burette, en agitant constamment le ballon (ou en remuant sans cesse le contenu du récipient), jusqu'à exacte disparition de la couleur rose. Utiliser le ballon sans phénolphtaléine comme blanc de comparaison.

5.6. Relever le nouveau niveau de la burette, donné par la base du ménisque, et calculer le volume d'acide utilisé en soustrayant du niveau actuel le niveau initial (point 5.1.).

Tableau 2

Calcul de l'alcalinité à partir des résultats de titrage\*

Résultat de titrage	Alcalinité - mg/l de $\text{CaCO}_3$		
	Hydroxydes	Carbonates	Bicarbonates
P = 0	0	0	T
P inférieur à $\frac{1}{2}$ T	0	2P	T - 2P
P = $\frac{1}{2}$ T	0	2P	0
P supérieur à $\frac{1}{2}$ T	2P - T	2P - 2P	0
P = T	T	0	0

\*P : alcalinité à la phénolphtaléine (mg/l)

T : alcalinité totale (mg/l)



5.7. Calculer l'alcalinité à la phénolphtaléine, exprimée en mg/l de carbonate de calcium, en multipliant le résultat trouvé au point 5.6. par le facteur approprié : pour un volume d'échantillon de 100 ml, multiplier par 10 les millilitres de  $H_2SO_4$ ; pour un échantillon de 50 ml, les multiplier par 20; et pour un échantillon de 25 ml les multiplier par 40.

5.8. Ajouter 2 gouttes (0,1 ml au total) de solution indicatrice de méthyl-orange à chacun des deux ballons (ou récipients) contenant l'échantillon d'eau.

5.9. Titrer à nouveau avec l'acide sulfurique, par petites portions, jusqu'à ce que la couleur jaune commence juste à virer à l'orange. Comparer sans cesse la couleur de l'échantillon avec celle du témoin, sur un fond blanc. Au point de fin de titrage (point de virage) on apercevra une petite différence de couleur entre le témoin, qui reste parfaitement jaune, et l'échantillon titré, qui est peu à peu devenu légèrement orange. 2 à 4 gouttes d'acide sulfurique suffisent à provoquer le changement de couleur. Certains pourront rencontrer des difficultés à percevoir le changement en ajoutant les gouttes une à la fois; dans ce cas, vers la fin du titrage, on en ajoutera deux à la fois, ce qui intensifiera le changement de couleur; la légère perte d'exactitude n'est pas significative.

5.10. Lire à nouveau la burette et calculer le volume d'acide utilisé au total, soit : dans le titrage à la phénolphtaléine (point 5.5., s'il a dû être exécuté), et dans le titrage au méthyl-orange (point 5.9.); multiplier ce total par le facteur approprié donné au point 5.7. On obtient alors l'alcalinité totale (appelée aussi alcalinité au méthyl-orange) en terme de mg/l de carbonate de calcium.

## 6. APPLICATIONS PRATIQUES DES DOSAGES D'ALCALINITE

6.1. On peut utiliser l'alcalinité à la phénolphtaléine (abrégée "P") et l'alcalinité totale (abrégée "T") pour calculer les taux d'hydroxydes, de carbonates et de bicarbonates en terme de carbonate de calcium. Le dosage au méthyl-orange (T) mesure l'alcalinité complète, due aux bicarbonates, aux carbonates et aux hydroxydes. Le dosage à la Phénolphtaléine (P), quant à lui, mesure toute l'alcalinité due aux hydroxydes, exactement la moitié de celle due aux carbonates, et pas du tout celle liée aux bicarbonates. On a donc :

- a) présence de bicarbonates si l'alcalinité à la phénolphtaléine est inférieure à la moitié de l'alcalinité totale.
- b) présence de carbonates si l'alcalinité à la phénolphtaléine n'est pas nulle, mais reste cependant inférieure à l'alcalinité totale.

Le tableau 2 montre comment calculer les divers types d'alcalinité. Les calculs reposent sur les hypothèses suivantes : les alcalinités dues aux carbonates et aux bicarbonates peuvent exister dans le même échantillon. Les carbonates et les hydroxydes ne peuvent pas coexister. De l'anhydride carbonique peut être présent en l'absence d'alcalinité à la phénolphtaléine; inversement, l'existence d'une alcalinité à la phénolphtaléine indique l'absence d'anhydride carbonique dans l'eau. 8,3 représente le pH limite de l'alcalinité carbonatée. Les acides minéraux n'étant pas des constituants normaux de l'eau, leur présence est signe de pollution.

- c) présence d'hydroxydes si l'alcalinité à la phénolphtaléine est supérieure à la moitié de l'alcalinité totale.

Le tableau 2 montre comment calculer les divers types d'alcalinité.

6.2. Les hydroxydes, ou alcalinité caustique, trouvés dans une eau subissant un adoucissement, indiquent la présence d'un excès de chaux, qui peut être de l'ordre de 10 à 50 mg/l. L'alcalinité peut être ramenée à un niveau acceptable par carbonatation.

6.3. Du carbonate de soude anhydre est parfois ajouté à des eaux douces pour assurer une alcalinité carbonatée suffisante, afin d'améliorer la floculation due aux aluns. Les titrages alcalimétriques fournissent un bon outil de contrôle du dosage du carbonate de soude anhydre.

## ALUMINIUM

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette méthode de contrôle est destinée aux stations de traitement d'eau qui utilisent un sel d'aluminium comme flocculant. Dans les eaux traitées, une concentration en aluminium supérieure à 0,5 mg/l est un bon indice d'un mauvais dosage du flocculant.

## 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode n'est applicable qu'en l'absence de fluorures et de métaphosphates. L'eau ne doit être ni trouble ni colorée : on consultera la plus récente édition du *Standard Methods* quant à la façon d'éliminer les substances gênantes.

## 3. APPAREILLAGE\*

- 3.1. Au moins sept tubes Nessler assortis, de grand modèle, et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ou 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour la mesure de la solution titrée d'aluminium.
- 3.3. Des pipettes volumétriques de 5 et 10 ml.
- 3.4. Quelques pipettes de mesure de 1,2 et 10 ml.
- 3.5. Au moins sept flacons de 250 ml selon Erlenmeyer.
- 3.6. Un cylindre gradué de 25 ml.
- 3.7. Une pissette pour rincer les flacons.

## 4. REACTIFS

4.1. Solution mère d'aluminium :

- a) sur une balance analytique, peser 4,3965 g de sulfate de potassium et d'aluminium de qualité "pour analyse",  $KAl(SO_4) \cdot 12H_2O$ .
- b) Transférer avec soin ce produit dans un bécher de 500 ml et l'y dissoudre dans 300 ml d'eau distillée environ.
- c) Transférer avec soin la solution du bécher dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bécher de trois portions de 50 ml d'eau distillée. Compléter jusqu'à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée, et mélanger soigneusement.

---

\*Toute la verrerie indiquée aux points 3.1. à 3.5. sera d'abord rincée à l'acide chlorhydrique 1:1 chaud, puis à l'eau distillée. L'acide chlorhydrique 1:1 se prépare en mélangeant des volumes égaux d'acide concentré et d'eau distillée.

4.2. Solution standard d'aluminium. Au moyen d'une pipette volumétrique de 10 ml, transférer 10 ml de solution mère d'aluminium dans un jaugé de 1 litre, diluer à la marque avec de l'eau distillée et mélanger. Cette solution sera refaite chaque jour.

4.3. Solution tampon :

- a) Peser 136 g d'acétate de sodium,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .
- b) Introduire avec soin le produit dans un bécber de 400 ml et l'y dissoudre dans 200 ml d'eau distillée environ.
- c) Dans le bécber, ajouter à cette solution 40 ml d'acide acétique 1N (qu'on prépare en mélangeant 2,4 ml d'acide acétique glacial à 38 ml d'eau distillée).
- d) Transférer avec soin la solution du bécber dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécber de trois portions de 50 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée, et mélanger soigneusement.

4.4. Solution mère de colorant : Utiliser l'un ou l'autre des produits disponibles suivants :

- a) Solochrome cyanine R-200\* ou eriochrome cyanine<sup>†</sup>. Dissoudre 100 mg de colorant dans de l'eau distillée et diluer à 100 ml dans un ballon jaugé. Le pH de cette solution sera de 2,9 environ.
- b) Eriochrome cyanine R<sup>†</sup>. Dissoudre 300 mg de colorant dans 50 ml d'eau distillée environ. Ajuster le pH, qui se situera autour de 9, à une valeur de 2,9 au moyen d'acide acétique 1:1 (3 ml en seront approximativement nécessaires). Diluer à 100 ml avec de l'eau distillée.
- c) Eriochrome cyanine R<sup>\*\*</sup>. Dissoudre 150 mg de colorant dans 50 ml d'eau distillée environ. Ajuster le pH, qui se situera autour de 9, à une valeur de 2,9 au moyen d'acide acétique 1:1 (2 ml en seront approximativement nécessaires). Diluer à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions mères préparées comme indiqué ci-dessus ont une stabilité excellente et peuvent se conserver au moins un an, voire davantage.

---

\*produit par Arnold Hoffman and Co, Providence, R.I.

+produit par K & K Labs, Plainview, N.Y.

†produit par Pfaltz and Bauer Inc. Flushing, N.Y.

\*\*produit par Hartmen-Leddon Co, Philadelphia, PA

4.5. Solution colorante de travail : dans un jaugé de 100 ml, introduire, au moyen d'une pipette volumétrique, 10 ml de n'importe laquelle des solutions mères de colorant; compléter avec de l'eau distillée. Les solutions de travail sont stables pendant au moins six mois.

4.6. Solution d'acide ascorbique : dissoudre 100 mg d'acide ascorbique dans de l'eau distillée et compléter le jaugé à 100 ml. A refaire chaque jour.

4.7. Acide sulfurique 0,02 N

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparer la série suivante de standards d'aluminium en introduisant dans des erlenmeyer de 250 ml distincts les volumes indiqués de solution standard d'aluminium (4.2.).

Solution standard d'aluminium ml	Aluminium mg/l
0	0
0,5	0,05
1,0	0,10
1,5	0,15
2,0	0,20
2,5	0,25
3,0	0,30

5.2. Ajouter à chaque flacon 25 ml d'eau distillée, mesurés dans un cylindre gradué.

5.3. Introduire 25 ml d'échantillon dans un autre erlenmeyer de 250 ml (si la concentration en aluminium est supérieure à 0,3 mg/l, choisir une prise plus petite et la diluer à 25 ml avec de l'eau distillée).

5.4. Ajouter dans chaque flacon 1 ml d'acide sulfurique 0,02 N. Ajouter au flacon contenant la prise une quantité supplémentaire d'acide sulfurique 0,02 N, afin de neutraliser l'alcalinité de l'échantillon original (déterminer cette quantité, si nécessaire, en faisant un test d'alcalinité sur 25 ml de l'échantillon original).

5.5. Ajouter à l'échantillon et aux standards 1 ml d'acide ascorbique et mélanger.

- 5.6. Ajouter à chaque flacon 10 ml de solution tampon et mélanger.
- 5.7. Au moyen d'une pipette volumétrique ajouter 5 ml de solution colorante de travail (4.5.) et mélanger.
- 5.8. Verser immédiatement la solution dans des tubes Nessler jaugés. Rincer chaque flacon de plusieurs petites portions d'eau distillée, qu'on rajoutera aux tubes Nessler. Compléter à un volume de 50 ml avec de l'eau distillée, et mélanger.
- 5.9. Laisser reposer 5-15 minutes puis comparer la couleur de l'échantillon à celle des standards; en déduire la quantité d'aluminium présente dans la prise.

## AZOTE AMMONIACAL

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Des traces d'ammoniaque se forment naturellement dans bien des réseaux d'eau; elles peuvent aussi être volontairement ajoutées en même temps que du chlore pour former du chlore résiduel combiné. L'ammoniaque est un paramètre important des eaux de surface, car une soudaine augmentation de celui-ci peut indiquer un déversement d'égout ou une pollution industrielle. Une telle augmentation est liée à une augmentation correspondante de la demande en chlore par l'eau lorsque l'on utilise le procédé de chloration donnant lieu à du chlore résiduel libre. Les rivières recevant des égouts non traités, partiellement traités, ou soit-disant complètement traités, peuvent présenter un fort accroissement de la quantité d'azote ammoniacal lorsque leur cours est entièrement, ou presque entièrement, gelé; il en résulte une demande en chlore élevée en proportion. Cette méthode convient à l'estimation de concentrations en azote ammoniacal comprises entre 0,1 et 1,2 mg/l.

### 2. AVERTISSEMENT

Les résultats que donne cette méthode sont approximatifs. L'exactitude en peut être améliorée en calibrant parfaitement les couleurs des standards permanents par un jeu de solutions titrées de chlorure d'ammonium.

Après floculation au moyen de sulfate de zinc et d'hydroxyde de sodium (point 5.2.), l'échantillon doit être clair et incolore. L'adjonction de réactif de Nessler ne doit provoquer l'apparition ni d'une coloration jaune ou verte indésirée, ni de turbidité. Le cas échéant, on est généralement en présence d'une pollution. La dernière édition du *Standard Methods* sera consultée quant aux moyens de se débarrasser des colorations parasites et de la turbidité, ainsi que pour améliorer l'exactitude de l'analyse.

Nombre de réactifs de Nessler disponibles dans le commerce ne donnent pas satisfaction pour la détermination des petites quantités d'ammoniaque présentes dans beaucoup de sources d'eau potable. Seule peut être recommandée pour ce faire la préparation décrite au paragraphe 4.6.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Des tubes Nessler de 50 ml assortis, de grand modèle et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ou de 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour la mesure des solutions de chloroplatinate de potassium et de chlorure cobalteux.
- 3.3. Des bouchons propres de caoutchouc (grandeur No 2), pour les tubes Nessler.
- 3.4. Des pipettes de mesure pour ajouter les solutions de sulfate de zinc et d'hydroxyde de sodium.
- 3.5. Une pipette compte-gouttes pour utiliser la solution de sel de Rochelle.
- 3.6. Une pipette de 1 ml, automatique ou de sécurité, pour le réactif de Nessler.
- 3.7. Un cylindre gradué de 100 ml pour mesurer l'échantillon.
- 3.8. Des pipettes volumétriques adéquates pour mesurer le filtrat de l'échantillon.
- 3.9. Un entonnoir à filtrer.
- 3.10. Des papiers filtres de texture douce et lâche. Les papiers filtres Whatman No 41 ou Schleicher & Schull No 589 conviennent fort bien.

#### 4. REACTIFS

4.1. Eau distillée permutée. Bien des eaux distillées contiennent encore de l'azote ammoniacal; pour obtenir les résultats les meilleurs, il faut, en conséquence, faire passer l'eau distillée ordinaire à travers un lit de résine d'Amberlite MB-3 (produit par Rohm and Hass Co., Philadelphia, Pa) ou de Bio-Rad AG 501-X8(D) (produit par Bio-Rad Laboratories, Richmond, Calif.) (Pour la construction de la colonne nécessaire, se reporter à la figure 4). Cette eau sera utilisée pour la préparation de tous les réactifs, sauf ceux indiqués au paragraphe 4.2., pour lesquels de l'eau distillée ordinaire suffit.

4.2. Solutions pour les standards colorés permanents :

a) Solution de chloroplatinate de potassium :

- 1) Peser 2,0 g de chloroplatinate de potassium ( $K_2PtCl_6$ ). Les introduire dans un bēcher de 1 litre et les dissoudre dans 400 ml d'eau distillée.
- 2) Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré et mélanger soigneusement.
- 3) Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bēcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger avec soin.

b) Solution de chlorure cobalteux :

- 1) Peser 12,0 g de chlorure cobalteux ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ). Les introduire dans un bēcher de 600 ml et les dissoudre dans 200 ml d'eau distillée.
- 2) Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré et mélanger soigneusement.
- 3) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bēcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.3. Solution de sulfate de zinc. Peser 100 g de sulfate de zinc ( $ZnSO_4$ ); les dissoudre dans 96 ml d'eau distillée permutée (4.1.).

4.4. Solution d'hydroxyde de sodium. Peser 250 g de pastilles d'hydroxyde de sodium (NaOH); les dissoudre dans 97 ml d'eau distillée permutée.

4.5. Solution de sel de Rochelle (ou sel de Seignette) :

a) Mesurer 100 ml d'eau distillée qu'on versera dans un bēcher de 250 ml.

Marquer, sur le bēcher, la ligne du niveau atteint par le liquide.

b) Peser 50 g de tartrate de sodium et de potassium ( $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ ). Dissoudre ce produit dans les 100 ml d'eau distillée contenus dans le bēcher de 250 ml.



c) Eliminer les traces d'impuretés ammoniacales du sel de Rochelle en faisant évaporer l'eau, par ébullition, jusqu'à ce que son niveau atteigne la ligne des 100 ml marquée sur le bécber de 250 ml. Laisser la solution revenir à température ambiante et la mettre dans une bouteille.

#### 4.6. Réactif de Nessler.

- a) Peser séparément 100 g de iodure mercurique ( $\text{Hg I}_2$ ) et 70 g de iodure de potassium (KI). Les introduire dans un bécber de 400 ml et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée permutée.
- b) Peser 160 g des pastilles d'hydroxyde de sodium (NaOH). Les introduire dans un bécber de 1 litre et les dissoudre dans 500 ml d'eau distillée permutée.
- c) Tout en brassant d'une main, verser lentement la solution (a) dans la solution (b).
- d) Transférer la solution (c) dans un jaugé de 1 litre, ou dans un cylindre gradué, et diluer à la marque avec de l'eau distillée permutée. Mélanger soigneusement. Conserver cette solution dans une bouteille de pyrex parfaitement bouchée.

*Manipuler ce poison avec précaution et éviter d'en recevoir dans la bouche. Se servir, lors de l'utilisation de cette solution, d'une pipette automatique ou de sécurité.*

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. Préparation des standards colorés :

- a) Préparer la série suivante de standards colorés, en mesurant les volumes indiqués de chloroplatinate de potassium et de chlorure cobalteux, et en les introduisant dans des tubes Nessler de 50 ml distincts :

Solution de chloro- platinate de potas- sium ml	Solution de chlorure cobal- teux ml	Equivalent d'azote ammoniacal mg
1,2	0	0
2,8	0	0,002
4,7	0,1	0,004
5,9	0,2	0,007
7,7	0,5	0,010
9,9	1,1	0,014
11,4	1,7	0,017
12,7	2,2	0,020
15,0	3,3	0,025
17,3	4,5	0,030
19,0	5,7	0,035
19,7	7,1	0,040
19,9	8,7	0,045
20,0	10,4	0,050
20,0	15,0	0,060

Si le taux d'azote ammoniacal à la station varie dans des limites plus étroites, on ne préparera, de cette série, qu'un nombre choisi, inférieur, de standards.

- b) Ajouter à chaque tube de l'eau distillée pour amener le volume à la marque de 50 ml et mélanger.
- c) Si l'emploi de ces standards doit s'étendre sur une période de plusieurs mois, les protéger en fermant les tubes par des bouchons de caoutchouc propres.

## 5.2. Floculation et filtration de l'échantillon.

- a) A l'aide d'un cylindre gradué, mesurer 100 ml d'échantillon et les verser dans un bécher de 250 ml.
- b) Ajouter, à la pipette de mesure, 1 ml de solution du sulfate de zinc. Mélanger soigneusement.
- c) Ajouter, à la pipette de mesure, 0,5 ml de solution d'hydroxyde de sodium. Mélanger soigneusement.
- d) Laisser sédimenter le floc blanc résultant pendant 5 minutes.
- e) Garnir un filtre d'un papier filtre rapide.
- f) Verser 25 ml, au jugé, du liquide clair à travers le filtre; recueillir le filtrat dans un bécher et éliminer ce filtrat.

g) Verser le reste du liquide clair à travers le même filtre, mais, cette fois, recueillir et conserver ce filtrat dans un tube Nessler de 50 ml ou dans un b cher propre de 100 ml.

### 5.3. Formation de la couleur dans l' chantillon.

a) Mesurer le volume de filtrat correspondant   la plage indiqu e de teneur en azote ammoniacal :

Volume d'�chantillon ml	Plage de teneur en azote ammoniacal mg/l
50	0,1 - 1,0
25	1,1 - 2,0
10	2,1 - 5,0

Introduire le filtrat dans un tube Nessler de 50 ml. Si n cessaire, diluer   la marque de 50 ml avec de l'eau distill e permut e.

- b) Ajouter,   l'aide d'une pipette compte-gouttes, 2 gouttes de la solution de sel de Rochelle. Fermer le tube Nessler avec un bouchon de caoutchouc et m langer son contenu en retournant le tube quatre   six fois.
- c) Ajouter,   la pipette automatique ou de s curit , 1 ml de r actif de Nessler.
- d) Reboucher le tube avec un bouchon de caoutchouc et m langer son contenu en retournant le tube six fois.
- e) Laisser la couleur jaune ou brun tre se d velopper durant 10 minutes.
- f) Comparer l' chantillon avec les standards permanents et estimer, d'apr s la couleur, la quantit  (en mg) d'azote ammoniacal pr sente dans l' chantillon.
- g) Calculer le taux d'azote ammoniacal en mg/l en multipliant le r sultat trouv  au point (f) par le facteur appropri .

Volume de l'�chantillon ml	Multiplier les mg d'azote ammoniacal par :
50	20
25	40
10	100

# CALCIUM

## 1. BUT DE L'ANALYSE

Le calcium et le potassium sont les principaux agents de la dureté d'une eau. Le calcium, sous forme de chaux ou d'hydroxyde de calcium, peut être employé pour adoucir l'eau ou pour lutter contre la corrosion par ajustement du pH.

Cette méthode est destinée à des analyses de routine du calcium dans les réseaux d'eau potable.\*

## 2. AVERTISSEMENT

L'eau sera exempte de coloration ou de turbidité, qui pourraient masquer ou affecter la réponse de l'indicateur.

Par chance, les substances qui provoquent des erreurs lors de ce titrage sont rarement présentes dans les sources d'eau potable. En quantité suffisante, le barium, le strontium, le cuivre, l'aluminium, le plomb, l'étain, le zinc, le manganèse et le fer peuvent influencer les résultats. On consultera la dernière édition du *Standard Methods* au sujet des concentrations de toutes ces substances qu'on peut tolérer dans un échantillon.

Une alcalinité supérieure à 300 mg/l, exprimée en carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), peut rendre indistinct le point de fin de titrage dans le cas de certaines eaux dures.

---

\* G. Schwarzenbach a obtenu deux brevets (No 2'583'890 et 2'583'891) concernant des méthodes de dosages complexométriques et de titrage pour la détermination quantitative de la dureté de l'eau. Ce Manuel ne contient rien qui doive être interprété comme stipulant, implicitement ou autrement, un droit quelconque de fabrication, de vente ou d'utilisation en rapport avec quelque méthode, appareil ou produit breveté que ce soit, ou mettant à couvert la responsabilité de quiconque en cas de contrefaçon.

On réalisera le titrage sur un échantillon à température ambiante, et on l'effectuera, au complet, en moins de 5 minutes, pour éviter des ennuis dus à la précipitation du carbonate de calcium.

Le mélange indicateur solide peut se dégrader; on le conservera donc dans un flacon hermétiquement bouché.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une burette de 25 ml et son support.
- 3.2. Un cylindre gradué de 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer l'échantillon.
- 3.3. Au moins 2 récipients de porcelaine de 250 ml.
- 3.4. Au moins 2 agitateurs.
- 3.5. Une pipette de mesure de 1 ml pour la solution d'hydroxyde de sodium.
- 3.6. Une petite cuillère de mesure de 0,2-0,3 ml, pour le mélange indicateur sec.

### 4. REACTIFS

On peut se procurer les solutions et le mélange solide suivants, déjà prêts, auprès de fournisseurs compétents.

- 4.1. Solution d'hydroxyde de sodium 1N. Peser 4 g de NaOH; les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

*Faire attention à ne pas aspirer cette solution dans la bouche car elle en attaquerait les tissus.*

4.2. Mélange indicateur solide. La murexide ou le Calcon sont des mélanges indicateurs satisfaisants. On a longtemps utilisé la murexide, mais bien des analystes estiment que le changement de couleur du Calcon, durant le titrage, est plus facile à observer. La murexide vire du rouge au mauve orchidée, en passant par diverses qualités de mauve; le Calcon vire du rouge au bleu franc, sans aucune nuance rougeâtre, en passant par le mauve. L'un ou l'autre se préparent comme suit :

- a) Peser séparément : 100 g de chlorure de sodium (NaCl) et, soit 0,2 g de murexide (appelée aussi purpurate d'ammonium), soit 0,2 g de Calcon (appelé aussi Eriochrome bleu-noir R).
- b) Mettre le chlorure de sodium et l'indicateur dans un mortier et les triturer avec un pistil, jusqu'à ce que le colorant rouge soit uniformément réparti dans l'ensemble du sel blanc. Conserver le mélange dans un flacon hermétiquement fermé.

4.3. Solution titrante d'EDTA. La préparer selon les indications données au chapitre Dureté, paragraphe 4.4.

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Remplir la burette de solution titrante d'EDTA. Relever le niveau du liquide dans la burette en faisant la lecture à la base du ménisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas, ce qui provoquerait des pertes du liquide titrant lorsque le robinet est fermé.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de teneur en calcium :

Volume de l'échantillon ml	Plage de teneur en calcium mg/l de CaCO <sub>3</sub>
50	0 - 200
25	201 - 400
10	401 - 1000

Si l'on a besoin d'un échantillon de 25 ml seulement, ajouter 25 ml d'eau distillée pour amener le volume total à 50 ml; ajouter 40 ml d'eau distillée à un échantillon de 10 ml. Mesurer l'eau distillée supplémentaire dans un cylindre gradué. Mettre la prise, (et l'eau distillée de complément, le cas échéant), dans un récipient de porcelaine (continuer avec le point 5.3. si l'on emploie de la murexide comme indicateur, ou passer au point 5.4. si l'on se sert de Calcon).

5.3. En cas d'emploi de la murexide, procéder comme suit :

- a) Préparer un témoin pour la comparaison de couleur en introduisant 50 ml d'eau distillée (mesurés dans un cylindre gradué) dans un récipient de porcelaine semblable.

- b) A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à l'échantillon et au témoin de comparaison et agiter (le pH résultant, compris entre 12-13, maintient le magnésium sous forme d'hydroxyde).
- c) Ajouter une petite cuillère de mesure (0,2 g) de mélange indicateur solide au témoin de comparaison et à l'échantillon; mélanger pour le dissoudre.
- d) Ajouter, avec soin, au témoin de comparaison de couleur, 1 à 2 gouttes de solution titrante d'EDTA de la burette. Remuer l'eau distillée contenant l'hydroxyde de sodium et le mélange indicateur à la murexide jusqu'à ce que la couleur rouge devienne un mauve orchidée qui ne change plus. Noter le nouveau niveau dans la burette en lisant à la base du ménisque.
- e) Si l'échantillon devient rouge, ajouter peu à peu, en agitant constamment, de l'EDTA de la burette. Poursuivre l'adjonction de solution titrante jusqu'à ce que la couleur rouge devienne légèrement mauve. A ce stade, cesser d'ajouter de l'EDTA pendant 10 secondes, mais continuer d'agiter. Reprendre l'adjonction de la solution titrante, goutte à goutte, jusqu'à ce que le mauve pâle devienne un mauve orchidée profond, comme celui du témoin. Tout au long de ce nouvel apport de solution de titrage, remuer comme auparavant le contenu du récipient de porcelaine. Le virage du mauve pâle au mauve orchidée s'étale généralement sur 6 gouttes au plus.
- f) Noter le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.
- g) Calculer le volume brut de solution titrante utilisée en soustrayant la valeur du niveau trouvée au point 5.3. (d) de la valeur de la dernière lecture, point 5.3. (f).
- h) Etablir la correction pour le blanc en soustrayant la valeur trouvée au point 5.1. de celle lue au point 5.3. (d).
- i) Calculer le volume net de solution titrante utilisée pour l'échantillon en soustrayant le résultat trouvé au point 5.3. (h) de celui trouvé au point 5.3. (g) (continuer au point 5.5.).
- 5.4. En cas d'emploi de Calcon, procéder comme suit :
- a) Ajouter, à la pipette de mesure, 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à l'échantillon.
- b) Ajouter une petite cuillère de mesure (0,2 g) de mélange indicateur solide; mélanger pour le dissoudre.
- c) Si l'échantillon devient rouge, ajouter goutte à goutte, en agitant constamment, de la solution titrante d'EDTA contenue dans la burette, jus-

qu'à ce que la couleur, en passant par le mauve, devienne d'un bleu franc au point de fin de titrage.

d) Relever le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque. En soustraire la valeur de la lecture initiale (point 5.1.).

5.5. Calculer la quantité de calcium en mg/l, exprimé en carbonate de calcium, en multipliant le résultat trouvé au point 5.3. (f) ou 5.4. (d) par le facteur approprié :

Volume de l'échantillon ml	Multiplier les ml de solution d'EDTA par
50	20
25	40
10	100

5.6. Si vous avez de la difficulté à percevoir les changements de couleur en ajoutant 1 goutte de solution titrante à la fois, ajoutez-en 2 à la fois vers le point de virage. Cela va intensifier les changements de couleur, et la légère perte d'exactitude n'est pas significative. Une bonne lumière aide également à déceler les changements de couleur.

## ANALYSE DE STABILITE DU CARBONATE DE CALCIUM

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette analyse a deux applications générales. Elle est précieuse pour tester la stabilité d'une eau qu'on a adoucie par le procédé à la chaux et au carbonate de soude anhydre. Elle permet aussi de déterminer l'alcalinité totale nécessaire à une eau pour prévenir la corrosion, et ce, grâce au dépôt d'une couche protectrice de carbonate de calcium dans les canalisations.

### 2. AVERTISSEMENT

On recueillera l'échantillon en éclaboussant et en aérant l'eau le moins possible, pour éviter la perte d'anhydride carbonique dissous. Pour la même raison, on fermera la bouteille en évitant tout piégeage d'air près du bouchon.



### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une bouteille de 300 ml à bouchon de verre rodé, pour la mesure de la DBO.
- 3.2. Une pipette de 100 ml.
- 3.3. Un entonnoir à filtrer.
- 3.4. Du papier-filtre. Le Whatman No 50 convient bien.
- 3.5. Un appareillage pour la détermination de l'alcalinité totale (voir chapitre Alcalinité, paragraphe 3).

### 4. REACTIFS

- 4.1. Du carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) "pour analyse" sous forme de poudre purifiée par précipitation.
- 4.2. Des réactifs pour la détermination de l'alcalinité totale (voir chapitre Alcalinité, paragraphe 4).

### 5. MODE OPERATOIRE

- 5.1. Déterminer l'alcalinité totale de l'échantillon d'eau, comme décrit au chapitre Alcalinité, paragraphe 5.
- 5.2. Récolter un autre échantillon dans une bouteille pour DBO de 300 ml, à bouchon de verre (voir chapitre Anhydride carbonique, paragraphe 5). On effectuera cette opération sans éclaboussures ni agitation.
- 5.3. Ajouter, dans la bouteille, 0,3-0,4 g de poudre de carbonate de calcium.
- 5.4. Replacer précautionneusement le bouchon, de façon à ce qu'aucune bulle d'air ne subsiste en haut du flacon.
- 5.5. Mélanger la poudre et l'eau en agitant fréquemment la bouteille (toutes les 10-15 minutes) pendant 3 heures au moins.
- 5.6. Laisser se déposer l'échantillon durant une nuit. Au cours de la première partie de cette opération tapoter gentiment la bouteille et faire tourner le bouchon, de façon à ce que la poudre qui adhère aux parois et au bouchon puisse être libérée et, par suite, aller se déposer sur le fond de la bouteille.
- 5.7. Retirer soigneusement, à l'aide d'une pipette de 100 ml, deux portions de surnageant (la couche claire en-dessus des substances déposées). Si l'on veut, on peut décanter le surnageant avec soin.

5.8. Filtrer, sur papier filtre, le surnageant retiré. Rejeter les premiers 25 ml de filtrat et conserver le reste.

5.9. Déterminer l'alcalinité totale du filtrat (voir chapitre Alcalinité paragraphe 5). S'assurer que la poudre de carbonate de calcium ait complètement disparu du filtrat pour éviter toute erreur relative à l'alcalinité totale.

## 6. APPLICATION PRATIQUE DE L'ANALYSE

6.1. L'eau n'est pas saturée en carbonate de calcium, et peut être agressive, si le résultat correspondant à la seconde alcalinité totale (point 5.9.) est supérieur au résultat correspondant à la première (point 5.1.).

6.2. L'eau est sursaturée en carbonate de calcium, et peut déposer un film ou une couche protectrice dans les canalisations, si le résultat correspondant à la première alcalinité totale (point 5.1.) est supérieur au résultat correspondant à la seconde (point 5.9.).

6.3. L'eau est stable, et en équilibre relativement au carbonate de calcium, si les premiers (point 5.1.) et seconds (point 5.9.) résultats d'alcalinité totale sont semblables. Une telle eau sera non-agressive si un film ou une couche protectrice de carbonate de calcium existent déjà dans les canalisations.

6.4. On peut provoquer des changements de l'alcalinité totale de l'échantillon au moyen des quantités suivantes de produits chimiques.

- a) Chaque adjonction de 1 mg/l de chaux pure ( $\text{CaO}$ ) ou de 1,1 mg/l de chaux vive commerciale à 90% augmente l'alcalinité totale de 1,79 mg/l ou réduit la teneur en anhydride carbonique de 1,57 mg/l.
- b) Chaque adjonction de 1 mg/l de chaux éteinte pure,  $\text{Ca(OH)}_2$  ou de 1,41 mg/l de chaux éteinte commerciale à 93% augmente l'alcalinité totale de 1,35 mg/l ou réduit la teneur en anhydride carbonique de 1,19 mg/l.
- c) Chaque adjonction de 1 mg/l de carbonate de sodium pur ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), ou de 1,02 mg/l de carbonate de sodium commercial à 98% augmente l'alcalinité totale de 0,944 mg/l ou réduit la teneur en anhydride carbonique de 0,415 mg/l.

Ces quantités ne stabiliseront pas nécessairement toutes les eaux, car la stabilité est liée à d'autres facteurs importants. Pour une discussion plus approfondie de cette analyse et de ses applications diverses, consulter, dans la dernière édition du *Standard Methods*, la bibliographie donnée sous "Saturation" et "Stabilité par rapport au carbonate de calcium".

6.5. L'entartrage des tuyaux et des installations par de l'eau sursaturée en carbonate de calcium peut être minimisé en employant des sels de phosphate, ou en stabilisant l'eau adoucie par recarbonatation, addition d'alun, ou mise en contact avec du carbonate de chaux.

## ANHYDRIDE CARBONIQUE (LIBRE)

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Les propriétés corrosives de l'anhydride carbonique dissous rendent désirable son élimination de l'eau. On peut obtenir ce résultat, soit au moyen d'une élimination physique, par aération, soit au moyen d'une conversion chimique en produits moins agressifs, tels les carbonates ou bicarbonates, par adjonction de composés alcalins.

Dans les processus d'adoucisement également, il est important de connaître la teneur en anhydride carbonique. Premièrement parce que l'anhydride carbonique consomme de la chaux et du carbonate de soude supplémentaires pendant sa neutralisation. Secondement parce que l'on peut introduire de l'anhydride carbonique dans l'eau adoucie juste avant la filtration, afin de dissoudre toute particule non décantée de carbonate de calcium qui, sans cela, pourrait se déposer plus tard sur le sable du filtre ou dans les canalisations de distribution. En règle générale, les eaux de puits contiennent plus d'anhydride carbonique gazeux dissous que les eaux de rivière. Dans le cas de la plupart des sources d'eau potable, l'anhydride carbonique représente le facteur d'acidité important, rendant ainsi le dosage de l'anhydride carbonique vraiment équivalent à un dosage d'acidité.

### 2. AVERTISSEMENT

Pour prévenir la perte d'anhydride carbonique dissous, on recueillera l'échantillon en éclaboussant et en aérant l'eau le moins possible. Afin d'obtenir les meilleurs résultats, on effectuera le dosage aussitôt après la prise de l'échantillon. Si la concentration en anhydride carbonique dépasse 10 mg/l,

on répétera le titrage sur un échantillon frais, pour vérifier la fiabilité de la première valeur. Si, pour une raison ou une autre, on doit retarder l'analyse, on recueillera l'échantillon dans une bouteille de 500 ml, qu'on fermera de façon à éviter tout piégeage d'air près du bouchon.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Un assortiment de bouchons de caoutchouc à un trou, qu'on introduira dans le robinet d'eau.
- 3.2. Un tube de cuivre, d'acier inox, ou d'un autre métal inaltérable, de diamètre convenant à son introduction dans le bouchon de caoutchouc.
- 3.3. Un tuyau de caoutchouc ou de plastique pour prolonger le tube métallique.
- 3.4. Au moins deux cylindres gradués de 100 ml ou des tubes Nessler.
- 3.5. Une pipette compte-gouttes, ou un compte-gouttes médical, de 0,5-1 ml, pour utiliser la solution indicatrice de phénolphtaléine.
- 3.6. Un long agitateur.

### 4. REACTIFS

- 4.1. Eau distillée bouillie. La plupart des eaux distillées contenant un peu d'anhydride carbonique, mettre de l'eau distillée ordinaire dans un grand ballon de pyrex, non bouché, ou dans une bouteille, et faire bouillir l'eau pendant 15 minutes au moins, pour en chasser l'anhydride carbonique. Couvrir ensuite l'ouverture et le col du récipient d'un bûcher largement dimensionné et placé à l'envers; refroidir l'eau à température ambiante dans un bain d'eau froide courante. Ne préparer l'eau distillée bouillie que juste avant son emploi dans la préparation de la solution titrante de carbonate de sodium (4.3.).
- 4.2. Solution indicatrice de phénolphtaléine. La préparer comme indiqué au chapitre Alcalinité, paragraphe 4.2.
- 4.3. Solution titrante de carbonate de sodium 0,0454 N:
  - a) Sur une balance analytique, peser avec soin 2,407 g de carbonate de sodium sec ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) de la qualité analytique la meilleure.
  - b) Les introduire avec précaution dans un bûcher de 250 ml et les dissoudre dans 150 ml d'eau distillée bouillie.
  - c) Transférer avec soin la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bûcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée bouillie.

d) Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée bouillie. Boucher et mélanger soigneusement.

Note : Si l'on conserve cette solution de titrage, boucher hermétiquement le récipient de stockage pour éviter l'entrée d'anhydride carbonique atmosphérique. Utiliser un bouchon de caoutchouc, qui ne grippe pas comme un bouchon de verre.

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Construire un appareil d'échantillonnage spécial (voir figure 5) pour prélever l'eau contenant des gaz dissous.

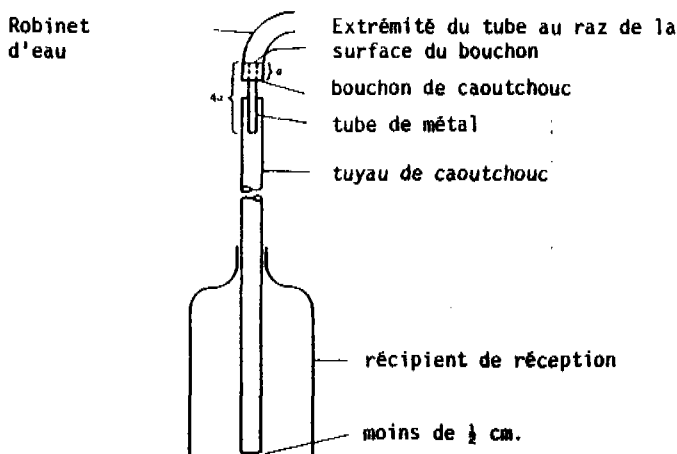


Figure 5. Dispositif d'échantillonnage d'une eau contenant des gaz dissous

- Choisir un bouchon de caoutchouc à un trou qui s'adapte exactement à l'intérieur du robinet d'eau où l'on veut prélever l'échantillon.
- Couper un bout de tube métallique quatre fois plus long que le bouchon de caoutchouc.
- Mouiller le dehors de l'extrémité du tube métallique qui sera introduite dans le bouchon au moyen d'une fine couche lubrifiante de glycérol ou de glycérine; introduire avec précaution le tube de métal dans le trou du

bouchon de caoutchouc. Enfoncer le tube dans le trou jusqu'à ce que l'extrémité du tube arrive au raz de la surface du bouchon.

- d) Prendre un tuyau de caoutchouc (ou de plastique) de diamètre adéquat, et en fixer une longueur suffisante à l'extrémité libre du tube de métal. Si nécessaire, on peut à nouveau mouiller la surface extérieure du tube métallique par un film lubrifiant de glycérol, afin de faciliter la pénétration du tuyau de caoutchouc.
- e) Débarasser complètement le bouchon de caoutchouc, le tube métallique et le tuyau de caoutchouc, de toute trace de glycérol, en les rinçant avec de l'eau à analyser.

5.2. Prise de l'échantillon. Utiliser la marche à suivre ci-dessous pour la prise de tous les échantillons nécessaires aux paragraphes 5.3. et 5.4.

- a) Insérer le bouchon de caoutchouc dans le robinet d'eau. S'assurer que tout l'appareillage de prise d'échantillon soit étanche à l'air, et que l'oxygène atmosphérique ne puisse pas venir en contact avec l'échantillon d'eau courante.
- b) Purger l'intérieur du tube métallique et du tuyau de caoutchouc avec de l'eau à échantillonner.
- c) Amener l'extrémité libre du tuyau de caoutchouc à moins d'un demi-centimètre du fond intérieur du récipient de réception (bouteille, cylindre gradué ou tube Nessler, selon les cas).
- d) Laisser l'eau à analyser déborder du récipient d'un volume plusieurs fois égal à celui de ce dernier. D'habitude, un débordement de 2 à 3 minutes est suffisant.
- e) Retirer doucement le tuyau de caoutchouc du récipient, tout en continuant à laisser l'eau déborder.

5.3. Titrage de l'échantillon.

- a) Recueillir l'échantillon, comme indiqué au paragraphe 5.2., en se servant, comme récipient de réception, d'un cylindre gradué de 100 ml ou d'un tube Nessler. D'un petit geste rapide, rejeter du cylindre, ou du tube Nessler, la prise en excès relativement aux 100 ml.
- b) Mettre l'échantillon de côté, comme témoin de comparaison de couleur lors du titrage qui va suivre.
- c) Remplir la burette de solution titrante de carbonate de sodium. Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant à la base du ménisque.

- d) Recueillir un second échantillon, comme indiqué aux paragraphes 5.2. et 5.3. (a).
- e) Ajouter 10 gouttes de solution indicatrice de phénolphaléine au second échantillon; s'il tourne au rose, c'est qu'il ne contient pas d'anhydride carbonique.
- f) Si l'échantillon reste incolore, ajouter, dans le cylindre ou le tube Nessler, de la solution titrante de carbonate de sodium. Remuer doucement avec un long agitateur jusqu'à ce qu'une coloration rose bien marquée persiste pendant 30 secondes. Pour bien visualiser le changement de couleur, regarder de haut en bas à travers toute la hauteur de la colonne de liquide du cylindre ou du tube Nessler. Comme témoin pour la comparaison de couleur, utiliser le premier échantillon sans trace d'indicateur à la phénolphaléine.
- g) Relever le nouveau niveau de la burette, en lisant à la base du ménisque, et calculer le volume de carbonate de sodium utilisé en soustrayant de cette dernière lecture la lecture de burette initiale, point 5.3.(c).
- h) Recueillir un troisième échantillon comme indiqué aux paragraphes 5.2. et 5.3. (a). Y ajouter aussitôt la quantité complète de solution titrante de carbonate de sodium trouvée au point 5.3. (g). Ajouter ensuite 10 gouttes de solution indicatrice de phénolphaléine, et remuer avec un long agitateur. Si l'échantillon demeure incolore, continuer d'ajouter du carbonate de sodium jusqu'à coloration rose bien marquée persistant 30 secondes. Considérer le nouveau résultat comme définitif.
- i) Calculer la concentration en anhydride carbonique libre en multipliant par 10 le nombre de millilitres de carbonate de sodium.

5.4. Manipulation d'un échantillon dont l'analyse doit être retardée. Lorsqu'un échantillon doit être transporté au laboratoire pour analyse, effectuer le prélèvement comme indiqué au paragraphe 5.2., en se servant d'une bouteille de 500 ml à bouchon rodé. Remplir complètement la bouteille et remettre le bouchon de façon à ne laisser aucun volume d'air au-dessus de la surface. Pour minimiser le dégagement de l'anhydride carbonique dissous, conserver la bouteille à une température plus basse que celle à laquelle on a récolté l'eau. Effectuer l'analyse aussitôt que possible après le prélèvement, selon le paragraphe 5.3. Prélever l'échantillon de 100 ml en siphonnant l'eau de la bouteille de 500 ml dans le cylindre gradué ou le tube Nessler; laisser déborder et retirer doucement le tuyau de caoutchouc.

# CHLORURES

## 1. BUT DE L'ANALYSE

Les chlorures sont un constituant habituel de l'eau. Sous forme de chlorure de sodium, on les utilise pour régénérer les résines échangeuses cationiques épuisées, utilisées pour l'adoucissement. L'adjonction de chlore comme désinfectant peut provoquer une légère augmentation de la concentration en chlorures.

Cette analyse est destinée aux déterminations de routine des chlorures dans les échantillons d'eau potable.

## 2. AVERTISSEMENT

L'eau sera exempte de coloration et de turbidité qui pourraient masquer et affecter la réponse de l'indicateur. Avant le début du titrage, l'échantillon d'eau sera neutre ou légèrement alcalin. Si l'eau est alcaline ou acide, et que son pH soit à l'extérieur du domaine compris entre 6,5-10,5, ou si elle contient des bromures, des iodures, des sulfures, des sulfites, des thiosulfates, des orthophosphates ou des concentrations élevées de fer, on consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour résoudre le problème.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une burette de 25 ml et son support.
- 3.2. Un cylindre gradué de 100 ml, ou des pipettes volumétriques appropriées, pour mesurer l'échantillon.
- 3.3. Un compte-gouttes médical, ou une pipette de mesure de 1 ml, pour l'emploi de la solution indicatrice.
- 3.4. Au moins deux récipients de porcelaine de 250 ml.
- 3.5. Au moins deux agitateurs de verre.



#### 4. REACTIFS

4.1. Solution titrante de nitrate d'argent 0,014N :

- a) Sur une balance analytique, peser 2,396 g de nitrate d'argent sec ( $\text{AgNO}_3$ ) de qualité "pour analyse".
- b) Introduire ce produit avec soin dans un b cher de 250 ml et l'y dissoudre dans 100 ml d'eau distill e.
- c) Transf rer la solution dans un jaug  de 1 litre et rincer le b cher de 3 portions de 100 ml d'eau distill e.  
Compl ter la dilution   1 litre avec de l'eau distill e.
- d) Boucher, m langer soigneusement et conserver cette solution dans une bouteille brune qu'on placera dans une armoire sombre pour la prot ger de l'effet destructeur de la lumi re.

4.2. Solution indicatrice de chromate de potassium :

- a) Peser 50 g de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ). Les introduire dans un b cher de 500 ml et les dissoudre dans 250 ml d'eau distill e.
- b) Ajouter de la solution titrante de nitrate d'argent (4.1.) jusqu'  formation d'un pr cipit  rouge franc. Couvrir le b cher d'un verre de montre et laisser le pr cipit  se d poser pendant la nuit.
- c) S parer proprement le pr cipit , qui s'est d pos  de la solution, en la d cantant ou en la faisant passer   travers un papier-filtre.
- d) Diluer la solution claire   1 litre dans un cylindre gradu  de 1 litre et m langer soigneusement.

#### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Remplir la burette de solution titrante de nitrate d'argent. Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant   la base du m nisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas ce qui provoquerait des pertes de liquide titrant lorsque le robinet est ferm .

5.2. Mesurer le volume d' chantillon correspondant   la plage indiqu e de teneur en chlorures, en utilisant le tableau de gauche ci-dessous.

Volume d'échantillon ml	Plage de teneur en chlorures mg/l
100	1 - 50
50	51 - 100
25	101 - 200
10	201 - 500

Volume d'échantillon ml	Multiplier les ml de nitrate d'argent par
100	5
50	10
25	20
10	50

Si l'on a besoin d'un échantillon de 50 ml seulement, ajouter 50 ml d'eau distillée pour amener le volume total à 100 ml; à un échantillon de 25 ml, ajouter 75 ml d'eau distillée; à un échantillon de 10 ml, ajouter 90 ml d'eau distillée. Mesurer l'eau distillée supplémentaire dans un cylindre gradué. Verser l'échantillon (et l'eau distillée de complément le cas échéant) dans un récipient de porcelaine.

5.3. Préparer un témoin de comparaison de couleur en introduisant 100 ml d'eau distillée (mesurés dans un cylindre gradué de 100 ml) dans un récipient de porcelaine semblable.

5.4. A l'aide d'une pipette de mesure, ou d'un compte-gouttes médical, ajouter 1,0 ml de solution indicatrice de chromate de potassium au témoin de comparaison de couleur et à l'échantillon; mélanger.

5.5. Au témoin de comparaison de couleur, ajouter avec soin 0,30 ml de solution titrante de nitrate d'argent de la burette. Répartir, avec un agitateur, la couleur résultante orange-rouge de manière uniforme dans la solution. Relever le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.

5.6. Si l'échantillon devient jaune au point 5.4., ajouter peu à peu du nitrate d'argent de la burette. Agiter constamment l'échantillon. Continuer l'adjonction de solution titrante jusqu'à ce que l'échantillon prenne la même couleur orange-rouge que celle du témoin de comparaison. Si vous avez quelque difficulté à reconnaître le changement en ajoutant 1 goutte à la fois, ajoutez-en 2 à la fois près du point de fin de titrage. Cela va intensifier le changement de couleur, et la légère perte d'exactitude n'est pas significative.

5.7. Relever le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.

5.8. Calculer le volume brut de solution titrante utilisée en soustrayant la valeur lue sur la burette au point 5.5. de la valeur lue au point 5.7.

5.9. Calculer le volume net de solution titrante utilisée pour l'échantillon lui-même en soustrayant 0,3 du résultat obtenu au point 5.8.

5.10. Calculer les mg/l de chlorures en multipliant le résultat obtenu au point 5.9. par le facteur approprié indiqué dans le tableau de droite ci-dessus.

## CHLORE (RESIDUEL) - GENERALITES

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Le chlore n'est pas seulement un important désinfectant; il satisfait bien d'autres besoins dans une station. Il peut réagir avec l'ammoniaque, le fer, le manganèse, les substances protéinées, les sulfures et certains corps générateurs de goût et d'odeur pour améliorer la qualité de l'eau traitée. La croissance de matières vivantes peut aussi être minimisée, et les intervalles séparant deux nettoyages des filtres allongés si, avant la filtration, on a effectué une chloration donnant lieu à du chlore résiduel libre.

Deux types généraux de résiduels chlorés sont produits dans une eau à la suite du processus de chloration : le chlore actif résiduel libre et le chlore actif résiduel combiné. Le chlore actif résiduel libre, qui apparaît si l'eau est parfaitement chlorée, peut se trouver sous trois formes. Le chlore moléculaire ( $\text{Cl}_2$ ) existe dans un domaine de pH compris entre 1 et 4. L'acide hypochloreux ( $\text{HOCl}$ ) existe également dans la gamme de pH comprise entre 1 et 9, mais il est prédominant dans la plage de 2 à 7. A pH 7,4, l'acide hypochloreux et l'ion hypochlorite ( $\text{OCl}^-$ ) coexistent en proportions égales, l'hypochlorite existant pratiquement seul en-dessus de pH 9,5.

Le chlore résiduel combiné, sous forme de monochloramine ( $\text{NH}_2\text{Cl}$ ), de dichloramine ( $\text{NHCl}_2$ ) ou de trichloramine (appelé aussi trichlorure d'azote,  $\text{NCl}_3$ ), est un agent oxydant moins actif que le chlore libre; son action bactéricide est plus lente. Le chlore résiduel combiné apparaît lorsqu'on effectue la chloration en présence d'un composé ammoniacal, présent naturellement, ou ajouté artificiellement dans ce but.

Il existe deux variantes de l'analyse, destinées au contrôle en station d'eaux potables, claires et incolores, qui sont chlorées pour assurer, soit une prédominance de chlore actif résiduel libre, soit une prédominance de chlore actif résiduel combiné. Par prédominance, il faut entendre que les trois

quarts au moins du chlore résiduel sont sous la forme active libre, ou sous la forme active combinée. La plupart des eaux potables sont chlorées pour obtenir moins de 1 mg/l de chlore résiduel final. Selon ses inclinations personnelles, on peut exécuter le dosage du chlore résiduel : par voie titrimétrique, comme dans la Méthode A, ou par voie colorimétrique comme dans la Méthode B.

## 2. AVERTISSEMENT

Dans l'étape de dosage du chlore actif libre, le dioxyde de chlore répond pour un cinquième du contenu en chlore actif total.

Le manganèse oxydé, présent soit sous forme naturelle soit sous forme de permanganate de potassium ajouté au cours du traitement de l'eau, réagit avec la N,N-diéthyl-p-phénylènediamine (DPD) pour donner une couleur rose ou rouge, identique à celle produite par le chlore. Dans ce cas, une correction doit être appliquée pour tenir compte de cette interférence. Pour obtenir des résultats exacts, il faut maintenir le pH de réaction entre 6,2 et 6,4. Un pH trop bas dans l'étape de dosage du chlore libre permettra à des chloramines de se faire compter comme chlore libre. Un pH trop élevé peut provoquer une fausse coloration rose due à l'oxygène dissous.

Dans toutes les méthodes de différenciation du chlore libre des chloramines, une température élevée favorise la réaction des chloramines avec les réactifs de coloration, amenant ainsi un accroissement de la teneur apparente en chlore libre après un temps donné.

## CHLORE (RESIDUEL) A - METHODE TITRIMETRIQUE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

(Voir chapitre : Chlore (résiduel) - Généralités).

### 2. AVERTISSEMENT

(Voir chapitre : Chlore (résiduel)-Généralités).

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une burette de 10 ml et son support.
- 3.2. Un cylindre gradué de 100 ml, ou des pipettes volumétriques appropriées, pour mesurer l'échantillon.
- 3.3. Au moins un ballon de 250 ml.
- 3.4. Deux pipettes de 5 ml, automatiques, de sécurité ou à poire, pour utiliser le DPD et la solution tampon de phosphates.
- 3.5. Une petite spatule pour manipuler les cristaux d'iode de potassium.
- 3.6. Une pipette compte-gouttes, ou un compte-gouttes médical, de 0,5 ml pour la solution d'arsénite de sodium.

### 4. REACTIFS

- 4.1. Eau distillée exempte de chlore pour la préparation des réactifs 4.2,4,3 et 4,4.

Si nécessaire, préparer de l'eau distillée exempte de chlore en exposant au soleil, à l'intérieur ou à l'extérieur des locaux, une bouteille en verre borosilicaté, hermétiquement bouchée, et contenant 4 litres d'eau distillée; l'y laisser jusqu'à ce que le chlore résiduel (déterminé dans l'analyse au DPD décrite ci-dessous) disparaisse par irradiation aux rayons ultra-violet.

- 4.2. Solution d'acide sulfurique dilué :

- a) Dans un cylindre gradué de 50 ml, mesurer 30 ml d'eau distillée exempte de chlore, et les verser dans un bécher de 100 ml.
- b) Dans un cylindre gradué de 10 ml, mesurer 10 ml d'acide sulfurique concentré.
- c) Tout en brassant d'une main, ajouter lentement et précautionneusement les 10 ml d'acide sulfurique aux 30 ml d'eau distillée exempte de chlore. Une grande quantité de chaleur est libérée lors du mélange acide-eau; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes. Refroidir à température ambiante avant l'usage.

- 4.3. Solution titrante de sulfate ferreux ammoniacal (SFA) :

- a) Mesurer 1200 ml d'eau distillée dans un ballon de pyrex de 2 litres et faire bouillir 5 minutes. Chapeauter ensuite l'ouverture du ballon d'un bécher de 400 ml placé à l'envers et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Pour accélérer le refroidissement, le placer dans un bain d'eau froide.

- b) Verser la moitié de l'eau distillée, fraîchement bouillie et refroidie, dans un bécher de 1500 ml. Ajouter 1 ml d'acide sulfurique dilué (4.2.) et mélanger.
- c) Sur une balance analytique, peser 1,106 g de sulfate ferreux ammoniacal  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , de qualité "pour analyse". Les introduire avec précaution dans le bécher de 1500 ml et les dissoudre dans l'eau distillée, fraîchement bouillie et refroidie, préparée au point (b).
- d) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre, et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Diluer à la marque, boucher le ballon, et mélanger soigneusement. 1 ml de cette solution titrante équivaut à 1,00 mg/l de chlore lors du titrage.
- e) Conserver la solution titrante à l'abri de la lumière vive, dans une bouteille brune à bouchon rodé. S'en débarrasser après un mois.

#### 4.4. Solution de N,N-diéthyl-p-phénylènediamine (DPD) :

- a) Introduire 600 ml d'eau distillée exempte de chlore dans un bécher de 1500 ml. Ajouter 8 ml d'acide sulfurique dilué (4.2.) et mélanger.
- b) Peser 0,2 g de sel disodique de l'acide éthylène diamine tétraacétique dihydraté (ou EDTA) et les dissoudre en les mélangeant à la solution (a).
- c) Peser l'un ou l'autre des produits suivants : 1 g d'oxalate de N,N-diéthyl-p-phénylènediamine ou 1,5 g de sulfate de p-amino-N,N-diéthylaniline, et les dissoudre en les mélangeant à la solution (b).
- d) Transférer la solution résultante (c) dans un cylindre gradué de 1 litre et diluer à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée exempte de chlore. Mélanger intimement en reversant la solution dans le bécher et en la remuant.
- e) Conserver la solution de réactif à l'abri de la lumière vive, dans une bouteille brune à bouchon rodé. Se défaire de la solution lorsqu'elle se décolore.

*Manipuler le réactif à l'oxalate, qui est toxique, avec une extrême prudence; éviter tout spécialement d'en recevoir dans la bouche. Ne manipuler cette solution qu'au moyen d'une pipette automatique, de sécurité, ou à poire.*

#### 4.5. Solution tampon de phosphates.

- a) Peser séparément les produits secs suivants : 1) 24 g d'hydrogénophosphate de sodium (ou phosphate disodique)  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ; et 2) 46 g de dihydrogénophosphate de potassium (ou phosphate monopotassique)  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ .

- b) Introduire ces produits une fois pesés dans un bēcher de 1500 ml et les dissoudre dans 600 ml d'eau distillēe. Si nēcessaire, chauffer doucement la solution et agiter pour dissoudre tous les produits solides. Si la dissolution s'est faite par chauffage, refroidir la solution jusqu'à tempērature ambiante.
- c) Peser 0,8 g de sel disodique de l'acide ēthylēnediamine tētraacētique dihydratē (ou EDTA). Les dissoudre dans 100 ml d'eau distillēe; ajouter ā la solution (b) et mēlanger.
- d) Transfērer la solution (c) une fois mēlangēe dans un cylindre graduē de 1 litre et diluer ā la marque de 1000 millilitres avec de l'eau distillēe. Mēlanger intimement en versant la solution dans le bēcher et en la remuant.
- e) Peser 20 g de chlorure mercurique,  $HgCl_2$  et les ajouter ā la solution (d) pour empēcher le dēveloppement de moisissures et ēviter des interfērences dans l'analyse du chlore actif libre, dues ā la prēsence de traces d'iode dans les rēactifs.

4.6. Iodure de potassium, KI en cristaux.

4.7. Solution d'arsēnite de sodium pour l'estimation des perturbations dues au manganēse : Peser 5,0 g d'arsēnite de sodium (appelē aussi mētaarsēnite de sodium),  $NaAsO_2$ . Les dissoudre dans 1 litre d'eau distillēe.

*Manipuler ce poison avec une extrēme prudence; ēviter tout spēcialeme nt d'en recevoir dans la bouche. Ne manipuler la solution qu'au moyen d'une pipette automatique, de sēcureitē, ou ā poire.*

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Remplir la burette de solution titrante de sulfate ferreux ammoniacal (SFA). Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant ā la base du mēnisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas, ce qui pourrait entraīner, lorsqu'il est fermē, des pertes de liquide titrant.

5.2. Choix du volume d'ēchantillon :

Mesurer les volumes d'ēchantillon et d'eau distillēe correspondants aux plages de teneur en chlore rēsiduel indiquēes.

Plage de teneur en chlore résiduel mg/l	Volume d'échantillon original ml	Volume d'eau distillée ml
0,0 - 4,0	100	0
4,1 - 8,0	50	50
8,1 - 16	25	75

- a) Si la teneur en chlore résiduel se situe dans la plage 0,0-4,0 mg/l, prendre un échantillon de 100 ml, mais ne pas ajouter d'eau distillée. Introduire 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD dans un ballon de 250 ml et mélanger. Ajouter l'échantillon de 100 ml et mélanger.
- b) Si la teneur en chlore actif total dépasse 4,0 mg/l, réduire la taille de l'échantillon, et diluer ce dernier à un volume total de 100 ml avec de l'eau distillée, *en procédant de la façon suivante* : Mélanger d'abord les 5 ml de solution tampon de phosphates et les 5 ml de réactif DPD avec le volume prescrit d'eau distillée. Ajouter ensuite l'échantillon réduit pour amener le volume total à 110 ml.
- 5.3. Si l'échantillon devient rose ou rouge, ajouter peu à peu de la liqueur titrante de SFA contenue dans la burette, en agitant constamment le ballon, jusqu'à exacte disparition de la coloration rose.
- 5.4. Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque, et calculer le volume de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette initiale (point 5.1.) de la lecture actuelle.
- 5.5. Calculer la teneur en chlore actif libre en multipliant le résultat trouvé au point 5.4. par le facteur approprié :

Volume d'échantillon original ml	Multiplier les ml de solution titrante par :
100	1
50	2
25	4

- 5.6. Ajouter plusieurs cristaux (poids total : 0,5-1,0 g) d'iodure de potassium dans le ballon et mélanger pour les dissoudre. Laisser la solution



reposer pendant 2 minutes, pour permettre aux chloramines de convertir l'iodure en iode; cela se marque par une réapparition de la couleur rose ou rouge.

5.7. Poursuivre le titrage, avec de petites portions de solution titrante de SFA, jusqu'à ce que la couleur rose ou rouge disparaisse à nouveau.

5.8. Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque et noter le volume total de solution titrante utilisée, à la fois lors du titrage du chlore libre (point 5.4. s'il a été exécuté) et lors de la détermination du chlore actif total (point 5.7.). Multiplier ce total par le facteur approprié donné au point 5.5.

5.9. Soustraire la valeur obtenue au point 5.5. de celle obtenue au point 5.8. pour obtenir la teneur en chlore actif combiné.

5.10. Estimation de l'interférence due au manganèse :

- a) Introduire 5 ml de solution tampon de phosphates, un petit cristal d'iodure de potassium et 0,5 ml de solution d'arsénite de sodium dans un ballon de 250 ml et mélanger.
- b) Ajouter une prise d'échantillon de 100 ml et mélanger.
- c) Ajouter 5 ml de réactif DPD et mélanger.
- d) Si la solution devient rose ou rouge, il y a interférence due au manganèse. Titrer avec la solution de SFA jusqu'à disparition de la coloration rose.
- e) Relever le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque et calculer le volume de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette initiale de la lecture actuelle. Multiplier le résultat par le facteur approprié donné au point 5.5. pour obtenir l'interférence due au manganèse.

5.11. Soustraire l'interférence due au manganèse des résultats des points 5.5. et 5.8. pour obtenir les véritables teneurs en chlore actif libre et en chlore actif total respectivement.

5.12. Si du dioxyde de chlore est utilisé lors du traitement à la station, voir au chapitre Dioxyde de chlore, Méthode A, paragraphe 5, ce qui concerne les déterminations et calculs appropriés.

## CHLORE (RESIDUEL) B - METHODE COLORIMETRIQUE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Voir chapitre Chlore (résiduel) - Généralités.

## 2. AVERTISSEMENT

Voir chapitre Chlore(résiduel) - Généralités.

## 3. APPAREILLAGE

Exception faite de la burette de titrage et des ballons, tout l'appareillage décrit au chapitre Chlore (résiduel) Méthode A, paragraphe 3 est nécessaire aussi bien que le matériel suivant :

- 3.1. Des tubes Nessler de 100 ml, de forme haute ou basse et un support.
- 3.2. Une burette de 10 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution diluée de permanganate de potassium.
- 3.3. Des bouchons de caoutchouc propres, (grandeur No 3 ou supérieure) pour les tubes Nessler.
- 3.4. Des béchers de 250 ml.
- 3.6. Un comparateur avec des standards colorés permanents dans les plages appropriées de teneur en chlore, de 0,0 à 1,0 mg/l, de 0,0 à 2,0 mg/l ou dans les teneurs plus élevées. Les standards colorés permanents sont disponibles dans le commerce\* sous forme de sets de comparaison de couleur. Le caractère compact et commode de ces sets permet de faire des estimations rapides et raisonnables. Cependant la prudence commande qu'un comparateur nouvellement arrivé soit vérifié quant aux valeurs assignées à chacun des standards colorés permanents. Cela peut se réaliser en transférant dans la cellule du comparateur destinée à recevoir l'eau, une portion de chacune des solutions connues de permanganate de potassium, contenues dans les tubes Nessler préparés au paragraphe 5.1.(b); en formant ensuite la couleur rose ou rouge avec les réactifs du fabricant et en comparant la coloration résultante à la valeur de la coloration permanente appropriée. Si la couleur formée devait différer appréciablement du standard permanent, il y aurait lieu de répéter plusieurs fois le processus de validation, pour éliminer toute grossière erreur expérimentale. Ensuite seulement on appliquera la correction nécessaire au standard incorrect.

---

\* Hach Chemical Co. of Ames, Iowa 50010 et LaMotte Chemical Products Co. of Chestertown, Maryland 21620.

#### 4. REACTIFS

Exception faite de la solution titrante de sulfate ferreux ammoniacal (SFA), tous les réactifs décrits au chapitre Chlore (résiduel) Méthode A, paragraphe 4 sont nécessaires, aussi bien que la solution suivante :

4.1. Solution de permanganate de potassium pour la préparation des standards colorés :

- a) Sur une balance analytique, peser 0,891 g de permanganate de potassium sec,  $\text{KMnO}_4$ . Les introduire avec soin dans un bēcher de 250 ml et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- b) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bēcher de trois portions de 100 ml d'eau distillée; diluer à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement cette solution mère de permanganate de potassium.
- c) Mesurer avec soin, à l'aide d'une pipette volumétrique, 10 ml de solution mère de permanganate de potassium (b) et les transférer dans un ballon de 100 ml.
- d) Diluer à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement cette solution diluée de permanganate de potassium. La conserver à l'abri de la lumière vive, dans une bouteille brune à bouchon rodé.
- e) La dilution à 100 ml de 1,00 ml de solution (d) avec de l'eau distillée, conformément au paragraphe 5.1. (a-d), produit une coloration équivalente à 1,00 mg/l de chlore dans la réaction au DPD.

#### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards colorés :

- a) Transférer la solution diluée de permanganate de potassium (4.1.(d)) dans une burette de 10 ml et mesurer les volumes suivants, qu'on introduira dans des tubes Nessler distincts :

Lecture de burette ml	Volume de $KMnO_4$ ml	Equivalent chlore mg/l
0.10	0.10	0.10
0.30	0.20	0.20
0.70	0.40	0.40
1.30	0.60	0.60
2.10	0.80	0.80
3.10	1.0	1.0
4.60	1.5	1.5
6.60	2.0	2.0
9.60	3.0	3.0

- b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 100 ml dans chaque tube Nessler, le fermer avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger soigneusement le contenu en retournant le tube quatre à six fois.
- c) Préparer un témoin de couleur en remplissant à la marque de 100 ml un autre tube Nessler avec de l'eau distillée.
- d) Former la couleur avec le DPD dans chacun des standards (b) et dans le témoin (c) de la façon suivante :
1. Introduire 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD dans un bēcher de 250 ml.
  2. Verser, dans le bēcher, la solution standard de permanganate de potassium préparée dans le tube Nessler de 100 ml, en mélangeant soigneusement tout au long de l'opération.
  3. Remettre la solution, où s'est formée la couleur rose ou rouge, dans le tube Nessler.
- 5.2. Chlore actif résiduel libre.
- a) Introduire, dans un tube Nessler de 100 ml, 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD.
  - b) Mesurer, dans un cylindre gradué, 100 ml d'échantillon, et verser immédiatement la prise dans le tube Nessler.
  - c) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger soigneusement le contenu en retournant rapidement le tube quatre à six fois.
  - d) Comparer rapidement la couleur rose ou rouge apparue avec les standards colorés préparés au paragraphe 5.1. (d3).
  - e) Relever le résultat exprimé en milligrammes par litre de chlore actif résiduel libre.

### 5.3. Chlore actif résiduel total

- a) Ajouter plusieurs cristaux (poids total : 0,5-1,0 g) d'iodure de potassium dans le tube Nessler.
- b) Dissoudre les cristaux en retournant quatre à six fois le tube bouché.
- c) Laisser la solution reposer pendant 2 minutes pour permettre aux chloramines de convertir l'iodure en iode, ce qui se marque par une augmentation de l'intensité de la couleur.
- d) Comparer à nouveau la couleur rose ou rouge avec les standards colorés préparés au paragraphe 5.1. (d3).
- e) Relever le résultat exprimé en mg/l de chlore actif résiduel total.
- f) Soustraire le résultat obtenu au point 5.2. (e) du résultat obtenu au point 5.3. (e), et relever la différence comme étant des mg/l de chlore résiduel actif combiné.

### 5.4. Estimation de l'interférence due au manganèse :

- a) Introduire 5 ml de solution tampon de phosphates, un petit cristal d'iodure de potassium et 0,5 ml de solution d'arsénite de sodium dans un tube Nessler de 100 ml; mélanger par brassage.
- b) Mesurer un échantillon de 100 ml dans un cylindre gradué, et le verser aussitôt dans le tube Nessler.
- c) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger soigneusement le contenu en retournant rapidement le tube quatre à six fois.
- d) Ajouter 5 ml de réactif DPD et mélanger le contenu en retournant à nouveau quatre à six fois le tube bouché.
- e) Si la solution vire au rose ou au rouge, comparer la couleur, qui est due à l'interférence du manganèse, avec les standards colorés préparés au paragraphe 5.1. (d3).
- f) Soustraire l'interférence due au manganèse des résultats des points 5.2.(e) et 5.3. (e) pour obtenir les teneurs réelles en chlore actif libre et en chlore actif total respectivement.

5.5. Réduction des volumes d'échantillon et de réactif en cas d'emploi des sets de comparaison de couleur : Quoique l'on ait spécifié, lors des analyses précédentes, que l'échantillon devait être de 100 ml, on peut en prendre un plus petit si l'on réduit proportionnellement les quantités de réactifs. Un échantillon de 10 ml, par exemple, ne demandera qu'un dixième des volumes de réactifs normalement utilisés au cours de l'analyse.

5.6. Si du dioxyde de chlore est utilisé lors du traitement à la station, voir au chapitre Dioxyde de chlore, Méthode B, paragraphe 5, ce qui concerne les déterminations et calculs appropriés.

## CHLORE (RESIDUEL) C - METHODE DE TERRAIN UTILISANT UN SET COMMERCIAL DE COMPARAISON DE COULEUR

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette méthode (appelée méthode par dilution de goutte) convient à l'estimation approximative de concentrations supérieures à 10 mg/l en chlore résiduel total, concentrations utilisées lors de la désinfection des canalisations et des réservoirs d'eau.

### 2. AVERTISSEMENT

Les limitations décrites au paragraphe 2 des précédentes méthodes de laboratoire pour le dosage du chlore résiduel, s'appliquent ici. Lire ce passage avec attention avant d'appliquer la méthode de terrain. Les résultats que donne cette méthode sont seulement approximatifs.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Un cylindre gradué pour mesurer l'eau distillée.
- 3.2. Deux pipettes automatiques, de sécurité, ou à poire, pour les solutions tampon de phosphates et le réactif DPD.
- 3.3. Une pipette compte-gouttes pour mesurer l'échantillon d'eau. Choisir une pipette qui délivre 1,0 ml d'échantillon par 20 gouttes. Réserver exclusivement cette pipette à ce genre de mesures.
- 3.4. Un set commercial de comparaison de couleur contenant une gamme adaptée de standards. Etudier soigneusement le paragraphe 3.6. de la précédente méthode B ainsi que le paragraphe 6 de l'introduction générale à ce Manuel, concernant les avantages et les limitations des sets de comparaison de couleur.

#### 4. REACTIFS

Du réactif DPD et une solution tampon de phosphates, qu'on préparera comme décrit aux paragraphes 4.4. et 4.5. de la méthode de laboratoire pour le dosage du chlore résiduel (méthode A).

#### 5. MODE OPERATOIRE

- 5.1. S'assurer du volume de la cellule du comparateur et ajouter, en se servant de pipettes automatiques, de sécurité, ou à poire, le volume convenable de solution tampon de phosphates et de réactif DPD (0,5 ml pour chaque portion de 10 ml d'eau distillée à ajouter).
- 5.2. Ajouter, au cylindre gradué, un volume connu d'eau distillée.
- 5.3. A l'aide d'une pipette compte-gouttes, ajouter l'échantillon d'eau goutte à goutte, en mélangeant, jusqu'à ce qu'apparaisse une couleur rose ou rouge qui corresponde à l'un des standards colorés.
- 5.4. Relever le nombre total de gouttes utilisées et la teneur finale en chlore obtenue.
- 5.5. Calculer comme suit les mg/l de chlore résiduel :
  - a) Multiplier par 20 le nombre de millilitres d'eau distillée employés au point 5.2.
  - b) Multiplier le résultat obtenu au point 5.5.(a) par la teneur finale en chlore (mg/l) notée au point 5.4.
  - c) Diviser le résultat trouvé au point 5.5.(b) par le nombre total de gouttes d'échantillon d'eau relevé au point 5.4.

### CHLORE (RESIDUEL) D - ANALYSE A L'ORTHOTOLIDINE

#### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette méthode de contrôle en station est destinée à des eaux potables, claires et incolores, qui sont chlorées pour assurer, soit une prédominance de chlore actif résiduel libre, soit une prédominance de chlore actif résiduel combiné. Par prédominance, il faut entendre que les trois quarts au moins du chlore résiduel sont sous la forme active libre ou sous la forme active combinée. La plupart des eaux potables étant chlorées pour obtenir moins de 1 mg/l de chlore résiduel final, seule est décrite ici la préparation

de standards colorés permanents dans le domaine de 0 à 1,0 mg/l. On consultera la dernière édition du *Standard Methods* quant à la préparation de standards colorés permanents dans le domaine de teneur en chlore de 1 à 10 mg/l, si cela s'avérait nécessaire dans une station particulière.

## 2. AVERTISSEMENT

Afin d'obtenir les meilleurs résultats, les échantillons contenant une proportion élevée de chlore actif combiné seront rapidement refroidis, à une température aussi proche que possible de 10°C, avant l'addition de l'orthotolidine pour la détermination de la teneur en chlore actif résiduel libre. Faute de quoi la valeur de la teneur en chlore actif libre pourrait être excessive.

A l'inverse, la détermination de la teneur en chlore actif résiduel combiné sera effectuée sur des échantillons ramenés à température ambiante (20-25°C) pour assurer une coloration maximum.

Les agents oxydants puissants, qui pourraient perturber sérieusement la méthode à l'orthotolidine sont, par chance, habituellement absents des eaux potables.

Le taux de chlore résiduel pouvant décroître rapidement dans un échantillon qu'on n'utilise pas ou qui est exposé à la lumière du jour, on effectuera la détermination aussitôt après le prélèvement, et à l'abri des rayons du soleil. Plus augmente le temps qui sépare la prise de l'analyse, plus douteux deviennent les résultats.

On nettoiera à fond, deux fois par semaine au moins, les tubes Nessler dans lesquels se fait la réaction colorée du chlore; si pour une raison quelconque ils se salissent, on le fera plus souvent.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Des tubes Nessler de 100 ml assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution diluée de chromate-dichromate.
- 3.3. Deux pipettes de 50 ml, automatiques ou de sécurité.



3.4. Des bouchons de caoutchouc propres (grandeur No 3) pour les tubes Nessler.

3.5. Du papier filtre.

#### 4. REACTIFS

4.1. Solutions pour les standards colorés permanents :

a) Solution tampon concentrée de phosphates :

1. Sur une balance analytique peser séparément les deux produits secs suivants : 22,86 g d'hydrogénophosphate de sodium (ou phosphate disodique)  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ; et 46,16 g de dihydrogénophosphate de potassium (ou phosphate monopotassique)  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ .
2. Introduire avec soin les deux produits pesés dans un bêcher de 1 litre et les dissoudre dans 600 ml d'eau distillée. Si nécessaire, chauffer gentiment la solution et remuer pour dissoudre tous les produits solides. Si l'on a chauffé pour provoquer la dissolution, refroidir la solution jusqu'à température ambiante.
3. Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bêcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à la marque avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.
4. Laisser vieillir quelques jours cette solution. Eliminer le précipité qui se forme dans la solution pendant ce temps en la faisant passer à travers un papier filtre.

b) Solution tampon diluée de phosphates. Mesurer, à l'aide d'une pipette volumétrique de 100 ml, deux portions de la solution filtrée de tampon concentré de phosphates 4.1.(a) et les introduire dans un jaugé de 1 litre. Diluer à la marque avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

c) Solution concentrée de chromate-dichromate :

1. Sur une balance analytique, peser séparément les deux produits secs suivants : 1,55 g de dichromate de potassium ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) et 4,65 g de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ).
2. Introduire avec soin les deux produits pesés dans un bêcher de 500 ml et les dissoudre dans 300 ml de solution tampon diluée de phosphates 4.1.(b).
3. Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bêcher de 3 portions de 100 ml de solution tampon diluée de phosphates. Compléter la dilution à 1 litre avec de la solution tampon diluée de phosphates. Boucher et mélanger soigneusement.

c) Solution diluée de chromate-dichromate. Mesurer avec soin, à l'aide d'une pipette volumétrique, 100 ml de solution concentrée de chromate-dichromate 4.1.(c) et les introduire dans un jaugé de 1 litre; diluer à la marque avec de la solution tampon diluée de phosphates 4.1.(b). Boucher et mélanger soigneusement.

#### 4.2. Solution d'orthotolidine :

a) Peser 1,35 g de chlorhydrate d'orthotolidine (ou chlorhydrate d'O-tolidine). Eviter l'inhalation, l'ingestion et le contact avec la peau de cette poudre potentiellement dangereuse en la manipulant de façon à empêcher l'envol des particules légères.

b) Transférer avec soin la poudre une fois pesée dans un béccher de 1 litre et l'y dissoudre dans 500 ml d'eau distillée.

c) Mesurer, dans un cylindre gradué de 500 ml, 350 ml d'eau distillée et 150 ml d'acide chlorhydrique concentré. Verser l'eau distillée et l'acide chlorhydrique dans un béccher de 1500 ml.

d) Tout en remuant d'une main, verser lentement la solution 4.2.(b) dans la solution 4.2.(c).

e) Conserver le réactif à l'abri de la lumière vive, dans une bouteille brune hermétiquement bouchée, de préférence dans un placard frais. N'employer ce réactif qu'avec une pipette automatique, de sécurité, ou à poire.

4.3. Solution d'arsénite de sodium : peser 5,0 g d'arsénite de sodium (ou meta-arsénite de sodium)  $\text{NaAsO}_2$ . Les dissoudre dans 1 litre d'eau distillée.

*Manipuler les solutions d'orthotolidine et d'arsénite de sodium avec une extrême prudence; éviter tout spécialement d'en recevoir dans la bouche. Ne manipuler ces deux solutions qu'au moyen de pipettes automatiques, de sécurité, ou à poire.*

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. Préparation des standards colorés :

a) Préparer la série suivante de standards colorés, en mesurant les volumes indiqués de solution diluée de chromate-dichromate, 4.1.(d) et en les introduisant dans des tubes Nessler de 100 ml distincts :

Solution de chromate - dichromate ml	Equivalent chlore mg/l	Solution de chromate - dichromate ml	Equivalent chlore mg/l
0	0	35	0,35
1	0,01	40	0,40
2	0,02	45	0,45
5	0,05	50	0,50
7	0,07	60	0,60
10	0,10	70	0,70
15	0,15	80	0,80
20	0,20	90	0,90
25	0,25	100	1,0
30	0,30		

Si la teneur en chlore résiduel, à la station, varie dans des limites plus étroites, on ne préparera, de cette série, qu'un nombre choisi, inférieur, de standards.

- b) Compléter à la marque de 100 ml avec la solution tampon diluée de phosphates 4.1.(b) et mélanger en retournant le tube une dizaine de fois.
- c) Protéger ces standards en fermant les tubes avec des bouchons de caoutchouc propres si l'on en prévoit l'emploi pendant plusieurs mois.

#### 5.2. Détermination de la teneur en chlore actif résiduel libre:

- a) Refroidir l'échantillon d'eau à une température aussi basse que possible dans un bain de glace.
- b) Introduire, à l'aide d'une pipette automatique ou de sécurité, 5 ml de solution d'orthotolidine dans un tube Nessler de 100 ml.
- c) Ajouter 95 ml d'échantillon d'eau en remplissant le tube Nessler à la marque de 100 ml.
- d) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger soigneusement son contenu en le retournant rapidement quatre à six fois. Effectuer toutes les opérations de ce point en moins de 10 secondes.
- e) Ajouter immédiatement, à l'aide d'une pipette automatique ou de sécurité, 5 ml d'arsénite de sodium dans le tube.
- f) Refermer le tube avec le bouchon de caoutchouc et mélanger à nouveau le contenu en retournant le tube rapidement quatre à six fois.
- g) Comparer de suite la couleur jaune formée avec les standards colorés permanents.

h) Relever le résultat qui s'exprime en mg/l de chlore actif résiduel libre.

Note : Si du dioxyde de chlore est utilisé lors du traitement à la station, voir au chapitre Dioxyde de chlore, paragraphe 6, ce qui concerne les calculs appropriés.

5.3. Détermination du chlore actif résiduel total :

- a) Amener rapidement l'échantillon d'eau à une température de 20-25°C.
  - b) Introduire, à l'aide d'une pipette automatique ou de sécurité, 5 ml de solution d'orthotolidine dans un tube Nessler de 100 ml.
  - c) Ajouter 95 ml d'échantillon d'eau en remplissant le tube Nessler à la marque de 100 ml.
  - d) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc non encore employé ici, et mélanger son contenu en le retournant quatre à six fois.
  - e) Comparer la couleur jaune formée avec les standards colorés permanents après que la couleur jaune a atteint son maximum, d'habitude en moins de 5 minutes.
  - f) Relever le résultat qui s'exprime en mg/l de chlore actif résiduel total.
- 5.4. Chlore actif résiduel combiné. Soustraire le résultat obtenu au point 5.2.(h) de celui obtenu au point 5.3.(f) et relever la différence qui s'exprime en mg/l de chlore actif résiduel combiné.

## CHLORE (RESIDUEL) E - METHODE DE TERRAIN UTILISANT UN TUBE NESSLER

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette méthode (appelée méthode par dilution de goutte) convient à l'estimation approximative de concentrations supérieures à 10 mg/l en chlore résiduel total, concentrations utilisées lors de la désinfection des réservoirs et des canalisations d'eau.

### 2. AVERTISSEMENT

Les limitations décrites au paragraphe 2 de la méthode de laboratoire (méthode A) pour le dosage du chlore résiduel, s'appliquent ici. Lire ce paragraphe avec attention avant d'appliquer la méthode de terrain. La méthode de terrain ne distingue pas le chlore résiduel libre du chlore résiduel combiné

(voir l'explication des termes au paragraphe 1 des méthodes de laboratoire).  
Les résultats que donne cette méthode ne sont qu'approximatifs.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Des tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute ou basse et un support.
- 3.2. Une burette de 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution de chromate-dichromate.
- 3.3. Une pipette de 5 ml, automatique ou de sécurité.
- 3.4. Une pipette compte-gouttes pour mesurer l'échantillon d'eau. Choisir une pipette qui délivre 1,0 ml d'échantillon par 20 gouttes. Réserver exclusivement cette pipette à ce genre de mesures.
- 3.5. Des bouchons propres de caoutchouc (grandeur No 3) pour les tubes Nessler.
- 3.6. Du papier-filtre.

### 4. REACTIFS

- 4.1. Solutions pour les standards colorés permanents. Elles se préparent comme indiqué au paragraphe 4.1. de la méthode de laboratoire pour le dosage du chlore résiduel (méthode A).
- 4.2. Solution d'orthotolidine. Elle se prépare comme indiqué au paragraphe 4.2. de la méthode de laboratoire pour le dosage du chlore résiduel.

### 5. MODE OPERATOIRE

- 5.1. Préparation des standards colorés. Procéder comme indiqué au paragraphe 5.1. de la méthode de laboratoire pour le dosage du chlore résiduel.
- 5.2. Détermination de la teneur en chlore actif résiduel total :
  - a) Transférer, à l'aide d'une pipette automatique ou de sécurité, 5 ml de solution d'orthotolidine dans un tube Nessler de 100 ml.
  - b) Ajouter 95 ml d'eau distillée en remplissant le tube Nessler à la marque de 100 ml. Mélanger soigneusement le contenu.
  - c) A l'aide d'une pipette compte-gouttes, ajouter l'échantillon d'eau goutte à goutte, en mélangeant soigneusement le contenu du tube Nessler après chaque adjonction. Pour mélanger, fermer l'orifice du tube avec un bouchon de caoutchouc propre, ou le plaquer contre un poignet propre;

- ne pas boucher avec le doigt ou le pouce.
- d) Poursuivre l'addition de l'échantillon d'eau goutte à goutte jusqu'à l'apparition d'une couleur jaune dans le tube Nessler.
  - e) Comparer aussitôt la couleur avec les standards colorés permanents. Si l'on a moins de 0,1 mg/l d'équivalent chlore, poursuivre l'addition de l'échantillon d'eau, goutte à goutte, en mélangeant, jusqu'à ce que la couleur jaune produite corresponde à 0,1 mg/l de chlore au moins dans le standard coloré correspondant.
  - f) Relever le nombre de gouttes utilisées au total et la teneur finale en chlore obtenue.
  - g) Calculer les mg/l de chlore résiduel en multipliant d'abord la teneur finale en chlore par l'900 et en divisant ensuite le résultat par le nombre de gouttes utilisées.

## DEMANDE EN CHLORE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

On ajoute du chlore à une source d'approvisionnement d'eau pour en assurer l'acceptabilité bactériologique ou pour en améliorer les caractéristiques chimiques, physiques, le goût ou l'odeur.

Cette méthode de contrôle convient à la détermination de la quantité approximative de chlore nécessaire pour produire du chlore résiduel dans les eaux de source potables qui ne sont que relativement peu polluées. La sécurité bactériologique d'une eau est assurée, dans le plupart des cas, par la présence d'un léger excès de chlore.

Si l'on sait que la pollution est élevée, on suivra les méthodes décrites dans la dernière édition du *Standard Methods*.

### 2. AVERTISSEMENT

Les conditions d'analyse sont sujettes à de considérables variations. La température, le temps de contact et la teneur en chlore influencent notablement la demande en chlore et doivent être mentionnés dans le report de tous les résultats d'analyse de demande en chlore. On prendra toutes les précautions possibles pour conserver tous les échantillons et toutes les solutions de

chlore à l'abri de la lumière directe du jour et loin des vapeurs qui réagissent avec le chlore comme l'ammoniac ou le dioxyde de soufre.

Si cette analyse a des fins bactériologiques, on nettoiera et stérilisera toute la verrerie avec soin.

Si la solution de chlore de dosage n'est pas titrée, les résultats ne peuvent être qu'approximatifs.

Les échantillons d'eau dont la demande en chlore dépasse 10 mg/l, seront analysés dans les meilleures conditions en suivant les méthodes décrites dans l'édition la plus récente du *Standard Methods*. On consultera ce même ouvrage si l'on désire obtenir des données plus fiables, ou si l'on veut des renseignements concernant la méthode adéquate de titrage de la solution de chlore de dosage.

### 3. APPAREILLAGE

En plus de l'appareillage décrit au chapitre Chlore (Résiduel), Méthode A ou Méthode B, paragraphe 3, on a également besoin de :

3.1. Au moins 5 bouteilles ou ballons de 1 litre.

3.2. Une pipette compte-gouttes ou un compte-gouttes médical pour la solution de chlore de dosage. Choisir une pipette ou un compte-gouttes qui délivre 1,0 ml d'eau par 20 gouttes. On réservera cette pipette ou ce compte-gouttes aux déterminations de la demande en chlore.

3.3. Un cylindre gradué de 500 ml pour mesurer l'échantillon.

### 4. REACTIFS

En plus des réactifs décrits au chapitre Chlore (Résiduel), Méthode A ou Méthode B, paragraphe 4, on a également besoin de :

4.1. Solution mère de chlore : Acheter une bouteille de solution de blanchiment pour le ménage ("Clorox" "Roman Cleanser" ou un produit similaire\*). La conserver dans un endroit sombre et frais, un réfrigérateur par exemple, afin

---

\*on emploiera pour cette analyse une bouteille d'eau de Javel du commerce. (NdT).

d'en maintenir indéfiniment la force chimique. Ces produits contiennent environ 5% de chlore actif, ce qui représente 50'000 mg/l.

#### 4.2. Solution de dosage concentrée de chlore:

- a) Verser 20 ml de solution mère de chlore dans un cylindre gradué de 25 ml.
- b) Verser 80 ml d'eau distillée dans un cylindre gradué de 100 ml. Employer des cylindres gradués différents pour éviter une contamination possible de la bouteille d'eau distillée par les vapeurs de chlore.
- c) Mélanger les deux solutions. Conserver ce mélange dans une bouteille brune hermétiquement fermée, placée au réfrigérateur, pour en maintenir la force chimique durant un mois. Chaque goutte de cette solution représente une teneur en chlore de 1 mg/l lorsqu'on l'ajoute à 500 ml d'échantillon d'eau.

#### 4.3. Solution de dosage diluée de chlore:

- a) Verser 10 ml de solution de dosage concentrée de chlore (4.2.) dans un cylindre gradué de 10 ml ou de 25 ml.
- b) Verser 90 ml d'eau distillée dans un cylindre gradué de 100 ml.
- c) Mélanger les deux solutions. Conserver ce mélange dans une bouteille brune hermétiquement fermée, placée au réfrigérateur, pour en maintenir la force chimique durant une semaine. Chaque goutte de cette solution représente une teneur en chlore de 0,1 mg/l lorsqu'on l'ajoute à 500 ml d'échantillon d'eau.
- d) Vérifier si possible la concentration de la solution (c) selon la méthode décrite en appendice (p. 76).

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Mesurer dans un cylindre gradué, et introduire dans chacun des 5 à 10 ballons ou bouteilles, 500 ml d'échantillon.

5.2. Amener ces échantillons en bouteille à la température désirée (soit la température ambiante, soit celle de l'eau à l'entrée ou à la sortie de l'installation de traitement).

5.3. Ajouter les nombres suivants de gouttes de solution de chlore diluée (4.3.) aux divers ballons ou bouteilles:



Gouttes de solution de dosage diluée de chlore	Dose de chlore mg/l
2	0,2
4	0,4
6	0,6
8	0,8
10	1,0
12	1,2
14	1,4
16	1,6
18	1,8
20	2,0

De cette série il est loisible de ne choisir et de ne préparer qu'un nombre approprié, inférieur, d'échantillons. Etablir le plan de dosage de façon à ce que, à la fin du temps de contact désiré, qui peut être de 1, 2 voir même 24 heures, le premier échantillon ne contienne pas de chlore résiduel.

5.4. Mélanger le contenu de chaque bouteille ou ballon puis mettre ce(tte) dernier(ère) de côté à la température choisie au point 5.2. Conserver les échantillons à l'abri de la lumière.

5.5. Choisir un temps de contact approprié. A la fin du temps choisi, mélanger le contenu de la première bouteille ou ballon, et, comme décrit au chapitre Chlore (résiduel), Méthode A et/ou B, paragraphe 5, déterminer le chlore actif résiduel total. Si l'on veut, on peut aussi doser le chlore actif résiduel libre, selon les indications données au chapitre Chlore (résiduel) Méthode A et/ou B, paragraphe 5.

5.6. Noter la dose de chlore ajoutée, la teneur en chlore actif résiduel total ou libre qu'on a déterminée, le temps de contact et la température à laquelle on a conservé l'échantillon en bouteille durant le temps de contact.

5.7. Exécuter les points 5.5. et 5.6. pour chaque échantillon mis en bouteille.

5.8. Calculer la demande en chlore en soustrayant, dans chaque cas, la teneur en chlore résiduel trouvée de la dose ajoutée.

5.9. Si l'on n'a pas trouvé de chlore résiduel (total ou libre selon ce qui est important) dans l'échantillon dosé à 2 mg/l de chlore, se servir de la solution de dosage concentrée de chlore (4.2.) pour préparer la série suivante d'échantillons.

Gouttes de solution concentrée de chlore	Dose de chlore mg/l
2	2
4	4
6	6
8	8
10	10

5.10. Compléter la détermination comme indiqué aux points 5.4.-5.8.

## APPENDICE

### ESTIMATION DE LA CONCENTRATION DE LA SOLUTION DE CHLORE DE DOSAGE

#### 1. APPAREILLAGE

- 1.1. Une burette de 50 ml et son support.
- 1.2. Un cylindre gradué de 100 ml.
- 1.3. Une pipette de mesure de 1 ml pour l'utilisation de la solution indicatrice d'empois d'amidon.
- 1.4. Un erlenmeyer de 250 ml.

#### 2. REACTIFS

- 2.1. Solution indicatrice d'empois d'amidon. Suivre les indications données au chapitre Oxygène (dissous), paragraphe 4.4.
- 2.2. Eau distillée bouillie. Suivre les indications données au chapitre Anhydride carbonique, paragraphe 4.1. Préparer l'eau distillée bouillie immédiatement avant son emploi dans la préparation de la solution titrante de thio-sulfate de sodium.
- 2.3. Solution titrante de thiosulfate de sodium 0,025 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Suivre les indications données au chapitre Oxygène (dissous), paragraphe 4.6.
- 2.4. Acide sulfurique concentré  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
- 2.5. Iodure de potassium (KI) en cristaux ou en poudre.

### 3. MODE OPERATOIRE

- 3.1. Remplir une burette de 50 ml avec la solution de thiosulfate de sodium et noter le niveau du liquide en lisant à la base du ménisque.
- 3.2. Placer 1 g d'iodure de potassium, en cristaux ou en poudre, dans un erlenmeyer de 250 ml.
- 3.3. Mesurer, dans un cylindre gradué, 100 ml d'eau distillée; les introduire dans l'erlenmeyer et brasser pour dissoudre les cristaux.
- 3.4. Ajouter avec précaution 2 ml d'acide sulfurique tout en brassant l'erlenmeyer.
- 3.5. Mesurer aussi précisément que possible 25 ml de solution de chlore de dosage diluée, bien mélangée, paragraphe 4.3.(c) ci-dessus, et les ajouter à l'erlenmeyer en brassant vivement durant l'adjonction. A ce stade apparaîtra une couleur brun-rougeâtre.
- 3.6. Ajouter peu à peu de petites portions de la solution de thiosulfate de sodium de la burette, tout en brassant sans cesse le liquide dans l'erlenmeyer jusqu'à ce que l'échantillon devienne jaune pâle ou paille.
- 3.7. Ajouter, à la pipette de mesure, 1 à 2 ml de solution indicatrice d'empois d'amidon. Une couleur bleue va apparaître.
- 3.8. Poursuivre l'addition de thiosulfate de sodium goutte à goutte jusqu'à exacte disparition de la couleur bleue.
- 3.9. Relever le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.
- 3.10. Calculer le volume de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette du point 3.1. de celle du point 3.9.
- 3.11. Calculer les mg de chlore dans chaque 1,0 ml de solution de dosage diluée de chlore en multipliant le résultat obtenu au point 3.10. par 0,03545. Si le résultat net du titrage au thiosulfate de sodium est exactement de 28,2 ml alors la solution de dosage diluée de chlore aura la concentration correcte de 1,0 mg par 1,0 ml. Néanmoins la solution de dosage diluée de chlore est de concentration acceptable lorsque le résultat net du titrage au thiosulfate de sodium est compris entre 25,5 et 31,0 ml; dans ce cas le taux de chlore est compris entre 0,9 et 1,1 mg par 1,0 ml. Une telle concentration donnera des doses de chlore de 0,09 à 0,11 mg/l lorsqu'on ajoutera une goutte de solution de dosage diluée de chlore à 500 ml d'échantillon d'eau.

## DIOXYDE DE CHLORE - GENERALITE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

L'utilité principale de l'adjonction de dioxyde de chlore à l'eau est la destruction des produits qui lui donnent un goût désagréable, tels les phénols. Des problèmes liés au fer et au manganèse sont rendus moins ardu par la faculté qu'à cet agent d'oxyder ces substances et de les rendre insolubles. Depuis quelques temps on accorde plus d'attention au pouvoir désinfectant du dioxyde de chlore et à sa non-réactivité avec l'ammoniaque. On gène ce composé sur le lieu d'emploi en faisant réagir des solutions concentrées de chlore et de chlorite de sodium.

Il existe deux variantes de l'analyse, destinées au contrôle en station d'eaux potables, claires et incolores, qui sont traitées au dioxyde de chlore. Selon ses inclinations, on peut effectuer le titrage : par voie titrimétrique selon la Méthode A ou par voie colorimétrique selon la Méthode B.

### 2. AVERTISSEMENT

On lira attentivement le paragraphe 2 du chapitre Chlore (résiduel). Les mêmes considérations s'appliquent au dosage du dioxyde de chlore.

## DIOXYDE DE CHLORE A - METHODE TITRIMETRIQUE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Voir chapitre Dioxyde de chlore - Généralités.

### 2. AVERTISSEMENT

Voir chapitre Dioxyde de chlore - Généralités.

### 3. APPAREILLAGE

En plus de tout l'appareillage décrit au chapitre Chlore (résiduel), Méthode A, paragraphe 3, on aura également besoin de :

- 3.1. Deux pipettes compte-gouttes, ou de deux compte-gouttes médicaux, de 1 ml pour les solutions d'acide malonique et d'acide sulfurique.
- 3.2. Une pipette de mesure de 5 ml pour la solution de bicarbonate de sodium.

### 4. REACTIFS

En plus des réactifs décrits au chapitre Chlore (résiduel), Méthode A, paragraphe 4, on emploiera également les produits suivants :

- 4.1. Solution d'acide malonique : Peser 1,0 g d'acide malonique  $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$  et dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- 4.2. Solution d'acide sulfurique : Mesurer séparément, dans un cylindre gradué de 100 ml, 88 ml d'eau distillée et 12 ml de solution diluée d'acide sulfurique, préparée comme indiqué au chapitre Chlore (résiduel), Méthode A, paragraphe 4.2. Tout en agitant d'une main, ajouter lentement et prudemment la solution diluée d'acide sulfurique à l'eau distillée, dans un bécher de 250 ml.
- 4.3. Solution de bicarbonate de sodium : peser 4,0 g de bicarbonate de sodium (également nommé hydrogénocarbonate de sodium ou carbonate acide de sodium),  $\text{NaHCO}_3$ . Les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

### 5. MODE OPERATOIRE

- 5.1. Fraction composée du dioxyde de chlore :
  - a) Remplir la burette de solution titrante de sulfate ferreux ammoniacal (SFA). Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant à la base du ménisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas, ce qui, sinon, peut entraîner, lorsqu'il est fermé, une perte de liquide titrant.
  - b) Mesurer 100 ml d'échantillon et les introduire dans un ballon de 250 ml.
  - c) Ajouter 1 ml de solution d'acide malonique et mélanger. Laisser la solution reposer pendant 2 minutes pour permettre à l'acide malonique de désactiver le chlore.
  - d) Ajouter 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD; mélanger.

e) Si l'échantillon vire au rose ou au rouge, ajouter peu à peu du SFA de la burette, en agitant constamment le ballon, jusqu'à exacte disparition de la couleur rose.

f) Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque et calculer le volume de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette initiale, point (a) de la lecture actuelle; on obtient ainsi le cinquième de la quantité de dioxyde de chlore dans l'échantillon\*.

g) Multiplier le résultat obtenu au point (f) par 5 pour obtenir la teneur approximative en chlore actif total (mg/l) du dioxyde de chlore.

5.2. Fraction contenant le chlore actif libre, un cinquième du dioxyde de chlore et le chlore actif combiné :

a) Remplir à nouveau la burette de solution titrante de SFA. Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant à la base du ménisque.

b) Mesurer 100 ml d'échantillon et les introduire dans un ballon de 250 ml.

c) Ajouter 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD et mélanger.

d) Si l'échantillon vire au rose ou au rouge, ajouter peu à peu du SFA de la burette, en agitant constamment le ballon, jusqu'à exacte disparition de la couleur rose.

e) Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque et noter le volume total de solution titrante utilisée lors de ce titrage; il se compose de tout le chlore actif libre et de un cinquième du dioxyde de chlore. Soustraire le volume de titrage net du dioxyde de chlore, obtenu au point 5.1.(f), du titrage actuel pour obtenir la teneur en chlore actif libre.

f) Passer aussitôt au point (g) pour déterminer la teneur en chlore actif combiné.

g) Ajouter plusieurs cristaux d'iodure de potassium (poids total : 0,5-1,0 g environ), mélanger pour les dissoudre et laisser reposer pendant 2 minutes pour permettre la conversion de l'iodure en iode par les chloramines; cela se marque par la réapparition de la couleur rose ou rouge.

h) Poursuivre le titrage avec de petites portions de SFA jusqu'à ce que la couleur rose ou rouge disparaisse à nouveau.

i) Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque, et soustraire la lecture faite au point (e) de la lecture actuelle pour obtenir la teneur en chlore actif combiné.

---

\*C'est la quantité que peut seulement révéler ce titrage particulier.

### 5.3. Chlore actif total :

- a) Remplir encore la burette de solution titrante de SFA. Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant à la base du ménisque.
- b) Mesurer 100 ml d'échantillon et les introduire dans un ballon de 250 ml.
- c) Ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique et mélanger.
- d) Ajouter plusieurs cristaux d'iodure de potassium (poids total : 0,5-1,0 g environ) et laisser reposer la solution pendant environ 1 minute pour permettre la conversion de l'iodure en iode par le chlore, le dioxyde de chlore, les chloramines et les chlorites.
- e) Ajouter 5 ml de solution tampon de phosphates, 5 ml de réactif DPD et 5 ml de solution de bicarbonate de sodium; mélanger.
- f) Si l'échantillon vire au rose ou au rouge, ajouter peu à peu du SFA de la burette, en agitant constamment le ballon, jusqu'à exacte disparition de la couleur rose.
- g) Lire le nouveau niveau de la burette à la base du ménisque et noter le volume total de solution titrante nécessaire à la réaction avec le chlore actif total.

## DIOXYDE DE CHLORE B - METHODE COLORIMETRIQUE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Voir chapitre Dioxyde de chlore - Généralités.

### 2. AVERTISSEMENT

Voir chapitre Dioxyde de chlore - Généralités.

### 3. APPAREILLAGE

Sont nécessaires tout l'appareillage décrit au chapitre Chlore (résiduel), Méthode B, paragraphe 3 ainsi que les pipettes énumérées au chapitre Dioxyde de chlore, Méthode A, paragraphe 3.

#### 4. REACTIFS

A l'exception de la solution de sulfate ferreux ammoniacal (SFA), tous les réactifs décrits au chapitre Chlore (résiduel) Méthode A et B, paragraphe 4, ainsi que ceux indiqués au chapitre dioxyde de chlore, Méthode A, paragraphe 4, sont nécessaires:

#### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Fraction composée du dioxyde de chlore :

- a) Remplir à la marque un tube Nessler de 100 ml avec l'échantillon.
- b) Ajouter 1 ml de solution d'acide malonique.
- c) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger son contenu.
- d) Ajouter 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD, retourner à nouveau quatre à six fois le tube bouché pour en mélanger le contenu.
- e) Si la solution tourne au rose ou rouge, comparer la couleur, qui est due à un cinquième de la teneur en dioxyde de chlore, à celle des standards colorés préparés au paragraphe 5.1.(d3) du chapitre Chlore (résiduel), Méthode A.

f) Multiplier par cinq la lecture faite au point (f) pour obtenir la teneur approximative en chlore actif total (mg/l) du dioxyde de chlore.

5.2. Fraction contenant le chlore actif libre, un cinquième du dioxyde de chlore et le chlore actif combiné.

- a) Introduire, dans un autre tube Nessler de 100 ml, 5 ml de solution tampon de phosphates et 5 ml de réactif DPD.
- b) Prendre 100 ml d'échantillon dans un cylindre gradué et verser aussitôt la prise dans le tube Nessler.
- c) Fermer le tube avec un bouchon de caoutchouc propre et mélanger soigneusement son contenu en retournant rapidement le tube quatre à six fois.
- d) Comparer aussitôt la couleur rose ou rouge formée avec les standards colorés.
- e) Noter le résultat, exprimé en milligrammes par litre de chlore actif résiduel libre et de un cinquième de dioxyde de chlore résiduel. Soustraire la lecture donnant la teneur en dioxyde de chlore, point 5.1.(f), de la lecture actuelle pour obtenir la teneur en chlore actif libre.



- f) Poursuivre en ajoutant plusieurs cristaux d'iodure de potassium (poids total : 0,5-1,0 g) dans le tube Nessler.
- g) Dissoudre les cristaux en retournant quatre à six fois le tube bouché.
- h) Laisser la solution reposer pendant 2 minutes pour permettre la conversion de l'iodure en iode par les chloramines; cela se traduit par un renforcement de la couleur.
- i) Comparer à nouveau la couleur rose ou rouge avec les standards colorés.
- j) Noter la lecture actuelle qui représente des milligrammes par litre de chlore résiduel. Soustraire le résultat obtenu au point (e) du résultat actuel; la différence s'exprime en milligrammes par litre de chlore actif résiduel combiné.

### 5.3. Chlore actif résiduel total :

- a) Remplir à la marque un autre tube Nessler de 100 ml avec l'échantillon.
- b) Ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique et plusieurs cristaux d'iodure de potassium (poids total : 0,5-1,0 g); fermer hermétiquement avec un bouchon de caoutchouc propre.
- c) Dissoudre les cristaux en retournant le tube fermé quatre à six fois.
- d) Laisser la solution reposer pendant 1 minute pour permettre la conversion de l'iodure en iode par tout le chlore résiduel, le dioxyde de chlore et les chlorites.
- e) Ajouter 5 ml de solution tampon de phosphates, 5 ml de réactif DPD et 5 ml de solution de bicarbonate de sodium; retourner à nouveau quatre à six fois le tube bouché pour en mélanger le contenu.
- f) Comparer la couleur rose ou rouge, due au chlore actif résiduel total, avec les standards colorés.

5.4. Réduction des volumes d'échantillon et de réactif : quoique, dans les analyses précédentes, le volume d'échantillon ait été fixé à 100 ml, on peut prendre des échantillons plus petits avec une réduction proportionnelle des quantités de réactifs. Un échantillon de 10 ml, par exemple, n'exigera qu'un dixième des volumes de réactifs normalement indiqués dans le mode opératoire.

# COULEUR

## 1. BUT DE L'ANALYSE

Les couleurs qui apparaissent le plus fréquemment dans les eaux brutes sont le jaune et le brun. Elles sont habituellement dues à de la matière organique, végétale ou provenant du sol. Dans ce cas le pH exerce une influence importante sur la nature de la couleur. Toutefois, le fer et le manganèse, sous forme colloïdale ou soluble, peuvent aussi conférer à une eau une couleur jaune-brun, alors que les résidus contenant des chromates peuvent la colorer en jaune.

On distingue deux types de coloration d'une eau. La vraie couleur provient de la présence de substances organiques dissoutes ou colloïdales. Les matières en suspension peuvent y ajouter une couleur apparente. Au niveau d'une station de traitement d'eau, on élimine souvent la vraie couleur d'une eau douce colorée par floculation en pH acide au moyen d'alun. La chloration résiduelle par le chlore libre et la surchloration peuvent contribuer à diminuer la coloration.

Cette méthode de contrôle est destinée à mesurer la vraie couleur d'une eau; elle est utile dans les stations qui doivent traiter une source d'eau colorée.

## 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode ne convient à la mesure de la couleur que dans des eaux claires. La turbidité augmentant la couleur apparente d'une eau, on emploiera cette méthode uniquement pour déterminer la couleur d'eaux contenant moins de 5 unités de turbidité; une turbidité inférieure à 1 unité est préférable. En présence de turbidité plus importante, on suivra le mode opératoire recommandé dans la dernière édition du *Standard Methods*. Une période suffisante de sédimentation peut diminuer la turbidité. La filtration n'est pas recommandée parce qu'une partie de la vraie couleur peut être retenue par le papier filtre.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins 10 tubes Nessler de 50 ml, assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour la mesure de la solution colorée mère.
- 3.3. Au moins 10 bouchons de caoutchouc propres (grandeur No 2).

### 4. REACTIF

Solution colorée mère :

- a) Sur une balance analytique, peser séparément, 1,246 g de chloroplatinate de potassium ( $K_2PtCl_6$ ) et 1,0 g de chlorure cobalteux ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ). Employer des capsules de verre de poids identique ou des verres de montre pour peser ces produits, car ils sont susceptibles d'attaquer les plateaux métalliques.
- b) Introduire avec soin ces deux produits une fois pesés dans un bécber de 250 ml et les dissoudre dans 50 ml d'eau distillée.
- c) Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré et mélanger soigneusement.
- d) Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bécber de 3 portions de 100 ml d'eau distillée.
- e) Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards colorés :

- a) Préparer la série suivante de standards colorés en mesurant les volumes indiqués de solution colorée mère dans des tubes Nessler de 50 ml distincts:

Solution colorée	Unités de couleur
0	0
0,5	5
1	10
2	20
3	30
4	40
5	50
6	60
7	70

- b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 50 ml et mélanger.
- c) Si l'on prévoit utiliser ces standards pendant plusieurs mois, il faut les protéger en fermant les tubes avec des bouchons de caoutchouc propres.

5.2. Détermination d'échantillons contenant moins de 70 unités. Introduire 50 ml de l'échantillon clair dans un tube Nessler de 50 ml vide. Comparer l'échantillon avec les standards et estimer les unités de couleur correspondant à l'échantillon. Si la coloration de l'échantillon est plus forte que celle des standards (plus de 70 unités), procéder selon les indications du paragraphe 5.3.

5.3. Détermination d'échantillons contenant plus de 70 unités :

- a) Introduire une fraction de 25 ml de l'échantillon clair dans un tube Nessler de 50 ml vide. Diluer à la marque avec de l'eau distillée. Comparer l'échantillon dilué avec les standards et estimer les unités de couleur correspondant à l'échantillon dilué. Si la couleur de l'échantillon est encore hors du domaine couvert par les standards, répéter l'opération en employant des portions d'échantillon original de plus en plus petites, jusqu'à obtenir une concordance.
- b) Calculer la coloration totale en multipliant la couleur estimée du dernier échantillon dilué par le facteur approprié :

Volume d'échantillon original ml	Multiplier les unités de couleur par
25	2
20	2,5
10	5
5	10

## CUIVRE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Cette analyse est destinée à déterminer le cuivre soluble présent dans l'eau. On peut trouver du cuivre dans une eau après traitement de cette dernière par du sulfate de cuivre pour y contrôler le développement du plancton et d'autres organismes aquatiques.

Il peut aussi provenir du passage de l'eau dans des tuyaux et des appareillages fixes, en cuivre et en laiton. On sait que de petites quantités de cuivre dans une eau peuvent tacher de vert les récipients de porcelaine.

## 2. AVERTISSEMENT

Rares sont les constituants habituels de l'eau naturelle qui affectent le test. L'échantillon doit être exempt de turbidité et de couleur. L'apparition de turbidité, dans l'échantillon ou les standards, à la suite de l'adjonction du réactif mixte de cuprethol, indique, soit que le réactif est trop vieux et doit être remplacé, soit qu'une substance interférente est présente en concentration excessive.

On consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour résoudre les problèmes posés par des échantillons troubles ou colorés.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins huit tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution standard de cuivre.
- 3.3. Des bouchons de caoutchouc propres (grandeur No 3) pour les tubes Nessler.
- 3.4. Une pipette compte-gouttes ou un compte-gouttes médical pour la solution d'acide chlorhydrique.
- 3.5. Des pipettes pour mesurer les solutions de pyrophosphate de sodium et d'acétate de sodium.
- 3.6. Une pipette automatique ou de sécurité pour l'adjonction du réactif mixte de cuprethol.

## 4. REACTIFS

### 4.1. Solution mère de cuivre :

- a) Sur une balance analytique peser 0,393 g de sulfate de cuivre sec, pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ).
- b) Introduire avec soin le produit pesé dans un bêcher de 250 ml et l'y dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

- c) Ajouter avec précaution 1 goutte d'acide sulfurique concentré et mélanger.
- d) Transférer la solution acidifiée dans un ballon jaugé de 1 litre, et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.2. Solution standard de cuivre. Mesurer avec soin, à l'aide d'une pipette volumétrique, 10 ml de solution mère de cuivre (4.1.) et les introduire dans un ballon jaugé de 100 ml. Diluer à 100 ml avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement. Vu sa stabilité douteuse, il est préférable de préparer la solution standard de cuivre le jour même de l'emploi.

4.3. Solution d'acide chlorhydrique :

- a) Mesurer, dans un cylindre gradué, 100 ml d'eau distillée et les introduire dans un flacon de 250 ml.
- b) Mesurer, dans le même cylindre gradué, 100 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl) et les introduire dans le flacon.
- c) Boucher et secouer la bouteille pour en mélanger le contenu.

4.4. Solution de pyrophosphate de sodium. Peser 30 g de pyrophosphate de sodium ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) et les introduire dans un bécher de 1500 ml. Les dissoudre dans 1000 ml d'eau distillée, mesurés dans un cylindre gradué.

4.5. Solution d'acétate de sodium:

- a) Peser 400 g d'acétate de sodium trihydraté ( $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) et les introduire dans un bécher de 1500 ml. Ajouter 600 ml d'eau distillée, mesurés dans un cylindre gradué.
- b) Chauffer et remuer la solution pour dissoudre les cristaux.

4.6. Solution de cuprethol (I) :

- a) Mesurer, dans un cylindre gradué de 250 ml, 200 ml d'alcool méthylique, ou méthanol, et les verser dans un flacon de 250 ml à bouchon de verre rodé.
- b) Peser 4,0 g d'iminodiéthanol-2,2 (appelé aussi diéthanolamine) et les dissoudre dans l'alcool méthylique. Boucher hermétiquement le flacon contenant le réactif pour maintenir la stabilité de ce dernier aussi longtemps que possible.

#### *TENIR ELOIGNE DE LA FLAMME*

4.7. Solution de cuprethol (II)

- a) Mesurer, dans un cylindre gradué de 250 ml, 200 ml d'alcool méthylique, ou méthanol, et les verser dans un flacon de 250 ml à bouchon de verre rodé.

- b) Mesurer, à l'aide d'une pipette automatique ou de sécurité, 3 ml de sulfure de carbone et les dissoudre dans l'acool méthylique. Fermer hermétiquement le flacon contenant le réactif pour maintenir la stabilité de ce dernier aussi longtemps que possible.

*TENIR ELOIGNE DE LA FLAMME*

4.8. Réactif mixte de cuprethol :

- a) Mesurer, dans un cylindre gradué de 10 ml, 10 ml de solution de cuprethol (I) et les mettre dans une éprouvette de 20x150 mm.
- b) Mesurer, dans le même cylindre gradué, 10 ml de solution de cuprethol (II) et les ajouter à l'éprouvette.
- c) Mélanger le contenu de l'éprouvette.

*TENIR ELOIGNE DE LA FLAMME*

Ne pas préparer plus de réactif qu'il n'en faut pour une semaine. Conserver le récipient de stockage hermétiquement fermé pour maintenir la stabilité du produit.

5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards de cuivre :

- a) Préparer la série suivante de standards de cuivre en introduisant, dans des tubes Nessler de 100 ml distincts, les volumes de solution standard de cuivre indiqués dans le tableau ci-dessous :

Solution de cuivre ml	Teneur en cuivre mg/l	Solution de cuivre ml	Teneur en cuivre mg/l
0	0	3,0	0,3
0,5	0,05	4,0	0,4
2,0	0,2	5,0	0,5

- b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 100 ml et mélanger.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de teneur en cuivre :

Volume d'échantillon ml	Plage de teneur en cuivre mg/l
100	0,05-0,5
50	0,55-1,0
25	1,1 -2,0

Introduire l'échantillon clair et incolore dans un tube Nessler de 100 ml.

Si nécessaire diluer à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée.

5.3. Ajouter à tous les tubes (à savoir à chaque standard de cuivre et à l'échantillon) 0,5 ml de solution d'acide chlorhydrique, à l'aide d'une pipette compte-gouttes; mélanger en retournant le tube quatre à six fois.

5.4. Ajouter, à la pipette de mesure, 2 ml de solution de pyrophosphate de sodium et mélanger en retournant quatre fois chaque tube.

5.5. Ajouter, à la pipette de mesure, 10 ml de solution d'acétate de sodium et mélanger en retournant quatre fois chaque tube. A ce stade, contrôler, si cela est possible, le pH de l'échantillon traité pour s'assurer qu'il soit compris entre 5 et 6. Si cela s'avère nécessaire, ajouter encore de la solution d'acétate de sodium pour amener le pH dans l'intervalle désiré, situé entre 5 et 6.

5.6. Laisser reposer les tubes pendant 5 minutes.

5.7. Ajouter à l'aide, soit d'une pipette compte-gouttes, soit d'une pipette automatique ou de sécurité, 1 ml de solution mixte de cuprethol (4.8.). Mélanger le contenu de chaque tube en le retournant quatre à six fois.

5.8. Laisser reposer les tubes pendant 10 minutes au moins, mais durant 30 minutes au plus.

5.9. Comparer l'échantillon avec les standards et déduire de la coloration jaune la quantité de cuivre présent.

5.10. Calculer les mg/l de cuivre en multipliant le résultat obtenu au point 5.9. par le facteur approprié :

Volume d'échantillon ml	Multiplier les mg/l de cuivre par :
100	1
50	2
25	4



# FLUORURES

## 1. BUT DE L'ANALYSE

Des fluorures sont artificiellement ajoutés à beaucoup de sources d'eau dans le but de réduire l'incidence de la carie dentaire. Cette méthode est destinée aux sources d'eau naturellement ou artificiellement fluorées.

## 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode est adaptée à la mesure des fluorures dans des eaux claires et incolores. On ne tolérera aucune des substances suivantes en quantité supérieure à celle indiquée :

Substance	Quantité mg/l
Chlorures	2000
Alcalinité totale (en carbonate de calcium)	400
Sulfates	300
Phosphates	5
Fer	2
Hexametaphosphate de sodium (appelé Calgon)	1,0
Aluminium	0,25

Si une seule de ces conditions n'est pas remplie par l'eau, on suivra la méthode décrite dans la dernière édition du *Standard Methods*.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins huit tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution standard de fluorure.
- 3.3. Une pipette volumétrique de 5 ml pour mesurer le réactif acide de zirconyle.
- 3.4. Une pipette compte-gouttes, ou un compte-gouttes médical, de 0,5 à 1 ml pour la solution d'arsénite de sodium.

### 3.5. Des pipettes volumétriques appropriées pour mesurer l'échantillon.

## 4. REACTIFS

### 4.1. Réactif acide de zirconyle :

- a) Peser 0,30 g d'oxichlorure de zirconium (appelé aussi chlorure de zirconyle),  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  et les dissoudre dans 50 ml d'eau distillée, dans un ballon jaugé de 1 litre. Utiliser, pour peser ce produit, des capsules de verre de poids identique, ou des verres de montre, car les plateaux métalliques peuvent être attaqués et corrodés par ce réactif.
- b) Peser 0,07 g d'alizarine monosulfonate de sodium (appelé aussi alizarine rouge S) et les dissoudre dans 50 ml d'eau distillée, dans un bécher de 250 ml.
- c) Tout en brassant, ajouter la solution d'alizarine à celle de zirconium dans le jaugé. Laisser reposer pendant quelques minutes la solution résultante.
- d) Dans un cylindre gradué de 500 ml mesurer 390 ml d'eau distillée. Les verser dans un bécher de 1 litre. Mesurer, dans un cylindre gradué de 250 ml, 101 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl). Tout en remuant l'eau distillée d'une main, y verser l'acide chlorhydrique.
- e) Dans un cylindre gradué de 500 ml, mesurer 400 ml d'eau distillée. Les verser dans un bécher de 1 litre. Dans un cylindre gradué de 50 ml, mesurer 33 ml d'acide sulfurique concentré ( $H_2SO_4$ ) et les ajouter aux 400 ml d'eau distillée. Le mélange dégage une chaleur considérable; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes. Laisser la solution se refroidir jusqu'à température ambiante.
- f) Tout en remuant d'une main, verser lentement la solution (d) dans la solution (e).
- g) Ajouter au jaugé de 1 litre qui contient la solution claire de zirconium-alizarine (c), la solution d'acides mélangés (f), jusqu'à atteindre la marque de 1 litre. Boucher et mélanger soigneusement. Laisser reposer la solution mélangée pendant une heure avant de l'employer. Protégé de la lumière solaire, le réactif est stable durant au moins 6 mois.

### 4.2. Solution mère de fluorure :

- a) Sur une balance analytique, peser avec soin 0,2210 g de fluorure de sodium sec (NaF). Introduire avec précaution le produit pesé dans un bécher de 250 ml et l'y dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

b) Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le béccher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée.

c) Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.3. Solution standard de fluorure. Mesurer soigneusement, à l'aide d'une pipette volumétrique, 10 ml de solution mère de fluorure et les introduire dans un jaugé de 100 ml. Diluer à la marque avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.4. Solution d'arsénite de sodium. Peser 5,0 g d'arsénite de sodium (appelé aussi méta-arsénite de sodium),  $\text{NaAsO}_2$ . Les dissoudre dans 1 litre d'eau distillée.

*Manipuler ce poison avec une extrême prudence et éviter d'en recevoir dans la bouche. Ne manipuler cette solution qu'au moyen d'une pipette compte-gouttes ou d'un compte-gouttes médical.*

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards de fluorure :

a) Préparer la série suivante de standards de fluorure en mesurant les volumes indiqués de solution standard de fluorure (4.3.) et en les introduisant dans des tubes Nessler de 100 ml distincts :

Solution Standard de fluorure ml	Teneur en fluorure mg/l	Solution standard de fluorure ml	Teneur en fluorure mg/l
0	0	8	0,8
2	0,2	10	1,0
4	0,4	12	1,2
6	0,6		

b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 100 ml et mélanger en retournant quatre à six fois chaque tube.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de teneur en fluorures :

Volume d'échantillon ml	Plage de teneur en fluorures mg/l
100	0,1-1,2
50	1,3-2,4
25	2,5-4,8

Introduire l'échantillon clair et incolore dans un tube Nessler de 100 ml.

Diluer, si nécessaire, à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée.

5.3. Eliminer toute trace de chlore résiduel dans l'échantillon en ajoutant 1 goutte (0,05 ml) de solution d'arsénite de sodium, pour chaque 1 mg/l de chlore résiduel présent dans l'échantillon de 100 ml. Mélanger le tube contenant l'échantillon en le retournant quatre à six fois.

5.4. Laisser les standards et l'échantillon prendre la même température car la formation de la coloration dépend étroitement de la température. La différence de température entre le tube le plus chaud et le tube le plus froid sera maintenue inférieure à 2°C.

5.5. Ajouter, à la pipette volumétrique, 5 ml de réactif acide de zirconyle à chacun des standards et à l'échantillon. Réaliser l'addition du réactif à toute la série des tubes Nessler en moins de 5 minutes. Mélanger soigneusement le contenu de chaque tube en le retournant quatre à six fois. Laisser reposer les tubes pendant au moins 60 minutes.

5.6. Comparer l'échantillon aux standards, et déduire de la couleur jaunâtre la quantité de fluorures présents.

5.7. Calculer les mg/l de fluorures en multipliant le résultat obtenu au point 5.6. par le facteur approprié :

Volume d'échantillon ml	Multiplier les mg/l de fluorures par :
100	1
50	2
25	4

# DURETE

## 1. BUT DE L'ANALYSE

La présence de calcium et de magnésium rend l'eau dure. La dureté peut être de deux types : carbonatée ou non carbonatée. La dureté peut-être éliminée par traitement à la chaux, au carbonate de soude, par passage à travers un échangeur d'ions ou par une combinaison de tous les trois moyens.

Cette méthode est destinée aux déterminations de dureté de routine dans les eaux potables.

## 2. AVERTISSEMENT

L'eau sera exempte de couleur et de turbidité qui pourraient masquer ou modifier la réponse de l'indicateur. Par chance, les substances qui provoquent des erreurs lors de ce titrage sont rarement présentes dans les sources d'eau potable. Le barium, le strontium, le cadmium, le plomb, le zinc et le manganèse sont dosés comme de la dureté, alors que des quantités limitées de cuivre, de fer, de cobalt, de nickel et d'aluminium peuvent modifier les résultats concernant la dureté. Au sujet des quantités de toutes ces substances qu'on peut tolérer dans un échantillon, on consultera la dernière édition du *Standard Methods*. \*

On effectuera le titrage sur un échantillon à température ambiante. La réaction est lente dans un échantillon froid et l'indicateur se décompose sous l'effet de la chaleur.

On réalisera le titrage dans les cinq minutes qui suivent l'addition du tampon, pour éviter des problèmes dus à la précipitation du carbonate de calcium.

---

\*G. Schwarzenbach a obtenu deux brevets (No 2'583'890 et 2'583'891) concernant des méthodes de dosages complexométriques et de titrage pour la détermination quantitative de la dureté de l'eau. Ce Manuel ne contient rien qui doive être interprété comme stipulant, implicitement ou autrement, un droit quelconque de fabrication, de vente ou d'utilisation en rapport avec quelque méthode, appareil ou produit breveté que ce soit, ou mettant à couvert la responsabilité de quiconque en cas de contrefaçon.

Le tampon et le mélange indicateur solide peuvent se détériorer; on les conservera donc, lorsqu'on ne les emploie pas, dans des récipients hermétiquement bouchés.

Une couleur parasite verte au point de virage, ou un virage peu net, sont des signes qu'il faut renouveler l'indicateur.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Une burette de 25 ml et son support.
- 3.2. Un cylindre gradué de 50 ml, ou des pipettes volumétriques appropriées.
- 3.3. Au moins 2 ballons de 250 ml, ou des pots de porcelaine.
- 3.4. Au moins 2 agitateurs pour les pots.
- 3.5. Une pipette compte-gouttes, ou un compte-gouttes médical, de 0,5-1 ml pour l'emploi du tampon.
- 3.6. Deux petites cuillères de mesure, de 0,2-0,3 ml, pour manipuler les cristaux de cyanure de sodium et le mélange indicateur sec.

### 4. REACTIFS

On peut obtenir, dans le commerce, les solutions et mélanges solides suivants déjà préparés :

- 4.1. Cristaux de cyanure de sodium, NaCN.

*Manipuler ce poison avec soin au moyen d'une petite cuillère ou d'une spatule. Eviter d'ingérer ce produit ou d'inhaler les vapeurs cyanhydriques mortelles.*

- 4.2. Solution tampon :

- a) Sur une balance analytique, peser séparément et avec soin : 1,179 g de sel sec disodique dihydraté de l'acide éthylènediaminetétraacétique (abrégé EDTA ou  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) de qualité "pour analyse" et 0,780 g de sulfate de magnésium ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ). Introduire avec soin les deux produits pesés dans un bécher de 100 ml et les dissoudre dans 50 ml d'eau distillée.
- b) Peser 16,9 g de chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) et les introduire dans un bécher de 400 ml. Dans un cylindre gradué de 250 ml, mesurer 143 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré et les ajouter au bécher de 400 ml. Dissoudre le chlorure d'ammonium dans l'hydroxyde d'ammonium concentré.

- c) Tout en remuant, verser la solution (a) dans la solution (b).
- d) Remettre la solution (c) dans le cylindre gradué de 250 ml et diluer avec de l'eau distillée jusqu'à la marque de 250 ml. Mélanger soigneusement la solution résultante en transvasant et retransvasant la solution du cylindre de 250 ml dans le bécher de 400 ml. La conserver dans une bouteille hermétiquement bouchée.

4.3. Mélange indicateur solide. Peser séparément 0,5 g de colorant noir ériochrome T et 100 g de chlorure de sodium (NaCl). Mettre les deux produits dans un mortier et les broyer ensemble avec un pistil jusqu'à ce que le pigment sombre soit réparti uniformément dans le sel blanc. Conserver le mélange dans un flacon hermétiquement bouché.

#### 4.4. Solution titrante d'EDTA

- a) Sur une balance analytique, peser avec soin 3,723 g de sel sec disodique dihydraté de l'acide éthylènediaminetétraacétique (abrégé EDTA ou  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) de qualité "pour analyse". Introduire avec précaution le produit dans un bécher de 250 ml et l'y dissoudre dans 150 ml d'eau distillée.
- b) Transférer avec soin la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.
- La concentration de l'EDTA diminue peu à peu, la perte est généralement négligeable pendant les 6 premiers mois, mais devient notoire après un an.

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Remplir la burette de solution titrante d'EDTA (4.4.). Relever le niveau du liquide dans la burette en lisant à la base du ménisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas ce qui entraînerait, lorsqu'il est fermé, une perte de la solution de titrage.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage de dureté indiquée :

Volume d'échantillon ml	Plage de dureté en mg/l de $\text{CaCO}_3$
50	0-300
25	301-600
10	601-1500

Si l'on n'a besoin que de 25 ml d'échantillon, ajouter 25 ml d'eau distillée pour amener le volume total à 50 ml; ajouter 40 ml d'eau distillée à une prise de 10 ml. L'eau de supplément sera mesurée dans un cylindre gradué. Introduire l'échantillon (et l'eau de complément le cas échéant) dans un ballon de 250 ml (ou dans un pot de porcelaine).

5.3. Préparer un témoin de comparaison de couleur en introduisant 50 ml d'eau distillée (mesurés dans un cylindre gradué) dans un ballon de 250 ml similaire (ou dans un pot de porcelaine).

5.4. Prendre, à l'aide d'une petite cuillère, 0,25 g de cristaux de cyanure de sodium qu'on ajoutera au témoin de comparaison de couleur et à l'échantillon. Dissoudre les cristaux en mélangeant.

5.5. Ajouter 1-2 ml de solution tampon au témoin de comparaison de couleur et à l'échantillon; mélanger.

5.6. Ajouter, à l'aide de la petite cuillère, 1 mesure (0,2 g) de mélange indicateur solide au témoin de comparaison de couleur et à l'échantillon, mélanger ensuite jusqu'à complète dissolution.

5.7. De la burette, ajouter avec précaution au témoin de comparaison de couleur, une goutte de solution d'EDTA à la fois jusqu'à ce que la couleur proche du pourpre se change en un bleu vif. Parfois il n'est pas nécessaire d'ajouter même une seule goutte; d'autres fois il en faut jusqu'à 3. Noter le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.

5.8. Si l'échantillon, au point 5.6. tourne au rouge ou au pourpre, ajouter peu à peu de la solution d'EDTA de la burette. Agiter constamment le ballon (ou remuer constamment le contenu du pot de porcelaine). Continuer l'addition de solution titrante jusqu'à ce que la couleur rouge prenne des reflets proches du mauve. A ce stade, cesser l'addition de la solution de titrage pendant 10 secondes, mais poursuivre l'agitation (ou le brassage).

5.9. Poursuivre l'addition d'EDTA goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur pourpre se change en un bleu vif identique à celui du témoin de comparaison de couleur. Agiter le ballon (ou remuer le contenu du pot de porcelaine) comme auparavant, tout au long de la nouvelle adjonction. Le passage de la couleur pourpre au bleu vif se fera en l'espace de 1 à 4 gouttes. Si vous avez quelque difficulté à reconnaître le changement en ajoutant 1 goutte à la fois, ajouter la solution titrante 2 gouttes à la fois près du point de virage. Cela va intensifier le changement de couleur et la légère perte d'exactitude n'est pas significative.



- 5.10. Noter le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.
- 5.11. Calculer le volume brut de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette initiale (point 5.7.) de la dernière lecture (point 5.10.).
- 5.12. Calculer la correction due au témoin en soustrayant la lecture de burette faite au point 5.1. de celle effectuée au point 5.7.
- 5.13. Calculer le volume net de solution titrante utilisée pour l'échantillon en soustrayant le résultat obtenu au point 5.12. de celui obtenu au point 5.11.
- 5.14. Calculer la dureté exprimée en mg/l de carbonate de calcium en multipliant le résultat trouvé au point 5.13. par le facteur approprié.

Volume d'échantillon ml	Multiplie les ml de solution d'EDTA par :
50	20
25	40
10	100

## FER

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Des concentrations en fer supérieures à 1 mg/l peuvent exister naturellement dans des eaux de puits ou des eaux de rivières qui reçoivent des déchets industriels. Un traitement d'élimination est entrepris dans les alimentations d'eau où le fer pose des problèmes bactériens, de goût, d'odeur, de couleur et de formation de taches dans le réseau de distribution. La complexation par des polyphosphates est un moyen de se débarrasser du fer dans certaines eaux de puits. Pour supprimer la turbidité, on peut ajouter des flocculants à base de fer dans le traitement de l'eau. Dans ces cas, des quantités appréciables de fer dans les eaux traitées sont l'indice d'un dosage incorrect du flocculant. Bien souvent il est utile d'avoir connaissance de la teneur totale d'une eau en fer.

Cette méthode est destinée à mesurer le fer total présent normalement dans l'eau, ou pouvant s'y trouver après traitement par des flocculants à base de fer, ou par suite de corrosion de tuyaux en fer.

## 2. AVERTISSEMENT

L'échantillon doit être exempt de turbidité non due au fer, ainsi que de couleur. Cette détermination est particulièrement difficile parce que le fer peut se trouver sous forme soluble, colloïdale, complexée ou particulière, aussi bien que dans des états de fer ferreux ou ferrique. On fera preuve de bon sens en récoltant l'échantillon de fer, surtout si l'on est à la recherche de preuves de corrosion. Un récipient de verre à couvercle de verre ou de plastique est préférable à un récipient à couvercle métallique. Il est nécessaire de bien secouer la bouteille pour mettre en suspension et distribuer tout le fer uniformément dans l'ensemble de l'échantillon avant d'effectuer un prélèvement pour l'analyse du fer total. Même alors, il peut subsister un dépôt de fer sur les parois du récipient lorsque la détermination est retardée de plusieurs jours. Pour une estimation exacte, le fer ainsi adsorbé doit être dissous avec de l'acide chlorhydrique. Afin d'obtenir des résultats concordants, dans un laboratoire particulier, on effectuera toujours l'analyse de manière exactement semblable, de la première à la dernière étape. Dans le cas contraire, les résultats peuvent varier avec les changements de technique de manipulation.

Dans le but d'éviter une contamination, tout ballon, tube, bécber, ou toute autre pièce de verrerie ayant contenu des produits à haute teneur en fer (tels le sulfate ferreux ou le sulfate ou chlorure ferrique), sera nettoyé en le faisant bouillir durant  $\frac{1}{2}$  heure au moins, dans une solution contenant des volumes égaux d'acide chlorhydrique concentré et d'eau distillée.

Quoique rares soient les constituants habituels d'une eau naturelle qui gênent l'analyse, les substances suivantes peuvent être source d'erreurs : les concentrations en zinc supérieures à dix fois la teneur en fer; le cuivre et le cobalt à plus de 5 mg/l; plus de 2 mg/l de nickel; ainsi que le bismuth, l'argent, le cadmium, le mercure, les molybdates et des teneurs élevées en agents fortement oxydants. On consultera la dernière édition du *Standard Methods* quant aux informations relatives à la détermination du fer ferreux ou dissous, car une manipulation spéciale est nécessaire dans ces cas.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins 10 tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute ou basse et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour mesurer la solution standard de fer.
- 3.3. Un cylindre gradué de 100 ml pour mesurer l'échantillon. Un cylindre gradué de 25 ou de 50 ml peut être utilisé pour des échantillons plus petits, contenant des particules susceptibles d'obstruer une pipette.
- 3.4. Au moins un flacon erlenmeyer de 250 ml.
- 3.5. Une pipette automatique ou de sécurité pour mesurer l'acide chlorhydrique concentré.
- 3.6. Des pipettes pour les solutions de chlorhydrate d'hydroxylamine, de tampon d'acétate et de phénantroline.
- 3.7. Un brûleur à gaz ou une plaque électrique chauffante.
- 3.8. Au moins un carré de toile métallique de 20 mesh.
- 3.9. Au moins quatre billes de verre.
- 3.10. Au moins un agitateur de verre.
- 3.11. Une pissette pour rincer le flacon, les billes et l'agitateur.

### 4. REACTIFS

- 4.1. Solution mère de fer :
  - a) Dans un cylindre gradué de 50 ml, mesurer 50 ml d'eau distillée et les verser dans un bécher de 250 ml.
  - b) Dans le même cylindre gradué de 50 ml, mesurer 20 ml d'acide sulfurique concentré.
  - c) Tout en remuant d'une main, ajouter lentement et avec prudence l'acide sulfurique à l'eau distillée. Le mélange de l'acide sulfurique à l'eau distillée dégage une chaleur considérable; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes. Laisser la solution se refroidir jusqu'à température ambiante.
  - d) Sur une balance analytique, peser 0,7022 g de sulfate ferreux ammoniacal sec  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , et les ajouter à la solution (c). Dissoudre les cristaux en remuant la solution.
  - e) Peser 1 g de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) et l'introduire dans un bécher de 250 ml; l'y dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

- f) Ajouter goutte à goutte la solution (e) à la solution (d), en remuant constamment, jusqu'à persistance d'une légère coloration rose.
- g) Transférer la solution (f) dans un ballon jaugé de 1 litre et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée; compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.2. Solution standard de fer. A l'aide d'une pipette volumétrique, mesurer soigneusement 10 ml de solution mère de fer et les introduire dans un jaugé de 100 ml. Diluer à la marque avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement. Ne préparer la solution standard de fer que le jour où on l'emploie, car elle est instable.

4.3. Acide chlorhydrique concentré, HCl.

4.4. Solution de chlorhydrate d'hydroxylamine :

- a) Peser 10 g de chlorhydrate d'hydroxylamine ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) et les introduire dans un bécher de 250 ml.
- b) Mesurer, dans un cylindre gradué, 100 ml d'eau distillée et les verser dans le bécher de 250 ml. Remuer pour dissoudre les cristaux.

4.5. Solution tampon d'acétate :

- a) Peser 250 g d'acétate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ), les introduire dans un bécher de 1 litre et les dissoudre dans 150 ml d'eau distillée.
- b) Ajouter 700 ml d'acide acétique glacial (ou concentré) et mélanger.
- c) Transférer la solution mixte acétate d'ammonium-acide acétique dans un cylindre gradué de 1 litre et diluer à la marque de 1000 ml avec de l'eau distillée. Mélanger soigneusement en reversant la solution dans le bécher et en remuant.

4.6. Solution de phénantroline :

- a) Sur une balance analytique, peser 0,1 g de phénanthroline-1,10 monohydratée ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) et les transférer dans un bécher de 250 ml.
- b) Dans un cylindre gradué, mesurer 100 ml d'eau distillée et les ajouter dans le bécher.
- c) Ajouter 2 gouttes d'acide chlorhydrique concentré dans le bécher.
- d) Remuer la solution pour permettre la dissolution. (Si les cristaux ne se dissolvent pas rapidement, hâter la dissolution en mettant le bécher au-dessus d'un bain-marie). Eliminer la solution lorsqu'elle devient foncée après avoir été conservée longtemps.

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards de fer :

a) Préparer la série suivante de standards de fer, en mesurant les volumes indiqués de solution standard de fer (4.2.) et en les introduisant dans des tubes Nessler de 100 ml distincts :

Solution standard de fer ml	Teneur en fer mg/l
0	0
0,5	0,05
1,0	0,10
2,0	0,20
3,0	0,30
4,0	0,40
6,0	0,60
8,0	0,80
10,0	1,0

b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 100 ml et mélanger.

5.2. Mélanger parfaitement l'échantillon et en mesurer le volume correspondant à la plage indiquée de teneur en fer :

Volume d'échantillon ml	Plage de teneur en fer mg/l
100	0,05-1,0
50	1,2 -2,0
25	2,0 -4,0

Introduire l'échantillon dans un ballon de 250 ml.

5.3. Ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique concentré et mélanger.

5.4. Ajouter 1 ml de solution de chlorhydrate d'hydroxylamine et mélanger.

5.5. Amener la solution à ébullition et l'y maintenir pendant 5 minutes. On évite des projections de gouttelettes et des soubresauts du liquide bouillant en disposant une toile métallique au-dessus de la plaque chauffante électrique ou du brûleur à gaz et en plaçant ensuite le fond du ballon sur ce treillis. Une précaution supplémentaire consiste à ajouter 4 ou 5 billes de verre dans le ballon, ou à y placer un agitateur de verre.

5.6. Refroidir l'échantillon jusqu'à température ambiante.

- 5.7. Transférer l'échantillon dans un tube Nessler de 100 ml. Rincer le ballon, les billes de verre et l'agitateur avec 5-10 ml d'eau distillée, qu'on récupérera dans le tube Nessler.
- 5.8. Ajouter assez d'eau distillée pour amener le volume à la marque de 100 ml.
- 5.9. Ajouter, à l'aide d'une pipette de mesure, 10 ml de solution tampon d'acétate dans l'échantillon et dans la série de standards préparés au point 5.1.; mélanger soigneusement en retournant chaque tube quatre à six fois.
- 5.10. Ajouter, à l'aide d'une pipette de mesure, 5 ml de solution de phénantroline et mélanger soigneusement en retournant chaque tube quatre à six fois.
- 5.11. Laisser reposer les tubes pendant 15 minutes au moins, pour permettre à la coloration de se développer.
- 5.12. Comparer l'échantillon aux standards, et déduire de la couleur rose la quantité de fer total présent.
- 5.13. Calculer les mg/l de fer total en multipliant le résultat obtenu au point 5.12. par le facteur approprié :

Volume d'échantillon ml	Multiplier les mg/l de fer par
100	1
50	2
25	4

## JAR TESTS

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Un des objectifs visés par les stations de traitement d'eau, est de produire une eau traitée qui soit claire et incolore, donc d'apparence et de goût acceptables pour le consommateur.

Les eaux de surface contiennent en général de la matière en suspension, qu'on désigne sous le nom de turbidité (des souillures en grande partie), et qui varie en taille et en quantité. Lorsqu'une eau trouble et non trai-

tée passe telle quelle à travers un filtre rapide à sable, seule une partie de la saleté est éliminée. L'élimination de la turbidité est améliorée si l'on ajoute à l'eau un flocculant comme le sulfate d'aluminium; on le mélange vivement pendant un bref instant puis on remue lentement pendant un temps un peu plus long (on appelle ce procédé la floculation ou la coagulation); on laisse ensuite reposer la solution pendant une période plus longue encore. Pendant ces étapes, le flocculant forme un "floc" qui attire et piège comme dans un filet les petites particules de couleur, de saleté, d'algues et d'autres matières. La combinaison résultante de floc et de particules est plus lourde que l'eau; elle se dépose en grande partie dans les chambres de décantation. La partie non décantée, composée maintenant de particules de plus grande taille que la turbidité originale, est, plus facilement qu'avant, éliminée par un filtre à sable. Ainsi donc la floculation transforme un "brouillard" de turbidité mal décantable et mal filtrable en une "tempête de neige" de particules bien plus grandes qui se déposent et filtrent de manière satisfaisante.

L'alcalinité et le pH influencent tous les deux le processus de floculation. La couleur est souvent plus facilement éliminée en pH acide, à la suite de quoi l'eau est généralement rendue alcaline. A l'opposé on coagule généralement la turbidité en milieu alcalin. Il faut cependant insister sur le fait que tous les flocculants ne réagissent pas de la même façon au même pH.

La dissolution du sulfate d'aluminium dans l'eau produit de l'acide; or il faut la présence d'un composé alcalin pour former le floc d'alun. Si le composé basique n'existe pas naturellement dans l'eau, il faut l'y ajouter artificiellement. De la chaux et du carbonate de soude sont souvent ajoutés à des eaux douces contenant moins de 25 mg/l d'alcalinité totale. Chaque 1 mg/l d'alun est neutralisé par 0,25 mg/l de chaux pure, ou par 0,46 mg/l de carbonate de sodium pur.

Les jar tests sont prévus pour montrer le type et l'importance du traitement chimique qui s'avérera efficace dans la station. Bien des produits chimiques ajoutés à une source d'alimentation d'eau peuvent être approximativement dosés, à l'échelle du laboratoire, au moyen des jar tests. Parmi les plus importants de ces produits chimiques, citons les flocculants, les adjuvants de floculation, les composés alcalins, les produits d'adoucisement et le charbon actif pour l'élimination des goûts et des odeurs. Lorsque l'on ajoute des flocculants pendant le jar test, on peut, pour décrire

l'opération, utiliser les termes d'essai de floculation ou d'essai de coagulation.

L'essai de floculation tente de recréer les conditions d'addition du flocculant, de mélange rapide, de floculation et de décantation qui existent dans une station donnée. Par ce moyen, l'opérateur peut déterminer le dosage correct à appliquer à la station quand des variations de turbidité, de couleur ou d'autres facteurs, imposent un changement dans le dosage du flocculant. Le test permet aussi d'évaluer les mérites relatifs des flocculants d'aluminium et de fer, seuls ou en conjonction avec des adjuvants de floculation tels la silice activée, les polyélectrolytes, les argiles, la poussière de pierre, le charbon actif, les boues décantées, la chaux et le carbonate de soude. Les résultats du test sont de grande valeur pour l'élaboration de nouvelles installations, au sujet desquelles aucune information préalable n'est disponible, quant au flocculant le mieux adapté à l'eau et au floc auquel on doit s'attendre. Semblablement, le test peut démontrer le bien-fondé et la nécessité de moderniser une ancienne station par l'installation de mélangeurs rapides ou de flocculateurs mécaniques améliorés, et par la transformation des bassins de décantation.

## 2. AVERTISSEMENT

Même le plus petit détail peut grandement influencer les résultats d'un jar test. Par conséquent, on manipulera de manière aussi identique que possible tous les échantillons subissant une série d'examen.

Le but à atteindre déterminera les conditions expérimentales, telles la vitesse d'agitation ou la longueur des phases de mélange rapide, de floculation et de décantation. Les diverses conditions décrites dans le mode opératoire suivant donnent un bon point de départ au laboratoire qui pratiquerait ce test pour la première fois. Tout ou partie des temps et vitesses peuvent devoir être modifiés pour refléter les insuffisances d'une vieille installation ou la marche améliorée d'une installation nouvelle ou transformée.

La température jouant un rôle important dans la floculation, les échantillons d'eau brute ne seront prélevés et leur volume mesuré qu'après achèvement de tous les autres préparatifs, afin de réduire les effets que la température ambiante pourrait avoir sur l'échantillon.



### 3. APPAREILLAGE

3.1. Un dispositif d'agitation à trois ou six ailettes, capable de fonctionner à différentes vitesses (de 0 à 100 tours par minute). Des bancs d'agitation, comme celui illustré à la figure 6 sont disponibles dans le commerce; ils sont en général supérieurs aux équipements "maison" similaires, qui peuvent demander un temps de construction considérable à un mécanicien.

3.2. Une rampe lumineuse. Cet objet, situé à la base de l'agitateur de laboratoire présenté à la figure 6, permet d'observer les petites particules de floc.

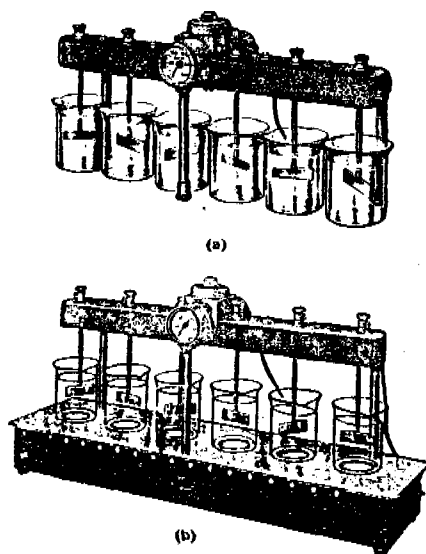


FIG. 6. agitateur pour les jar tests

Légende : a) *dispositif d'agitation* b) *rampe lumineuse avec agitateur en place*

3.3. Des bécjers de 1500 ml, de forme basse, en pyrex. Des bécjers de 500 ml ou d'autre capacité peuvent être employés avec des dispositifs d'agitation plus petits.

3.4. Un seau de ménage en plastique, de capacité supérieure à 10 litres pour prélever l'échantillon.

3.5. Un cylindre gradué de 1000 ml. Un cylindre gradué de 500 ml peut être employé pour mesurer des échantillons en relation avec de plus petits béchers.

3.6. Des pipettes de mesure de 1,5 et 10 ml, toutes graduées en intervalles de 0,1 ml pour introduire rapidement des doses de flocculant, des suspensions ou d'autres solutions nécessaires, dans les échantillons. Rincer parfaitement ces pipettes à l'eau du robinet ou à l'eau distillée pour empêcher que le flocculant, les suspensions ou d'autres solutions utilisées ne s'agglomèrent.

3.7. Une pipette de 100 ml pour retirer l'échantillon flocculé et adouci.

3.8. Des appareillages pour déterminer la couleur, la turbidité, le pH, ainsi que l'alcalinité totale et à la phénolphthaléine.

3.9. Un appareillage spécial pour l'essai d'adoucisement :

a) un entonnoir à filtrer

b) des filtres en papier de finesse moyenne. Les filtres Whatman No 40, ou Schleicher & Schull No 529 conviennent bien.

3.10. Un appareillage spécial pour l'essai d'élimination du goût et de l'odeur au moyen de charbon actif :

a) un tube filtrant

b) de la laine de verre, qu'on lavera soigneusement avec de l'eau exempte d'odeur.

#### 4. SOLUTIONS ET SUSPENSIONS DE DOSAGE

Un certain nombre de produits chimiques, ainsi que d'autres matériaux, sont employés dans la floculation d'eaux troubles ou colorées. Ils se répartissent en trois catégories : les flocculants, les adjuvants de floculation et les agents d'alcalinité.

Les flocculants habituels sont : le sulfate d'aluminium  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$ ; le sulfate ferreux,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ; le sulfate ferrique  $Fe_2(SO_4)_3$  et l'aluminate de sodium,  $NaAlO_2$ .

Les adjuvants de floculation comprennent : la silice activée; les corps organiques de synthèse connus sous le nom de polyélectrolytes; l'argile, le kaolin et la poussière de pierre.

L'alcalinité est indispensable pour que le flocculant donne le floc d'oxydes hydratés souhaité. Une petite quantité de base forte est ajoutée à de l'eau douce pour fournir l'alcalinité indispensable. Les produits utilisés dans ce but sont : l'oxyde de calcium (appelé aussi chaux ou chaux vive)  $\text{CaO}$ ; l'hydroxyde de calcium (appelé aussi chaux éteinte),  $\text{Ca(OH)}_2$  et le carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Les solutions ou les suspensions de dosage seront préparées à partir des produits mères effectivement utilisés dans les traitements effectués en station. L'eau distillée nécessaire à la préparation des suspensions de chaux sera bouillie pendant 15 minutes pour en chasser l'anhydride carbonique, puis sera refroidie jusqu'à température ambiante avant qu'on y ajoute la chaux.

#### 4.1. Solution ou suspension de dosage de flocculant :

- a) Peser 10,0 g de substance et les dissoudre, ou les mettre en suspension, dans 1 litre d'eau distillée. Noter la date de préparation sur l'étiquette de la bouteille.
- b) Agiter la suspension avant l'emploi.
- c) Chaque portion de 0,1 ml de cette solution, ou suspension, représente une dose de 1 mg/l lorsqu'elle est additionnée à un échantillon d'eau de 1 litre, alors que chaque portion de 1,0 ml de solution de dosage représente une dose de 10 mg/l dans 1 litre d'échantillon (le paragraphe 6, indique la marche à suivre lors de l'emploi de cette suspension).

Remarque : Si l'on emploie 1,71 g de produit au point 4.1.(a) chaque 1,0 ml de solution résultante représente une dose de 1 grain par US gallon lorsqu'on l'ajoute à 1 litre d'échantillon; si on en utilise 14,3 g au point 4.1.(a), chaque 1,0 ml représente 1 grain par Imperial gallon lorsqu'on l'ajoute à 1 litre d'échantillon.

4.2. Solution de dosage de silice activée. La silice activée est préparée par acidification d'une solution mère de silice au moyen d'un quelconque des produits suivants : sulfate d'ammonium, sulfate d'aluminium, acide sulfurique, dioxyde de soufre, chlore ou anhydride carbonique. Les produits disponibles dans une station particulière de traitement dictent, dans une large mesure, le choix de l'agent acidifiant. La silice activée est préparée en deux étapes. On prépare d'abord la solution alcaline de silicate de sodium, puis on la fait réagir avec la substance acidifiante pour former la solution de silice activée. A titre d'exemple, dans ce mode opératoire, on a choisi le sulfate d'ammonium comme agent acidifiant :

- a) Solution mère de silicate de sodium. Peser 348,4 g de solution de silicate de sodium (solution de silicate de sodium, marque "N", produit par Philadelphia Quartz Co. Philadelphia, Pa.). Les dissoudre dans 500 ml d'eau distillée. Diluer à 1 litre avec de l'eau distillée. Cette solution se conserve indéfiniment.
- b) Solution mère de sulfate d'ammonium. Peser 66,0 g de sulfate d'ammonium,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Les dissoudre dans 980 ml d'eau distillée. Cette solution se conserve indéfiniment.
- c) Préparation de la solution de silice activée :
- 1) Introduire 20 ml d'eau distillée dans un cylindre de 100 ml. Y ajouter 10 ml de solution mère de silicate de sodium et retourner le cylindre quatre fois pour que le mélange se fasse bien.
  - 2) Ajouter 10 ml de solution mère de sulfate d'ammonium et mélanger en retournant une dizaine de fois le cylindre. Laisser reposer cette solution pendant 5 minutes. Diluer à 100 ml avec de l'eau distillée et mélanger en retournant le cylindre une dizaine de fois. La solution de silice activée est à refaire chaque jour.
  - 3) Chaque portion de 0,1 ml de cette solution de silice activée représente une dose de 1 mg/l lorsqu'on l'ajoute à 1 litre d'échantillon d'eau, alors que chaque portion de 1,0 ml de solution de silice activée représente une dose de 10 mg/l dans 1 litre d'échantillon. Le paragraphe 6.14.(c) donne la marche à suivre en cas d'utilisation de cette solution.

#### 4.3. Suspension de dosage de charbon actif :

- a) Peser 1,0 g de charbon actif. Introduire avec soin la poudre une fois pesée dans une bouteille à bouchon de verre.
- b) Ajouter 1000 ml d'eau exempte d'odeur. Boucher puis secouer vigoureusement la bouteille, pour mettre tout le charbon parfaitement en suspension. Secouer la suspension immédiatement avant l'emploi.
- c) Chaque portion de 1 ml de cette suspension représente une dose de 1 mg/l lorsqu'on l'ajoute à 1 litre d'échantillon d'eau. (Le paragraphe 8 indique la marche à suivre en cas d'utilisation de cette suspension).

4.4. On préparera les solutions ou suspensions de dosage à la fréquence suivante (pour prévenir l'oxydation ou la carbonatation des solutions à préparer chaque jour ou chaque semaine, on munira leurs bouteilles de bouchons étanches à l'air) :

- a) Journalière : sulfate ferreux, silice activée, sulfate ferrique, chaux et aluminat de sodium.
- b) Hebdomadaire : carbonate de sodium, polyélectrolytes.
- c) Mensuelle : argile, kaolin, poussière de pierre.
- d) Semestrielle : sulfate d'aluminium, charbon actif.

## 5. REACTIFS

Voir aux paragraphes correspondants de ce Manuel tout ce qui concerne les réactifs utilisés pour la détermination de la couleur, de la turbidité, du pH, de l'alcalinité totale et à la phénolphtaléine, de la dureté, du calcium et de l'anhydride carbonique libre, lorsque ces analyses sont nécessaires.

## 6. MARCHE A SUIVRE POUR L'ESSAI RELATIF AU TRAITEMENT DE FLOCCULATION

Le mode opératoire de base est décrit aux paragraphes 6.1. à 6.13. Des variantes sont examinées au paragraphe 6.14, qui comportent l'adjonction d'agents alcalins, de suspensions d'argile ou de silice activée. Si l'eau contient une couleur naturelle, ajouter la dose d'alun avant les autres agents ou adjuvants de floculation.

6.1. Rincer six béciers de 1500 ml à l'eau courante et les laisser quelques minutes à l'envers, le fond en haut, pour que l'eau s'en écoule. On frottera les béciers qui ont été employés pendant plusieurs jours, à l'intérieur et à l'extérieur, avec une brosse et un détergent de ménage pour la vaisselle; on terminera par un rinçage soigneux à l'eau courante.

6.2. Nettoyer les ailettes du dispositif d'agitation avec un chiffon humide.

6.3. Prélever un échantillon d'eau brute et effectuer toutes les manipulations correspondant aux points 6.4. à 6.8. en vingt minutes au plus. Si, durant cette étape critique, le travail doit être interrompu, on jettera l'échantillon pour en prélever un nouveau. Sans cela, le dépôt d'une forte turbidité et l'augmentation de température de l'échantillon au contact de la chaleur du laboratoire peuvent provoquer des résultats erronés.

6.4. Redresser les béciers, et ajouter à chacun plus d'un litre d'eau brute.

6.5. Prendre un bécier à la fois et transvaser de l'eau brute du bécier dans un cylindre gradué de 1 litre, et vice versa. Remplir finalement le cylindre jusqu'à la marque de 1 litre et rejeter l'excès d'eau brute du bécier. Remettre l'échantillon de 1 litre dans le bécier.

- 6.6. Placer tous les béchers qui contiennent les échantillons mesurés de 1 litre sous le dispositif d'agitation.
- 6.7. Ajouter, aussi rapidement que possible, des doses croissantes de solution de floculant (4.1.) à l'aide d'une pipette de mesure. Choisir une série de doses telle que le premier bécher soit insuffisamment traité et que le dernier le soit trop. Si l'on a mis au point une série convenable, la succession des béchers montrera une floculation mauvaise, passable, bonne et excellente à la fin de l'essai. Il faudra répéter une fois ou deux le jar test, pour s'assurer de la série exacte de doses qui mène aux résultats souhaités. (Suggérer, dans ce Manuel, une série spécifique de doses de floculant est inopportun, car la floculation est fonction du pH, de l'importance de la turbidité, de la couleur et de l'alcalinité, de la quantité de minéraux dissous dans l'eau aussi bien que de la nature du floculant).
- 6.8. Abaisser les ailettes des agitateurs dans les béchers, mettre en marche le dispositif d'agitation et le laisser fonctionner pendant une minute à une vitesse de 60 à 80 tours par minute.
- 6.9. Durant les 30 secondes suivantes ramener la vitesse d'agitation à 30 tours par minute et poursuivre l'agitation à cette vitesse durant 15 minutes exactement. (Une discussion des variations du temps d'agitation est présentée au paragraphe 9.1.).
- 6.10. Surveiller dans chaque bécher l'apparition d'un floc très fin et relever le temps et l'ordre d'apparition de ce floc.
- 6.11. Arrêter le dispositif d'agitation et laisser les échantillons se décantent pendant 5, 15, 30 ou 60 minutes. Observer le floc et relever l'ordre dans lequel se fait la décantation. Qualifier les résultats de mauvais, passables, bons et excellents. Un échantillon trouble est signe d'une mauvaise floculation. Une eau convenablement floculée contient des particules de floc bien formées et un liquide clair entre elles. La plus faible dose de coagulant qui fasse disparaître la turbidité pendant le jar test sera essayée la première, dans les opérations à l'échelle de la station. (Une discussion des variations du temps de décantation est présentée au paragraphe 9.2.).
- 6.12. Retirer, à l'aide d'une pipette de 100 ml, une portion d'échantillon prise dans les 4 cm supérieurs de chacun des béchers.
- 6.13. En se rapportant aux instructions données dans les paragraphes correspondants de ce Manuel, déterminer la couleur, la turbidité, le pH ainsi que l'alcalinité totale et à la phénolphtaléine de l'échantillon floculé.

6.14. Variantes comportant l'adjonction d'autres agents :

- a) Adjonction d'agents alcalins. Lorsqu'une eau n'est pas suffisamment alcaline de nature, on lui ajoute de la solution de dosage de chaux, de carbonate de soude ou des deux. On aura soin de bien agiter ces solutions. (La préparation s'effectue comme décrit au paragraphe 4.1.; le tableau 3 renseigne sur les quantités de chaux et de soude à employer pour neutraliser les divers floculants). Déterminer expérimentalement si la chaux ou le carbonate de soude doivent être ajoutés avant ou après le floculant pour obtenir les meilleurs résultats. Suivre ensuite le mode opératoire des paragraphes 6.1. à 6.13.
- b) Adjonction de suspensions d'argile. Là où on emploie de l'argile pour améliorer la floculation d'eau de faible turbidité, ajouter une suspension de dosage d'argile, de kaolin ou de poussière de pierre (préparée selon la description du paragraphe 4.1.), et cela juste avant l'adjonction de floculant. On aura soin de bien agiter cette suspension. Suivre ensuite le mode opératoire des paragraphes 6.1. à 6.13.
- c) Adjonction de silice activée. Là où on emploie de la silice activée comme adjuvant de floculation, utiliser la solution de silice activée (4.2.) en quantité choisie pour obtenir des teneurs en ce produit situées entre 1 et 7 mg/l. En moyenne, des teneurs en silice activée de 2 à 5 mg/l donnent de bons résultats. Déterminer expérimentalement si la solution de silice activée doit être ajoutée avant ou après le floculant pour obtenir les meilleurs résultats. Suivre ensuite le mode opératoire des paragraphes 6.1. à 6.13.

## 7. MARCHE A SUIVRE POUR L'ESSAI RELATIF AU TRAITEMENT ADOUCISSANT A LA CHAUX ET AU CARBONATE DE SOUDE

7.1. Déterminer la dureté, l'alcalinité totale et à la phénolphthaléine, la teneur en calcium est celle en anhydride carbonique en se référant aux paragraphes correspondants de ce Manuel.

7.2. Calculer les dosages chimiques de chaux, de carbonate de sodium, ou des deux, nécessaires à l'adoucissement de l'eau (le tableau 4 donne les exigences chimiques de chaque constituant). Préparer, sur la base de ces calculs, des suspensions de dosage appropriées, selon les indications du paragraphe 4.1.

- 7.3. Dans un cylindre gradué, mesurer des échantillons de 1 litre d'eau brute et les introduire dans un ou plusieurs béciers de 1500 ml.
- 7.4. Abaisser les ailettes de l'agitateur dans l'échantillon, enclencher le dispositif d'agitation et fixer la vitesse à 30 tours par minute.
- 7.5. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter la suspension de dosage de chaux et, le cas échéant, la solution de dosage de carbonate de soude, après les avoir bien mélangées.
- 7.6. Maintenir la vitesse d'agitation à 30 tours par minute durant 30 minutes.
- 7.7. Arrêter le dispositif d'agitation et laisser l'échantillon se déposer jusqu'à ce que le liquide devienne à peu près clair (10 à 15 minutes d'habitude).
- 7.8. Retirer, à l'aide d'une pipette de 100 ml, deux ou trois portions prises dans les 7,5 cm supérieurs du bécier.
- 7.9. Chauffer, à une température de 25<sup>0</sup>C, les portions retirées, qu'on aura combinées.
- 7.10. Filtrer à travers un papier filtre de finesse moyenne.
- 7.11. Déterminer la dureté, l'alcalinité totale et à la phénolphtaléine, ainsi que le pH, comme il est indiqué dans ce Manuel.

#### 8. MARCHE A SUIVRE POUR L'ESSAI RELATIF AU TRAITEMENT PAR CHARBON ACTIF

- 8.1. Nettoyer et récurer les béciers, tubes filtrants, seau de prélèvement et ailettes du dispositif d'agitation au moyen d'un détergent exempt d'odeur. Rincer soigneusement à l'eau exempte d'odeur.
- 8.2. Dans un cylindre gradué, mesurer des échantillons de 1 litre d'eau chargée d'odeur et prélevée en un point de la station situé juste en amont de celui où l'on introduit le charbon.
- 8.3. Verser les échantillons d'eau chargée d'odeur dans cinq béciers distincts. Utiliser l'un d'entre eux comme témoin.
- 8.4. Bien agiter la suspension de dosage de charbon actif et en ajouter, à l'aide d'une pipette de mesure, des doses croissantes à quatre des échantillons. Choisir une série de doses telle que le premier bécier soit insuffisamment traité et que le dernier le soit trop. Il faudra répéter une ou deux fois le jar test pour être sûr des doses exactes qui mènent aux résultats souhaités.



Tableau 3

Produits alcalins nécessités pour neutraliser les floculants

La neutralisation de 1 mg/l des substances suivantes: .	EXIGE LA QUANTITE SUIVANTE DE :				
	Chaux pure mg/l	Chaux vive commerciale (pureté 90%) mg/l	Chaux éteinte commerciale (pureté 93%) mg/l	Carbonate de soude pur mg/l	Carbonate de soude commercial (pureté 98%) mg/l
Sulfate d'aluminium	0,25	0,28	0,35	0,48	0,49
Sulfate ferreux	0,20	0,22	0,28	0,38	0,39
Sulfate ferrique (90%)	0,38	0,42	0,54	0,72	0,73
Sulfate ferrique-Chlorure ferrique	0,30	0,33	0,42	0,57	0,58

Tableau 4

Produits adoucissants nécessités pour abaisser la dureté

La diminution de 1 mg/l de la teneur en :	EXIGE LA QUANTITE SUIVANTE DE :				
	Chaux pure mg/l	Chaux vive commerciale (pureté 90%) mg/l	Chaux éteinte commerciale (pureté 93%) mg/l	Carbonate de soude pur mg/l	Carbonate de soude commercial (pureté 98%) mg/l
Dureté non carbonatée*				1,06	1,08
Dureté bicarbonatée <sup>†</sup>	0,56	0,62	0,79		
Anhydride carbonique libre	1,27	1,41	1,79		
Magnésium <sup>‡</sup>	2,31	2,56	3,26		

+ Identique à l'alcalinité bicarbonatée (voir chapitre "Alcalinité", tableau 1). Les concentrations sont exprimées en mg/l de carbonate de calcium.

\* La dureté non carbonatée existe si la dureté totale excède l'alcalinité totale; on la calcule en soustrayant l'alcalinité totale de la dureté totale mesurée par l'EDTA (lorsqu'on exprime les deux termes en "mg/l de carbonate de calcium").

† Pour calculer la teneur en magnésium, en mg/l, soustraire la dureté calcique (en "mg/l de carbonate de calcium") de la dureté totale en "mg/l de carbonate de calcium") et multiplier le résultat par 0,243.

8.5. Abaisser les ailettes de l'agitateur dans les échantillons, enclencher le dispositif d'agitation, et mélanger les échantillons pendant 30 minutes à la vitesse de 30 tours par minute.

8.6. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter à chacun des cinq échantillons (y compris le témoin), la même quantité de floculant; procéder de même avec les autres produits utilisés lors du traitement en station.

8.7. Augmenter la vitesse de mélange jusqu'à 60 à 80 tours par minute, pendant 1 minute.

8.8. Durant les 30 secondes suivantes ramener la vitesse d'agitation à 30 tours par minute et poursuivre l'agitation à 30 tours par minute durant 15 minutes.

8.9. Arrêter le dispositif d'agitation et laisser décanter les échantillons pendant 5 à 15 minutes.

8.10. Filtrer chacun des échantillons à travers un tube filtrant muni d'un généreux tampon de laine de verre, qui aura été préalablement lavé avec de l'eau exempte d'odeur.

8.11. Déterminer les qualités de goût et d'odeur de chaque filtrat, comme indiqué au chapitre Saveur et odeur, paragraphe 5.

8.12. Sur la base de cet essai de laboratoire, commencer le traitement à l'échelle de la station, avec le dosage minimum qui produira une eau satisfaisante. Par des essais en station, réduire le dosage de charbon actif jusqu'à atteindre la dose la plus petite compatible avec les exigences du goût.

## 9. APPLICATION PRATIQUE DES JAR TESTS

9.1. Variation du temps d'agitation. Le mode opératoire prescrit un temps d'agitation d'exactly 15 minutes à 30 t/min. Cette disposition arbitraire

n'a de sens réel que lorsque deux stations de traitement d'eau, situées à quelque distance l'une de l'autre, désirent comparer des recherches sur un floculant ou un adjuvant de floculation particulier. Les 15 minutes de temps d'agitation seront trop courtes dans des stations où le temps de floculation est de 40 à 60 minutes, et trop longues dans de vieilles installations où l'on ne flocule que pendant 5 minutes. L'opérateur allongera ou raccourcira la période d'agitation de 15 minutes afin d'être en accord avec le temps de floculation utilisé dans la station.

Les conditions de fonctionnement de la station peuvent aussi dicter un changement du temps d'agitation en laboratoire. Par exemple, le temps de floculation dans une station traitant  $20'000 \text{ m}^3$  d'eau par jour en hiver, peut être de 40 minutes, alors qu'un débit de pompage de  $40'000 \text{ m}^3/\text{j}$  en été, ramènera la durée de floculation à 20 minutes. Le temps d'agitation sera, dans le second cas, réduit proportionnellement. De semblables ajustements vers le bas seront effectués lorsqu'une station possède trois bassins de floculation-décantation en parallèle, avec une durée normale de floculation de 30 minutes, mais que l'un des bassins est mis hors-service pour réparation ou nettoyage, ce qui réduit en conséquence la durée effective de la floculation.

9.2. Variation du temps de décantation. Une période de décantation de 5 minutes peut être utile pour confirmer une décision prise à la fin de la période d'agitation. Un échantillon peut, par exemple, sembler prometteur durant l'agitation; cependant, après que cette dernière a cessé, le floc volumineux peut ne pas se déposer pendant 10 à 20 minutes. A l'inverse, un échantillon ayant reçu une dose plus importante de floculant, et qui aurait exactement le même aspect durant l'agitation, commencera à décanter convenablement après moins de 5 minutes, et montrera rapidement une pellicule d'eau claire d'un centimètre environ à la surface du bécber. Dans un tel cas, le dosage plus important pourrait être préférable. L'idée générale est d'employer, dans les opérations de station, le dosage le plus faible qui donne un floc bien formé, qui décanse rapidement, et qui laisse voir de l'eau claire entre les agrégats.

9.3. Comparaison de divers floculants. Lorsqu'on a trouvé le dosage optimum pour chacun des floculants testés, on peut entreprendre un jar test final dans lequel chaque floculant soit employé à son dosage optimum dans un bécber distinct. A l'issue de l'essai, on peut comparer les floculants sur la base de la vitesse de formation du floc, de sa taille, de son abondance, de sa vitesse de décantation, de la limpidité apparente de l'eau entre les agrégats de floc, de la turbidité, du pH, de l'alcalinité, de la couleur de

l'eau après décantation et du coût, par millier ou million de litres.

9.4. Evaluation du besoin en adjuvant de floculation. Des eaux très troubles flocculent généralement bien, en hiver comme en été; cependant que des eaux relativement claires et froides, posent des problèmes de floculation par suite du manque de noyaux de coagulation et de la température basse qui ralentit le processus de floculation. Une turbidité colloïdale, semblable à de l'argile et survenant en hiver, peut être particulièrement ennuyeuse. Dans ces conditions, la silice activée et un certain nombre de produits commerciaux, regroupés sous le nom vague de "polyélectrolytes", se sont révélés être des agents efficaces.

La silice activée est souvent employée comme adjuvant de floculation avec le sulfate d'aluminium. Pour vérifier le besoin et l'efficacité de cette combinaison-ci de floculant, ou de n'importe quelle autre, on effectue un jar test dans les conditions habituelles, en n'employant que l'alun de floculation seul dans la première série. On détermine le dosage d'alun optimum ainsi que la turbidité de l'eau après décantation. L'essai est ensuite répété en ajoutant 5 mg/l de suspension de silice activée à chaque échantillon de 1000 ml d'eau brute, avant l'addition des différentes doses d'alun. La série d'essais est répétée une troisième fois, et la silice activée ajoutée après les différentes doses d'alun. Les résultats de toutes ces manipulations révèlent si l'utilisation de silice activée améliore effectivement la floculation, par formation plus rapide d'un floc plus volumineux, plus résistant et se déposant plus vite. On notera l'ordre le plus favorable d'addition de la silice activée, ainsi que toute économie dans le dosage de l'alun. On procède finalement à une quatrième série d'essais afin de déterminer le dosage optimum de silice activée. On introduit dans tous les échantillons la même dose économique d'alun; seule varie, entre 1 et 7 mg/l, la dose de silice activée, qu'on ajoute avant ou après l'alun, selon ce qui est le mieux au vu des essais précédents.

9.5. Vérification de l'efficacité d'une station de traitement des eaux. Les jar tests peuvent aider à mettre à jour les lacunes dans la conception d'une station. On effectue la première série d'expériences dans les conditions de fonctionnement effectives de la station pour déterminer la dose réelle de floculant nécessaire à la marche de la station. La dose de floculant optimum, dans le cas de la station, qu'on a trouvée lors de la première série d'essais, est ajoutée à tous les béciers, lors d'une seconde série d'essais; pendant une période de 40 minutes, les béciers sont retirés un à un du dispositif d'agitation, à intervalles de 5 à 10 minutes, afin de trouver la meilleure

durée d'agitation. On utilise la période d'agitation optimum, trouvée lors de la seconde série pour effectuer une troisième série d'essais, comprenant l'addition de doses variées de flocculant pour voir si un dosage plus économique de flocculant ne peut pas être employé avec le nouveau temps d'agitation. Ces expériences peuvent révéler des imperfections dans les processus de mélange, de floculation, et de décantation d'une ancienne installation; elles peuvent révéler le besoin d'introduire des améliorations telles que des doseurs de flocculant plus précis, un meilleur équipement de mélange mécanique et de floculation ainsi que des temps plus longs de mélange, de floculation et de décantation. Toute conclusion tirée d'une série de jar tests devrait, évidemment, être rapportée et limitée à la station particulière de traitement et à la source d'eau considérée. A ce point de vue, des généralisations à toutes les stations et sources d'eau peuvent se révéler dangereuses.

9.6. Réactions d'adoucissement. Au moyen du jar test, on peut vérifier les dosages calculés de chaux et de carbonate de sodium nécessaires au traitement en station. On emploie une agitation douce tout au long du jar test d'adoucissement à cause de la lenteur de la réaction entre les composants de la dureté et la chaux ou le carbonate de sodium.

Une discussion complète des divers traitements d'adoucissement à la chaux et au carbonate de soude irait au-delà des objectifs de ce livre. Le traitement d'adoucissement doit être adapté à la source d'eau particulière. La pratique habituelle est d'adoucir une eau jusqu'à une dureté de 50 à 100 mg/l exprimée en carbonate de calcium, et de réduire la dureté carbonatée, exprimée en carbonate de calcium, à 35 à 40 mg/l. Le carbonate de soude est le produit d'adoucissement le plus coûteux; on le réserve, d'habitude, à l'élimination de la dureté non carbonatée. Le tableau 3 indique comment calculer les quantités requises approximatives de produit d'adoucissement.

## MANGANESE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Le manganèse provoque des taches et cause des problèmes de buanderie semblables à ceux du fer, quoique les taches et les dépôts soient plus foncés et souvent plus tenaces. Les problèmes sont accentués par le fait que le manganèse se trouve rarement seul mais qu'il coexiste, d'habitude, avec le fer,

spécialement dans les eaux de puits. On prévoit des étapes d'élimination chaque fois que la concentration en manganèse atteint un niveau gênant; ce dernier peut n'être que de 0,1 mg/l.

## 2. AVERTISSEMENT

Rares sont les constituants habituels de l'eau naturelle qui affectent l'analyse. L'échantillon doit être exempt de turbidité ou de couleur, qui ne peuvent pas être éliminées par l'ébullition préliminaire décrite au point 5.4. On consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour trouver des indications sur la façon de traiter des échantillons qui contiennent beaucoup de matière organique, ou dont la teneur en chlorures est supérieure à 1000 mg/l.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins 10 erlenmeyers de 250 ml.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour la solution standard de manganèse.
- 3.3. Un cylindre gradué de 100 ml pour l'eau distillée et l'échantillon.
- 3.4. Une pipette pour l'emploi de la solution réactive mixte.
- 3.5. Un brûleur à gaz ou une plaque chauffante électrique.
- 3.6. Au moins un carré de toile métallique de 20 mesh.
- 3.7. Des billes de verre.
- 3.8. Au moins un agitateur de verre.
- 3.9. Au moins dix tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute, et un support.
- 3.10. Une pissette d'eau pour rincer le ballon, les billes et l'agitateur.

## 4. REACTIFS

4.1. Solution mère de manganèse :

- a) Sur une balance analytique, peser 0,308 g de sulfate manganoux, monohydraté ( $MnSO_4 \cdot H_2O$ ). Introduire avec soin le produit pesé dans un bécher de 250 ml, et le dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- b) Ajouter prudemment 1 ml d'acide sulfurique concentré ( $H_2SO_4$ ) en mélangeant constamment.

c) Transférer la solution acide dans un jaugé de 1 litre et rincer le béc-  
cher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à  
1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.2. Solution standard de manganèse. A l'aide d'une pipette volumétrique,  
mesurer avec soin 10 ml de solution mère de manganèse, et les introduire  
dans un jaugé de 100 ml. Diluer à la marque de 100 ml avec de l'eau distil-  
lée. Boucher et mélanger soigneusement. La solution standard de manganèse  
étant d'une stabilité douteuse, on la préparera le jour même de l'emploi.

4.3. Solution réactive mixte :

- a) Dans un cylindre gradué de 500 ml, mesurer 200 ml d'eau distillée qu'on  
versera dans un béc-cher de 1500 ml.
- b) Dans le même cylindre gradué, mesurer 400 ml d'acide nitrique concen-  
tré.
- c) Tout en remuant d'une main, ajouter lentement et avec précaution, l'aci-  
de nitrique à l'eau distillée.
- d) Peser 75 g de sulfate mercurique ( $\text{HgSO}_4$ ) et les dissoudre dans la solu-  
tion (c).
- e) Dans le cylindre gradué de 500 ml, mesurer 200 ml d'acide phosphorique  
( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) à 85 pour cent; les mélanger à la solution (d).
- f) Sur une balance analytique, peser 0,035 g de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ );  
les ajouter à la solution (e) et mélanger pour les dissoudre.
- g) Laisser refroidir la solution (f) jusqu'à température ambiante. La trans-  
férer ensuite dans un cylindre gradué de 1 litre, et la diluer à la mar-  
que de 1 litre avec de l'eau distillée. Mélanger intimement en reversant  
la solution dans le béc-cher et en remuant.

4.4. Cristaux ou poudre de persulfate d'ammonium ( $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ).

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des standards de manganèse :

- a) Préparer la série suivante de standards de manganèse, en mesurant les vo-  
lumes indiqués de solution standard de manganèse (4.2.), et en les intro-  
duisant dans des ballons distincts de 250 ml.

Solution standard de manganèse ml	Teneur en manganèse mg/l
0	0
0,5	0,05
1,0	0,1
2,0	0,2
3,0	0,3
4,0	0,4
6,0	0,6
8,0	0,8
10,0	1,0

b) Dans un cylindre gradué, mesurer 75 ml d'eau distillée qu'on ajoutera à chacun des ballons.

5.2. Mélanger soigneusement l'échantillon et en mettre 100 ml dans un ballon de 250 ml, dont on aura préalablement marqué d'un trait le niveau correspondant à 90 ml.

5.3. Ajouter 5 ml de solution réactive mixte à l'échantillon.

5.4. Amener l'échantillon à ébullition, et l'y maintenir jusqu'à ce que le liquide atteigne le niveau de 90 ml. Eviter des projections de gouttelettes et des soubresauts du liquide bouillant en plaçant une toile métallique au-dessus de la plaque électrique ou du brûleur à gaz, et en posant ensuite le fond du ballon sur cette toile métallique. Une précaution supplémentaire consiste à ajouter 4 ou 5 billes de verre, ou un agitateur de verre, dans le ballon.

5.5. A chaque standard de manganèse, préparé au point 5.1., ajouter 5 ml de solution réactive mixte et mélanger.

5.6. Peser des portions de 1 g de cristaux de persulfate d'ammonium, et les ajouter à chaque standard de manganèse et à l'échantillon.

5.7. Amener à ébullition le contenu de chaque ballon et le laisser bouillir doucement pendant une minute. Une couleur rose-mauve va apparaître, à ce stade, dans les standards de manganèses.

5.8. Retirer chaque ballon de la source de chaleur et les laisser reposer une minute de plus.

5.9. Sous l'eau courante, refroidir chaque ballon jusqu'à température ambiante. Le faire sans retard, car un refroidissement lent peut provoquer la perte d'une partie de la couleur due au permanganate.



- 5.10. Transférer le contenu de chaque ballon dans un tube Nessler de 100 ml distinct. Rincer le ballon, les billes de verre et l'agitateur avec 5 à 10 ml d'eau distillée, qu'on récupérera dans le tube Nessler.
- 5.11. Ajouter assez d'eau distillée pour amener le volume à la marque de 100 ml.
- 5.12. Mélanger chaque tube Nessler en le retournant quatre à six fois.
- 5.13. Comparer l'échantillon aux standards, et déterminer, en se basant sur la couleur rose-pourpre, les mg/l de manganèse présent.

## OXYGENE (DISSOUS)

### 1. BUT DE L'ANALYSE

L'aération est un procédé répandu de traitement des eaux. On introduit de l'oxygène dans certaines eaux souterraines, comme première étape dans l'élimination du fer et du manganèse, avant la filtration. Dans certaines eaux de puits l'aération abaisse également la teneur en gaz dissous, tels l'acide carbonique et l'hydrogène sulfuré jusqu'à des niveaux commodes. Le goût et l'odeur de certaines sources d'eau sont améliorés par l'aération.

De l'eau, en contact étroit avec l'air, est souvent saturée en oxygène à la température régnant à cet endroit. A l'inverse, de l'eau qui n'a pas été en contact avec l'air (comme de l'eau de puits profonds ou de l'eau qui provient des couches profondes de lacs stratifiés), ne contiendra que peu ou pas d'oxygène dissous (OD). La teneur en OD peut aussi être accrue par l'oxygène que produisent les plantes aquatiques, en période d'activité photosynthétique. Une diminution de la teneur en OD d'une eau de surface peut être le fait d'une augmentation de température de l'eau, ou d'un accroissement de la charge polluante du cours d'eau.

Pour bien des raisons, la présence d'oxygène dissous dans l'eau est importante : les qualités de goût et d'odeur d'une eau en sont améliorées; les poissons, tout comme d'autres organismes plus petits qui vivent dans l'eau, ont besoin de OD pour survivre; enfin sa présence est source de corrosion, surtout dans les réseaux d'eau chaude.

## 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode (appelée modification à l'azoture de la méthode de Winkler), est applicable à la plupart des sources d'eau destinée à la consommation. On consultera la dernière édition du *Standard Methods*, si une eau contient plus de 0,1 mg/l d'azote sous forme de nitrate, ou plus de 1 mg/l de fer ferreux, ou qu'elle contient d'autres agents oxydants ou réducteurs.

Lors du choix du point d'échantillonnage, on ne perdra pas de vue que : l'échantillon doit être représentatif de la source d'eau; on prendra soin d'éviter l'introduction d'air dans l'eau au cours de toutes les opérations de pompage en amont du point de prélèvement. Le traitement de l'eau par le chlore ou le dioxyde de chlore avant l'échantillonnage, peut provoquer une erreur appréciable lors de la détermination, l'importance de l'erreur dépendant de la quantité de chlore résiduel. En conséquence, le lieu de prélèvement sera si possible situé en amont du point de chloration.

On consultera la dernière édition du *Standard Methods* au sujet des détails concernant les appareils spéciaux de prise d'échantillon destinés à des prélèvements dans des cours d'eau, des étangs, des réservoirs et d'autres lieux inhabituels.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins un flacon standard pour la mesure de l'oxygène dissous de 250 à 300 ml (fig. 1) à ouverture étroite et bouchon de verre.
- 3.2. Un cylindre gradué de 250 ml.
- 3.3. Au moins un ballon de 500 ml à ouverture large.
- 3.4. Une burette de 25 ml et son support.
- 3.5. Quatre pipettes de mesure pour transférer des portions de 2 ml des divers réactifs.

## 4. REACTIFS

4.1. Solution de sulfate manganéux :

- a) Peser 480 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , ou 400 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ou 364 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .
- b) Introduire le sel dans un bécher de 1500 ml et le dissoudre dans 600 ml d'eau distillée.

c) Diluer à 1000 ml avec de l'eau distillée dans un cylindre gradué de 1 litre. Mélanger soigneusement en reversant la solution dans le bécber et en remuant.

#### 4.2. Solution de soude, d'iodure et d'azoture :

- a) Peser 500 g de pastilles d'hydroxyde de sodium (NaOH), les introduire dans un bécber de 1500 ml et les dissoudre dans 600 ml d'eau distillée. On effectuera cette opération avec soin car il se dégage une forte quantité de vapeurs âcres et beaucoup de chaleur.
- b) Peser 150 g d'iodure de potassium (KI), les introduire dans un bécber de 250 ml et les dissoudre dans 150 ml d'eau distillée.
- c) Ajouter la solution (b) à la solution (a) en remuant constamment et soigneusement.
- d) Transférer la solution mixte (c) dans un cylindre gradué de 1 litre et diluer à la marque de 1000 ml avec de l'eau distillée. Mélanger soigneusement en reversant la solution dans le bécber et en remuant.
- e) Peser 10 g d'azoture de sodium ( $\text{NaN}_3$ ), les introduire dans un bécber de 150 ml et les dissoudre dans 40 ml d'eau distillée.
- f) Ajouter la solution (e) à la solution (d), en remuant constamment et soigneusement. On conservera ce mélange dans une bouteille munie d'un bouchon de caoutchouc ou de plastique.

#### 4.3. Acide sulfurique concentré, $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

#### 4.4. Solution indicatrice d'empois d'amidon :

- a) Peser 1 g d'amidon de pomme de terre, d'arrow-root ou d'amidon soluble, et l'introduire dans un bécber de 150 ml.
- b) Ajouter 10 ml d'eau distillée et remuer jusqu'à ce que l'amidon soit imbibé et qu'il forme une suspension d'apparence laiteuse.
- c) Verser cette suspension dans un bécber de 250 ml contenant 200 ml d'eau distillée bouillante. Faire bouillir la solution pendant 3 minutes en la remuant.
- d) Refroidir la solution et la laisser reposer pendant une nuit.
- e) Jeter le liquide clair. Préserver la solution en versant 4 gouttes de toluène. Eliminer cette solution lorsqu'apparaissent, à la base de la bouteille, des moisissures et des débris.

#### 4.5. Eau distillée bouillie. Suivre les indications données au chapitre

Anhydride carbonique, paragraphe 4.1. Préparer l'eau distillée bouillie immédiatement avant son emploi dans la préparation de la solution titrante de thiosulfate de sodium (4.6.).

#### 4.6. Solution titrante de thiosulfate de sodium, 0,0375 N :

- a) Sur une balance analytique, peser soigneusement 9,307 g de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) de qualité "pour analyse". Les introduire avec soin dans un bēcher de 600 ml et les dissoudre dans 300 ml d'eau distillée bouillie (4.5.). Si nécessaire, chauffer doucement pour dissoudre toute la matière solide.
- b) Transférer avec soin la solution refroidie dans un jaugé de 1 litre et rincer le bēcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée bouillie (4.5.).
- c) Préserver la solution titrante en lui ajoutant 0,4 g de pastilles d'hydroxyde de sodium. Mélanger le contenu du jaugé pour dissoudre les pastilles.
- d) Diluer à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée bouillie (4.5.). Boucher et mélanger soigneusement.

### 5. MODE OPERATOIRE

- 5.1. Prélever l'échantillon comme indiqué au chapitre Anhydride carbonique, paragraphe 5.1. et 5.2. Employer un flacon pour la mesure de l'oxygène dissous, de 250-300 ml de capacité, à ouverture étroite et bouchon de verre.
- 5.2. Mesurer la température de l'eau à échantillonner selon les indications du chapitre Température. Noter la température.
- 5.3. Enlever le bouchon de verre de la bouteille d'échantillon. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter 2 ml de solution de sulfate manganéux. Introduire le bout de la pipette sous la surface de l'eau, de façon à ce que le liquide dense s'écoule sans contact avec l'air.
- 5.4. De la même façon, ajouter 2 ml de solution de soude, d'iodure et d'azotate.
- 5.5. Replacer soigneusement le bouchon de verre, de façon à ne pas piéger d'air sous lui.
- 5.6. Pendant 3 minutes, mélanger en retournant plusieurs fois le flacon.
- 5.7. Laisser le précipité résultant se déposer au moins jusqu'à mi-hauteur du flacon.
- 5.8. Retourner le flacon plusieurs fois de plus, puis le mettre de côté jusqu'à ce que le précipité se soit déposé au moins jusqu'à mi-hauteur du flacon.
- 5.9. Enlever à nouveau le bouchon, et ajouter, à la pipette de mesure, 2 ml d'acide sulfurique concentré.

- 5.10. Replacer soigneusement le bouchon pour exclure toute entrée d'air dans la bouteille. Rincer l'extérieur du flacon bouché avec de l'eau du robinet. Mélanger ensuite, en retournant le flacon plusieurs fois, jusqu'à ce que le précipité se dissolve complètement et que la couleur brune ou jaune soit répartie uniformément.
- 5.11. Transférer tout le contenu du flacon de 300 ml pour la mesure de l'oxygène, dans un erlenmeyer de 500 ml à ouverture large.
- 5.12. Remplir la burette de solution titrante de thiosulfate de sodium, et relever le niveau du liquide en lisant à la base du ménisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas, ce qui, lorsqu'il est fermé, causerait des pertes de liquide titrant.
- 5.13. Ajouter, peu à peu, de petites portions de solution de thiosulfate de sodium de la burette, tout en brassant constamment le liquide dans le ballon; cesser lorsque l'échantillon prend une couleur paille, ou jaune pâle.
- 5.14. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter 1-2 ml de solution indicatrice d'empois d'amidon dans l'erlenmeyer, ce qui fera virer la solution au bleu.
- 5.15. Continuer l'addition de solution titrante de thiosulfate de sodium, goutte à goutte, jusqu'à disparition de la couleur bleue. Si, après un certain temps, la couleur bleue réapparaît on n'en tiendra pas compte.
- 5.16. Relever le nouveau niveau de la burette en lisant à la base du ménisque.
- 5.17. Calculer le volume de solution titrante utilisée en soustrayant la lecture de burette faite au point 5.12. de celle effectuée au point 5.16. Le résultat donne la concentration en oxygène dissous, en mg/l.

## VALEUR DU PH

### 1. BUT DE L'ANALYSE

L'échelle des pH a quelque ressemblance avec un thermomètre. Une échelle de thermomètre mesure l'intensité de la chaleur. L'échelle des pH, pour sa part, indique l'intensité de l'acidité ou de l'alcalinité. L'échelle des pH s'étend de 0 à 14. Une eau dont le pH est de 7,0 est au point milieu de l'échelle; elle est considérée comme neutre. Une telle eau n'est ni alcaline ni acide. Une eau contenant un acide donnera une lecture de pH en-dessous de 7,0. Plus forte est l'intensité de l'acidité, plus bas sera le pH. Un pH de 0 signifie que l'échantillon est très acide. Le contraire est vrai avec les bases. Les

bases élèvent le pH en-dessus de 7,0. Un pH de 14 signifie que l'échantillon est extrêmement alcalin.

Le pH joue un rôle important dans les processus de traitement tels la chloration, la floculation, l'adoucissement et la lutte contre la corrosion. L'analyse de pH permet au responsable de station de détecter des changements dans la qualité de l'eau brute et de l'eau traitée, et d'ajouter, en conséquence, les doses adéquates de produit chimique pour obtenir les meilleures réactions de floculation et d'adoucissement. L'eau traitée de certaines stations est ajustée au pH légèrement alcalin de 8 ou plus, au moyen de chaux ou de carbonate de soude, dans le but de minimiser la corrosion dans le réseau de distribution.

## 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode ne convient qu'à des estimations approximatives de pH, dans des eaux claires et incolores, et dans une plage de pH allant de 5,8 à 11,0. Les résultats les meilleurs sont obtenus avec des échantillons ne contenant pas plus de 5 unités de turbidité; une turbidité inférieure à 1 unité est préférable. La valeur de couleur de l'eau devra également être inférieure à 5 unités.

Le pH propre de l'indicateur peut avoir une influence sur une eau légèrement tamponnée, pauvre en bicarbonate. Dans un tel cas, on vérifiera le pH en utilisant un second indicateur, dont le domaine soit un peu différent. Si l'on prend un échantillon de 50 ml dans un tube Nessler, à la place de l'échantillon usuel de 10 ml, cela permet de diluer la solution indicatrice et de surmonter, peut-être, cette difficulté. L'ajustement du pH de la solution indicatrice elle-même, au point milieu de son domaine, par l'addition d'acide ou de base 0,02 N, est un autre moyen de minimiser cet ennui.

Le chlore détruit ou modifie les indicateurs à la sulfonephthaléine, provoquant ainsi des lectures faussement basses. Pour cette raison, la concentration en chlore résiduel de l'échantillon n'excédera pas 0,5 mg/l s'il s'agit de chlore actif libre, et 1,0 mg/l s'il s'agit de chlore actif combiné.

Ces défauts importants, liés à la méthode colorimétrique, ont conduit ces dernières années à l'utilisation grandissante de la méthode électrométrique, ou instrumentale, de mesure du pH.

La température exerce un effet important sur les solutions tampons et sur les mesures de pH; ni la méthode colorimétrique ni la méthode électrométrique ne peuvent y échapper. La même solution peut, par exemple, donner une lecture de pH de 7,6 à 20°C de 7,8 à 40°C et de 8,0 à 60°C. Les solutions tampons décrites au paragraphe 5.1. sont prévues pour donner les meilleurs résultats dans une plage de températures s'étendant entre 18 et 25°C, qui est la température ambiante de la plupart des laboratoires.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Des tubes à essai de 16 x 150 mm, assortis et un support.
- 3.2. Des burettes de 25 ou de 50 ml, ou des pipettes appropriées, pour les réactifs nécessaires à la préparation des solutions tampons.
- 3.3. Une pipette de mesure de 1 ml, graduée en 0,1 ml, pour l'utilisation de la solution indicatrice.
- 3.4. Des bouchons de caoutchouc propres qui s'adaptent aux tubes à essai.
- 3.5. Une pipette de 10 ml pour la prise de l'échantillon.

### 4. REACTIFS

4.1. Réactifs nécessaires à la préparation des solutions tampons.

a) Solution de dihydrogénophosphate de potassium

- 1) Sur une balance analytique, peser 13,62 g de dihydrogénophosphate de potassium sec (appelé aussi phosphate monopotassique)  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ . Introduire avec soin le produit pesé dans un bécher de 250 ml et le dissoudre dans 175 ml d'eau distillée.
- 2) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

b) Solution de borax :

- 1) Sur une balance analytique, peser 19,10 g de borate de sodium (appelé aussi tétraborate de sodium),  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ . Introduire avec soin le produit pesé dans un bécher de 250 ml et le dissoudre dans 175 ml d'eau distillée. Chauffer doucement pour dissoudre tout le solide.
- 2) Transférer la solution refroidie dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilu-

tion à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

c) Solution de carbonate de sodium :

- 1) Sur une balance analytique, peser 5,30 g de carbonate de sodium sec ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Introduire avec soin le produit pesé dans un bécber de 250 ml et le dissoudre dans 150 ml d'eau distillée.
- 2) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécber de 3 portions de 100 ml d'eau distillée. Compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.2. Solutions indicatrices :

- a) Solution indicatrice de bleu de bromothymol, pour la plage de pH comprise entre 6,0 et 7,6. Sur une balance analytique, peser 0,100 g de sel sodique de bleu de bromothymol en poudre (appelé aussi sel sodique de dibromo-3',3" thymolsulfonephthaléine en poudre). Les dissoudre dans 250 ml d'eau distillée.
- b) Solution indicatrice de rouge de phénol, pour la plage de pH comprise entre 6,8 et 8,4. Sur une balance analytique, peser 0,100 g de sel sodique de rouge de phénol en poudre (appelé aussi sel sodique de phénolsulfonephthaléine en poudre). Les dissoudre dans 250 ml d'eau distillée.
- c) Solution indicatrice de bleu de thymol, pour la plage de pH comprise entre 8,0 et 9,6. Sur une balance analytique, peser 0,100 g de sel sodique de bleu de thymol en poudre (appelé aussi sel sodique de thymolsulfonephthaléine en poudre). Les dissoudre dans 250 ml d'eau distillée.

## 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Préparation des solutions tampons:

- a) Préparer la série suivante de solutions tampons, dans la gamme de pH comprise entre 5,8 et 9,2 en mesurant, dans des tubes à essai distincts, les volumes indiqués de solution de dihydrogénophosphate de potassium et de solution de borax :



Solution de dihydrogénéophosphate de potassium ml	Solution de Borax ml	Solution tampon pH
9,3	0,7	5,8
8,9	1,1	6,0
8,4	1,6	6,2
7,9	2,1	6,4
7,3	2,7	6,6
6,7	3,3	6,8
6,3	3,7	7,0
5,9	4,1	7,2
5,6	4,4	7,4
5,3	4,7	7,6
5,1	4,9	7,8
4,8	5,2	8,0
4,5	5,5	8,2
4,0	6,0	8,4
3,4	6,6	8,6
2,8	7,2	8,8
1,8	8,2	9,0
0	10,0	9,2

- b) Préparer la série suivante de solutions tampons, dans la gamme de pH comprise entre 9,2 et 11,0, en mesurant, dans des tubes à essai distincts, les volumes indiqués de solution de carbonate de sodium et de solution de borax, en employant le tableau de la page 131.
- c) Si le pH, à la station, varie dans des limites plus étroites, on ne choisira et ne préparera de la série indiquée, qu'un nombre approprié, inférieur, de solutions tampons.
- d) A l'aide d'une pipette de mesure de 1 ml, ajouter 0,40 ml de la solution indicatrice adéquate à chaque solution tampon. Agiter doucement pour assurer un mélange complet. On remarquera que:
- 1) La série de solutions tampons contenant la solution indicatrice de bleu de bromothymol, 4.2.(a), passe graduellement d'une couleur jaune à pH 6,0 et moins, à une couleur bleue, à pH 7,6 et plus.
  - 2) La série de solutions tampons contenant la solution indicatrice de rouge de phénol, 4.2.(b), passe graduellement d'une couleur jaune, à pH 6,8 et moins, à une couleur rouge, à pH 8,4 et plus.
  - 3) La série de solutions tampons contenant la solution indicatrice de bleu de thymol, 4.2.(c), passe graduellement d'une couleur jaune à pH 8,0 et moins, à une couleur bleue, à pH 9,6 et plus.

e) Si l'on doit utiliser ces solutions pendant un mois ou davantage, on les protégera en fermant les tubes de manière hermétique au moyen de bouchons de caoutchouc propres.

#### 5.2. Détermination de l'échantillon :

- a) A l'aide d'une pipette de mesure de 1 ml, transférer 0,40 ml de la solution indicatrice appropriée dans un tube à essai parfaitement propre.
- b) A la pipette, ajouter 10 ml d'échantillon. Mélanger doucement l'échantillon à l'indicateur avec la pipette.
- c) Comparer l'échantillon aux solutions tampons préparées au point 5.1.(d). Placer une feuille de papier blanc derrière les tubes et regarder à travers les parois des tubes. Pour obtenir les meilleurs résultats, déplacer l'échantillon coloré de trou en trou dans le support de tubes à essai, jusqu'à ce que la couleur de l'échantillon corresponde à l'une des solutions tampons colorées, ou jusqu'à ce qu'elle s'insère entre deux solutions tampons consécutives qui donnent la meilleure approximation de couleur.

Solution de carbonate de sodium ml	Solution de borax ml	Solution tampon pH
3,6	6,4	9,4
5,6	4,4	9,6
6,7	3,3	9,8
7,5	2,5	10,0
8,2	1,8	10,2
8,7	1,3	10,4
9,2	0,8	10,6
9,5	0,5	10,8
9,7	0,3	11,0

## PHOSPHATES

### 1. BUT DE L'ANALYSE

On trouve rarement le phosphate en concentrations significatives dans les eaux naturelles destinées à la consommation, mais on peut en ajouter, sous une forme ou une autre, pendant le processus de traitement. Du métaphosphate de sodium et des polyphosphates apparentés, sont quelquefois ajoutés en petites quantités dans les eaux, pour prévenir ou retarder la précipitation ou la corrosion du fer, ou pour limiter le dépôt de croûte de carbonate de

calcium, dans le réseau de distribution. On traite parfois les eaux de chaudières par des sels de phosphate pour réduire la formation de tartre.

Le mode opératoire donné au paragraphe 5 est divisé en deux parties. Le paragraphe 5.1., Détermination des orthophosphates, décrit la marche à suivre en cas d'emploi de sels de phosphate simple pour le traitement des eaux de chaudières. On suivra le paragraphe 5.2., Détermination des phosphates totaux, lorsque du métaphosphate et des polyphosphates de sodium auront été employés lors du processus de traitement.

## 2. AVERTISSEMENT

Les modes opératoires conviennent à des eaux claires et incolores. Dans le cas de saumures à haute teneur en chlorures et d'eaux contenant plus de 1 mg/l de fer ferrique, de nitrites ou d'agents oxydants comme le chromate, on consultera la dernière édition du *Standard Methods*.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins huit tubes Nessler de 100 ml, assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour la solution standard de phosphate.
- 3.3. Une pipette pour le réactif acide de molybdate.
- 3.4. Une pipette compte-gouttes ou un compte-gouttes médical pour l'addition du réactif de chlorure stanneux. En plus, la détermination des phosphates totaux nécessite l'appareillage suivant :
- 3.5. Un cylindre gradué de 100 ml, ou des pipettes volumétriques appropriées, pour la prise de l'échantillon.
- 3.6. Au moins un erlenmeyer de 250 ml.
- 3.7. Des pipettes compte-gouttes, ou des compte-gouttes médicaux, de 0,5-1 ml, pour la solution indicatrice de phénolphthaléine, la solution d'acides et celle d'hydroxyde de sodium.
- 3.8. Un brûleur à gaz ou une plaque électrique chauffante.
- 3.9. Au moins un carré de toile métallique de 20 mesh.
- 3.10. Au moins quatre billes de verre.
- 3.11. Au moins un agitateur de verre.

3.12. Une pissette d'eau pour rincer l'erenmeyer, les billes et l'agitateur.

#### 4. REACTIFS

4.1. Solution mère de phosphate :

- a) Sur une balance analytique, peser 0,7165 g de dihydrogénophosphate de potassium sec (appelé aussi phosphate monopotassique),  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ . Les introduire avec soin dans un bécher de 250 ml et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- b) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bécher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée; compléter la dilution à 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.2. Solution standard de phosphate. A l'aide d'une pipette volumétrique, mesurer soigneusement 10 ml de solution mère de phosphate et les introduire dans un jaugé de 1 litre. Diluer à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée. Boucher et mélanger soigneusement.

4.3. Solution acide de molybdate :

- a) Dans un cylindre gradué de 500 ml, mesurer 400 ml d'eau distillée et les verser dans un bécher de 1500 ml.
- b) Dans un cylindre gradué de 500 ml, mesurer 280 ml d'acide sulfurique concentré,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
- c) Tout en remuant sans cesse d'une main, ajouter lentement et prudemment l'acide sulfurique à l'eau distillée. Le mélange de l'acide sulfurique à l'eau distillée dégage une chaleur considérable; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger, pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes.
- d) Laisser la solution (c) se refroidir à température ambiante.
- e) Peser 25 g de molybdate d'ammonium  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  et les introduire dans un bécher de 250 ml; les dissoudre dans 175 ml d'eau distillée.
- f) Ajouter la solution de molybdate à la solution d'acide refroidie, diluer à 1 litre avec de l'eau distillée, et mélanger soigneusement.

4.4. Solution de chlorure stanneux :

- a) Peser 2,5 g de chlorure stanneux ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et les introduire dans une bouteille en pyrex de 250 ml.
- b) Dans un cylindre gradué, mesurer 100 ml de glycérol ou de glycérine, de qualité "pour analyse", et les ajouter dans la bouteille. Mettre la bouteille dans un bain-marie et remuer les produits avec une baguette de verre jusqu'à dissolution complète du chlorure stanneux.

En plus, la détermination des phosphates totaux nécessite :

4.5. Solution indicatrice de phénolphthaléine. Peser 0,5 g de sel disodique de phénolphthaléine en poudre et les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.

4.6. Solution d'acides :

- a) Dans un cylindre gradué de 1 litre, mesurer 600 ml d'eau distillée et les verser dans un bécher de 1500 ml.
- b) Dans un cylindre gradué de 500 ml, mesurer 300 ml d'acide sulfurique concentré,  $H_2SO_4$ .
- c) Tout en remuant constamment d'une main, ajouter, lentement et prudemment l'acide sulfurique à l'eau distillée. Le mélange de l'acide sulfurique à l'eau distillée dégage une chaleur considérable; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes.
- d) Laisser la solution se refroidir jusqu'à température ambiante.
- e) Ajouter 4,0 ml d'acide nitrique concentré,  $HNO_3$ , à la solution refroidie et bien mélanger.
- f) Transférer la solution (e) dans un cylindre gradué de 1 litre et diluer à la marque de 1000 ml avec de l'eau distillée. Mélanger soigneusement en versant la solution dans le bécher et en remuant.

4.7. Solution d'hydroxyde de sodium, 1N, NaOH. Peser 40 g de pastilles d'hydroxyde de sodium. Les dissoudre dans 1000 ml d'eau distillée.

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. Détermination des orthophosphates

- a) Préparer la série suivante de standards de phosphate, en mesurant les volumes indiqués de solution standard de phosphate (4.2.) et en les introduisant dans des tubes Nessler de 100 ml, distincts; employer le tableau ci-dessous.
- b) Ajouter de l'eau distillée jusqu'à la marque de 100 ml et mélanger.
- c) Dans un autre tube Nessler de 100 ml, introduire 100 ml de l'échantillon clair et incolore.

Solution standard de phosphate ml	Teneur en phosphate mg/l
0	0
1	0,05
2	0,10
3	0,15
4	0,20
5	0,25
6	0,30

- d) Laisser les standards et l'échantillon prendre la même température (température ambiante).
- e) Ajouter, à l'aide d'une pipette de mesure, 4 ml de solution acide de molybdate (4.3.) à chacun des standards et à l'échantillon; mélanger soigneusement en inversant quatre à six fois chaque tube.
- f) A l'aide d'une pipette compte-gouttes, ou d'un compte-gouttes médical, ajouter 10 gouttes de solution de chlorure stanneux et mélanger en retournant quatre à six fois chaque tube.
- g) Laisser les tubes reposer pendant 10 minutes pour permettre à la couleur de se former.
- h) Comparer l'échantillon aux standards; en se basant sur la couleur bleue, déterminer la quantité de phosphates présents.

#### 5.2. Détermination des phosphates totaux :

- a) Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de teneur en métaphosphate de sodium.

Volume d'échantillon ml	Plage de teneur en métaphosphate de sodium mg/l
100	0,1-2,0
50	2,1-4,0
25	4,1-6,0

Si l'on a besoin d'un échantillon de 50 ml seulement, ajouter 50 ml d'eau distillée pour amener le volume total à 100 ml; ajouter 75 ml d'eau distillée à un échantillon de 25 ml. Mesurer l'eau supplémentaire dans un cylindre gradué. Introduire l'échantillon (et l'eau distillée de complément, le cas échéant) dans un erlenmeyer de 250 ml, dont on aura, auparavant, marqué d'une ligne les niveaux correspondants à 50 et 25 ml.

- b) Ajouter une goutte de solution indicatrice de phénolphtaléine.
- c) S'il apparaît une coloration rouge ou rose, ajouter goutte à goutte de la solution d'acides (4.6.), jusqu'à disparition de la coloration rouge (remuer constamment l'échantillon lors de l'addition de l'acide).
- d) Ajouter ensuite 1 ml supplémentaire de solution d'acide (4.6.).
- e) Pendant 90 minutes, faire doucement bouillir l'échantillon traité à l'acide. De temps à autre, ajouter de l'eau distillée, pour maintenir le volume entre les lignes de 25 et 50 ml qu'on a tracées sur l'erlenmeyer. Pour prévenir des projections et des soubresauts du liquide bouillant, placer une toile métallique au-dessus de la plaque électrique ou du brûleur à gaz, et y faire reposer le fond du ballon. Comme protection supplémentaire, ajouter 4 ou 5 billes de verre dans l'erlenmeyer, ou mettre un agitateur de verre à l'intérieur.
- f) Refroidir l'échantillon jusqu'à température ambiante.
- g) Tout en remuant sans cesse, ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à réapparition d'une légère teinte rose.
- h) Transférer l'échantillon dans un tube Nessler de 100 ml. Rincer l'erlenmeyer, les billes de verre et l'agitateur avec 10 ml d'eau distillée, qu'on récupérera dans le tube Nessler.
- i) Ajouter assez d'eau distillée pour amener le volume à la marque de 100 ml.
- j) Poursuivre et terminer la détermination, comme il est indiqué au paragraphe 5.1.
- k) Calculer les mg/l de phosphates totaux en multipliant le résultat trouvé au point 5.2.(j) par le facteur approprié :

Volume d'échantillon ml	Multiplier les mg/l de phosphates par :
100	1
50	2
25	4

## RESIDU (FILTRABLE)

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Que ce soit pour la consommation, le ménage ou en vue d'utilisations industrielles particulières, une eau fortement minéralisée est moins acceptable qu'une eau à teneur faible ou moyenne en matières minérales. On obtient une bonne indication de la quantité de matières minérales dans une eau, par pesée du résidu subsistant après évaporation. Si l'échantillon a été filtré avant d'être évaporé, le résidu est appelé "résidu filtrable"; dans le cas contraire, on parle de "résidu total".

### 2. AVERTISSEMENT

Cette méthode simple est prévue pour donner une indication approximative de la teneur en solides dissous d'une eau potable. Dans bien des cas, ce résultat sera suffisamment précis. Cependant, en présence d'échantillons fortement alcalins ou fortement minéralisés, on suivra le mode opératoire donné dans la dernière édition du *Standard Methods*.

### 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Un entonnoir à filtrer.
- 3.2. Du papier filtre, lavé à l'acide, sans cendre, dur et de faible porosité. Les filtres Whatman No 42, 44 ou 50 ou Schleicher & Schull No 589 conviennent bien.
- 3.3. Une capsule à évaporer de diamètre 90 à 110 mm, et de 120-200 ml de capacité. La capsule peut être en platine, nickel, porcelaine, silice, Vycor ou pyrex.
- 3.4. Une lampe infra-rouge de chauffage de 250 watt avec son support.
- 3.5. Un dessiccateur qui contienne un agent dessicant dont la couleur change lorsque le taux d'humidité est trop élevé.
- 3.6. Une balance analytique dont la précision soit de 1 mg.



#### 4. MODE OPERATOIRE

- 4.1. Filtrer un échantillon trouble à travers un papier filtre peu perméable. Rejeter les 25 premiers ml de filtrat et conserver le reste.
- 4.2. Nettoyer soigneusement la capsule, qu'on séchera sous la lampe infra-rouge de chauffage pendant 15 à 30 minutes.
- 4.3. Placer la capsule dans le dessiccateur.
- 4.4. Sitôt que la capsule a pris la température du local et de la balance, peser cette capsule aussi précisément que possible.
- 4.5. Dans un cylindre gradué, mesurer 100 ml d'échantillon filtré et les transférer dans la capsule tarée.
- 4.6. Mettre la capsule sous la lampe de chauffage et évaporer l'échantillon à sec. Une distance de 3,5 à 5 cm entre l'extrémité de la lampe de chauffage et le bord de la capsule, donne, habituellement, une vitesse d'évaporation satisfaisante. Si nécessaire, ajuster la distance, vers le haut ou vers le bas, pour éviter l'ébullition de l'échantillon ou des projections de liquide.
- 4.7. Si nécessaire, ajouter une deuxième, voire une troisième fraction de 100 ml d'échantillon filtré dans la capsule, de sorte que le résidu pesé soit au-moins de 10 à 25 mg, mais qu'il n'excède pas 250 mg.
- 4.8. Après évaporation de toute l'eau, maintenir une heure de plus la capsule sous la lampe chauffante.
- 4.9. A l'aide d'un chiffon propre, essuyer légèrement la poussière, les débris ou l'humidité qui se sont accumulés sur la face externe de la capsule; introduire cette dernière dans le dessiccateur.
- 4.10. Sitôt que la capsule a pris la température du local et de la balance, peser cette capsule aussi précisément que possible.
- 4.11. Soustraire le poids obtenu au point 4.4. du poids trouvé au point 4.10.
- 4.12. Calculer les mg/l de résidu filtrable en multipliant le résultat trouvé au point 4.11. par le facteur approprié :

Volume d'échantillon ml	Multiplier le résultat par :
100	10
200	5
300	3,3

# SILICE

## 1. BUT DE L'ANALYSE

La silice se trouve naturellement présente dans la plupart des eaux de puits et de rivière; on en ajoute aussi (sous forme de "silice activée"), en tant qu'adjuvant de floculation, dans bien des stations de traitement. La silice activée est préparée sur place par neutralisation partielle ou complète d'une solution de silicate de sodium avec de l'acide sulfurique, de l'alun, du sulfate d'ammonium, du chlore ou de l'anhydride carbonique. Un emploi correct de la silice activée ne provoque pas d'augmentation de la teneur en silice des eaux traitées.

Cette analyse est destinée aussi bien à la détermination de la fraction de silice déjà dissoute qu'à celle de la fraction facilement solubilisable par un traitement au bicarbonate de sodium. Ces deux fractions peuvent se composer de la silice originale présente dans l'eau et de la silice activée ajoutée au cours du traitement.

## 2. AVERTISSEMENT

Les résultats que donne cette méthode sont approximatifs et devront être arrondis au plus proche mg/l. Si l'on désire plus de sensibilité et de précision dans les résultats, on consultera la dernière édition du *Standard Methods*; on le fera également pour résoudre les problèmes dus à la turbidité ou à la couleur d'un échantillon.

## 3. APPAREILLAGE

- 3.1. Au moins huit tubes Nessler de 50 ml, assortis, de forme haute et un support.
- 3.2. Une burette de 25 ml, ou des pipettes appropriées, pour la solution de chromate de potassium.
- 3.3. Un cylindre gradué de 25 ml pour la solution de borax.
- 3.4. Des bouchons de caoutchouc propres (grandeur No 2) pour les tubes Nessler.
- 3.5. Un cylindre gradué de 50 ml pour prélever l'échantillon.
- 3.6. Une capsule à évaporer de 100 ml. Quoiqu'une capsule de platine soit

- préférable, on peut la remplacer par des capsules de nickel ou de porcelaine.
- 3.7. Une lampe de chauffage infra-rouge de 250 watt avec son support.
  - 3.8. Des pipettes de mesure pour l'adjonction des solutions d'acide sulfurique, de molybdate d'ammonium et d'acide oxalique.
  - 3.9. Une pipette compte-gouttes pour la solution d'acide chlorhydrique.

#### 4. REACTIFS

4.1. Solution de chromate de potassium :

- a) Sur une balance analytique, peser 0,63 g de chromate de potassium sec ( $K_2CrO_4$ ). Introduire le produit pesé dans un bēcher de 250 ml et le dissoudre dans 100 ml d'eau distillée.
- b) Transférer la solution dans un jaugé de 1 litre et rincer le bēcher de 3 portions de 100 ml d'eau distillée; compléter la dilution à la marque de 1 litre avec de l'eau distillée.

4.2. Solution de borate de sodium. Peser 10 g de borate de sodium (appelé aussi tétraborate de sodium),  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  et les introduire dans un bēcher de 1500 ml. Les dissoudre dans 1000 ml d'eau distillée qu'on aura mesurés dans un cylindre gradué.

4.3. Bicarbonate de sodium en poudre, exempt de silice,  $NaHCO_3$ .

4.4. Solution d'acide sulfurique 1N,  $H_2SO_4$  :

- a) Dans un cylindre gradué, mesurer 980 ml d'eau distillée et les verser dans un bēcher de 1500 ml.
- b) Dans un cylindre gradué de 50 ml, mesurer 28 ml d'acide sulfurique concentré.
- c) Tout en brassant d'une main, ajouter lentement et prudemment l'acide sulfurique mesuré à l'eau distillée. Le mélange de l'acide sulfurique à l'eau distillée dégage une chaleur considérable; aussi faut-il verser lentement et bien mélanger, pour éviter de dangereuses projections de gouttelettes.

4.5. Solution d'acide chlorhydrique :

- a) Dans un cylindre gradué, mesurer 100 ml d'eau distillée et les verser dans un flacon de 250 ml.
- b) Dans le même cylindre gradué, mesurer 100 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl), et les ajouter dans le flacon.
- c) Boucher et secouer le flacon pour en mélanger le contenu.

4.6. Solution de molybdate d'ammonium :

- a) Peser 10 g de molybdate d'ammonium,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  et les introduire dans un bécher de 250 ml. Les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée qu'on aura mesurés dans un cylindre gradué.
- b) Chauffer et remuer la solution pour dissoudre les cristaux. Conserver la solution dans une bouteille de polyéthylène, pour la garder exempte de silice. Cette solution est à remplacer s'il commence à se former un précipité.
- 4.7. Solution d'acide oxalique. Peser 10 g d'acide oxalique  $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  et les introduire dans un bécher de 250 ml. Les dissoudre dans 100 ml d'eau distillée, qu'on aura mesurés dans un cylindre gradué. On conservera cette solution dans une bouteille de polyéthylène.

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. Préparation des standards de silice :

- a) Préparer la série suivante de standards colorés, en mesurant les volumes indiqués de solution de chromate de potassium et en les introduisant dans des tubes Nessler de 50 ml distincts :

Solution de chromate de potassium ml	Teneur en silice équivalente mg/l
0,0	0
1,0	2
2,0	4
4,0	8
5,0	10
7,5	15
10,0	20

- b) Au moyen d'un cylindre gradué de 25 ml, ajouter 25 ml de solution de borate de sodium dans chaque tube.
- c) Ajouter de l'eau distillée dans chaque tube, pour amener le volume à la marque de 50 ml et mélanger en retournant quatre à six fois le tube.
- d) Si l'on doit employer ces standards pendant une période de plusieurs mois, on les protégera en les fermant avec des bouchons de caoutchouc propres.
- 5.2. Dans un cylindre gradué, mesurer 50 ml d'échantillon clair et incolore, et les verser dans une capsule de 100 ml.

- 5.3. Peser 0,2 g de bicarbonate de sodium en poudre, et les ajouter à l'échantillon.
- 5.4. Mettre la capsule à évaporer sous la lampe infra-rouge de chauffage, et chauffer l'échantillon pendant 60 minutes. Une distance de 3,5 à 5 cm entre l'extrémité de la lampe chauffante et le bord de la capsule, donne, habituellement, une vitesse de chauffage satisfaisante. Si nécessaire, ajuster la distance, vers le haut ou vers le bas, pour éviter l'ébullition de l'échantillon ou des projections de liquide.
- 5.5. Eteindre la lampe chauffante et laisser l'échantillon se refroidir jusqu'à température ambiante.
- 5.6. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter prudemment et lentement, 2,4 ml de solution d'acide sulfurique. Remuer la solution tout au long de l'adjonction de l'acide.
- 5.7. Transférer le contenu de la capsule dans un tube Nessler de 50 ml. Rincer la capsule avec un petit (5-10 ml) volume d'eau distillée qu'on récupérera dans le tube Nessler. Contrôler soigneusement le volume d'eau distillée utilisé afin d'empêcher que le volume de l'échantillon plus celui de l'eau de lavage, ne dépasse 50 ml.
- 5.8. Ajouter assez d'eau distillée pour amener le volume à la marque de 50 ml.
- 5.9. A l'aide d'une pipette compte-gouttes, ajouter 1 ml de solution d'acide chlorhydrique.
- 5.10. Ajouter rapidement 2,0 ml de solution de molybdate d'ammonium, à l'aide d'une pipette de mesure; mélanger aussitôt, en retournant quatre à six fois le tube.
- 5.11. Laisser le tube reposer durant 5 à 10 minutes.
- 5.12. A l'aide d'une pipette de mesure, ajouter 1,5 ml de solution d'acide oxalique, et mélanger en retournant quatre à six fois le tube.
- 5.13. Laisser reposer le tube pendant au moins deux minutes, mais durant moins de quinze.
- 5.14. Comparer l'échantillon aux standards, et déduire, de la couleur jaune, la quantité de silice présente.
- 5.15. Vérifier, comme suit, la teneur en silice de l'ensemble des réactifs :
  - a) Peser 0,2 g de bicarbonate de sodium en poudre, et les ajouter à 50 ml d'eau distillée, dans la même capsule à évaporer de 100 ml qu'on avait employée au point 5.2. (ou dans une capsule semblable).
  - b) Poursuivre point par point le mode opératoire, de 5.4. à 5.14.

c) Soustraire la teneur en silice des réactifs ainsi trouvée du résultat obtenu au point 5.14. pour obtenir la véritable teneur en silice de l'échantillon,

5.16. Arrondir les résultats au mg/l le plus proche.

## SAVEUR ET ODEUR

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Dans une eau, des saveurs et des odeurs répugnantes peuvent être dues au plancton, aux actinomycètes, à des bactéries, à de la végétation en décomposition, à des déchets domestiques improprement traités et à des déchets industriels. Les mesures de correction prévues pour réduire ou éliminer les saveurs et les odeurs déplaisantes, comprennent l'aération, aussi bien que l'emploi de chlore résiduel libre, de chlore et d'ammoniaque, de dioxyde de chlore, de charbon actif et de sulfate de cuivre. Un objectif important d'une station de traitement d'eau est de produire une eau traitée qui soit exempte de goûts et d'odeurs déplaisants.

Cette méthode qualitative simple est destinée à des déterminations de routine, dans les laboratoires de petites stations d'eau. L'analyse convient aux échantillons d'eau potable et aux sources d'approvisionnement d'eau subissant un traitement.

### 2. AVERTISSEMENT

L'essai de saveur ne devrait être fait que sur des eaux connues pour être potables. On devra, là où c'est possible, rechercher et noter l'opinion majoritaire de plusieurs goûteurs. On suivra les méthodes données dans la dernière édition du *Standard Methods*, là où l'on désire une évaluation plus quantitative du caractère et de l'intensité des saveurs et odeurs.

### 3. APPAREILLAGE

3.1. Au moins deux bouteilles ou ballons de 500 ml, à bouchon de verre et ouverture large. Débarasser l'intérieur et l'extérieur des bouteilles ou des

ballons, de toute trace de goût et d'odeur, en les rincer avec des produits nettoyants inodores ou de l'acide chlorhydrique. Rincer, finalement, avec plusieurs portions d'eau exempte d'odeur. Mettre ces bouteilles ou ces ballons de côté, pour ne les employer exclusivement que lors des déterminations de saveur et d'odeur; si cela est possible, on conservera les bouteilles ou les ballons immergés dans de l'eau inodore.

3.2. Un thermomètre, 0-110°C, à mercure, ou à cadran et tige métallique.

3.3. Un générateur d'eau exempte d'odeur. Voir figure 7.

#### 4. EAU INODORE

Préparer le générateur d'eau exempte d'odeur comme il est montré à la figure 7. Avant de remplir le générateur de charbon actif, nettoyer parfaitement le gravier, les tubes et le récipient de 5 litres avec un produit nettoyant inodore ou de l'acide chlorhydrique; rincer à plusieurs reprises avec de l'eau distillée. Après avoir relié le générateur au robinet d'eau, laisser circuler l'eau pendant un petit moment afin de lessiver les petites particules de charbon; ne commencer qu'ensuite à récupérer l'eau inodore. Fixer le débit du générateur à 1 litre par minute. Si l'eau du réseau a été chlorée, employer la méthode à l'orthotolidine voir au chapitre Chlore résiduel méthode A - pour vérifier la teneur en chlore résiduel dans l'eau recueillie. On remplacera le charbon actif quand du chlore résiduel apparaîtra dans l'eau récoltée.

#### 5. MODE OPERATOIRE

5.1. Qualité de goût et d'odeur à la température de prise :

- a) Remplir la moitié d'une bouteille ou d'un ballon avec de l'eau inodore, et remettre le bouchon de verre. On emploiera cette eau comme témoin de comparaison.
- b) Remplir la moitié de la seconde bouteille ou ballon avec l'échantillon, et remettre le bouchon de verre.
- c) Agiter vigoureusement le contenu de la bouteille où se trouve l'eau exempte d'odeur, enlever le bouchon, et humer aussitôt l'odeur.
- d) Sans tarder, agiter vigoureusement le contenu de la bouteille où se trouve l'échantillon, enlever le bouchon, et humer également l'odeur. Relever l'odeur selon le code donné au tableau 5.

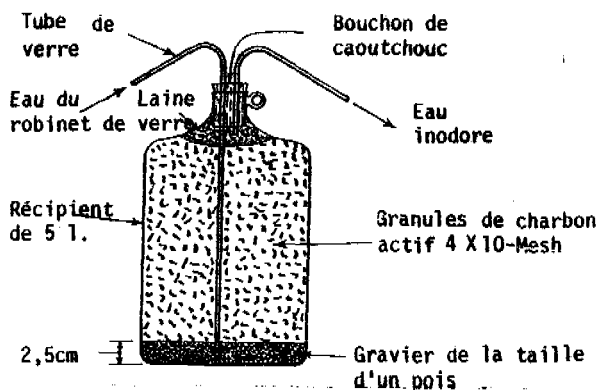


Fig. 7. Générateur d'eau inodore

- e) Verser 10 ml d'échantillon dans un bécber et prendre l'eau dans la bouche. Garder l'eau dans la bouche pendant plusieurs secondes, puis la recracher. Relever la saveur perçue alors que l'échantillon est dans la bouche; relever l'arrière-goût.

*Ne goûter aucun échantillon qui puisse être dangereux à boire.*

#### 5.2. Qualité de saveur et d'odeur à des températures élevées :

- a) Chauffer les bouteilles ou les ballons qui contiennent l'eau inodore et l'échantillon - points 5.1.(a) et 5.1.(b) à 40°C.
- b) Effectuer les opérations décrites aux points 5.1.(c) à 5.1.(e). (La saveur due à la chloration sera notée comme "chlorée", celle due au chlorophénoï comme "médicale").
- c) Répéter les opérations ci-dessus à 60°C.



Code	Nature de l'odeur	Description (odeur de)
A	Aromatique (épicé)	Camphre, clous de girofle, lavande, citron
Ac	Concombre	<i>Synura</i>
B	Balsamique (odeur de fleurs)	Géranium, violette, vanille
Bg	Géranium	<i>Asterionella</i>
Bn	Capucine	<i>Aphanizomenon</i>
Bs	Douceâtre	<i>Coelosphaerium</i>
Bv	Violette	<i>Mallomonas</i>
C	Chimique	Déchets industriels ou produits de traitement
Cc	Chlorée	Chlore libre
Ch	Hydrocarbure	Déchets de raffineries de pétrole
Cm	Médicale	Phénol, iodoforme
Cs	Sulfureuse	Hydrogène sulfuré ou oeufs pourris
D	Désagréable	Odeur déplaisante prononcée
Df	Poissons	<i>Uroglenopsis</i> , <i>Dinobryon</i>
Dp	Porcherie	<i>Anabaena</i>
Ds	Septique	Eaux d'égout croupies
E	Terreuse	Terre humide
Ep	Tourbeuse	Tourbe
G	Herbeuse	Herbe écrasée
M	Pourrie	Paille en décomposition
Mn	Moisie	Cave humide
V	Végétale	Racines comestibles

# TEMPERATURE

## 1. BUT DE L'ANALYSE

Des lectures précises de température sont importantes pour de nombreux processus de traitement et pour beaucoup de déterminations de laboratoire. La température, par exemple, est un facteur intervenant dans certaines floraisons d'algues, dans le degré de saturation en oxygène dissous et dans la concentration en anhydride carbonique.

## 2. AVERTISSEMENT

Pour obtenir les meilleurs résultats, on relèvera la température au même point d'échantillonnage. On plongera le thermomètre dans le courant, ou dans un grand récipient rempli de l'échantillon, et on l'y maintiendra jusqu'à stabilisation du niveau du mercure. On effectuera ensuite la lecture, avant de retirer le thermomètre de l'échantillon.

Le mercure étant un poison, on n'installera pas de thermomètre à mercure en permanence sur une conduite d'eau menant au réseau de distribution; on choisira, au contraire, une conduite menant à une purge; ainsi le bris du thermomètre ne pourra pas provoquer d'écoulement important de mercure dans le réseau d'eau potable.

## 3. APPAREILLAGE

Un thermomètre centigrade à mercure, dont l'échelle s'étend à peu près de 0 à 100°C. Cela suffit pour la plupart des besoins généraux. L'échelle sera subdivisée en 0,5° ou 1°C pour faciliter la lecture. Les thermomètres sont calibrés soit pour une "immersion totale" soit pour une "immersion partielle". Les thermomètres à immersion totale doivent être plongés complètement dans l'eau pour qu'ils indiquent la température correcte. Quant à eux, les thermomètres à immersion partielle seront plongés dans l'eau jusqu'à la hauteur de l'anneau gravé qui apparaît autour de la tige, en dessous du niveau de l'échelle. Pour obtenir les meilleurs résultats, l'exactitude d'un thermomètre qu'on emploie couramment sera vérifiée en la comparant à celle d'un thermomètre de précision qui aura été garanti par le Bureau national des standards (ou par tout office correspondant NdT).

#### 4. MODE OPERATOIRE

4.1. Plonger le thermomètre dans l'échantillon jusqu'à la profondeur adéquate pour une lecture exacte.

4.2. Relever la température, en approximant à la plus proche fraction de degré centigrade qui puisse être estimée sur le thermomètre à disposition. En cas d'emploi d'un thermomètre Fahrenheit, convertir les lectures en degrés centigrades au moyen du tableau 6.

Tableau 6

Conversion de température, de degrés Fahrenheit en degrés centigrades

$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$
30	-1,1	49	9,4	68	20,0	87	30,6
31	-0,56	50	10,0	69	20,6	88	31,1
32	0,0	51	10,6	70	21,1	89	31,7
33	0,56	52	11,1	71	21,7	90	32,2
34	1,1	53	11,7	72	22,2	91	32,8
35	1,7	54	12,2	73	22,8	92	33,3
36	2,2	55	12,8	74	23,3	93	33,9
37	2,8	56	13,3	75	23,9	94	34,4
38	3,3	57	13,9	76	24,4	95	35,0
39	3,9	58	14,4	77	25,0	96	35,6
40	4,4	59	15,0	78	25,6	97	36,1
41	5,0	60	15,6	79	26,1	98	36,7
42	5,6	61	16,1	80	26,7	99	37,2
43	6,1	62	16,7	81	27,2	100	37,8
44	6,7	63	17,2	82	27,8	101	38,3
45	7,2	64	17,8	83	28,3	102	38,9
46	7,8	65	18,3	84	28,9	103	39,4
47	8,3	66	18,9	85	29,4	104	40,0
48	8,9	67	19,4	86	30,0		

## TURBIDITE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Le terme "turbidité" est employé pour décrire les particules insolubles d'argile, de limon, de matière minérale, de débris organiques, de plancton et d'autres organismes microscopiques, qui gênent le passage de la lumière dans l'eau. Comme la turbidité n'est pas en relation directe avec le poids des

diverses matières en suspension, on l'exprime en unités de turbidité.

L'unité de turbidité est une quantité empirique, basée sur le turbidimètre à bougie de Jackson. Cet instrument est utilisé pour mesurer la turbidité d'eaux brutes, dans le domaine situé au-dessus de 25 unités, aussi bien que pour le dosage de suspensions mères, qui seront ensuite diluées jusqu'à moins de 25 unités. Pour des estimations de laboratoire, il est nécessaire de disposer de standards de turbidité couvrant plusieurs gammes de turbidité. Un jeu de standards peut, par exemple, couvrir la plage des turbidités supérieures à 5 unités, un autre le domaine en-dessous de 5 unités de turbidité; ce dernier jeu est prévu pour évaluer la turbidité de l'eau coagulée et filtrée.

Une turbidité supérieure à 5 unités est perceptible par le consommateur, on peut donc qualifier cette situation d'insatisfaisante. Les alimentations publiques en eau sont coagulées et filtrées, dans le but de réduire le nombre et la taille des particules en suspension à un niveau irréprochable. Une floculation et une filtration efficaces devraient amener à une turbidité inférieure à l'unité. L'apparition de turbidité dans une eau filtrée peut être l'indice d'une fissure dans le lit de sable du filtre, ou d'une précipitation d'un floc de coagulant dans les bassins d'eau filtrée, provenant d'un surtraitement ou d'une floculation incomplète. La turbidité colloïdale de particules de taille extrêmement petite est difficile à éliminer, sauf par un traitement chimique.

L'examen de turbidité est employé pour contrôler la quantité de coagulant et d'adjuvants chimiques accessoires, nécessaires pour produire une eau de la clarté voulue. Le mode opératoire donné dans ce Manuel est divisé en trois parties bien définies. La première traite de l'emploi du turbidimètre à bougie de Jackson, l'instrument de base reconnu pour la détermination de la turbidité. Le deuxième paragraphe décrit l'usage des standards en bouteille. Quoique ce soit dans le domaine compris entre 2 et 25 unités que les standards en bouteille trouvent leur plus large application, certains laboratoires préparent des standards en bouteille équivalents à 50, voire 100 unités, sur lesquels ils s'appuient pour les contrôles ordinaires de fonctionnement. Dans ces cas, la pratique courante est de préparer des standards à intervalles de 5 unités jusqu'à 40 unités, puis à intervalles de 10 unités jusqu'à 100 unités. Le dernier paragraphe du mode opératoire traite brièvement des instruments commerciaux disponibles, pour estimer la turbidité dans la gamme de 1 à 5 unités.

## 2. AVERTISSEMENT

La nature visuelle de l'estimation restreint la limite inférieure jusqu'à laquelle la turbidité peut être correctement déterminée ou interprétée. Une lecture donnant une turbidité de 0 ou de 0,0, par exemple, ne signifie pas l'absence totale de particules dans l'eau. L'essai sur tampon d'ouate, ou des plaintes relatives à une turbidité noire, provenant de certaines zones du réseau de distribution, peuvent indiquer que des particules s'échappent avec l'eau traitée. Bien plus, des matières comme le charbon actif et les produits de corrosion, peuvent donner des lectures de turbidité qui diffèrent de celles dues à une quantité identique de silice, ou de débris naturellement présents dans l'eau. Par conséquent, les estimations de turbidité devront être considérées comme approximatives plutôt qu'absolues. Les résultats serviront de guide pour la production d'une eau acceptable. Les lectures de turbidité dépendront également de l'instrument employé pour la mesure. L'expérience montre que, dans le cas d'une eau naturelle, les lectures que donnent des montages photoélectriques modernes sont souvent différentes de celles obtenues au moyen du turbidimètre à bougie de Jackson.

On effectuera l'estimation de la turbidité dans un temps raisonnable, pour éviter des changements dans les particules en suspension elles-mêmes. Parfois, il est judicieux de pratiquer immédiatement la détermination, lorsque les particules proviennent principalement du floc de coagulant. A l'inverse, les estimations d'échantillons qui contiennent des particules minérales non réactives, peuvent, en toute sécurité, être retardées d'une semaine ou davantage.

Toutes les bouteilles et la verrerie utilisées lors des estimations de turbidité, seront maintenues scrupuleusement propres, à l'intérieur comme à l'extérieur. On écartera la verrerie rayée ou attaquée.

On consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour obtenir des informations supplémentaires sur la détermination de la turbidité.

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Un nombre suffisant (jusqu'à une douzaine ou davantage) de bouteilles en verre clair, du genre bouteilles pour réactifs, de 1 litre, simples, à ouverture étroite et bouchon de verre. Réserver ces bouteilles au prélèvement et à la détermination des échantillons, ainsi qu'à la conservation de toutes

les suspensions standards de turbidité.

3.2. Un turbidimètre à bougie de Jackson, comprenant un support, un tube de verre calibré et une bougie spéciale en cire d'abeille et blanc de baleine (voir figure 8a).

3.3. Un cylindre gradué de 1000 ml pour préparer les dilutions d'échantillons et les standards dilués de turbidité.

3.4. Des pipettes de mesure, ou des cylindres gradués, de capacité appropriée, pour préparer les standards en bouteille.

3.5. Une source lumineuse pour estimer la turbidité, selon la méthode des standards en bouteille décrite au paragraphe 7. Pour avoir une estimation convenable de la turbidité, on disposera la source lumineuse de façon à ce qu'aucun rayon n'atteigne l'oeil directement, mais que l'échantillon et les standards en bouteille soient, au même moment, également éclairés. Un arrangement adéquat est réalisé par une lampe fluorescente munie d'un écran, située sous un plateau, ce dernier possédant une ouverture sur toute la moitié de sa longueur, pour admettre les rayons lumineux.

3.6. Un instrument pour déterminer la turbidité de faible niveau (moins de 5 unités). Parmi les instruments largement utilisés dans ce but, mentionnons le turbidimètre de Baylis, le turbidimètre de Hellige et le turbidimètre de St Louis.

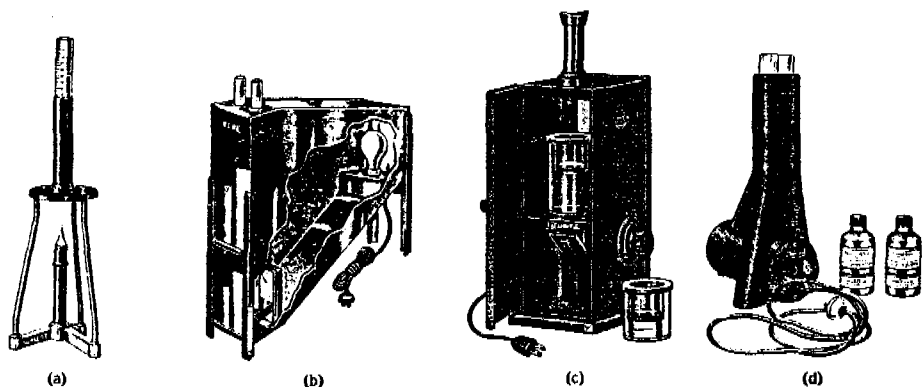


FIG. 8. Turbidimètres

Légende : a) modèle à bougie de Jackson  
c) modèle de Hellige

b) modèle de Baylis  
d) modèle de St-Louis

#### 4. SUSPENSION MERE POUR LES STANDARDS EN BOUTEILLE

4.1. Pour améliorer la coïncidence visuelle entre l'échantillon et les standards de turbidité, préparer la suspension mère à partir d'eau brute très trouble, de même origine que l'échantillon, ou d'une suspension concentrée, composée de la turbidité habituellement présente dans l'eau brute. Déterminer la turbidité de ces suspensions mères au moyen du turbidimètre à bougie de Jackson, comme décrit au paragraphe 6.

4.2. Lorsqu'une eau de forte turbidité, ou une suspension concentrée, ne sont pas disponibles, ou sont difficiles à préparer, on achètera une suspension standard de 1000 unités de turbidité chez un bon fournisseur.

4.3. Employer n'importe laquelle des suspensions mères ci-dessus, pour préparer les standards de turbidité moindre, nécessaires dans le laboratoire. Tout standard de turbidité s'abîmant, préparer les standards chaque semaine, ou même deux fois par semaine, si un suremploi casse les particules en morceaux plus petits. Agiter toute suspension mère avant l'emploi.

#### 5. MANIPULATION PRELIMINAIRE DE L'ECHANTILLON

5.1. Réchauffer à température ambiante un échantillon très froid, pour éviter la formation de buée à l'extérieur de la bouteille, durant la mesure de la turbidité.

5.2. Eliminer de l'échantillon toutes les bulles d'air ennuyeuses, dues à la sursaturation, en agitant et laissant reposer, alternativement, la bouteille.

#### 6. MODE OPERATOIRE BASE SUR L'EMPLOI DU TURBIDIMETRE A BOUGIE DE JACKSON

6.1. Estimation de la turbidité comprise entre 25 et 1000 unités :

- a) Placer le turbidimètre à bougie de Jackson dans un endroit sombre, sans courant d'air, pour que la flamme de la bougie tremble le moins possible pendant les estimations suivantes.
- b) Dans son support, ajuster la bougie à pleine hauteur, et casser la longueur de mèche carbonisée qui peut être aisément enlevée avec les doigts.
- c) Agiter vigoureusement l'échantillon et en ajouter 1 à 5 ml dans le tube de verre calibré du turbidimètre.

- d) Allumer la bougie. Ne laisser la bougie brûler que quelques minutes d'affilée car la flamme a tendance à grandir après un moment.
- e) Agiter à nouveau l'échantillon. Observer la flamme de la bougie en regardant de haut en bas à travers le tube de verre calibré, tout en ajoutant de petites portions d'échantillon dans le tube de verre. Cesser l'addition lorsqu'on ne peut plus distinguer l'image de la flamme de la bougie. Le contour de la flamme s'estompe graduellement, au fur et à mesure qu'on ajoute de l'échantillon dans le tube; il est ensuite remplacé par une lumière diffuse. Sur l'échelle du tube gradué lire la turbidité à laquelle la flamme disparaît exactement. Relever cette lecture préliminaire.
- f) Enlever l'échantillon du tube et rincer ce dernier avec de l'eau distillée ou de l'eau courante qui soit claire (turbidité : 0,0).
- g) Agiter une fois encore l'échantillon, puis en ajouter suffisamment dans le tube pour approximer 80% de la lecture préliminaire faite au point 6.1.(e). Poursuivre ensuite l'addition par petites portions jusqu'à ce que la flamme disparaisse à nouveau. Relever cette lecture.
- h) Répéter les points 6.1.(f) et 6.1.(g) deux fois de plus, et relever la valeur à chaque fois.
- i) Noter la moyenne des 3 lectures obtenues aux points 6.1.(g) et 6.1.(h) (voir paragraphe 9 Report des résultats).

#### 6.2. Estimation d'une turbidité supérieure à 1000 unités :

- a) Diluer comme suit l'échantillon avec de l'eau courante claire, de façon à ce que la turbidité résultante soit comprise entre 300 et 700 unités et qu'elle soit, de préférence, proche de 500 unités.
- 1) Agiter vigoureusement l'échantillon et mesurer, dans un cylindre gradué de 100 ml, le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de turbidité :

Volume d'échantillon ml	Plage de turbidité (unités)
500	1000-1200
250	1300-2000
100	3000-5000
50	6000-10000



- 2) Diluer rapidement à la marque de 1000 ml avec de l'eau courante claire (turbidité : 0,0).
  - 3) Transférer de suite l'échantillon dilué dans une bouteille de 1 litre à bouchon de verre. Durant la phase de transfert, brasser le contenu du cylindre pour récupérer autant de turbidité et de dépôt que possible.
- b) Agiter vigoureusement l'échantillon dilué, et suivre le mode opératoire du paragraphe 6.1. au complet.
- c) Calculer la turbidité en multipliant le résultat trouvé au point 6.2.(b) par le facteur approprié.

Volume d'échantillon ml	Multiplier les unités de turbidité par:
500	2
250	4
100	10
50	20

## 7. MODE OPERATOIRE BASE SUR L'EMPLOI DE STANDARDS EN BOUTEILLE

### 7.1. Préparation des standards en bouteille :

- a) Estimer la turbidité de la suspension mère (4.1. ou 4.2.) bien agitée, en suivant le mode opératoire basé sur l'emploi du turbidimètre à bougie de Jackson (paragraphe 6).
- b) Calculer comme suit le volume de suspension mère nécessaire à la préparation de 1 litre de standard en bouteille : chercher dans la colonne A ci-dessous, le standard de turbidité désiré. Diviser le nombre correspondant de la colonne B par la turbidité de la suspension mère; le résultat représente le nombre de millilitres de suspension mère qui sont nécessaires.

Colonne A	Colonne B
2	2000
5	5000
10	10000
15	15000
20	20000
25	25000

Exemple : pour préparer un standard en bouteille d'une turbidité de 2, à partir d'une suspension mère de turbidité 300, diviser 2000 par 300 :

$$2000/300 = 6,7 \text{ ml de suspension mère}$$

- c) Après avoir secoué vigoureusement la suspension mère, en prélever le volume requis à l'aide d'une pipette de mesure ou d'un cylindre gradué.
- d) Transférer immédiatement la quantité mesurée de suspension mère dans une bouteille propre de 1 litre. Choisir des bouteilles qui soient de même grandeur, forme et type que la bouteille dont on se servira pour la prise et l'estimation de l'échantillon.
- e) Dans un cylindre gradué de 1000 ml, mesurer le volume adéquat d'eau distillée ou d'eau courante claire (turbidité : 0,0), pour amener le volume total de chaque standard en bouteille à 1000 ml.
- f) Peser des portions de 1 g de chlorure mercurique ( $\text{HgCl}_2$ ) et les ajouter à chaque litre de standard en bouteille comme agent préservateur. Agiter pour dissoudre les cristaux.
- g) Etiqueter chaque standard en bouteille; noter la valeur de sa turbidité et la date de sa préparation.
- h) Si nécessaire, rejeter de la bouteille un peu (5 à 10 ml) de standard bien mélangé, afin d'avoir assez de volume libre pour parfaitement homogénéiser le contenu.

7.2. Bien agiter l'échantillon et chaque standard en bouteille, puis comparer la turbidité en regardant à l'horizontale à travers les bouteilles, en direction d'une feuille de papier réglé ou imprimé. Observer la netteté avec laquelle apparaissent les lignes ou l'impression, à travers la turbidité de l'échantillon et celle de chacun des standards. Disposer la source lumineuse de façon à ce qu'aucun rayon ne vienne directement frapper l'oeil, mais, qu'au même moment, l'échantillon et les standards soient identiquement éclairés.

7.3. Assimiler l'échantillon au standard de turbidité le moins différent. (Voir paragraphe 9 Report des résultats).

## 8. ESTIMATION DE LA TURBIDITE DE FAIBLE NIVEAU

Un certain nombre d'instruments commerciaux conviennent à la détermination de la turbidité de faible niveau (moins de 5 unités) dans l'eau. Mentionnons, parmi eux, le turbidimètre de Baylis, le turbidimètre de Hellige, et le turbidimètre de St Louis. On peut acheter ces instruments (voir fig. 8) dans

les bons commerces. On suivra attentivement les directives fournies par le fabricant de chaque appareil.

#### 9. REPORT DES RESULTATS

Reporter le résultat final d'une détermination de turbidité en tenant compte du tableau ci-dessous :

Turbidité telle qu'on l'a déterminée	Approximer au plus proche
1,0 ou moins	0,1
1 - 10	1
10 - 100	5
100 - 400	10
400 - 700	50
plus de 700	100

Préciser également l'instrument, ou la méthode, employés pour la détermination.

## II. ANALYSES BACTERIOLOGIQUES

### INTRODUCTION

Une eau traitée de manière incorrecte, ou non protégée, peut contenir des microorganismes pathogènes (pouvant causer des maladies). Les bactéries coliformes, quoique ne provoquant pas elles-mêmes de maladies, sont souvent associées à des organismes pathogènes; elles sont un bon indice du degré de sécurité bactériologique d'une eau. Les bactéries coliformes existent normalement dans l'intestin des êtres humains et des autres animaux à sang chaud; elles sont éliminées en grand nombre dans les déchets humains et animaux. Dans une eau polluée, on trouve les bactéries coliformes en densité grossièrement proportionnelle au degré de pollution fécale. Lorsque des membres du groupe des coliformes sont présents, d'autres espèces de microorganismes, pouvant causer des maladies, peuvent être également présents.

Les bactéries coliformes sont plus résistantes que les bactéries provoquant des maladies; en conséquence, leur absence d'une eau est une indication que l'eau est bactériologiquement sûre pour la consommation humaine. A l'opposé, la présence de bactéries coliformes est une indication que des bactéries génératrices de maladies peuvent être également présentes, et qu'il est dangereux de boire cette eau.

Le groupe des coliformes inclut toutes les bactéries aérobies ou anaérobies facultatives, gram-négatives, non sporulantes, en forme de bâtonnet, qui provoquent la fermentation du lactose avec dégagement de gaz en 48 h, à 35°C, dans des milieux de culture prescrits. Les analyses bactériologiques décrites dans ce Manuel sont prévues pour indiquer la présence et le nombre de bactéries qui satisfont à la définition du groupe des coliformes.

\*La qualité bactériologique d'eaux employées dans des véhicules passant d'un Etat à l'autre, ainsi que celle d'autres eaux soumises au contrôle fédéral, est régie par les Règlements de Santé inter-Etats, basés sur les "Normes concernant l'eau potable" du Service fédéral de la Santé Publique

---

\* Voir préface

des Etats-Unis. Ces règlements stipulent que les membres du groupe des coliformes sont les indicateurs officiels de la qualité bactériologique de l'eau. Les règlements établissent, de plus, que les méthodes employées pour la détection et le comptage des bactéries coliformes, doivent être conformes à la dernière édition du *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. La plupart des Etats, par loi ou par règlement, exigent un semblable accord avec les prescriptions du *Standard Methods*. Des échantillons courants destinés aux examens bactériologiques seront prélevés aux points représentatifs du réseau de distribution. Le nombre d'échantillons examinés chaque mois sera fonction de la population totale desservie par la source d'eau. Le nombre minimum d'échantillons mensuels, basé sur la population desservie, est représenté graphiquement à la figure 9. Lorsque l'eau analysée ne satisfait pas aux normes bactériologiques, il est indispensable d'en prélever chaque jour des échantillons, au même point d'échantillonnage, jusqu'à obtention d'une qualité satisfaisante pendant deux jours consécutifs au moins.

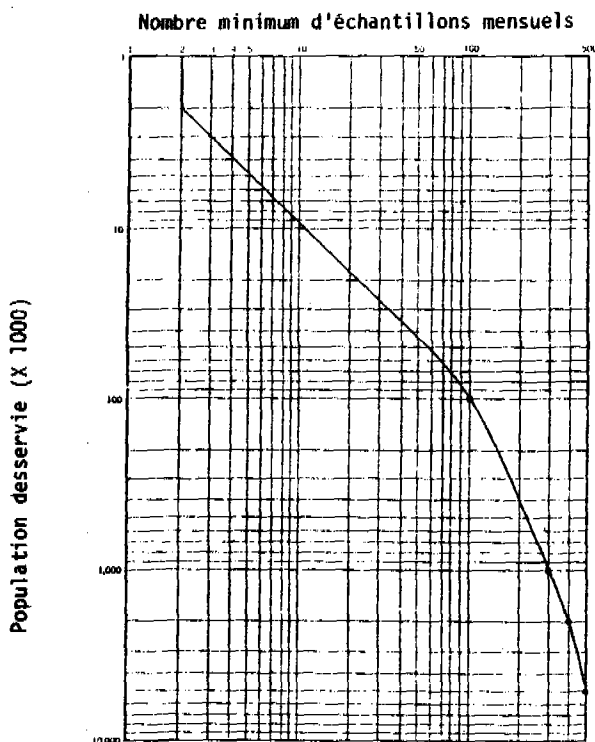


Fig. 9. Nombre minimum d'échantillons en fonction de la population desservie.

Des conditions de fonctionnement dépendra la fréquence à laquelle des échantillons seront prélevés à la source d'alimentation et aux divers stades du processus de traitement de l'eau.

Deux méthodes d'analyse bactériologique de l'eau sont reconnues : la méthode des membranes filtrantes et la méthode de fermentation en tubes multiples.

## A. METHODE DES MEMBRANES FILTRANTES

### 1. GENERALITES

Un volume connu d'échantillon d'eau est filtré sous vide à travers une membrane filtrante. Le filtre est ensuite introduit dans un récipient stérile et incubé au contact d'un milieu de culture sélectif et différentiel. Une colonie de bactéries coliformes se développe en chaque point du filtre où une bactérie coliforme viable a été retenue pendant la filtration. On compte les colonies de bactéries coliformes, et on effectue un calcul simple, pour déterminer le nombre de colonies de coliformes par 100 ml d'échantillon.

\*Lors d'analyses destinées à déterminer la sécurité bactériologique d'une eau traitée, on prendra des volumes standards d'échantillon d'au moins 50 ml - de préférence 100 ml - si l'on veut satisfaire aux exigences des Normes concernant l'eau potable du Service fédéral de la Santé Publique des Etats-Unis. Si le but de l'analyse est quantitatif plus que qualitatif - si l'on désire connaître, par exemple, le nombre de bactéries coliformes dans une source d'eau brute, ou dans une eau subissant un traitement - un volume d'échantillon plus petit peut convenir. Pour des comptages sûrs de coliformes, on choisira un volume qui donnera 20 à 80 colonies de coliformes sur la membrane filtrante. Il ne devra pas se développer plus de 200 colonies de tous les types (coliformes et non coliformes) sur le filtre utilisé pour le comptage.

---

\* Voir préface

En fonction du nombre attendu de bactéries coliformes, on peut suggérer de filtrer les volumes suivants d'échantillon :

Colonies de coliformes par 100 ml	Volume à filtrer ml
1 à 80	100
81 à 320	25
321 à 1300	6
1001 à 4000	2
4001 à 16000	0,5

Pour des comptages plus élevés de bactéries coliformes, on emploiera de plus petits volumes pour la filtration.

Si l'on s'attend à des fluctuations de la densité des bactéries coliformes, il peut être nécessaire de filtrer deux volumes d'échantillons, ou plus, pour obtenir des résultats sûrs. Si, par exemple, on s'attend à trouver un nombre de bactéries coliformes compris entre 300 et 16'000 par 100 ml, il vaut mieux filtrer : un échantillon de 6 ml, un de 2 et un de 0,5 ml.

## 2. AVERTISSEMENT

Ce manuel présente une version abrégée de la méthode des membranes filtrantes donnée dans le *Standard Methods*. Comme le *Standard Methods* permet une amplitude considérable du choix personnel : d'équipements, de milieux de culture et de méthodes d'analyse, on en consultera la dernière édition pour avoir un panorama complet de toutes les valrantes autorisées.

### 3. APPAREILLAGE

#### 3.1. Equipement de stérilisation :

- a) Un four de stérilisation. Ce four sera assez grand pour permettre d'y placer, sans les serrer, des objets comme les pipettes, les boîtes de Petri, les tubes à essai, les flacons d'échantillonnage et les autres pièces de verrerie et d'appareillage sèches, qui doivent être stérilisées selon le procédé à la chaleur sèche. La libre circulation de l'air chauffé autour des équipements est essentielle; en conséquence, on évitera un remplissage excessif. Si nécessaire, on stérilisera en plusieurs charges. Le four sera muni d'un régulateur de température; il fonctionnera habituellement à 170°C. Le temps de stérilisation requis par la plupart des pièces de verrerie est de 1 h à 170°C.
- b) Un autoclave. L'autoclave sera suffisamment grand pour permettre la libre circulation de la vapeur vive autour de la charge normale qu'on désire stériliser par ce procédé. Il sera équipé d'un manomètre et d'un thermomètre, dont l'ampoule sera placée convenablement dans la conduite d'évacuation. On emploiera l'autoclave en observant strictement les instructions du fabricant, dans le but de remplacer tout l'air présent dans la chambre par de la vapeur. La température de stérilisation sera atteinte en 30 minutes.

3.2. Un incubateur, muni d'un contrôle de température, et conçu de façon à ce que la température régnant dans toutes les parties utilisables soit de  $35^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . La chambre sera assez vaste pour permettre la libre circulation de l'air autour de toutes les cultures, lorsque la charge de travail maximum prévue aura été mise à incuber. Pour vérifier la température à l'intérieur d'un grand incubateur, un ou plusieurs thermomètres seront placés en des endroits représentatifs de la chambre; on relèvera périodiquement (quotidiennement de préférence) la température. On maintiendra dans la chambre une humidité saturante ou presque saturante. Si l'incubateur n'est pas équipé d'un humidificateur automatique en fonction, un bac d'eau peu profond sera laissé en permanence dans la chambre.



3.3. Une balance pour peser les milieux de culture pulvérulents et les produits chimiques destinés aux solutions. La plupart des pesées sont comprises dans un domaine de 1 à 100. La balance pèsera avec une précision de  $\pm 2$  g, sous 150 g de charge.

3.4. Un appareillage de distillation ou de déminéralisation de l'eau. Il produira une eau non toxique, exempte de substances qui empêchent ou influencent d'une quelconque façon la croissance des bactéries.

3.5. Des flacons d'échantillonnage, assez grands pour contenir au moins 100 ml d'échantillon plus un volume suffisant pour permettre un mélange intime lorsque l'échantillon sera agité\*. Les couvercles des flacons seront bien ajustés. Si l'on emploie des couvercles qui ne sont pas en verre, il faut s'assurer qu'ils sont exempts de substances solubilisables, qui peuvent influencer la croissance bactérienne. Dans chaque flacon d'échantillonnage propre, destiné à recueillir un échantillon d'eau contenant du chlore résiduel, on ajoutera une petite quantité (20-50 mg) de thiosulfate de sodium, en poudre ou en solution. Les flacons d'échantillonnage fermés par un bouchon enfilé dans le col, exigent une protection spéciale contre la contamination externe durant la prise de l'échantillon. On fixera un morceau de papier sur le sommet du bouchon, et on le serrera autour du col du flacon, peu avant la stérilisation (voir fig. 10c). On stérilisera ensuite le flacon dans le four de stérilisation.

3.6. Des flacons de dilution, qui puissent contenir  $99 \pm 2$  ml d'eau de dilution, en conservant assez d'espace pour que le mélange se fasse bien lorsqu'on agite\*. Des flacons à couvercle vissé, dont le couvercle soit exempt de substances toxiques solubles, sont idéaux pour cet usage (fig. 10b).

3.7. Des pipettes de mesure de 1 ml et de 10 ml\*. La pipette de 1 ml sera graduée en intervalles de 0,1 ml et celle de 10 ml en intervalles de 1,0 ml au moins. On écartera d'emblée les pipettes dont l'extrémité est brisée ou fendue. Bien des gens du métier insèrent un petit tampon d'ouate à l'intérieur de la partie de pipette qui va dans la bouche. On conserve commodément les pipettes dans des récipients métalliques stérilisés, conçus à cet effet. Un récipient séparé sera employé pour chaque grandeur de pipette. On peut emballer individuellement les pipettes dans du papier, et les stériliser à la chaleur.

\*Toute la verrerie sera absolument propre. Consulter l'introduction à ce Manuel quant au nettoyage de la verrerie (voir p.11). La verrerie borosilicatée, vendue sous le nom de fabrique Pyrex (ou "Kimax" dans certains pays. NdT), est la meilleure pour le travail de bactériologie, à cause de sa relative inertie chimique et de sa stabilité thermique.

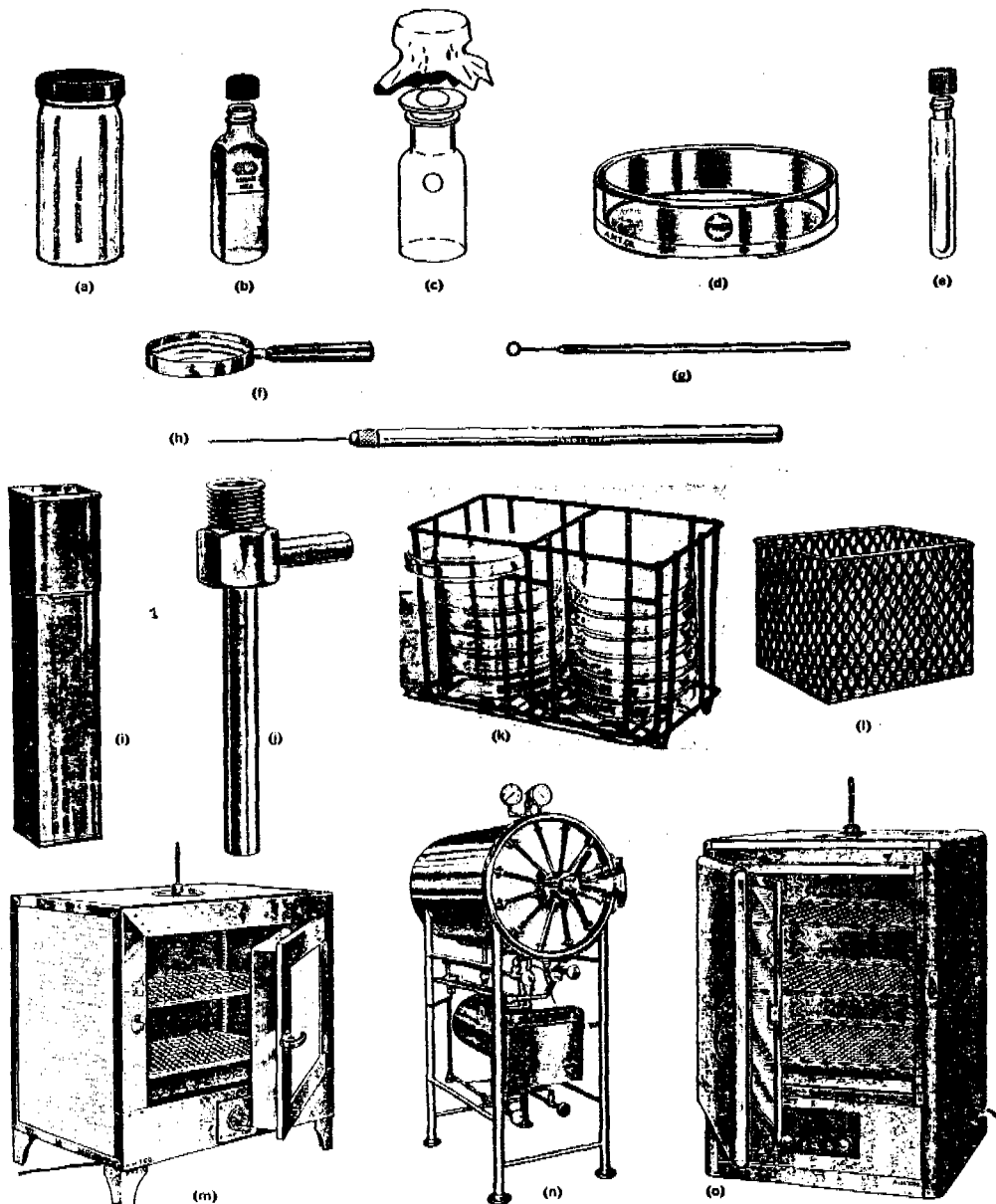


Fig. 10. Appareils de bactériologie

Légende : a) flacon d'échantillonnage avec couvercle à vis, b) flacon d'eau de dilution  
 c) flacon d'échant. à couvercle rodé, muni d'une protection, d) boîte de Petri, e) tube à  
 essais à vis, f) loupe, g) anse d'inoculation, h) fil droit, i) boîte à pipettes, j) trompe  
 à eau (pompe à filtrer), k) support de boîtes de Petri, l) panier pour les tubes à essais  
 m) stérilisateur à air chaud, n) autoclave, o) incubateur (étuve).

3.8. Un équipement de préparation des milieux. Les récipients de verre ou de métal inoxydable, l'équipement de chauffage et les agitateurs, employé dans la préparation des milieux, seront propres et exempts de matières toxiques solubles\*.

3.9. Un brûleur à gaz, de type Bunsen ou apparenté.

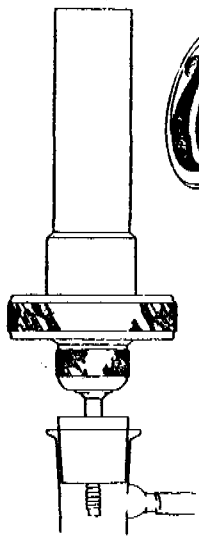
3.10. Un équipement de filtration :

- a) Une trompe à eau, une pompe à vide électrique, ou n'importe quel système commode permettant de produire au moins une demi-atmosphère de pression différentielle.
- b) Une fiole à filtrer. Un erlenmeyer de 1 litre, à paroi épaisse et pourvu d'un bras latéral, convient bien. On la raccorde à l'appareillage de vide (3.10.a) au moyen d'un tuyau de caoutchouc, dont la paroi soit suffisamment épaisse pour qu'elle ne s'écrase pas lorsque le vide est établi. Du tuyau en latex de 3/16 in. de diamètre intérieur (4,8 mm) et de 3/32 in. (2,4 mm) d'épaisseur de paroi est excellent. Avec ce type de tuyau on peut laisser fonctionner le générateur de vide, et interrompre ce dernier par une pince de Mohr, lorsque cela est nécessaire.
- c) Un dispositif porte-filtre. Ce dispositif se compose de deux parties. La partie inférieure, ou de base, montée sur la fiole à filtrer grâce à un bouchon de caoutchouc de grandeur 8, supporte la membrane filtrante lorsque le dispositif est assemblé. Sa surface poreuse permet le libre passage de l'eau filtrée jusque dans la fiole à filtrer, pendant le travail. La partie supérieure, qui est fixée par une pince ou verrouillée sur la partie de base durant le travail, a un peu la forme d'un entonnoir pour diriger l'eau à filtrer sur la partie adéquate de la membrane filtrante. Le dispositif porte-filtre peut être construit en métal ou en verre; on a le choix entre plusieurs modèles (Fig. 11). S'il est en métal, le cuivre ne devra être le composant d'aucune partie en contact avec l'échantillon. Les deux parties du dispositif porte-filtre seront emballées séparément dans du papier, puis stérilisées à l'autoclave pendant au moins 15 minutes à 121°C. Aucun appareillage ayant des parties en caoutchouc ou en plastique, ne devra être mis au four de stérilisation.
- Un support à anneau, dont l'anneau soit ouvert, fournit un support adéquat pour la partie supérieure du dispositif porte-filtre, lorsqu'on démonte ce dernier (fig. 11).

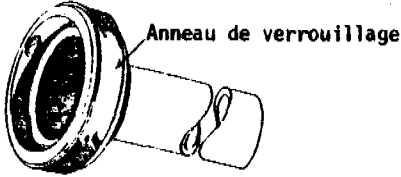
---

\* voir page 163

Dispositif assemblé



Partie supérieure



Partie inférieure

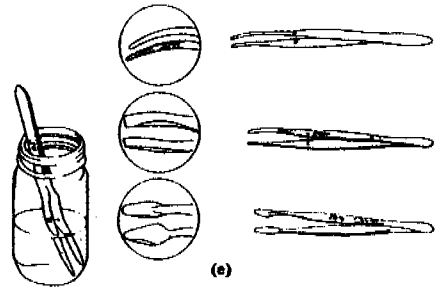
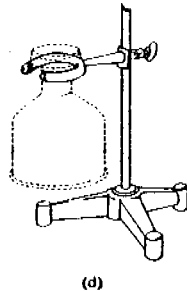
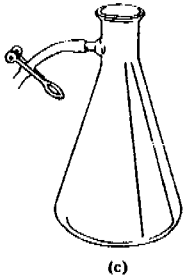
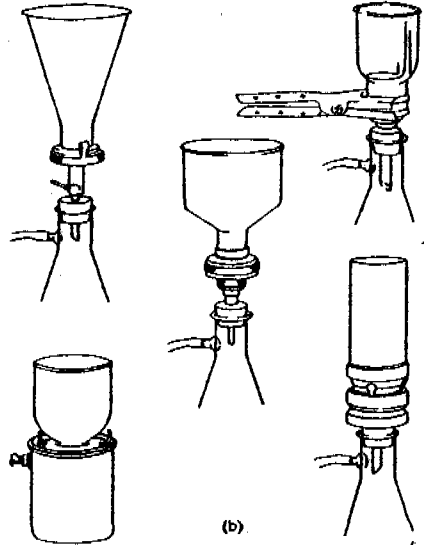
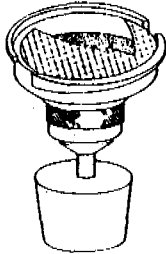


Fig. 11. Appareillage de membranes filtrantes.

Légende : a) Eléments du dispositif porte-filtre, b) divers modèles de dispositifs porte-filtres, c) fiolle à filtrer, d) support à anneau avec anneau ouvert, e) modèles adéquats de brucelles.

3.11. Des boîtes de Petri en verre ou en plastique, de 60x15 mm, pour recevoir les cultures. Les boîtes en plastique sont généralement prévues pour un seul usage; on les jette sans les restériliser. Les boîtes en verre sont prévues pour des emplois répétés.

3.12. Des membranes filtrantes, de 47 à 50 mm de diamètre, dont le diamètre des pores convienne aux examens bactériologiques de l'eau (0,4 - 0,7 micron). Des membranes filtrantes acceptables peuvent être enveloppées en quantités adéquates, dans des pochettes de papier, stérilisées à l'autoclave pendant 10 minutes à 121°C et séchées par évacuation rapide de la vapeur après stérilisation.

3.13. Des tampons absorbants imprégnés de solution nutritive; ils consistent en des disques de papier filtre de 1 mm d'épaisseur environ et de diamètre identique à celui de la membrane filtrante avec laquelle on les utilise. Pour leur préparation et leur stérilisation, on suivra la même méthode qu'on a employée pour les membranes filtrantes (3.12.).

3.14. Des brucelles stériles sont utilisées pour manipuler les membranes filtrantes stériles et les tampons absorbants stériles pour la solution nutritive. Les pinces auront des extrémités arrondies (et non pointues) et agréablement courbées vers le bout (Fig. 11).

3.15. Un appareillage pour le comptage des colonies. Une simple loupe grossissant 4X à 5X peut être employée pour examiner et compter le nombre des colonies de coliformes. Un microscope binoculaire de dissection, à large champ, donne de meilleurs résultats. Comme source de lumière, il est recommandé de se servir d'une source fluorescente composée de deux ampoules de 4 watt dans un logement réfléchissant. Elle a l'avantage de bien éclairer et de dégager peu de chaleur, ce qui permet d'examiner les résultats tout près de la source de lumière.

#### 4. SOLUTIONS ET MILIEUX DE CULTURE

4.1. Eau tamponnée de dilution. Employer de l'eau tamponnée de dilution stérile, pour diluer les échantillons avant de les inoculer dans le milieu de culture, et rincer l'appareillage de filtration après mise en culture de l'échantillon. Préparer comme suit la solution de travail d'eau tamponnée de dilution, à partir d'une solution mère de tampon de phosphate :

a) Solution mère : dissoudre 34,0 g de dihydrogénophosphate de potassium (appelé aussi phosphate monopotassique),  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , dans 500 ml d'eau distillée. Vérifier le pH de la solution de phosphate en suivant la méthode décrite à la page 127. Si nécessaire, ajouter de petites quantités de solution 1N d'hydroxyde de sodium, jusqu'à ce que le pH de la solution de phosphate atteigne 7,2. (Préparer la solution d'hydroxyde de sodium en dissolvant 4,0 g de NaOH dans 100 ml d'eau distillée). Après ajustement du pH, ajouter assez d'eau distillée pour amener à 1 litre le volume total de solution mère. Quand on ne l'emploie pas, on conservera cette solution dans un récipient hermétiquement fermé, à 4-10°C, pour éviter des changements de la concentration dus à l'évaporation. Si, pendant la conservation, on voit apparaître des moisissures ou d'autres développements, on jettera cette solution et on préparera une nouvelle solution mère.

b) Solution de travail. Ajouter 1,25 ml de solution mère à 1 litre d'eau distillée; répartir dans des flacons d'eau de dilution en quantités qui donneront 99 + 2 ml après stérilisation à l'autoclave. Avant de stériliser, fermer de manière lâche les bouteilles d'eau de dilution. Stériliser l'eau tamponnée de dilution à l'autoclave, pendant 20 minutes à 121°C. Après stérilisation bien fermer les couvercles et conserver l'eau de dilution dans un endroit propre, jusqu'à son emploi.

4.2. M-Endo broth MF Medium. Dissoudre 2,4 g de milieu de culture déshydraté, disponible dans le commerce, (Difco 0749-02, Difco Laboratories, Detroit, Mich., ou BBL 01-494, Baltimore Biological Laboratories, Baltimore, Md) dans 50 ml d'eau distillée; ajouter ensuite 1 ml d'alcool éthylique à 95 pour cent. Stériliser en chauffant doucement jusqu'au point d'ébullition. Ne pas faire bouillir violemment, et ne pas stériliser le milieu à l'autoclave. Le pH du milieu prêt à l'emploi devrait être compris entre 7,1 et 7,3. On peut conserver le milieu jusqu'à 4 jours dans le réfrigérateur, à 4-10°C. Employer 50 ml de milieu pour 25 filtrations environ.

## 5. METHODE D'ECHANTILLONNAGE

Avant de passer à la pratique, lire attentivement le paragraphe concernant l'échantillonnage, dans l'Introduction à ce Manuel (p. 20). On consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour une discussion plus détaillée à propos de cet important sujet.

5.1. On recueillera des eaux contenant du chlore résiduel dans des flacons d'échantillonnage ayant du thiosulfate de sodium, afin de détruire le chlore de l'échantillon. Si l'on ne détruit pas le chlore, on rend impossible l'interprétation des résultats, car le chlore continue à tuer des bactéries à l'intérieur du flacon d'échantillonnage. Ainsi donc, les examens de laboratoire ne peuvent mesurer la qualité de la source d'eau, au moment et à l'endroit de l'échantillonnage, mais ils peuvent analyser uniquement l'état de l'échantillon au moment du début de l'examen.

5.2. Conserver le flacon d'échantillonnage fermé jusqu'au moment de prélever l'échantillon. Lors de l'ouverture du flacon, éviter de toucher toute partie de celui-ci qui sera en contact direct avec l'échantillon d'eau. Si une bande de papier a été insérée entre le bouchon et le col du flacon, l'enlever avant de prélever l'échantillon.

5.3. Pour éviter de perdre le thiosulfate de sodium introduit dans le flacon d'échantillonnage, on ne rincera pas le flacon avec l'eau que l'on va recueillir.

5.4. Lors de la prise de l'échantillon, en prélever au moins 100 ml, mais ne pas remplir le flacon à plus des quatre cinquièmes.

5.5. Si l'on prélève l'échantillon à un robinet ou à une pompe, laisser couler l'eau librement, pendant 4-5 minutes, avant d'introduire le flacon dans le courant d'eau. Si l'on prend l'échantillon à la source d'alimentation, à savoir dans une rivière, dans un lac ou dans une retenue, effectuer la prise aussi près que possible du point d'entrée dans la station de traitement. Manipuler le flacon d'échantillonnage de façon à recueillir un échantillon qui soit véritablement représentatif de la source. L'échantillon ne doit avoir eu aucun contact avec la personne, les habits ou tout objet utilisé pour aider celui qui prélève à s'approcher du point d'échantillonnage.

5.6. Noter aussitôt la température de l'endroit d'où provient l'échantillon et maintenir l'échantillon autant que possible à cette température. Amener au plus vite l'échantillon au laboratoire.

5.7. Commencer, si possible, l'analyse de laboratoire moins d'une heure après le prélèvement; pour que l'examen ait une certaine valeur, il devra débiter dans les 24 heures suivant la prise.

5.8. Enregistrement et identification des échantillons :

- a) Dès l'arrivée de l'échantillon dans le laboratoire, inscrire toutes les informations pertinentes à son sujet dans le formulaire d'enregistrement du laboratoire (un cahier relié ou un carnet de feuilles volantes contenant les formulaires imprimés, conviennent tous deux; on se soumettra aux exigences de l'Etat ou des autres autorités de contrôle ayant juridiction).
- b) Relever les données suivantes, relatives à l'échantillon : le numéro que lui assigne le laboratoire, la provenance de l'échantillon, la date et l'heure du prélèvement, la température de l'endroit d'où provient l'échantillon, le nom de celui qui l'a prélevé, ainsi que la date et l'heure de la réception de l'échantillon au laboratoire.
- c) Relever les informations suivantes concernant l'analyse : la date et l'heure du début des examens de laboratoire, les volumes d'échantillon employés pour les analyses, et le nom de l'employé de laboratoire qui effectue l'analyse. Le formulaire de laboratoire contiendra aussi de la place pour enregistrer tous les résultats qui auront été obtenus à tous les stades des opérations de laboratoire, un résumé des résultats, ainsi que les déterminations quantitatives.

## 6. METHODE DE LABORATOIRE

6.1. Nettoyer la surface de la paillasse du laboratoire avec de l'eau, ou mieux, avec une solution adéquate de désinfectant. Laisser la surface sécher avant de poursuivre.

6.2. Placer en une rangée, ou en séries de rangées, tous les récipients de culture stériles, qu'on emploiera lors des filtrations d'échantillon.



6.3. Etiqueter les récipients de culture pour qu'ils correspondent au numéro d'échantillon marqué sur la feuille de données.

6.4. Ouvrir tous les récipients de culture; retourner les couvercles des récipients et les placer à côté des parties de base. Placer un tampon absorbant stérile dans la moitié inférieure de chaque récipient de culture. On emploiera des brucelles stériles pour toutes les manipulations de tampons absorbants.

6.5. A l'aide d'une pipette stérile, faire couler assez de milieu M-Endo MF pour saturer chaque tampon absorbant. La quantité de milieu de culture nécessaire à chaque tampon absorbant est de 2 ml environ mais on ne peut la définir avec précision. Mettre assez de milieu pour qu'une grosse goutte de ce dernier s'échappe librement du tampon absorbant, lorsqu'on incline le récipient de culture. Replacer les couvercles des récipients.

6.6. Pour filtrer commodément l'échantillon, disposer les fournitures et équipements suivants sur la paillasse du laboratoire :

- a) Un dispositif porte-filtre (stérile au début de la série de filtrations), avec une fiole à filtrer reliée par un tuyau de caoutchouc à la source de vide. (Un support à anneau muni d'un anneau ouvert, pour y déposer la partie supérieure du porte-filtre démonté, n'est pas indispensable).
- b) Des récipients de culture étiquetés, dont les tampons absorbants soient saturés de milieu de culture.
- c) Des membranes filtrantes stériles.
- d) Un bocal d'alcool avec des brucelles.
- e) Un brûleur à gaz.
- f) Un cylindre gradué et des pipettes pour mesurer l'échantillon.
- g) De l'eau de dilution stérile, en portions de 99 ml.

6.7. Placer une membrane filtrante stérile, grille tournée vers le haut, sur la pièce de base du dispositif porte-filtre; la centrer sur la partie poreuse de la plaque porte-membrane. Les membranes filtrantes s'abiment facilement. Employer des brucelles pour les manipuler et saisir *toujours* le disque filtrant à l'extérieur de la partie à travers laquelle devra passer l'échantillon. Afin de conserver les brucelles stériles, on en maintiendra *toujours* les extrémités qui pincement immergées dans 2,5 cm d'alcool éthylique ou d'alcool méthylique. Au moment d'utiliser les pinces, éliminer l'alcool en le brûlant. Ne pas laisser les brucelles dans la flamme plus longtemps qu'il ne le faut pour enflammer l'alcool.

6.8. Monter le système de filtration en fixant par une pince la partie supérieure (l'entonnoir) à la partie de base. Cette opération demande du soin, pour

éviter d'endommager la membrane filtrante dans le dispositif de filtration.

6.9. Agiter vigoureusement le flacon d'échantillonnage, 25 fois environ, en un mouvement vertical.

6.10. Sans employer le vide, faire passer l'échantillon d'analyse mesuré dans la partie en entonnoir du dispositif de filtration. Si l'échantillon à analyser est de moins de 10 ml, on le fera précéder d'environ 10 ml d'eau de dilution stérile (pas besoin de la mesurer). Si l'échantillon est de 10 ml ou plus, il n'y a pas lieu de verser d'eau de dilution dans le dispositif de filtration avant l'échantillon.

6.11. Mettre sous vide pour accélérer la filtration de l'échantillon à travers la membrane. Interrompre le vide après le passage de l'échantillon à travers la membrane filtrante.

6.12. Rincer l'entonnoir avec 20 à 30 ml d'eau de dilution stérile. Rincer à nouveau, une fois toute l'eau du premier rinçage passée à travers le filtre.

6.13. Démonter le dispositif de filtration. A l'aide de brucelles stériles, enlever la membrane filtrante de la base du porte-filtre. Placer avec soin le filtre, grille tournée vers le haut, sur le tampon absorbant, dans le récipient de culture approprié (Fig. 12).

Inspecter le filtre pour découvrir si des bulles d'air sont situées entre lui et le tampon absorbant. Si nécessaire, replacer le filtre sur le tampon absorbant. Comme les bulles d'air entravent la diffusion du milieu de culture, du tampon absorbant à la membrane filtrante, on réduit le piégeage de bulles d'air : en mettant suffisamment de milieu de culture sur le tampon absorbant destiné à la solution nutritive et en appliquant la membrane filtrante en position correcte sur le tampon absorbant, par un mouvement de rotation.

6.14. Après achèvement d'une filtration, passer à la suivante de la série, sans restériliser le dispositif de filtration; on ne le restériliserà qu'après achèvement de toutes les filtrations consécutives d'une série. Si plus de 15 minutes se passent entre la filtration d'échantillons successifs, restériliser le dispositif en le plongeant pendant 2 minutes dans l'eau bouillante, puis en le refroidissant avant la filtration suivante.

6.15. Les filtrations terminées, retourner les récipients de culture bien fermés, et les placer, pendant 18-22 heures dans un incubateur à 35°C, dont l'atmosphère soit saturée d'humidité. Si l'incubateur tout entier n'est pas saturé d'humidité, placer les cultures dans un récipient hermétiquement fermé, qui contienne aussi des serviettes de papier humides ou d'autres matières mouillées.



Fig. 12. Mise en place de la membrane sur le tampon imbibé de milieu de culture.

6.16. Après incubation, retirer les cultures, et compter comme suit les colonies de bactéries coliformes : employer un microscope de dissection à large champ ou (cela est moins souhaitable), une simple loupe. Disposer une source lumineuse de grande surface près des colonies de bactéries. L'ajuster de façon à ce que la lumière soit réfléchiée directement sur les surfaces des colonies en direction du microscope ou de la loupe.

Les colonies de bactéries coliformes sont rouges ou roses, leur surface brille d'un éclat vert-or ou métallique. Ce brillant peut recouvrir toute la colonie, ou n'apparaître qu'en son centre. Les colonies de bactéries non coliformes vont de l'incolore au rose ou rouge mais ne possèdent pas le brillant de surface caractéristique.

6.17. Relever les comptages de colonies de bactéries coliformes sur les feuilles de données.

## 7. INTERPRETATION DES RESULTATS

\*Pour répondre à la question "une eau est-elle bactériologiquement propre à la consommation ?", les limites établies dans les Normes concernant l'eau potable du Service fédéral de la Santé publique des Etats-Unis, sont un bon guide. Ces limites sont basées sur l'emploi d'un échantillon standard de 50 ml de volume au minimum (il est préférable de prendre 100 ml). Lorsqu'on emploie la technique des membranes filtrantes, les Normes stipulent que la densité moyenne (c'est-à-dire la moyenne arithmétique) des bactéries coliformes de tous les échantillons standards examinés pendant un mois, ne doit pas dépasser 1 colonie pour 100 ml. De plus, en se référant aux échantillons standards pris individuellement, le nombre de colonies ne doit pas dépasser 3 par 50 ml (ou 4 par 100 ml, ou 7 par 200 ml ou 13 par 500 ml) :

- a) dans deux prises consécutives; ou
- b) dans plus de un échantillon, si moins de 20 prélèvements sont analysés chaque mois; ou
- c) dans plus de 5 pour cent des échantillons, si 20 prélèvements ou plus sont analysés chaque mois.

Lorsque, dans un seul échantillon standard, le nombre des colonies de bactéries coliformes dépasse les valeurs ci-dessus, il faut sans retard effectuer des prélèvements journaliers au même point d'échantillonnage, et les examiner jusqu'à ce que les résultats obtenus, pour deux échantillons consécutifs au moins, indiquent que l'eau est de qualité satisfaisante.

7.2. Si l'on désire une interprétation quantitative plutôt que qualitative, on emploiera les procédés de calcul suivants, pour déterminer le nombre de colonies de coliformes.

- a) Au cas où plus d'un volume d'échantillon a été filtré initialement, choisir celui qui présente entre 20 et 80 colonies de bactéries coliformes, mais pas plus de 200 colonies de tous les types. Diviser le nombre de colonies par le nombre de millilitres d'échantillon filtrés et multiplier par 100 le résultat. Cela donnera le nombre de colonies par 100 ml d'échantillon. Arrondir le résultat à deux chiffres significatifs.

---

\* Voir préface

Exemple : supposons qu'on ait compté 34 colonies de bactéries coliformes sur une membrane filtrante à travers laquelle ont passé 25 ml d'échantillon; alors  $34 \times 100 \div 25 = 136$ . Le nombre de colonies de bactéries coliformes par 100 ml est donc (à deux chiffres significatifs) de 140.

- b) Si aucun des volumes d'échantillon d'une série ne produit entre 20 et 80 colonies de bactéries coliformes sur un filtre, choisir le filtre qui s'approche le plus des exigences, et effectuer les calculs comme ci-dessus. Dans ce cas, préciser expressément que le comptage a été réalisé sur un échantillon non idéal. Bien des praticiens désignent de tels résultats sous le nom "comptages estimés".
- c) Au cas où deux membranes filtrantes d'une série de filtrations d'échantillon présentent entre 20 et 80 colonies de bactéries coliformes, diviser le nombre total de colonies trouvées sur les deux par le nombre total de millilitres filtrés, et multiplier par 100.

Exemple : supposons que l'on ait compté 22 colonies de bactéries coliformes sur un filtre représentant 5 ml d'échantillon, et 75 colonies de bactéries coliformes provenant d'une portion de 15 ml. Alors :

$$\frac{22 + 75}{5 + 15} \times 100 = \frac{97}{20} \times 100 = \frac{9700}{20} = 485$$

Le nombre de colonies de bactéries coliformes par 100 ml est donc (à deux chiffres significatifs) de 490.

## B. METHODE DE FERMENTATION EN TUBES MULTIPLES

### 1. GENERALITES

La méthode de fermentation en tubes multiples détermine la présence et le nombre de bactéries coliformes, par la mise en culture d'une série de fractions mesurées d'échantillon dans des tubes contenant des milieux de culture favorables. L'analyse passe par trois stades distincts : l'essai présomptif, l'essai confirmatif et l'essai spécifique. Il est loisible d'interrompre l'examen d'un échantillon d'eau à la fin de chacune de ces étapes - pourvu que le but de l'analyse ait été atteint - ou bien, on peut passer directement d'une étape à la suivante. La Figure 13 indique la relation existant entre les trois stades. L'essai confirmatif et l'essai spécifique augmentent la certitude que les résultats positifs obtenus lors de l'essai présomptif sont, en fait, dus à des bactéries coliformes, et non pas à l'activité d'autres sortes de bactéries.

\*L'essai spécifique est l'essai standard de détermination de la sûreté bactériologique d'une eau selon les Normes concernant l'eau potable, du Service fédéral de la santé publique des Etats-Unis; selon ces normes, il est permis d'arrêter l'examen après l'essai confirmatif, mais seulement dans le cas où il a été prouvé, par une série d'essais en parallèle, que l'essai confirmatif donne des résultats équivalents à ceux de l'essai spécifique. La pratique courante est de terminer l'analyse bactériologique de la plupart des alimentations publiques en eau, à la fin de l'essai confirmatif. L'essai confirmatif est également précieux dans l'analyse d'échantillons provenant de la source d'une alimentation d'eau, et des diverses parties d'une station de traitement d'eau.

La méthode des tubes multiples est basée sur les lois des probabilités; on l'emploie pour obtenir une estimation du nombre de bactéries dans un échantillon, exprimé par le Nombre le Plus Probable (NPP). C'est pour cela qu'on l'appelle habituellement la méthode NPP. Elle exige l'ensemencement initial, dans des milieux de culture, d'une ou de plusieurs fractions mesurées d'échantillon, sur chacune desquelles on effectue ensuite les essais qualitatifs de culture appropriés. En fonction de la présence de bactéries coliformes, on recherche, pour chaque fraction d'échantillon, une réponse "OUI" (positive)

---

\* Voir préface

ou "NON" (négative). Après avoir achevé les opérations de laboratoire, on fait un résumé de l'ensemble des résultats positifs et négatifs, que l'on corrèle avec les volumes d'échantillon initial mis en culture. On détermine finalement le NPP en consultant une table de Nombre les Plus Probables, plutôt qu'en effectuant, pour chaque échantillonnage, un calcul séparé.

Le *Standard Methods* présente plusieurs plans différents d'inoculation de l'échantillon, dont deux sont présentés ici (l'application en laboratoire des autres schémas est, d'habitude, semblable). Le plan A prévoit l'ensemencement initial par cinq fractions de 10 ml; il est recommandé pour des analyses d'eaux de qualité potable. On peut améliorer la sensibilité de l'essai, en appliquant ce plan à l'ensemencement par cinq fractions d'échantillon de 100 ml, ce que préfèrent bien des stations de traitement d'eau. Le plan B prévoit la mise en culture de cinq fractions de 10 ml, de cinq fractions de 1 ml et de cinq fractions de 0,1 ml; il est recommandé pour des analyses d'eaux de qualité inférieure à celle des eaux de boisson. Ce système d'ensemencement est employé lorsqu'on est sûr de la présence de bactéries coliformes, et que l'essai a pour but d'en déterminer le nombre.

Lorsque l'on a besoin de différentes sensibilités d'analyse, on peut modifier les volumes d'échantillon de chacun de ces plans. A titre d'exemple, on peut modifier le système d'ensemencement du plan B, en inoculant, à la place, 5 fractions d'échantillon de 1,0 ml, cinq fractions de 0,1 ml et cinq fractions de 0,01 ml.

On ne peut obtenir de résultats quantitatifs que si les volumes d'ensemencement d'échantillon original ont été choisis de façon à ce que : dans une série de tubes de milieu de culture, inoculés par des volumes mesurés d'échantillon, certaines fractions d'échantillon donnent des résultats positifs et d'autres des résultats négatifs. Grâce à cinq fractions d'échantillon de chacun des volumes suivants : 10 ml, 1 ml, et 0,1 ml, on peut obtenir des résultats quantitatifs allant de 2 à 542 bactéries coliformes par 100 ml. Pour étendre la gamme vers de plus fortes densités de bactéries coliformes, on doit ajouter à la série des fractions d'échantillon plus petites. Lorsque les densités de coliformes sont suffisamment élevées, on peut éliminer une ou plusieurs des plus grandes fractions d'échantillon, comme indiqué ci-dessous :

Densité de coliformes attendue par 100 ml	Séries décimales (de 5 tubes chacune)
2 - 542	10;1;0,1 ml
20 - 5420	1;0,1;0,01 ml
200 - 54'200	0,1;0,01;0,001 ml
2000 - 542'000	0,01;0,001;0,0001 ml

L'apparente facilité du choix d'une des séries à trois rapports décimaux, est trompeuse dans le cas de certaines sources d'échantillons. De grandes fluctuations de la densité des coliformes peuvent nécessiter l'ensemencement initial de séries à quatre, voire cinq, rapports décimaux, afin d'assurer des résultats de laboratoire dans lesquels certains tubes donnent des réponses positives, et certains des réponses négatives. L'expérience qu'on aura de l'eau à analyser, indiquera la nécessité d'inoculer des séries d'échantillon de plus de trois éléments.

## 2. AVERTISSEMENT

Ce Manuel présente une version abrégée de la méthode de fermentation en tubes multiples donnée dans le *Standard Methods*. Comme le *Standard Methods* permet une amplitude considérable du choix personnel : d'équipements, de milieux de culture et de méthodes d'analyse, on en consultera la dernière édition pour avoir un panorama complet de toutes les variantes autorisées et de leur application.

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Equipement de stérilisation :

- a) Un four de stérilisation. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.1.(a).
- b) Un autoclave. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.1.(b). L'exposition totale des milieux de culture à la chaleur n'excédera pas 60 minutes; une exposition excessive à la chaleur dégrade, en effet, le lactose dans des milieux comme le milieu au lauryl sulfate ou le bouillon lactosé bilié au vert brillant.



- 3.2. Un incubateur. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.2.
- 3.3. Une balance. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.3.
- 3.4. Un appareillage de distillation ou de déminéralisation de l'eau. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.4.
- 3.5. Des flacons d'échantillonnage. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.5.
- 3.6. Des flacons de dilution. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.6.
- 3.7. Des pipettes de mesure. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.7.
- 3.8. Un équipement de préparation des milieux. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 3.8.
- 3.9. Des tubes de culture munis de cloches de fermentation; on les emploie avec du milieu au lauryl sulfate et du bouillon lactosé bilié au vert brillant (Fig. 14). Bien des praticiens accordent leur préférence aux tubes de 20 x 150 mm munis de fioles de 10 x 75 mm, qui contiennent des fractions de 10 ml de milieux de culture. Les tubes de culture de 25 x 150 mm sont employés avec les fioles de fermentation de 10 x 75 mm, pour des fractions de 20 ml de milieux. On peut suggérer de n'employer que des capuchons métalliques pour fermer les tubes de culture; ils entourent le tube sur environ 2,5 cm, en-dessous de son extrémité supérieure. Ces capuchons tiendront de manière assez lâche pour être facilement enlevés, mais ne partiront pas à la moindre secousse. Des tubes à capuchon vissé ne sont pas à conseiller pour les milieux de culture.
- 3.10. Des boîtes de Petri, de 100 mm de diamètre et de 15 mm de profondeur. Les boîtes en plastiques sont acceptables, si on les sait exemptes de substances antibactériennes solubles.
- 3.11. Un microscope muni d'un objectif à immersion d'huile pour examiner sur lame les colorations de Gram.
- 3.12. Des supports pour les tubes de culture. Les ouvertures seront assez grandes pour admettre les plus gros tubes de culture utilisés. L'un des types les plus universels est de forme rectangulaire (dix ouvertures sur cinq ouvertures) et admet 50 tubes de culture.
- 3.13. Une anse et un fil droit d'inoculation, faits de longueurs de 7,5 à 10 cm de fil de type 24 B&S ou 26 B&S. Le fil de Nichrome est acceptable, mais le platine irridié est meilleur. Les longueurs de fil sont mises dans

des étuis de métal ou de verre, du diamètre approximatif d'un crayon. On forme une anse d'inoculation en pliant le fil en un cercle de 3-4 mm de diamètre. Pour le fil droit, le fil peut être rectiligne ou les derniers mm peuvent être pliés à 10 degrés environ.

3.14. Un brûleur à gaz, de type Bunsen ou apparenté.

#### 4. MILIEUX DE CULTURE ET SOLUTIONS

On trouve dans le commerce des milieux déshydratés, qui simplifient la préparation des milieux de culture et sont, en conséquence conseillés pour le travail de laboratoire. Difco Laboratories (Detroit, Mich.) Baltimore Biological Laboratories (Baltimore, Md) et d'autres fournisseurs, produisent de tels milieux sous forme pulvérulente, que l'on peut facilement peser, dissoudre dans l'eau distillée et répartir dans des tubes ou d'autres récipients de culture, avant de les stériliser.

4.1. Eau tamponnée de dilution. Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 4.1.

4.2. Milieu au lauryl sulfate, pour les essais présomptifs et spécifiques. On emploiera ce milieu comme milieu de culture primaire pour l'essai présomptif, ainsi que pour déterminer la fermentation de cultures pures isolées lors de l'essai spécifique. Préparer le milieu comme suit :

a) Dissoudre, dans de l'eau distillée, une certaine quantité de milieu de culture déshydraté, de façon à produire un milieu dont la concentration soit adaptée à la quantité d'échantillon à inoculer. Pour produire, par exemple, un milieu de concentration simple (1x) on dissout 35,6 g de milieu déshydraté par litre d'eau distillée. Le tableau suivant est utile :

Volume d'échantillon par tube	Concentration du milieu	Quantité de milieu déshydraté par litre g	Volume de milieu par tube ml	Dimension du tube mm
1	1 x	35,6	10	20 x 150
10	1,5 x	53,4	20	25 x 150
100	4 x	142,4	35	flacon de dilution

- b) Après dissolution du milieu pesé, répartir les volumes, prédéterminés, dans des tubes de culture munis de cloches inversées de fermentation, enfiler les capuchons sur les récipients de culture, et stériliser à l'autoclave durant 15 minutes à 121°C.
- c) Conserver le milieu de culture stérilisé à température ambiante (25°C environ) pour des périodes d'une semaine au maximum. Une conservation prolongée à température ambiante provoquera des changements de concentration dus à l'évaporation. La conservation au réfrigérateur est d'habitude déconseillée, en raison de la probabilité d'entrée d'air dans le milieu. Cet air dissous est libéré pendant l'incubation, et produit de faux résultats positifs.

#### 4.3. Bouillon lactosé bilié au vert brillant, pour l'essai confirmatif :

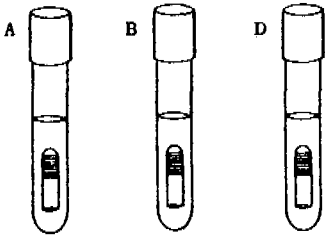
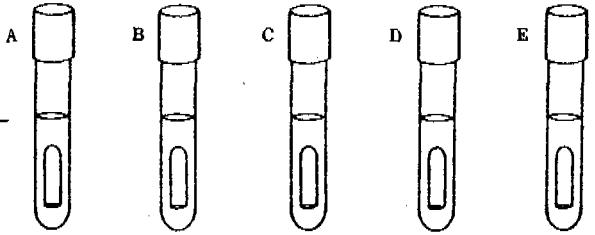
- a) Par litre d'eau distillée, dissoudre 40 g du milieu déshydraté disponible dans le commerce, et le répartir en fractions d'environ 10 ml, dans des tubes de culture munis de cloches inversées de fermentation. Stériliser à l'autoclave pendant 15 minutes à 121°C. Vérifier si possible, à l'aide d'un pH-mètre, que le pH du milieu après stérilisation soit compris entre 7,1 et 7,4.
- b) Se conformer aux exigences de conservation données pour le milieu au lauryl sulfate, paragraphe 4.2.
- c) En plus, protéger le milieu de la lumière pendant sa conservation, pour éviter des changements indésirables du pigment coloré.

#### 4.4. Gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, pour l'essai spécifique. On emploiera ce milieu pour l'isolement de cultures pures, en tant qu'étape préliminaire de l'essai spécifique. Procéder comme suit :

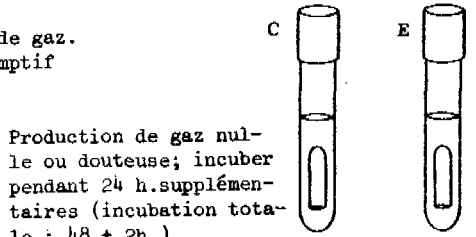
- a) Par litre d'eau distillée, dissoudre 37,5 g du milieu commercial déshydraté. Chauffer à ébullition pour fondre et dissoudre l'agar dans le milieu déshydraté. Pendant que le milieu est encore chaud, le répartir dans des tubes ou des flacons. Bien des praticiens préfèrent le répartir en fractions de 100 ml dans des flacons d'eau de dilution.
- b) Stériliser le milieu à l'autoclave pendant 15 minutes à 121°C. Après stérilisation, le pH sera compris entre 7,3 et 7,5. Lors de l'emploi de ce milieu, le fondre en suspendant le flacon dans de l'eau bouillante; le verser ensuite, par portions d'environ 15 ml, dans des boîtes de Petri stériles. Refroidir jusqu'à solidification; le milieu est alors prêt à l'emploi.

**A. ESSAI PRESOMPTIF**

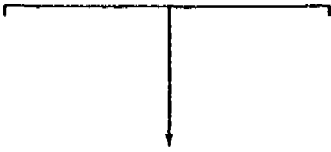
Ensemencer chacun des 5 tubes de culture au lauryl sulfate par 10 ml d'échantillon d'eau; incubé pendant  $24 \pm 2$  h. à  $35 \pm 0,5$  °C.



Production de gaz.  
Essai présumptif positif.

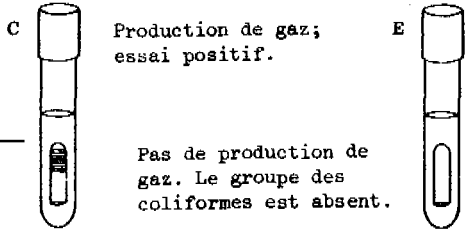


Production de gaz nulle ou douteuse; incubé pendant 24 h. supplémentaires (incubation totale :  $48 \pm 2$  h.).



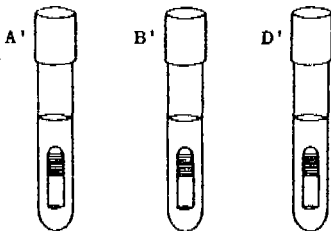
**B. ESSAI CONFIRMATIF** - En transférer une anse dans :

Bouillon lactosé bilité au vert brillant  
Incuber pendant  $48 \pm 2$  h. à  $35 \pm 0,5$  °C.



Production de gaz; essai positif.

Pas de production de gaz. Le groupe des coliformes est absent.



Production de gaz  
Confirmation de la présence de coliformes.

Pas de gaz.  
Essai négatif  
Absence du groupe des coliformes.

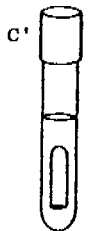
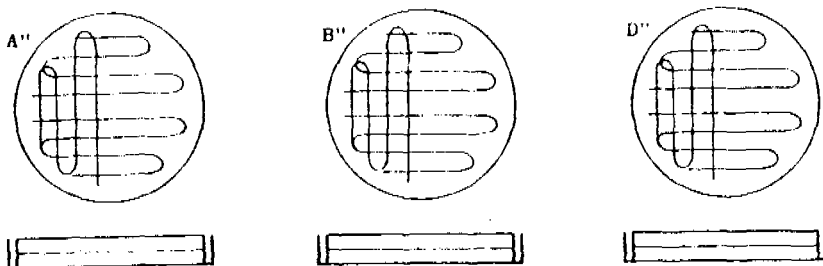
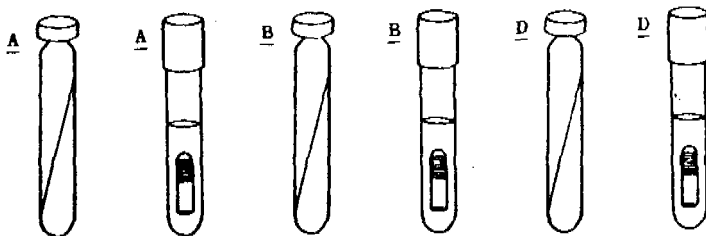


Fig. 13A. Représentation schématique des essais présumptifs et confirmatifs

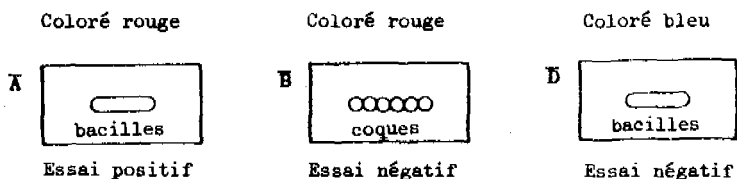
C. ESSAI SPECIFIQUE - Inoculation de plaques à frottis à partir des tubes A', B' et D' sur gélose lactosée à l'Eosine et au Bleu de Méthylène. Incuber pendant  $24 \pm 2$  h. à  $35 \pm 0,5$  °C.



Transférer une petite quantité de culture, provenant d'une colonie coliforme typique sur EMB sur une gélose inclinée et dans du bouillon au lauryl sulfate. Incuber ce dernier pendant 24 ou  $48 \pm 2$  h. à  $35 \pm 0,5$  °C. Incuber les géloses pendant 18-24 heures.



A partir de chaque gélose inclinée, préparer une coloration de Gram d'une petite quantité de croissance bactérienne.



Essai spécifique positif : Production de gaz; présence démontrée de bactéries, Gram-négatives (colorées en rouge), non sporulantes, en forme de bâtonnet.

Essai spécifique négatif : L'une ou l'ensemble, des conditions ci-dessus, relatives à l'essai spécifique positif, ne sont pas remplies.

Fig. 13B. Représentation schématique de l'essai spécifique

c) Pour de longues durées de conservation, garder le milieu stérile à l'abri de la lumière, dans des flacons hermétiquement fermés. Dès que le milieu a été versé dans des boîtes de Petri, le mettre au réfrigérateur, et l'employer le jour même ou le lendemain.

4.5. Géluses inclinées pour y faire croître des cultures pures, en vue de la préparation du test de coloration de Gram, au cas où l'on effectue l'essai spécifique :

- a) Par litre d'eau distillée, dissoudre 18,5 g de gélose pour la numération des germes, disponible dans le commerce. Chauffer selon les besoins pour fondre et dissoudre l'agar. Répartir le milieu chaud en fractions de 5-10 ml dans des tubes de culture. Stériliser à l'autoclave pendant 15 minutes à 121°C.
- b) Après avoir sorti les tubes de l'autoclave, les placer en position inclinée pendant que le milieu est encore chaud et fluide. Les garder dans cette position jusqu'à ce que le milieu soit solidifié. Il est recommandé d'employer des tubes de culture à capuchon vissé, hermétiquement fermés, car ils autorisent une conservation presque illimitée du milieu.

4.6. Solutions colorantes de Gram pour colorer les étalements de bactéries lors de l'essai spécifique :

- a) Solution de cristal violet. Dissoudre 2 g de colorant cristal violet dans 20 ml d'alcool éthylique à 95 pour cent, et filtrer à travers un papier filtre grossier ou de la mousseline. Dissoudre 0,2 g d'oxalate d'ammonium ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , dans 20 ml d'eau distillée. Mélanger ces solutions en parts égales. On peut fréquemment résoudre les difficultés rencontrées avec la méthode de coloration de Gram, en réduisant la quantité de cristal violet dans cette solution; on peut descendre jusqu'à 10 pour cent de la quantité indiquée ci-dessus.
- b) Solution d'iode de Lugol. Dissoudre 2 g d'iodure de potassium, KI, dans 5 ml d'eau distillée. A la solution d'iodure de potassium, ajouter 1 g de cristaux d'iode et remuer jusqu'à dissolution de l'iode. Ajouter 295 ml d'eau distillée et mélanger.
- c) Solution de safranine :
- 1) Solution mère de safranine. Dissoudre 2,5 g de pigment de safranine dans 100 ml d'alcool éthylique à 95 pour cent.
  - 2) Solution de contre-coloration. Mélanger 10 ml de solution mère de safranine à 90 ml d'eau distillée.

d) Solution décolorante. Employer de l'alcool éthylique à 95 pour cent, seul ou mélangé en parts égales avec de l'acétone.

## 5. METHODE D'ECHANTILLONNAGE

Voir chapitre Méthode des membranes filtrantes, paragraphe 5.

## 6. METHODE DE LABORATOIRE - PREMIER JOUR

Les opérations du premier jour s'appliquent sans distinction à l'examen des échantillons participant à l'essai présomptif confirmatif ou spécifique.

6.1. Préparer les tubes de milieu au lauryl sulfate requis pour l'essai présomptif et les ranger avec ordre dans un support pour tubes de culture. Employer la concentration particulière correcte de milieu au lauryl sulfate (voir paragraphe 4.2.) pour la mise en culture de fractions d'échantillon de 10 ml ou plus.

6.2. Etiqueter les tubes de culture en indiquant le numéro de laboratoire assigné pour la feuille de relevés de laboratoire, ainsi que le volume d'échantillon à inoculer choisi. Un code d'étiquetage simple est illustré ci-dessous, pour une série d'échantillons en rapports décimaux comptant chacun cinq tubes.

	Tube 1	Tube 2	Tube 3	Tube 4	Tube 5	Explication
No laboratoire Volume et code du tube	471 10a	471 10b	471 10c	471 10d	471 10e	Tube contenant 10 ml d'échan- tillon
No laboratoire Volume et code du tube	471 1a	471 1b	471 1c	471 1d	471 1e	Tube contenant 1 ml d'échan- tillon
No laboratoire Volume et code du tube	471 -1a	471 -1b	471 -1c	471 -1d	471 -1e	Tube contenant 0,1 ml d'échan- tillon
No laboratoire Volume et code du tube	471 -2a	471 -2b	471 -2c	471 -2d	471 -2e	Tube contenant 0,01 ml d'échan- tillon

Le travail d'identification des tubes de culture peut être minimisé en n'étiquetant que le premier tube de chacune des séries à volume identique d'échantillon.

N'étiqueter, par exemple, que les tubes de la colonne "Tube 1" dans le tableau ci-dessus, lors de l'ensemencement initial; l'identité des tubes restants est indiquée par leurs positions relatives dans le support. Par contre, on identifiera complètement toutes les futures sous-cultures provenant des ensemencements de l'échantillon original.

6.3. Agiter vigoureusement l'échantillon, 25 fois environ, en un mouvement vertical.

6.4. Introduire, dans les tubes étiquetés de milieu au lauryl sulfate, les volumes choisis, mesurés, d'échantillon; prendre garde de n'introduire dans le milieu de culture aucune bactérie autre que celles de l'échantillon lui-même. Employer un cylindre gradué stérile de 100 ml pour les fractions d'échantillon de 100 ml, une pipette stérile de 10 ml pour les fractions de 10 ml et une pipette stérile de 1 ml pour les fractions de 1 ml ou moins.

Ne tenir la pipette que près de l'extrémité qui va dans la bouche; faire attention à ce qu'aucune partie de la pipette, proche de l'extrémité en contact avec le liquide, ne touche autre chose que l'échantillon lui-même et l'intérieur du tube de culture. Si l'on retire les fractions d'échantillon à la pipette, on ne la plongera pas de plus de 1 cm dans l'échantillon; sinon l'eau de prélèvement va couler à l'extérieur de la pipette et pénétrer dans le milieu de culture, rendant imprécise la mesure de la prise.

Introduire les fractions d'échantillon de 1 ml ou moins dans le bas du tube de culture, près de la surface du milieu de culture. On n'introduira pas les petits volumes de prise en haut du tube de culture, ou on veillera à ce qu'ils coulent dans le bas du tube; trop d'échantillon, sans cela, n'atteindra par le milieu de culture.

Préparer les volumes de prise de 0,01 ml ou moins, en les diluant de la façon suivante :

- a) Volumes de prise de 0,01 et 0,001 ml. Pipeter 1 ml d'échantillon et l'introduire dans un flacon contenant 99 ml d'eau stérile. Fermer et agiter vigoureusement le flacon. Pour obtenir 0,01 ml d'échantillon, pipeter 1 ml de cette prise diluée et la mettre dans les tubes de milieu de culture; pipeter 0,1 ml pour obtenir 0,001 ml d'échantillon.
- b) Volumes de prise de 0,0001 et 0,00001 ml. Pipeter 1 ml de la première dilution (0,01 ml d'échantillon) préparée au point 6.4.(a), et l'introduire dans un second flacon contenant 99 ml d'eau stérile de dilution. Fermer et agiter vigoureusement le flacon. Pour obtenir 0,0001 ml d'échantillon, pipeter 1 ml de cette seconde dilution et la mettre dans les tubes de milieu de culture; pipeter 0,1 ml pour obtenir 0,00001 ml d'échantillon.



Onensemencera toujours le milieu de culture, avec l'échantillon dilué, dans les 30 minutes suivant la dilution. Une plus longue attente peut amener des changements imprévisibles des densités bactériennes.

6.5. Après avoir introduit dans les tubes respectifs de milieu de culture, toutes les fractions d'échantillon mesurées, secouer doucement le support des tubes inoculés, pour assurer un bon mélange de l'échantillon avec le milieu de culture. Proscrire une agitation vigoureuse, qui pourrait amener des bulles d'air dans les cloches de fermentation et rendre l'essai sans valeur.

6.6. Incuber les tubes inoculés de milieu au lauryl sulfate à  $35^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$  pendant 24 heures  $\pm$  2 heures.

## 7. METHODE DE LABORATOIRE - DEUXIEME JOUR

7.1. Après incubation, comme prescrit au paragraphe 6.6. retirer le support de tubes de culture de l'incubateur, et agiter doucement ce support. Si du gaz est sur le point d'apparaître dans les tubes, l'agitation va accélérer le processus.

7.2. Examiner soigneusement chaque tube. Compter comme essai positif chaque tube présentant du gaz dans la cloche inversée de fermentation. Compter chaque tube ne présentant pas de gaz comme un essai négatif. Quelle que soit la quantité de gaz, l'essai est positif.

7.3. Relever les résultats sur la feuille de données du laboratoire, dans l'espace prévu pour les résultats de l'essai présumptif de 24 heures. Si l'examen se limite à l'essai présumptif exécuter le point 7.4. Si l'on veut réaliser les essais confirmatifs ou spécifiques, sauter le point 7.4. et passer au point 7.5.



Fig. 14. Tube de culture avec cloche inversée de fermentation

7.4. Eliminer tous les tubes gaz-positifs. Remettre tous les tubes gaz-négatifs du support à l'incubateur à 35°C, pour un séjour supplémentaire de 24 heures + 2 heures. Passer ensuite au paragraphe 8.

7.5. Choix des tubes en vue des essais confirmatifs et spécifiques.

a) Si le système d'inoculation de l'échantillon original en vue de l'essai présomptif, ne consistait qu'en cinq tubes de milieu au lauryl sulfate, inoculés chacun de 10 ou de 100 ml d'échantillon, faire l'essai confirmatif sur toutes les cultures présentant du gaz.

b) Si le système d'inoculation de l'échantillon original consistait en cinq tubes de milieu au lauryl sulfate de chacun des trois, ou plus de trois, volumes d'échantillon, il n'est pas toujours nécessaire de faire l'essai confirmatif sur toutes les cultures gaz-positives issues de l'essai présomptif. Si toutes les cinq cultures de deux, ou de plus de deux, volumes consécutifs d'échantillon sont gaz-positives, choisir le jeu de cinq cultures qui représente le plus petit volume d'échantillon pour lequel tous les tubes soient gaz-positifs. Faire l'essai confirmatif sur toutes ces cultures, ainsi que sur toutes les autres cultures gaz positives qui représentent des volumes moindres d'échantillon.

Exemple : supposons que cinq fractions de 10 ml, cinq fractions de 1 ml, cinq fractions de 0,1 ml et cinq fractions de 0,01 ml aient été mises en culture dans le milieu d'essai présomptif. Supposons de plus, qu'après 24 heures d'incubation, on ait observé du gaz dans toutes les cinq fractions d'échantillon de 10 ml, dans toutes les cinq fractions de 1 ml, dans trois des fractions de 0,1 ml et dans une des fractions de 0,01 ml. En appliquant le schéma décrit ci-dessus, on fera l'essai confirmatif sur toutes les cultures représentant 1 ml d'échantillon, sur les trois tubes gaz-positifs de 0,1 ml, ainsi que sur la culture gaz-positive représentant 0,01 ml d'échantillon. Ce plan suppose que toutes les fractions d'échantillon de 10 ml donneraient des résultats positifs si on les soumettait à l'essai confirmatif.

7.6. Etiqueter un tube de bouillon lactosé bilié au vert brillant pour chaque culture gaz-positive de l'essai présomptif qui aura été choisie en vue de l'essai confirmatif.

7.7. Agiter doucement le support des cultures de l'essai présomptif. A l'aide d'une anse d'inoculation, transférer une goutte de chaque culture gaz-positive de l'essai présomptif, dans le tube correspondant de bouillon lactosé au vert brillant. Immédiatement avant chaque transfert, stériliser à la flamme du gaz, puis refroidir l'anse d'inoculation.

7.8. Après chaque transfert, placer le tube de bouillon lactosé bilié au vert brillant inoculé dans le support de cultures, à la place occupée auparavant par la culture gaz-positif de l'essai présomptif. Eliminer la culture gaz-positif originale provenant de l'essai présomptif. Les transferts achevés, le support devra contenir un mélange de tubes : des cultures âgées de 24 heures, gaz-négatives provenant de l'essai présomptif et des cultures fraîchementensemencées pour l'essai confirmatif.

7.9. Remettre les cultures à l'incubateur, à 35<sup>0</sup>C, pour une durée supplémentaire de 24 heures + 2 heures.

## 8. METHODE DE LABORATOIRE - TROISIEME JOUR

8.1. Retirer de l'incubateur le support des tubes de culture qu'on agitera doucement.

8.2. Examiner chaque tube de culture, et considérer comme essai positif toute culture présentant du gaz dans la cloche de fermentation, quelle qu'en soit la quantité; considérer comme essai négatif toute culture dans laquelle n'apparaîtra pas de gaz. Si l'examen se limite à l'essai présomptif, exécuter le point 8.3. Si l'on veut réaliser les essais confirmatifs et spécifiques, sauter le point 8.3. et passer au point 8.4.

8.3. Noter les résultats sur la feuille de relevés de laboratoire dans l'espace prévu pour les résultats de l'essai présomptif de 48 heures. Se débarrasser ensuite de toutes les cultures de l'essai présomptif et passer au paragraphe 12.

8.4. Relever les résultats des cultures en milieu lauryl sulfaté, sur la feuille de laboratoire, dans l'espace prévu pour les résultats de l'essai présomptif de 48 heures. Relever les résultats des cultures en bouillon lactosé bilié au vert brillant dans l'espace prévu pour les résultats de l'essai confirmatif de 24 heures.

8.5. Au cas où aucune culture supplémentaire de l'essai présomptif ne deviendrait gaz-positif durant la seconde période d'incubation de 24 heures et où toutes les cultures de l'essai confirmatif de 24 heures seraient gaz-positives, un ensemencement supplémentaire serait inutile si on limite l'examen à l'essai confirmatif; on passera alors au paragraphe 12. Au cas où l'une des conditions ci-dessus n'est pas remplie, poursuivre avec le point 8.6.

8.6. Transférer toutes les cultures gaz-positives de l'essai présomptif de 48 heures dans du bouillon lactosé bilié au vert brillant, comme décrit aux paragraphes 7.6. à 7.9. Rejeter toutes les cultures gaz-négatives de l'essai présomptif de 48 heures.

8.7. Ajouter aux cultures gaz-négatives de l'essai confirmatif de 24 heures les cultures fraîchement inoculées de l'essai confirmatif,ensemencées au point 8.6. Si l'examen se limite à l'essai confirmatif, rejeter toutes les cultures gaz-positives de l'essai confirmatif. Si l'on pense poursuivre l'examen jusqu'à l'essai spécifique, on conservera les cultures gaz-positives de l'essai confirmatif et on les transférera comme décrit au paragraphe 8.9.

8.8. Incuber les cultures gaz-négatives de 24 heures et les cultures fraîchement inoculées de l'essai confirmatif pendant 24 heures + 2 heures à 35°C. Si l'examen se limite à l'essai confirmatif, passer au paragraphe 9. Si l'on veut réaliser l'essai spécifique, exécuter le point 8.9.

8.9. Ensemencement d'une plaque à frottis pour l'essai spécifique (les opérations suivantes s'appliquent à toutes les cultures positives de l'essai confirmatif).

- a) En relation avec chaque culture gaz-positive de l'essai confirmatif, étiqueter de façon correspondante, une boîte de Petri contenant de la gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène. Diviser le fond de la boîte de Petri, en quarts, que l'on considérera numérotés de 1 à 4, pour les repérer lors de l'inoculation.
- b) Stériliser à la flamme, puis refroidir un fil droit, dont les 3 derniers mm soient légèrement pliés. Plonger le fil droit d'environ 1 cm dans la culture gaz-positive à transférer, provenant de l'essai confirmatif. En frottant la plaque, éviter d'égratigner la surface du milieu de culture avec le fil droit. Pratiquer l'inoculation en appliquant légèrement le côté des 3 mm terminaux du fil droit sur la surface du milieu, qu'on prendra soin de ne pas griffer avec la pointe. Promener doucement le fil, en avant et en arrière, sur toute l'étendue de deux quadrants adjacents de la surface de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène. Restériliser puis refroidir le fil droit; le promener ensuite sur l'un des deux quarts inoculés de la surface de milieu, ainsi que sur le troisième quadrant (non inoculé). Finalement, restériliser puis refroidir à nouveau le fil droit qu'on promènera en avant et en arrière, entre les troisièmes et quatrièmes quadrants de la surface de milieu. Ce mode de faire isole quelques unes des cellules individuelles sur les troisièmes et quatrièmes quadrants. Des colonies distinctes vont se développer, chacune à partir de l'une des cellules isolées lors de l'inoculation.
- c) Couvrir la boîte de Petri et la faire incuber à 35°C pendant 24 heures + 2 heures; on placera la boîte en position renversée (la surface de milieu inoculée dirigée vers le bas).

## 9. METHODE DE LABORATOIRE - QUATRIEME JOUR

- 9.1. Retirer de l'incubateur le support de tubes de culture, qu'on agitera doucement.
- 9.2. Examiner tous les tubes de culture et compter comme essai positif chaque tube présentant du gaz dans la cloche de fermentation, quelle qu'en soit la quantité; compter comme essai négatif chaque tube ne présentant pas de gaz. Certaines cultures de l'essai confirmatif étant âgées de 24 heures, et d'autres de 48 heures, il faut pouvoir identifier chaque culture et en noter le résultat dans l'espace approprié (Essai confirmatif de 24 ou de 48 heures) de la feuille de relevés du laboratoire.
- 9.3. Si certaines cultures de l'essai confirmatif de 24 heures sont gaz-négatives, on les incubera à 35<sup>0</sup>C pendant une seconde période de 24 heures + 2 heures. Si l'examen se limite à l'essai confirmatif, exécuter le point 9.4. Si l'on veut réaliser l'essai spécifique, sauter le point 9.4. et passer aux points 9.5. à 9.8.
- 9.4. Rejeter toutes les cultures de l'essai confirmatif de 48 heures. Ne pas tenir compte des points 9.5 à 9.8 et passer au paragraphe 10, après incubation des cultures selon le point 9.3. Si toutes les cultures de l'essai confirmatif de 24 heures étaient gaz-positives, éliminer les tubes, car l'essai confirmatif ne nécessite pas que l'on continue la culture; passer directement au paragraphe 12.
- 9.5. Rejeter toutes les cultures gaz-négatives de l'essai confirmatif de 48 heures.
- 9.6. A partir de toutes les cultures gaz-positives de l'essai confirmatif, préparer des inoculations de plaques à frottis, pour isoler les colonies sur gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, comme décrit au paragraphe 8.9.
- 9.7. Retirer de l'incubateur les plaques de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, préparées au paragraphe 8.9.; y rechercher des colonies typiques de bactéries coliformes, bien isolées les unes des autres. Les colonies typiques de bactéries coliformes (appelées colonies nucléées) ont un centre foncé, lorsqu'on les regarde à travers le fond de la boîte de Petri. Vues d'en haut, les colonies peuvent avoir, ou ne pas avoir, un reflet vert-or; cela n'est pas l'élément de base pour la reconnaissance des colonies de bactéries coliformes.
- 9.8. Sur chaque plaque de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène possédant des colonies typiques de bactéries coliformes, choisir une de ces

colonies, distante d'au moins 0,5 cm de toute autre colonie. A l'aide d'un fil droit stérilisé à la flamme, transférer une petite quantité de la souche, en inoculant par frottis une gélose inclinée (paragraphe 4.5.); inoculer également un tube de milieu au lauryl sulfate. S'il n'y a pas présence de colonies typiques de bactéries coliformes, choisir deux des colonies atypiques de bactéries coliformes (roses) et transférer chacune dans un tube de milieu au lauryl sulfate et sur une gélose inclinée. S'il semble que ni des colonies typiques (nucléées) ni des colonies atypiques (roses) de bactéries coliformes ne soient présentes, choisir deux des types de colonies qu'on a remarqués être les plus fréquents, et transférer chacun d'eux dans un tube de milieu au lauryl sulfate et sur une gélose inclinée. Effectuer l'essai comme dans le cas des colonies typiques.

9.9. Après avoir réalisé le transfert, éliminer les cultures sur plaques de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène. Incuber les milieux au lauryl sulfate fraîchement inoculés à 35°C pendant 24 heures  $\pm$  2 heures. Incuber les cultures sur gélose inclinée pendant 18 heures au moins, mais durant 24 heures au plus. Une incubation plus longue peut provoquer des réactions irrégulières de coloration, lors de l'essai de Gram (paragraphe 10.5. à 10.7.).

## 10. METHODE DE LABORATOIRE - CINQUIEME JOUR

10.1. Retirer de l'incubateur toute culture de l'essai confirmatif s'y trouvant encore, examiner les tubes et relever les résultats comme décrit au paragraphe 9.2. Si l'examen se limite à l'essai confirmatif, éliminer les cultures restantes et passer au paragraphe 12. Si l'on réalise l'essai spécifique, poursuivre comme suit :

10.2. A partir de chaque culture gaz-positive de l'essai confirmatif, préparer des inoculations de plaques à frottis, pour isoler les colonies sur gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, comme décrit au paragraphe 8.9.

10.3. Retirer de l'incubateur les cultures sur plaque de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, préparées au paragraphe 9.6.; y rechercher des colonies typiques de bactéries coliformes, et effectuer les transferts dans du milieu au lauryl sulfate et sur des géloses inclinées comme décrit aux paragraphes 9.7. à 9.9.

10.4. Observer les cultures en milieu au lauryl sulfate, âgées de 24 heures préparées au paragraphe 9.8. et noter la présence, ou l'absence, de gaz visible dans la cloche de fermentation. Remettre les cultures gaz-négatives à

l'incubateur à 35<sup>0</sup>C pour une nouvelle période de 24 heures. Les cultures gaz-positives seront éliminées.

Tableau 7

NPP correspondant à l'ensemencement de cinq tubes avec 10 ml\*

Nombre de tubes qui, parmi les cinq, donnent une réaction positive	NPP pour 100 ml
0	0
1	2,2
2	5,1
3	9,2
4	16,0
5	indéterminé

\*Si l'on a employé un volume autre que 10 ml, appliquer la correction indiquée au paragraphe 12.2.(c).

10.5. Après moins de 24 heures d'incubation, retirer de l'incubateur toutes les cultures sur gélose inclinée préparées au paragraphe 9.8. Préparer comme suit un étalement bactérien à partir de chaque culture sur gélose inclinée.

- a) Nettoyer parfaitement une lame de verre pour la débarrasser de toute trace de film huileux.
- b) Déposer une goutte d'eau distillée sur la lame.
- c) A l'aide d'un fil droit, mettre en suspension dans la goutte d'eau, une petite quantité de culture provenant de la gélose inclinée.
- d) Mélanger la suspension claire avec la pointe du fil. Laisser ensuite l'eau s'évaporer.
- e) Fixer l'étalement en chauffant doucement la lame sur une flamme.

10.6. Colorer chaque étalement correspondant à une culture gaz-positive du point 10.4. (Laisser de côté les étalements représentant des cultures en milieu au lauryl sulfate qui étaient gaz-négatives après une incubation de 24 heures; on ne les colorera que si du gaz apparaît lors de la seconde période d'incubation de 24 heures). On procède à la coloration de la façon suivante :

- a) Recouvrir, pendant 1 minute, l'étalement avec de la solution de cristal violet.
- b) Eliminer l'excès de cristal violet de la lame en la nettoyant doucement sous l'eau courante.

- c) Recouvrir pendant 1 minute l'étalement avec de la solution d'iode de Lugol.
- d) Nettoyer la lame sous l'eau courante et la sécher avec un papier filtre ou un autre papier absorbant propre.
- e) Décolorer l'étalement avec une solution d'alcool à 95 pour cent, pendant 30 secondes, sous douce agitation; sécher.
- f) Contre-colorer pendant 10 secondes avec de la solution de safranine. Laver ensuite à l'eau courante et sécher.

10.7. En employant l'objectif à immersion, examiner la lame sous le microscope. Les bactéries coliformes sont des cellules non sporulantes, en forme de bâtonnet, qui apparaissent seules, par paires ou, rarement, en courtes chaînes; elles sont gram-négatives - c'est-à-dire qu'elles seront colorées en rouge par le processus de coloration. Si des cellules gram-positives sont présentes, elles seront teintées en bleu. S'il apparaît des bactéries sporulantes, il faut réaliser d'autres essais pour savoir si des bactéries coliformes sont mêlées à la culture; on consultera la dernière édition du *Standard Methods* pour trouver des instructions relatives à la repurification des cultures et à la réalisation d'essais différentiels supplémentaires.

10.8. Si une culture est gaz-positif, et que l'examen au microscope de l'étalement coloré prouve la présence de bactéries gram-négatives, non sporulantes et en forme de bâtonnet, on enregistrera cette culture comme essai spécifique positif.

## 11. METHODE DE LABORATOIRE - SIXIEME JOUR ET SUIVANTS

A ce stade, dans la plupart des analyses d'eau, seules resteront quelques cultures "attardées". On a maintenant décrit la méthode ordinaire d'examen de tous les types de sous-cultures provenant de l'échantillon original. La façon d'achever le travail de laboratoire sur les quelques cultures restantes, sera, en conséquence, présentée de manière fortement condensée.

11.1. Examiner les cultures sur plaque de gélose lactosée à l'éosine et au bleu de méthylène, et transférer des colonies représentatives, bien séparées, sur des géloses inclinées, et dans du milieu au lauryl sulfate, comme décrit aux paragraphes 9.7. à 9.9. Incuber à 35<sup>0</sup>C; relever la production de gaz dans les tubes de milieu nutritif après 24 heures, et, si nécessaire, après 48 heures. Colorer puis examiner, les colorations de Gram d'étalements provenant de cultures sur géloses inclinées qui correspondent à des cultures gaz-négatives



après 24 heures et gaz-positives après 48 heures; procéder comme décrit aux paragraphes 10.6. et 10.7. Passer au paragraphe 12 pour le calcul et l'interprétation des résultats.

11.2. Relever la production de gaz dans les cultures en milieu au lauryl sulfate. Si du gaz est produit après 24 heures, ou après 48 heures, préparer et examiner un étalement coloré selon Gram, qui provienne d'une culture âgée de 24 heures réalisée sur gélose inclinée. Si du gaz n'apparaît pas après 48 heures d'incubation, cesser tout le travail de laboratoire, et consulter le paragraphe 12 pour le calcul et l'interprétation des résultats de la méthode NPP.

## 12. INTERPRETATION DES RESULTATS

12.1. \*Pour répondre à la question : "Une eau est-elle bactériologiquement propre à la consommation?" les limites établies dans les Normes concernant l'eau potable du Service fédéral de la Santé publique des Etats-Unis sont un bon guide. Ces limites sont basées sur la mise en culture initiale de cinq fractions de 10 ml, ou de cinq fractions de 100 ml, d'un échantillon standard.

- a) Lorsque l'on examine des fractions de 10 ml, le groupe des coliformes ne doit pas être présent dans plus de 10 pour cent des cas, quel que soit le mois. La présence du groupe des coliformes dans trois fractions (ou dans plus de 3 fractions) de 10 ml d'un échantillon standard, ne doit pas être relevée :
- 1) dans deux échantillons consécutifs; ou
  - 2) dans plus d'un échantillon par mois, si moins de 20 prélèvements sont analysés chaque mois; ou
  - 3) dans plus de 5 pour cent des échantillons si 20 prélèvements, ou plus, sont analysés chaque mois.
- b) Lorsque l'on examine des fractions standards de 100 ml, le groupe des coliformes ne doit pas être présent dans plus de 60 pour cent des cas, quel que soit le mois. La présence du groupe des coliformes, dans toutes les cinq fractions de 100 ml d'un échantillon standard, ne doit pas être relevée :

---

\*Voir préface

Tableau 8

NPP correspondant à l'ensemencement de 5 tubes avec 10 ml, de 5 tubes avec 1 ml et de 5 tubes avec 0,1 ml

Nombre de tubes donnant une réaction positive parmi :				Nombre de tubes donnant une réaction positive parmi :			
5 fractions de 10 ml	5 fractions de 1 ml	5 fractions de 0,1 ml	Indice NPP	5 fractions de 10 ml	5 fractions de 1 ml	5 fractions de 0,1 ml	Indice NPP
0	0	1	2	3	1	3	20
0	0	2	4	3	2	0	14
0	1	0	2	3	2	1	17
0	1	1	4	3	2	2	20
0	1	2	6	3	3	0	17
0	2	0	4	3	3	1	21
0	2	1	6	3	4	0	21
0	3	0	6	3	4	1	24
1	0	0	2	3	5	0	25
1	0	1	4	4	0	0	13
1	0	2	6	4	0	1	17
1	0	3	8	4	0	2	21
1	1	0	4	4	0	3	25
1	1	1	6	4	1	0	17
1	1	2	8	4	1	1	21
1	2	0	6	4	1	2	26
1	2	1	8	4	2	0	22
1	2	2	10	4	2	1	26
1	3	0	8	4	2	2	32
1	3	1	10	4	3	0	27
1	4	0	11	4	3	1	33
2	0	0	5	4	3	2	39
2	0	1	7	4	4	0	34
2	0	2	9	4	4	1	40
2	0	3	12	4	5	0	41
2	1	0	7	4	5	1	48
2	1	1	9	5	0	0	23
2	1	2	12	5	0	1	31
2	2	0	9	5	0	2	43
2	2	1	12	5	0	3	58
2	2	2	14	5	0	4	76
2	3	0	12	5	1	0	33
2	3	1	14	5	1	1	46
2	4	0	15	5	1	2	63
3	0	0	8	5	1	3	84
3	0	1	11	5	2	0	49
3	0	2	13	5	2	1	70
3	1	0	11	5	2	2	94
3	1	1	14	5	2	3	120
3	1	2	17	5	2	4	148
				5	2	5	177
				5	3	0	79
				5	3	1	109

Tableau 8 (suite)

Nombre de tubes donnant une réaction positive parmi :				Nombre de tubes donnant une réaction positive parmi :			
5 fractions de 10 ml	5 fractions de 1 ml	5 fractions de 0,1 ml	Indice NPP	5 fractions de 10 ml	5 fractions de 1 ml	5 fractions de 0,1 ml	Indice NPP
5	3	2	141	5	4	3	278
5	3	3	175	5	4	4	345
5	3	4	212	5	4	5	426
5	3	5	253	5	5	0	240
5	4	0	130	5	5	1	348
5	4	1	172	5	5	2	542
5	4	2	221				

- 1) dans deux échantillons consécutifs; ou
  - 2) dans plus de un échantillon par mois, si moins de 5 prélèvements sont analysés chaque mois; ou
  - 3) dans plus de 20 pour cent des échantillons, si cinq prélèvements, ou plus, sont analysés chaque mois.
- c) Lorsque, dans un seul échantillon standard, des organismes du groupe des coliformes apparaissent dans au moins trois des fractions de 10 ml (ou dans toutes les cinq fractions de 100 ml), il faut sans retard effectuer des prélèvements journaliers au même point d'échantillonnage, et les examiner jusqu'à ce que les résultats obtenus pour deux échantillons consécutifs au moins, indiquent que l'eau est de qualité satisfaisante.
- d) On relèvera les résultats en indiquant l'étape jusqu'à laquelle s'est poursuivie l'analyse. On notera, par exemple : "Essai spécifique, coliforme-positif dans trois des 5 fractions de 100 ml".

12.2. Lorsque l'on recherche une interprétation quantitative plutôt que qualitative, on calculera le Nombre le Plus Probable (NPP) de bactéries coliformes, selon la méthode esquissée ci-dessous. La méthode suppose la mise en culture initiale de trois volumes d'échantillon (disons 10 ml, 1 ml et 0,1 ml) composés chacun de cinq fractions. Si l'on n'a employé qu'un seul volume d'échantillon (si, par exemple, seulement cinq fractions de 10 ml ont été mises initialement en culture), on peut trouver le NPP en se reportant au tableau 7, mais le nombre obtenu sera bien moins précis qu'en cas d'ensemencement avec trois volumes différents. En cas de mise en culture de trois volumes, on peut obtenir le NPP à partir du tableau 8, de la façon suivante :

a) Codifier les résultats des essais : supposons par exemple, que l'on ait initialement mis en culture : cinq fractions de 10 ml, cinq fractions de 1 ml et cinq fractions de 0,1 ml, et qu'on ait obtenu des résultats positifs, quant à la présence de bactéries coliformes, dans toutes les cinq fractions de 10 ml, dans trois des fractions de 1 ml et dans aucune des fractions de 0,1 ml; le résultat codé de l'essai sera 5-3-0.

Note : Si on utilise une autre série de trois volumes la méthode de codage demeure identique, mais il faudra apporter une correction par la suite - voir point (c) ci-dessous. Si on utilise une série de quatre volumes, ou de cinq volumes, la méthode de codage devient plus difficile - voir les exemples du Tableau 9; une correction peut être, ou ne pas être, exigée par la suite, comme l'explique le point (c).

b) Trouver dans le tableau 8, le NPP correspondant aux résultats codés de l'essai, qu'on a obtenus au point (a). Si, par exemple, les résultats codés sont 5-3-0, rechercher la ligne horizontale dans laquelle le 5 apparaisse dans la colonne intitulée "cinq fractions de 10 ml", le 3 dans la colonne "cinq fractions de 1 ml", et le 0 dans la colonne "cinq fractions de 0,1 ml". Suivre la ligne vers la droite, et lire 70 dans la colonne intitulée "Indice NPP". Le principe de la recherche dans l'indice NPP, pour n'importe quel autre code, reste le même. Il convient de remarquer que, jusqu'à ce stade, il est sans importance que les volumes d'échantillon auxquels se rapportent les résultats ne soient pas les mêmes que ceux des titres des colonnes.

c) Calculer toute correction à apporter à la valeur du NPP trouvée au point (b). Le tableau se fonde sur l'hypothèse que le premier nombre du résultat codé de laboratoire représente cinq fractions d'échantillon de 10 ml, et que les deuxièmes et troisièmes nombres du code correspondent à des fractions de 1 ml et de 0,1 ml respectivement. Le cas échéant, il n'y a pas besoin de corriger la valeur du NPP trouvé; c'est le NPP d'organismes coliformes par 100 ml d'échantillon. Lorsque le premier nombre du code représente un volume différent de 10 ml d'échantillon, on appliquera la correction suivante pour obtenir le NPP par 100 ml : Multiplier par 10 l'indice NPP trouvé au point (b), puis diviser le résultat par le volume d'échantillon que représente le premier nombre du code.

Exemple : Supposons que le code 5-3-0 représente un échantillon pour lequel le code 5 correspond à 0,01 ml de prise (le 3 et le 0 correspondant respectivement à 0,001 ml et 0,0001 ml). On aura alors :

$$\text{NPP par 100 ml} = 79 \times 10 \div 0,01 = 79'000.$$

Tableau 9

Exemples de méthode de codage pour des ensemencements de quatre volumes ou de cinq volumes

Nombre de tubes donnant une réaction positive parmi :					Code	Voir note explicative
5 fractions de 10 ml	5 fractions de 1 ml	5 fractions de 0,1 ml	5 fractions de 0,01 ml	5 fractions de 0,001 ml		
5	4	1	0	0	5-4-1	
5	5	4	0	0	5-4-0	(a)
5	4	1	1	0	5-4-2	(b)
5	5	5	2		5-5-2	(c)
5	5	5	5		5-5-5	(d)
0	0	0	0		0-0-0	(e)
0	1	0	0		0-1-0	(f)

Explication :

- a) Si tous les tubes inoculés de plus d'une série décimale donnent des résultats positifs, choisir le plus petit volume d'échantillon (dans ce cas 1 ml) pour lequel tous les tubes présentent des résultats positifs; ce sera le premier nombre de la série du code, pour autant qu'on ait mis en culture assez de volumes d'échantillon pour avoir un total de trois nombres dans le code. Dans cet exemple, si l'on n'avait pas mis en culture les fractions de 0,01 ml, le code s'écrirait 5-5-4.
- b) Dans cet exemple, des résultats positifs apparaissent dans quatre volumes de prise différents, lorsque l'on choisit (à raison) le premier nombre du code comme étant 5. Le tableau 8 n'est prévu que pour des séries de code comportant seulement trois nombres. Dans ce cas, le nombre de tubes positifs du plus petit volume d'échantillon est ajouté au nombre de tubes positifs du plus petit volume suivant d'échantillon; ainsi le dernier nombre du code devient 2.
- c) Si l'on avait, à l'origine, ensemencé des fractions de 0,0001 ml, dont aucune n'aurait donné un résultat positif, le code aurait été 5-2-0. Il n'est cependant pas permis de supposer des résultats qui auraient pu exister si les tubes avaient été ensemencés.
- d) C'est un résultat d'analyse indéterminé. Bien des tables de NPP ne donnent aucune valeur correspondant à ce résultat. Si une table ne donne pas de NPP pour une séquence de code particulière, choisir le code correspondant au plus grand nombre immédiatement inférieur de tubes positifs, pour lequel un NPP soit indiqué (5-5-2 dans ce cas) et noter le résultat comme "plus grand que" le NPP indiqué pour ce code-là.
- e) Comme en (d) ci-dessus, ce résultat est indéterminé. Comme le code n'apparaît pas dans la table, chercher le NPP du code 1-0-0, et noter le résultat comme "plus petit que" la valeur indiquée pour 1-0-0.

f) Suivre le motif de codage indiqué lorsque se présente ce genre de résultat de laboratoire inhabituel.

12.3. On relèvera le NPP en indiquant l'étape jusqu'à laquelle s'est poursuivie l'analyse. On notera par exemple "79'000 bactéries coliformes par 100 ml selon le NPP de l'essai confirmatif".

Il faut se souvenir que la valeur du NPP trouvée est simplement le nombre "le plus probable". Le nombre réel d'organismes coliformes dans l'échantillon peut être inférieur ou supérieur à ce chiffre. Dans la dernière édition du *Standard Methods*, les tables donnent la variation qu'on peut attendre pour chaque NPP.

### III. ANALYSES BIOLOGIQUES

#### INTRODUCTION

Le plancton est composé de petits animaux et de petites plantes (algues) qui flottent, ou dérivent, dispersés dans l'eau libre. Lorsqu'ils sont abondants, ils peuvent faire paraître l'eau trouble; ou bien ils peuvent flotter à la surface comme une écume. Une forte croissance de ce genre est appelée une "floraison". Les floraisons planctoniques causent de sérieux problèmes aux responsables des services d'eau : goûts ou odeurs, raccourcissement des durées de filtration des filtres, changements de pH. Comme ces effets peuvent avoir d'autres causes que le plancton, il est important de s'assurer de l'origine réelle de l'ennui avant d'essayer d'y remédier. Les méthodes brièvement décrites dans ce Manuel, indiqueront, pourvu qu'on les suive attentivement, si oui ou non des organismes planctoniques sont présents; si oui, on en connaîtra alors la quantité et le genre. Un nombre restreint de certains types d'organismes peut avoir peu d'importance, tandis qu'un nombre égal d'autres peut fort bien être synonyme d'ennuis.

Le dénombrement et l'identification du plancton peuvent se faire très simplement; on peut aussi les développer en une opération hautement technique, fonction de l'habileté individuelle et du temps à disposition. Le débutant saura se montrer très prudent dans l'emploi des résultats de ses identifications, et ce, jusqu'à ce qu'il ait acquis une expérience considérable. Il tirera grand profit d'études, sous la direction d'un spécialiste en classification des organismes. Comme dans tous ces domaines, plus grande sera l'habileté plus grand sera le gain.

Ce Manuel ne prétend donner qu'une introduction fondamentale à la microscopie planctonique. Pour plus de renseignements, on consultera la dernière édition du *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Une liste d'autres références utiles est donnée à la fin de cette introduction.

Dans cette partie du Manuel, certains paragraphes sont marqués d'un astérisque (\*). Ils décrivent des méthodes et des équipements de base. Les para-

phes qui ne sont pas signalés ainsi décrivent des équipements supplémentaires et présentent des méthodes plus élaborées ainsi que des renseignements qu'on peut considérer comme facultatifs. Certaines des méthodes plus spécialisées ne devront être employées que par des personnes dont l'expérience et l'entraînement sont suffisants.

On ne traitera pas ici de l'emploi du microscope. Ceux qui ne connaissent pas cet instrument consulteront le livret d'instruction qui accompagne la plupart des microscopes, ou bien ils chercheront, dans la population, l'aide de quelqu'un qui soit au courant, un enseignant ou du personnel d'hôpital ou de laboratoire. Alors même que l'on peut trouver beaucoup de bons livres de microscopie dans les bibliothèques techniques, la plupart d'entre eux sont destinés au praticien avancé ou au spécialiste plutôt qu'au débutant. \*Un excellent film sonore 16 mm, destiné au débutant, peut être obtenu gratuitement chez Bausch and Lomb, Inc., Rochester, N.Y., il s'appelle "The Compound Microscope" ("Le microscope modulaire"). Une description, bonne et brève, de la technique du microscope est également donnée au chapitre V de la Référence 3 ci-dessous.

#### REFERENCES ET BIBLIOGRAPHIE

Le texte fera référence à certaines des publications de la liste ci-dessous. D'autres d'entre elles sont destinées à ceux qui veulent plus de détails, ou qui ont besoin de renseignements sur des sujets que ne traite pas ce Manuel. On relèvera particulièrement les discussions générales qu'offrent les Références 1,2 et 3 ainsi que la liste des publications supplémentaires que donne la Référence 4. Les références 5 à 10 concernent des articles qui traitent de problèmes liés au plancton dans certaines parties des Etats-Unis. La référence 11 est une bonne référence générale qui traite de la nature fondamentale des relations entre les aspects physiques, chimiques et biologiques des eaux captives et des autres eaux.

1. Water Quality and Treatment. AWWA, Ney York (1950).
2. Palmer, C.M. Algae in Water Supplies. Pub. 657, USPHS, Washington, D.C. (1959). Planches en couleur, dessins au trait et clés détaillées d'identification. (Available from US Govt. Prntg. Ofce., Washington, D.C. \$ 1.00)

---

\* Voir préface



3. Whipple, G.C.; Fair, G.M.; & Whipple, M.C. The Microscopy of Drinking Water, John Wiley & Sons, New York (1947). Planches en couleur et dessins au trait.
4. Ingram, W.M. Handbook of Selected Biological References on Water Pollution Control, Sewage Treatment, Water Treatment, Pub. 214, USPHS (1957). (Available from US Govt. Prntg. Ofce., Washington, D.C.; \$ 0.45).
5. Palmer, C.M. Algae and Other Organisms in Waters of the Chesapeake Bay Area. Jour. *AWWA*, 50:7:938 (Jul. 1958).
6. Palmer, C.M. Algae and Other Interference Organisms in New England Water Supplies Jour. *NEWWA*, 71:1 (1958).
7. Palmer C.M. Algae and Other Interference Organisms in the Waters of the South Central United States. Jour. *AWWA*, 52:7:897 (Jul. 1969).
8. Palmer C.M. Interference Organisms in Water Supplies. Proc. Oklahoma Waters, Sewage, and Industrial Wastes Assn. for 1960. (1961) p. 157.
9. Palmer, C.M. Algae and Other Interference Organisms in Water Supplies of California. Jour. *AWWA*, 53:10:1297 (Oct. 1961).
10. Palmer, C.M. & Poston H.W. Algae and Other Interference in Indiana Water Supplies. Jour. *AWWA*, 48:10:1133 (Oct. 1956).
11. Reid, G.K. Ecology of Inland Waters and Estuaries. Reinhold Pub. Co., New York (1961).
12. Palmer C.M. & Maloney T.E. A New Counting Slide for Nannoplankton. Special Pub. 21, Am. Soc. Limnology and Oceanography, Ann Arbor, Mich. (1964).
13. Williams, L.G., Plankton Population Dynamics. National Water Quality Network Supplement 2. Pub. 663, USPHS (1962).
14. Welch, P.S. Limnological Methods. McGraw Hill Book Co., New York (1948).
15. Palmer C.M. & Ingram, W.M. Suggested Classification of Algae and Protozoa in Sanitary Science. Jour. *WPCF* 27:10 (1955). Dessins au trait.
16. Ward and Whipples's Fresh-Water Biology (W.T. Edmondson, editor) John Wiley & Sons, New York (1959) Clés détaillées d'identification, bibliographie complémentaire.
17. Gainey, P.L. & Lord, T.H. Microbiology of Water and Sewage for Engineering Students. Burgess Pub. Co., Minneapolis, Minn. (1952) Bibliographie complémentaire.
18. Ingram W.M. & Palmer C.M. Simplified Procedures for Collecting, Examining and Recording Plankton in Water. Jour. *AWWA*, 44:7 (jul.) 1952).
19. Jackson, H.W. & Williams, L.G. The Calibration and Use of Certain Plankton Counting Equipment. Trans. Am. Microscopical, 81:1(1962).
20. Prescott, G.W. How to Know the Fresh-Water Algae. W.C. Brown Co. Dubuque, Iowa (1954) Dessins au trait et clés détaillées d'identification.
21. Smith G.M. The Fresh-Water Algae of the United States. McGraw Hill Book Co., New York (1950) Dessins au trait et clés détaillées d'identification.
22. McNabb, C.D. Enumeration of Fresh-Water Phytoplankton Concentrated on the Membrane Filter. Jour. *Limno. Oceanog.* 5:1 (1960).

## A. APPAREILLAGE ET REACTIFS

### \*1. EQUIPEMENT INDISPENSABLE

- 1.1. Un microscope modulaire (Fig. 15) muni d'un oculaire 10 x et d'un objectif 10 x (dit aussi de "faible puissance" ou "16 mm"). Les instruments modernes, binoculaires, conviennent tout à fait, mais n'importe quel instrument dont l'optique soit bonne, et la mécanique en état, peut être employé.
  - 1.2. Des lames standards de microscope, 1 x 3 inch (2,5 x 7,6 cm) et des lamelles couvre-objets (Fig. 16). Les couvre-objets d'épaisseur No 1 sont extrêmement minces et délicats à manipuler. Ceux d'épaisseur No 2 sont un peu plus résistants; ils sont d'emploi général. Les couvre-objets peuvent être de forme carrée (on peut suggérer l'emploi de carrés de 22 mm ou 7/8 inch) ou circulaire, que beaucoup préfèrent.
  - 1.3. Des compte-gouttes médicaux habituels, à boule, pouvant contenir légèrement plus de 1 ml, ou des pipettes de 1 ml à ouverture large. Le polyéthylène convient le mieux car certains planctons tendent à coller sur le verre.
  - 1.4. Du papier spécial pour nettoyer les lentilles de microscope. Ce papier, ou un autre tissu, humidifié avec un solvant comme le xylène, est excellent pour enlever les traces d'huile d'immersion ou d'autre saleté opiniâtre.
  - 1.5. Du tissu doux, qui ne laisse pas de fils, pour essuyer les lames, les couvre-objets et d'autres pièces d'équipement.
  - 1.6. Des flacons de prélèvement pour le terrain. Des flacons à réactif de 500 ml, propres (mais non nécessairement stériles), sont recommandés. Des grandeurs inférieures sont à éviter si l'on veut recueillir un échantillon aussi représentatif que possible. Des grandeurs supérieures, de 5 l par exemple, conviennent tout à fait. Le polyéthylène, ou un matériau semblable, est excellent car le plancton n'y adhère pas.
- L'équipement suivant est nécessaire pour les dénombrements :
- 1.7. Une cellule standard de Sedgwick-Rafter pour le comptage du plancton, avec son couvre-objet (fig. 16 b).
  - 1.8. Un disque de Whipple pour le comptage du plancton (Fig. 17), nommé aussi réticule, ou micromètre, qu'on placera dans l'oculaire du microscope (généralement dans l'oculaire droit d'un microscope binoculaire, car l'oculaire gauche est habituellement réglable et ne donne pas, en conséquence, un agrandissement constant). Dévisser avec soin la partie supérieure de l'oculaire et poser le disque de Whipple sur le rebord ou la plateforme qu'on apercevra environ à mi-hauteur à l'intérieur (Fig. 18). Replacer la lentille supérieure. Pointer

l'oculaire en direction d'un morceau de papier blanc sur la table, et observer si les traits du disque apparaissent ou non nets et clairs. Si non, dévisser à nouveau la lentille supérieure et retourner le disque. Si cela n'entraîne pas d'amélioration, c'est malgré tout le mieux que l'on puisse faire. La netteté de ces traits n'a qu'une importance secondaire, car l'oeil, en fait, est concentré sur le champ du microscope, en-dessous, et le champ de Whipple n'est, avant tout, qu'un guide.

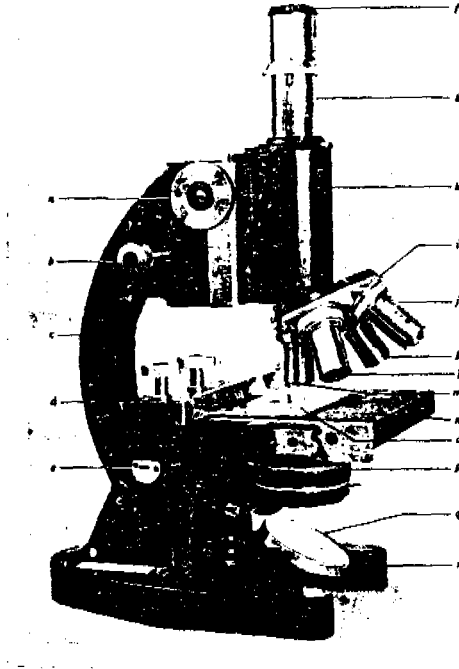


Fig. 15 MICROSCOPE MODULAIRE

Légende : a) réglage grossier; b) réglage fin; c) bras; d) platine mécanique (mobile); e) pivot; f) oculaire; g) tube coulissant; h) tube de coulissement; i) révoluer; j, k, l, m) objectifs (40x, 100x, 20x, 10x); n) platine fixe; o) cellule de Sedgwick-Rafter en place; p) condensateur; q) miroir; r) socle.

## 2. EQUIPEMENT FACULTATIF

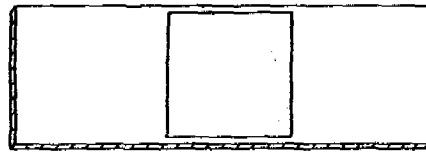
L'équipement complémentaire suivant se révélera utile :

2.1. Accessoires pour le microscope :

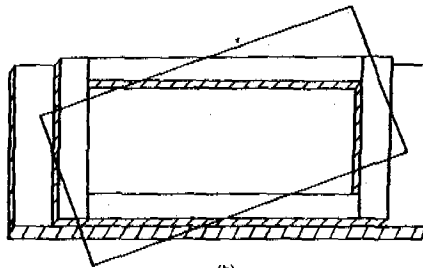
- a) Des objectifs (les facteurs d'agrandissement sont approximatifs) : 20 x (8 mm, dit objectif moyen); 40 x (4 mm, dit objectif sec de forte puissance);

90 x (1,8 mm, dit objectif à immersion d'huile).

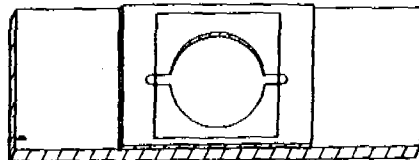
- b) Une platine mécanique. Elle peut être du type non-gradué le plus simple, quoique des graduations soient souvent utiles pour retrouver un endroit donné d'une lame.
- c) Un condensateur placé sous la platine, pourvu d'un diaphragme pour régler l'éclaircissement.
- d) Une lampe de microscope. Il y aurait beaucoup à dire sur les sources lumineuses pour la microscopie; mais, en général, presque toute lumière susceptible d'être réfléchiée par le miroir situé sous la platine - même la lumière ambiante, si elle est assez vive - peut être utilisée et donner de bons résultats.
- e) Un micromètre-objet pour calibrer le disque de Whipple. (Fig. 19).



(a)



(b)



(c)

Fig. 16  
Lames et cellules de microscope

Légende : a) lame standard avec couvre-objets; b) cellule de Sedgwick-Kafer avec son couvercle en position de remplissage; c) lame pour le nanoplankton ou cellule de Palmer-Maloney.

2.2. Un microscope de dissection à large champ. Les combinaisons de lentilles indiquées pour cet instrument ne sont pas absolues. On veillera à ce que le facteur global d'agrandissement couvre le domaine s'étendant à peu près entre 5 x ou 10 x et 50 x ou davantage. Cet instrument est utile pour observer les plus grands organismes et pour dénombrer les plus grandes formes planctoniques, pour lesquelles il faut pouvoir examiner rapidement la cellule entière.

2.3. Une lame pour le nanoplancton (Fig. 16c), dite aussi lame ou cellule de Palmer, ou de Palmer-Maloney. Cette lame est prévue pour l'étude des espèces très petites, qui nécessitent un agrandissement supérieur à 200 x, mais où l'emploi de l'immersion d'huile n'est pas possible. La lame pour le nanoplancton est profonde de 0,4 mm et permet, en conséquence, l'utilisation d'un objectif 40 x.

2.4. Un thermomètre à employer sur le terrain, dont la plage s'étende environ de 0°C à 50°C, ou de 32°F à 100°F. On peut acheter des thermomètres de terrain construits spécialement à cet effet, ou l'on peut fixer un thermomètre de laboratoire dans un cylindre de toile métallique, au moyen de sections coupées dans un bouchon de caoutchouc à un trou.

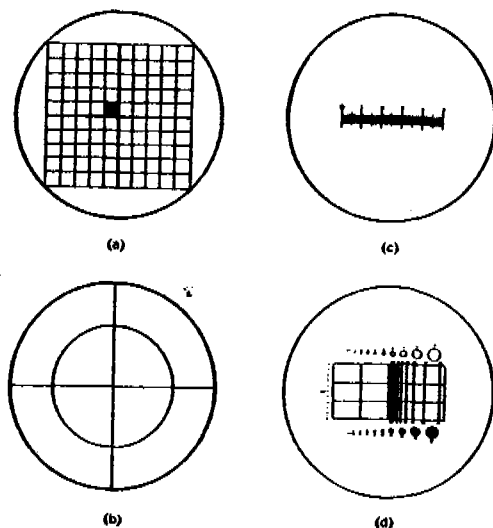


Fig. 17

Micromètres d'oculaire

Légende : a) carré de Whipple; b) réticule à quadrants; c) échelle linéaire; d) réticule de Porton pour l'estimation de la taille des particules.

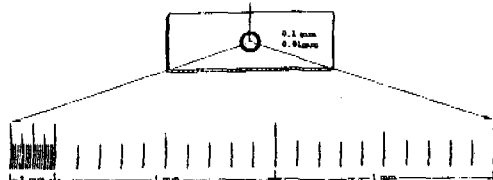
2.5. Un échantillonneur d'eau de type Kemmerer (Fig. 20). L'appareil de 1 litre convient d'habitude. On peut fréquemment obtenir, si on le désire, un thermomètre monté à l'intérieur. (Bien d'autres dispositifs de prélèvement de plancton sont disponibles. L'un d'eux, moins coûteux, et largement répandu, est la bouteille de Frautschy, vendue par la Hytech Corporation "G" Street Pier, San Diego, (Calif.)



Fig. 18.

Façon de monter le disque de Whipple

Echelle du micromètre



Agrandissement de l'échelle micrométrique

Fig. 19. Micromètre objet

On fixera l'échantillonneur de Kemmerer au bout d'un filin de 1/4 inch (env. 6 mm) ou de 3/16 inch (env. 5 mm) un peu plus long que nécessaire pour atteindre le fond du volume d'eau à échantillonner. D'autres objets accompagnent cet appareil : un "messenger" (un cylindre de laiton creux qui glisse le long de la ligne); un bout de tuyau de caoutchouc de 15 cm, qui s'adapte sur le dispositif de vidange, à la base de l'échantillonneur; enfin un système de mesure de la profondeur de l'échantillon. Des peintures ou des couleurs sont employables pour marquer les cordages synthétiques, alors que des dispositifs spéciaux de mesure sont nécessaires pour les câbles métalliques. Si l'on prévoit un important programme d'échantillonnage, il est bon d'investir en câbles métalliques, bobines et treuils. Des chaînes de laiton, munies de petits disques de métal pour indiquer la profondeur, sont vendues sur le marché, mais elles sont chères, font mal aux mains, et peuvent se casser si un seul anneau est affaibli. Si on peut l'obtenir, de la corde torsadée, du genre de celle employée pour les fenêtres à guillotine, est parfaite pour l'échantillonnage à la main, car la rugosité des torons permet de la retenir facilement, même si elle est mouillée. Une corde tressée est très souvent glissante.

2.6. Dispositifs conventionnels de concentration. Ce Manuel ne traite de l'emploi ni des filets à plancton, ni des centrifugeuses, ni des entonnoirs à décantation. On consultera le *Standard Methods* au sujet des techniques utilisées pour l'examen d'eaux pauvres ou riches en plancton, qui nécessitent des concentrations, des dilutions ou d'autres traitements particuliers.

2.7. Un équipement de membranes filtrantes. Bien des laboratoires possèdent déjà un équipement de membranes filtrantes pour les analyses bactériologiques de l'eau. Si l'on peut en disposer, cet appareillage se révélera très utile dans certains types d'analyses planctoniques.

Note : Les fournisseurs d'échantillonneurs de Kemmerer et d'autres sortes d'équipements spéciaux de prélèvement sont répertoriés dans une publication de la Société Américaine de Limnologie et d'Océanographie, intitulée : "Sources of Limnological and Oceanographic Apparatus and Supplies", Publication spéciale No 1, qu'on peut se procurer auprès de la Société, à Ann Arbor, Mich.

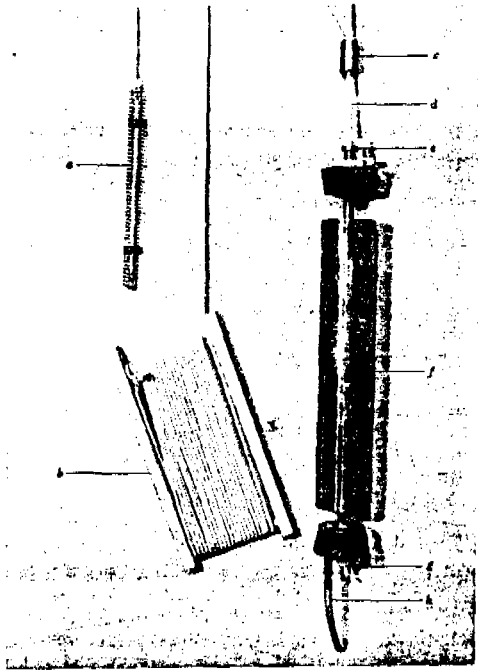


Fig. 20

Echantillonneur de Kemmerer

Légende : thermomètre monté dans un cylindre de toile métallique, et tenu en place par des sections coupées dans des bouchons de caoutchouc à un trou; b) bobine de filin torsadé de 6 mm (1/4 inch); c) "messenger" retenu à une ficelle, par mesure de sécurité; d) filin de suspension; e) dispositif de fermeture; f) corps de l'échantillonneur; g) noeud en bout de ligne; h) tuyau de caoutchouc sur le dispositif de vidange.

3. REACTIFS

\*3.1. Formaline du commerce. Quoique la formaline du commerce ne contienne que 50 pour cent de formaldéhyde gazeuse, environ, il est d'usage de la considérer comme un réactif pur lors de la préparation des dilutions prescrites. Ainsi lorsqu'une solution à 5 pour cent est requise, on mélangera 5 ml de formaline du commerce avec 95 ml d'eau. Au repos ou au froid, la formation de flocons blancs solides ne modifie pas appréciablement la concentration de la formaline.



3.2. Solution stabilisante de thimérosal. Cet agent fixateur de courte durée, développé récemment, se montre très utile pour la stabilisation temporaire du plancton avec un minimum de distorsion et de décomposition. On le prépare ainsi :

- a) Solution mère de thimérosal. Dans 1 litre d'eau distillée, dissoudre environ 1 g de borate de sodium ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), et environ 1 g de thimérosal (appelé aussi merthiolate). Bien agiter et dissoudre avec soin avant l'emploi; conserver au réfrigérateur. Lors du refroidissement, un précipité peut se former. Pour s'adapter aux diverses conditions, on peut modifier les quantités de borate de sodium et de thimérosal. Les proportions données ci-dessus sont valables pour un climat chaud et pour des sources normales d'eau potable. Dans des climats plus frais, on peut utiliser des quantités plus faibles.
- b) Solution mère de Lugol. Préparer une solution saturée d'iodure de potassium KI (environ 12 g) dans l'éthanol à 95 pour cent (100 ml), de façon à ce qu'un précipité subsiste au fond du flacon. Il est fort probable que cela se passe lentement; on emploiera donc un flacon bien bouché. Ajouter à cette solution des cristaux d'iode jusqu'à saturation (environ 1 g), en maintenant un excès sur le fond.
- c) Préparation du fixateur : ajouter lentement environ 1,7 ml de solution mère de Lugol à 1 litre de solution mère de thimérosal, en maintenant dissous tous les précipités. Aux températures habituelles, ce mélange est stable pendant cinq semaines en été ou pendant six semaines en hiver.

3.3. Solution de méthyl-cellulose. Dissoudre 1 g de méthyl-cellulose (viscosité estimée à 15 centipoises) dans 9 ml d'eau distillée. Ne pas bouillir. Si une contamination par des moisissures ou des bactéries est évidente, on éliminera cette solution pour en préparer une nouvelle.

## B. PRISE D'ÉCHANTILLONS

### \*1. PROGRAMME D'ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage du plancton se fera selon un programme établi avec soin et consciencieusement respecté, tant quant à la fréquence des prélèvements que quant aux endroits d'échantillonnage. Comme la plupart des organismes planctoniques sont petits et vivent relativement peu longtemps, leur nombre peut varier de jour en jour et de lieu en lieu, selon les changements de temps et les

conditions saisonnières. Ce sont les disponibilités économiques et les besoins de la station qui détermineront l'ampleur du programme d'échantillonnage de plancton; il peut aller de un échantillon prélevé quotidiennement, voire même plus, en chaque point important du réservoir, à un échantillon mensuel pris à l'entrée de la station. Un programme minimum suggéré consiste en une prise hebdomadaire, la fréquence augmentant lorsque s'en fait sentir le besoin.

Le programme une fois bien engagé, on fera tous ses efforts pour assurer une série importante d'observations identiquement réalisées. Autant que possible, on uniformisera les unités, les techniques et les lieux de prélèvement, de façon à pouvoir comparer directement les observations d'une année avec celles des années précédentes. A l'inverse, on ne négligera pas de nouvelles observations qui pourraient profiter au programme, de même qu'on abandonnera les lieux de prélèvement ou les méthodes visiblement inutiles. Avant d'adopter un programme proposé, on en discutera avec quelqu'un qui ait l'expérience des opérations de dénombrement planctonique.

1.2. Au cas où l'on ne prélèverait qu'un seul échantillon par jour, il faudrait toujours le prendre au même moment, car bien des organismes planctoniques modifient leur profondeur d'habitat à diverses époques de la journée. Si possible, et surtout si les échantillons sont prélevés en surface, on prendra des échantillons diurnes et nocturnes.

1.3. Les stations ou points d'échantillonnage seront répartis aussi largement que possible. Un programme minimum ne comprendra que des prises faites à l'entrée de la station, dans la conduite d'eau brute. On peut établir des stations d'échantillonnage supplémentaires : juste en amont de l'entrée dans la station; à l'extérieur, dans le vaste domaine situé en amont de l'entrée; à l'extrémité la plus éloignée de la retenue; à l'embouchure de toutes les grandes baies et dans les zones peu profondes; dans la station, avant la coagulation, entre la coagulation et la filtration, après la filtration, de même que n'importe où d'autre, selon les conditions locales.

1.4. Les échantillons planctoniques peuvent être de deux sortes : "de surface" ou "de fond". Les prises de surface sont ordinairement réalisées entre 15 et 30 cm sous la surface. La façon exacte de prélever les échantillons sera clairement expliquée, au début du programme d'échantillonnage; en effet, si tous les échantillons provenant d'un endroit donné ne sont pas prélevés de la même manière, on ne peut pas comparer les résultats d'une fois à l'autre, et l'on perd ainsi une bonne partie de la valeur du programme. La mince couche de surface ne sera pas incluse dans la prise, à moins qu'elle ne soit à chaque fois échantillonnée de la même manière.

Certains types d'organismes planctoniques se trouvent régulièrement dans les profondeurs plutôt que près de la surface. Les profondeurs spécifiques à échantillonner dépendent de la profondeur totale du réservoir, ainsi que d'autres facteurs. Si la profondeur totale est de 10 m, on peut prendre des échantillons en surface, à 3,5 m et à 8 m. Si la profondeur totale est de 30 m, on peut prélever en surface, et à 5, 15 et 25 m. Il vaudrait mieux prélever des échantillons tous les 3 m.

## 2. PRELEVEMENT EN SURFACE

Pour prélever un échantillon de surface, on amènera simplement le flacon sous la surface de l'eau, et on le laissera se remplir à une main de profondeur. Si un fixateur a été ajouté d'avance au flacon d'échantillonnage, on réalisera la prise dans un second récipient, puis on la transférera immédiatement dans le premier flacon.

## 3. PRELEVEMENT EN PROFONDEUR

Pour des échantillons de profondeur, on emploiera comme suit la bouteille de Kemmerer (Fig. 20) :

- 3.1. Graduer le filin en décimètres ou en mètres (ou en pieds et en yards), de façon à ne pas gêner le passage du messenger. Sur une corde, on emploiera un code de peinture ou de couleur.
- 3.2. Fixer une ficelle à travers le trou du messenger.
- 3.3. Faire passer le filin à travers le messenger et l'échantillonneur; y faire un noeud en-dessous de l'échantillonneur.
- 3.4. Glisser les 15 cm de tuyau de caoutchouc sur le dispositif de vidange, à la base de l'échantillonneur.
- 3.5. A l'aide d'un noeud simple, fixer le messenger à un objet du bateau ou du quai.
- 3.6. Faire glisser assez de filin à travers le messenger pour que l'échantillonneur soit suspendu.
- 3.7. Séparer les deux bouchons de caoutchouc et armer le dispositif de fermeture.
- 3.8. Descendre l'échantillonneur à la profondeur voulue, en faisant, durant tout ce temps, glisser le filin à travers le messenger (on peut obtenir des mes-

sagers fendus, qu'on enlève pendant cette opération de descente).

3.9. Détacher le messageur qu'on laissera filer vers le bas. On sent une légère secousse au moment où le messageur déclenche le dispositif et où se referme l'échantillonneur.

3.10. Retirer l'échantillonneur à la surface, et remplir le flacon d'échantillonnage à partir du tube de caoutchouc du dispositif de vidange. Veiller à ne pas vider l'échantillonneur avant d'avoir récolté tous les échantillons indispensables.

3.11. En travaillant rapidement, on peut relever, à ce stade, la température approximative de l'échantillon. On peut employer ces prises également pour certaines analyses chimiques.

#### 4. FIXATION DE L'ECHANTILLON

Il n'est pratiquement pas possible de dénombrer les échantillons de plancton vivant lorsque des formes actives sont présentes. Cependant, nombre d'entre elles, comme certains protozoaires, rotifères et flagellés, sont bien plus facilement identifiables quand elles sont en vie. Aussi est-il mieux, quand cela est possible, d'effectuer un traitement de conservation sur une fraction de la prise, immédiatement lors de la collecte, et d'apporter une autre fraction fraîche au laboratoire.

4.1. Les échantillons non fixés devront être apportés, puis étudiés, au laboratoire, aussi rapidement que possible. Par temps chaud on ne laissera pas s'écouler plus de 30 à 60 minutes, ni plus de 2 à 3 heures par temps frais. Par temps chaud, on refroidira ces échantillons, et on évitera qu'ils ne gèlent par temps froid. Lors du refroidissement de prises de plancton, on bouchera bien le flacon et on le mettra dans de la glace, ou dans un autre réfrigérant; en aucun cas on n'introduira de la glace dans l'échantillon d'eau.

4.2. La méthode de conservation de l'échantillon décrite ci-dessous, ne tuera pas absolument tous les organismes, mais les échantillons seront néanmoins suffisamment stabilisés pour le dénombrement du plancton. La formaline irrite les yeux et le nez et tend à ratatiner et à rendre pâle les spécimens, mais elle est relativement stable, bon marché, facile à se procurer et à employer. Le thimérosal est beaucoup plus doux vis-à-vis de l'utilisateur; il donne également des spécimens bien meilleurs. Cependant on s'en méfiera après un mois par temps chaud, ou six semaines en hiver, à moins qu'on ne le conserve à l'obscurité.

Il est habituellement commode d'introduire le fixateur dans le flacon d'échantillonnage avant de quitter le laboratoire. Par suite, sur le terrain, on remplira le flacon jusqu'à un niveau prédéterminé, 1 litre par exemple. D'habitude, on n'effectue pas de correction pour le volume d'agent fixateur lors du dénombrement, car on considère cette petite erreur comme sans conséquence. Pour conserver 1 litre d'échantillon, on ajoutera, au flacon d'échantillonnage, 50 ml de formaline, ou 35 ml de thimérosal, avant qu'il ne quitte le laboratoire.

## 5. ECHANTILLONS COMPOSITES

On peut combiner les échantillons de plancton tout comme les autres types d'échantillons; bien entendu, les mêmes restrictions d'interprétation s'appliquent.

## \*6. OBSERVATIONS DE TERRAIN

Les spécimens ne sont pas le seul résultat utile de prélèvements sur le terrain. Presqu'aussi importantes sont les observations que peut faire le preneur d'échantillon, quant aux conditions régnant au moment de la prise. Souvent ces informations contribuent grandement à l'interprétation finale des résultats. Sont importantes toutes les données chimico-physiques obtenables, aussi bien que la date, la période de la journée, la turbidité relative, les températures de l'air et de l'eau, le vent, la couleur de l'eau, ainsi que tout autre facteur qui semble significatif.

## C. EXAMEN DES ECHANTILLONS

### 1. GENERALITES

\*1.1. Les sources d'eau potable ne demandent que rarement un traitement ou une préparation conséquente avant l'observation au microscope. Lorsque les organismes sont présents en nombre compris entre 100 et plusieurs milliers par millilitre, on peut les dénombrer avec une précision raisonnable dans une cellule de Sedgwick-Rafter. La simplicité de ce traitement offre des avantages, quoique les manipulations introduisent des erreurs. Si l'on peut éliminer les procédés de concentration, ou n'importe quelle autre étape, les données résultantes seront vraisemblablement plus fiables. Chaque fois que cela est possible, il est,

en conséquence, recommandé de remplir la lame de Sedgwick-Rafter directement avec de l'eau brute et non traitée (ou simplement conservée).

Si l'on ne peut trouver plus de 100 microorganismes sur toute la lame, cela signifie, d'habitude, qu'il n'y a pas de cause biologique à l'encrassement des filtres ou à d'autres problèmes. Cependant, même peu nombreux, des organismes plus grands peuvent avoir une importance notable.

1.2. Si la quantité de certains organismes plus grands, telles les colonies de puces d'eau, ou *Synura*, est si faible, que beaucoup de lames de Sedgwick-Rafter n'en contiennent aucun, il peut être nécessaire de concentrer un plus grand volume d'eau afin d'en obtenir assez pour le dénombrement. Le *Standard Methods* décrit la façon de concentrer selon la technique habituelle de Sedgwick-Rafter. En ce qui concerne le procédé de concentration sur membrane filtrante, on regardera le paragraphe 2 ci-dessous.

1.3. Une importance grandissante est attribuée aux formes plus petites, et surtout aux diatomées, dont beaucoup ne sont pas retenues par la filtration selon Sedgwick-Rafter. On ne peut les identifier que sous immersion d'huile, et on les concentre au mieux par des méthodes de sédimentation (réf. 13).

## 2. METHODES DES MEMBRANES FILTRANTES

On peut utiliser les membranes filtrantes selon une des deux méthodes suivantes : on peut laver la matière retenue à l'eau et l'examiner sur une lame de microscope; ou l'on peut rendre la membrane transparente, et y examiner directement le plancton.

La technique des membranes filtrantes est particulièrement utile dans le cas d'eaux claires ou traitées. Puisque un petit volume seulement d'eaux troubles ou riches peut traverser le filtre avant qu'il ne s'encrasse, il faut mieux examiner les échantillons frais et non traités dans une cellule de Sedgwick-Rafter.

2.1. Méthode par lavage du résidu de filtration :

- a) Faire passer un volume connu d'eau - 1 litre ou davantage, comme il convient - à travers un filtre du même type que celui employé pour la bactériologie (voir Partie II de ce Manuel).

- b) Retirer le filtre de l'appareillage; tout en le tenant soigneusement par un côté, transférer la matière retenue dans un verre de montre en employant un compte-gouttes médical en polyéthylène et une petite quantité d'eau. Pour un lavage plus approfondi, aspirer un peu d'eau du verre de montre, et la réutiliser plusieurs fois.
- c) Compléter le volume avec de l'eau distillée jusqu'à quantité convenable, 5 ml par exemple.
- d) Procéder à l'examen et au dénombrement selon les méthodes esquissées plus loin dans ce Manuel. Une fois recensés les organismes présents dans un millilitre de concentré, on calcule comme suit leur nombre par millilitre d'échantillon original : on multiplie le nombre d'organismes par millilitre de concentré par le volume de concentré, puis on divise par le volume d'échantillon filtré.

Note : Cette façon de procéder n'est recommandée que pour les formes rares; par conséquent il peut être plus avantageux d'en exprimer les résultats par litre. Dans ce cas on multiplie par 1000 le résultat par millilitre d'échantillon, obtenu précédemment.

## 2.2. Méthode des membranes transparentes :

- a) Filtrer une quantité connue d'échantillon. La quantité choisie devra fournir assez d'organismes visibles dans un champ de microscope pour permettre un bon dénombrement, mais pas trop cependant pour qu'ils ne s'entassent pas les uns sur les autres. On déterminera cette quantité séparément pour chaque échantillon d'eau examiné; elle peut aller de 2 ou 3 ml jusqu'à 100 ml ou davantage.
- b) La quantité d'échantillon sera diluée à 50 ml au moins, avant la filtration, pour assurer une distribution régulière sur la membrane.
- c) Retirer le filtre de l'appareillage, et le placer (tout entier ou réduit à une portion de taille convenable) sur une lame de microscope de 2,5 x 7,6 cm (1 x 3 inch).
- d) Recouvrir de une ou deux gouttes d'huile d'immersion pour microscope.
- e) Conserver la préparation à l'abri de la lumière et à température ambiante durant environ 24 heures, où jusqu'à ce que le filtre devienne transparent. Conservée à l'obscurité, cette préparation se maintient, si on le désire, pendant plusieurs mois sans perdre ses couleurs.
- f) Couvrir d'une lamelle couvre-objet No 1 ou 2, et placer le tout sous un microscope. Procéder à l'examen et au dénombrement selon les méthodes esquissées plus loin dans ce Manuel. (Pour plus d'information sur le compta-

ge et le report, consulter la Réf. 22 et le *Standard Methods*).

Procéder comme suit pour calculer le nombre d'organismes par millilitre d'échantillon : diviser le nombre d'organismes dénombrés par le volume d'échantillon filtré. Multiplier ensuite ce résultat par la surface totale du filtre, puis diviser par la surface de filtre utilisée pour le comptage. Certains filtres sont divisés en carrés, chacun d'entre eux étant supposé égal à 1/100 de la surface de filtration totale utilisable du filtre. Si l'on effectue le dénombrement dans l'un de ces carrés, le résultat par millilitre d'échantillon, sera alors égal à 100 fois le nombre d'organismes obtenu divisé par le volume d'échantillon filtré.

### \*3 Montage en goutte et sous couvre-objet

3.1. Le montage en goutte représente le type le plus simple de préparation de microlame. On met une goutte d'eau sur une lame propre, et on l'observe sous faible grossissement (objectif 10 x et oculaire 10 x). Quoiqu'il soit impossible d'obtenir un réglage net, du fond à la surface, d'un tel montage, on peut se faire une idée préliminaire quant à savoir s'il y a quelque chose à voir dans l'eau. (Si l'eau ne reste pas sous forme d'une goutte, c'est que la lame est sale, ou qu'on y a mis trop d'eau).

3.2. Pour plus de clarté, le montage en goutte du paragraphe 3.1. peut nécessiter l'emploi d'un couvre-objet. Abaisser avec soin le couvre-objet au-dessus du montage en goutte. Si la lamelle est propre et exempte de marques de doigt, aucune bulle d'air ne sera piégée. Cependant quelques bulles ne nuiront pas à des observations préliminaires. Dans le montage sous couvre-objet, l'eau, qui contient les mêmes organismes qu'on avait indistinctement observés dans le montage en goutte, est maintenant répartie en une couche très mince, sur une surface égale à celle du couvre-objet. On verra plus clairement les organismes, mais en nombre bien moindre par portion de champ. A moins qu'ils ne soient vraiment nombreux, on mettra plus de temps à les trouver. C'est le montage idéal pour l'emploi d'un objectif sec de grande puissance, lorsque les organismes sont petits mais abondants.

### \*4. CELLULE OU LAME DE SEDGWICK-RAFTER

La cellule de Sedgwick-Rafter est utilisée pour des estimations quantitatives; on ne peut en observer toutes les parties; les organismes doivent donc être



distribués aussi régulièrement que possible sur toute la lame, par un remplissage rapide de la cellule avant que des particules n'aient la possibilité de se déposer en un endroit. Procéder ainsi :

4.1. S'assurer que la lame et la lamelle soient parfaitement propres. Placer le couvre-objet sur la lame de façon à ce que des coins opposés de celle-ci soient légèrement ouverts. (Fig. 16b).

4.2. Choisir une pipette de 1 ml, dont l'extrémité soit largement ouverte, afin que l'eau s'écoule rapidement et que les matières en suspension n'obstruent pas la pipette. On peut aisément élargir une petite ouverture en limant soigneusement le bout sur une meule d'émeri; il faut donner un certain angle à la pipette par rapport à la meule, et la faire lentement tourner sur elle-même.

4.3. Agiter l'échantillon, soigneusement mais pas violemment. Eviter les secousses sèches qui peuvent briser les colonies de formes délicates et accroître ainsi artificiellement le dénombrement.

4.4. Remplir rapidement la pipette, un peu en-dessus de la marque de 1 ml; en appliquer l'extrémité sur un coin ouvert de la cellule, et libérer l'eau aussi vite que possible, sans perdre le contrôle de l'écoulement. L'eau devra courir sous le couvre-objet par attraction capillaire, et expulser l'air par l'ouverture où ne se trouve pas la pipette.

4.5. La lame une fois remplie, y positionner la lamelle si nécessaire.

4.6. Si, après observation prolongée, des bulles se développent sur le pourtour, on videra la lame, on la nettoiera et on la remplira à nouveau, en ayant soin de remélanger complètement l'échantillon. Les couvre-objets plus minces s'adaptent plus exactement aux surfaces des parois de la cellule, et tendent à réduire les pertes par évaporation.

## 5. LAME POUR LE NANOPLANCTON

La lame pour le nanoplancton, ou lame de Palmer-Maloney ne contient que 0,1 ml. Elle est destinée uniquement au dénombrement des formes plus petites, qui nécessitent l'emploi de l'objectif sec à fort grossissement, et qu'on peut échantillonner de manière adéquate en volumes de 0,1 ml. (On ne peut pas employer l'objectif sec de forte puissance avec la cellule de Sedgwick-Rafter).

## 6. METHODES PRELIMINAIRES SPECIALES

L'examen ordinaire devrait commencer par l'observation de l'échantillon frais, non préservé, dans une cellule de Sedgwick-Rafter. Une fois les organismes présents identifiés, on achèvera le dénombrement, ou l'analyse, aussi rapidement que possible. Si l'on trouve des organismes qui bougent trop vite, ou qui sont trop petits et qu'on ne peut donc identifier et compter avec précision dans la cellule de Sedgwick-Rafter, il peut être nécessaire d'employer des méthodes préliminaires spéciales, comme indiqué ci-dessous. Après les avoir appliquées et avoir identifié tous les types d'organismes, on peut utiliser l'échantillon préservé (voir Partie B, paragraphe 4) pour le dénombrement.

- 6.1. Si les organismes rapides sont petits et abondants, un montage sous couvre-objet, ou en cellule pour le nanoplancton, peut permettre de les voir d'assez près pour les identifier.
- 6.2. Si les organismes se déplacent encore trop vite pour être clairement vus, on peut les ralentir comme suit, avec du méthyl-cellulose :
  - a) Sur une simple lame de microscope, étaler une goutte de méthyl-cellulose sur une surface égale à celle d'un couvre-objet.
  - b) Sur le méthyl-cellulose, placer une goutte d'eau contenant les organismes actifs.
  - c) Couvrir d'une lamelle et observer. A première vue, il se peut qu'on ne remarque guère de différence, mis à part la présence de gros cristaux de méthyl-cellulose. Cependant, en quelques minutes, les organismes isolés vont ralentir, ce qui permettra de les observer facilement, même avec un grossissement de 40 x. Un peu d'expérience montrera combien il faut exactement de méthyl-cellulose, et comment il faut l'utiliser au mieux.
- 6.3. Les grands organismes actifs peuvent aussi être ralentis par le méthyl-cellulose, en vue de leur identification; laquelle peut se faire, autrement, avec l'échantillon conservé. Les plus difficiles à manipuler sont les rotifères, et certaines autres formes, qui se replient sur elles-mêmes, ou s'effondrent lorsqu'on effectue la préservation. Si l'on maintient la préparation de méthyl-cellulose pendant une heure ou davantage, avec suffisamment d'eau pour qu'elle ne sèche pas, ces formes vont parfois commencer à reprendre leur volume.

Si quelques espèces plus grandes (les puces d'eau, par exemple) sont présentes en petit nombre - moins de deux ou trois par millilitre - on concentrera une fraction de l'échantillon, et on exprimera le résultat par litre ou par gal-

lon. Un examen rapide de la lame toute entière, à l'aide d'un microscope de dissection à large champ, peut également se révéler utile.

## D. IDENTIFICATION DU PLANCTON

### \*1. GENERALITES

Les particules visibles au microscope, sont faites de matière minérale, de matière végétale morte, de matière animale morte et d'organismes végétaux et animaux vivants. Le plancton comprend ces deux derniers types d'organismes, qu'il s'agit de différencier des débris environnants. La matière minérale est formée de particules opaques, de forme irrégulière, telle l'argile, le sable, le calcaire et les produits de corrosion du fer.

Les matières mortes, animales et végétales peuvent poser des problèmes; il faut de l'expérience pour les reconnaître. Dans le cas de la matière végétale, une cellule ou une fibre non totalement désagrégée peut fournir un indice concernant son identité. La structure de la matière animale morte peut être plus difficile à reconnaître. Le fait que, sous un microscope, il soit possible de voir dans et à travers les corps de bien des organismes, aide à déceler le plancton dans de la matière inerte.

Quoiqu'il n'existe pas de moyen simple et facile d'apprendre à identifier le plancton, et que les premières observations risquent fort d'être décevantes (de par la taille minuscule des organismes, même vus sous le microscope), il n'est pas nécessaire d'être un taxonomiste professionnel pour tirer quelque avantage d'une analyse microscopique de l'eau. Rapidement, la pratique permettra de distinguer les particules vivantes des particules inertes, et, à ce stade, le dénombrement du plancton peut commencer. Comme une identification précise du plancton demande un jugement exercé, un entraînement sous une forme ou une autre, est fortement recommandé\*. On peut acquérir une formation en règle dans un collège ou une université, ou dans une école professionnelle d'un Etat ou du Service fédéral de la Santé Publique des Etats-Unis; une formation autodidacte peut être réalisée par l'étude de publications du genre de celles répertoriées aux pages 202 et 203.

---

\*Voir préface

## \*2. TECHNIQUE D'OBSERVATION

2.1. Lire les observations de la personne qui a effectué les prélèvements sur le terrain. L'eau de la retenue présentait-elle une couleur particulière ? Dans le flacon d'échantillonnage, tenu face à la lumière, l'eau paraît-elle légèrement verdâtre, brunâtre, grisâtre ou de quelque autre couleur ?

2.2. Monter le microscope et ajuster la source lumineuse ou le miroir pour obtenir un éclairage convenant à un oculaire 10 x et un objectif 10 x.

2.3. Secouer ou brasser parfaitement le flacon d'échantillonnage, sans le faire violemment, et préparer un montage en goutte. Le disposer sur la platine et l'observer. La goutte d'eau étant relativement épaisse, il faudra faire varier la netteté du haut en bas, à l'aide du réglage grossier, pour observer la totalité de la goutte.

2.4. Si la goutte semble grouiller d'objets, qu'ils soient très animés ou non, cesser de suite, placer un couvre-objet sur la goutte et passer à une étude plus approfondie.

2.5. Si l'on ne trouve que peu ou pas d'objets flottants, animés ou non, éliminer la goutte, essuyer la lame afin de la rendre propre pour le prochain usage, et préparer un montage en cellule de Sedgwick-Rafter. On se rappellera qu'il faut toujours brasser ou agiter consciencieusement, mais non pas violemment, le flacon d'échantillonnage avant d'en retirer une prise pour examen.

2.6. Examiner maintenant la préparation sous le microscope. Y a-t-il des particules, vivantes ou non, dont la couleur ressemble à celle de l'eau dans la bouteille ? Pour l'éclairage du microscope, on utilisera la lumière solaire, ou une lumière qui lui soit proche, car c'est à la lumière du jour qu'on juge avec le plus de précision la couleur d'organismes microscopiques. Les colorations d'organismes translucides, ou presque transparents, peuvent sembler très faibles sous le microscope. Il n'y a pas besoin de beaucoup de particules colorées dans un champ de microscope pour donner une couleur distincte à une masse d'eau.

La couleur peut être due à des particules inertes de matière minérale ou végétale. La distinction entre particules vivantes et inertes, quoique l'une des plus fondamentales dans tout le domaine des analyses de plancton, est l'une des plus subtiles. La pratique seule peut permettre une appréciation adéquate de la régularité des formes et de l'aspect des tissus dans les cellules vivantes. Si l'on ne trouve aucune particule dont la couleur corresponde à celle de l'eau, cette couleur peut provenir de substances dissoutes,

comme celles issues de la décomposition de matières organiques dans un étang, ou de déchets industriels tels les colorants. Certaines bactéries provoquent également une coloration de l'eau en rouge, ou en d'autres couleurs, mais elles sont trop minuscules pour être visibles dans la cellule de Sedgwick-Rafter.

### \*3. COULEUR DE L'EAU ET TYPE DE PLANCTON

- 3.1. Le vert, surtout les nuances herbe et jaune-vert, est dû à des algues vertes.
- 3.2. Les algues bleu-vert donnent, d'habitude, des couleurs bleu-vert ou gris-vert.
- 3.3. Les colorations grisâtres ou blanchâtres sont peu fréquentes, sauf dans les eaux polluées, où elles peuvent être dues à des bactéries ou à des protozoaires.
- 3.4. Des couleurs rougeâtres, et particulièrement des "nuages rouges" bien délimités dans l'eau peuvent être causés par des microcrustacés comme les puces d'eau (*Daphnia*, par exemple).
- 3.5. Des couleurs brunes, spécialement les nuances sombres, peuvent provenir de certaines algues flagellées, comme les *Trachelomonas*, qui sont d'habitude assez grandes et donc faciles à reconnaître.
- 3.6. Des colorations brun-or peuvent être dues à des diatomées ou à des dino-flagellés.
- 3.7. Des couleurs boueuses, indistinctes ou entre-deux, proviennent souvent de mélanges d'espèces, ou alors de plancton mêlé à des matières solides inertes en suspension.

### \*4. DISTINCTION ENTRE PLANTES ET ANIMAUX

Il est primordial de pouvoir distinguer les plantes des animaux. Les espèces les plus grandes, tant animales que végétales, sont relativement aisées à reconnaître et à identifier. Les formes qui ressemblent à des plantes, flottantes ou en suspension, sont d'habitude vertes; elles sont formées de nombreuses unités ou "cellules" facilement visibles à l'oeil nu. Elles peuvent ressembler à des masses filamenteuses embrouillées (algues) ou peuvent avoir des feuilles et des troncs (dans ce cas, cependant, il ne s'agit pas vraiment d'organismes planctoniques). Elles ne peuvent, bien sûr, pas se déplacer par elles-mêmes. Certains "végétaux supérieurs" (qui ne sont pas des algues) ne

sont formés que de petites plaques vertes tenant lieu de feuilles, de 1,5 à 3 mm de diamètre, et de petites racines pendantes, ou bien ils peuvent être constitués de minuscules granules, ovales et vertes, de 0,8 à 1,5 mm de long. Les plus grands animaux planctoniques ont des caractéristiques éminemment animales. Ils peuvent avoir des yeux et des pattes et présenter une plus grande activité que les plantes. Leur gamme de couleurs s'étend de l'incolore à diverses teintes de rouge, de jaune, de brun et de noir. Certains ressemblent à des vers, d'autres ressemblent à de microscopiques palourdes dotées de membres. Quoique petits, on peut souvent les voir sans microscope.

4.2. Les formes plus petites, souvent même minuscules, peuvent n'être faites que de une seule unité ou cellule. Dans ce groupe, la distinction entre plantes et animaux est d'habitude très simple : les cellules des plantes sont colorées, les cellules animales ne le sont généralement pas. Le mouvement n'est pas un bon critère de distinction entre plantes et animaux parmi ces formes plus petites. La nuance de la couleur ne l'est pas non plus. Qu'elles soient brunes, jaunes, rouges, bleu-vert ou vertes, ce sont des "plantes" si elles possèdent une substance chimique appelée chlorophylle. Cependant, dans des cellules extrêmement petites, il peut être très difficile de déterminer une couleur.

#### \*5. CLE D'IDENTIFICATION

Une grande partie de ce qui a été publié concernant l'identification des organismes aquatiques est hautement technique. La clé d'identification présentée dans le Tableau 10 a pour but de permettre au débutant de choisir à quel groupe général appartiennent ses formes planctoniques. La clé est strictement un jeu de "suivez les instructions". Bien des cas vont se présenter, soit où l'on ne pourra pas faire d'affirmation clairement tranchée sans utiliser la terminologie technique, soit où les descriptions ne seront faites qu'en termes relatifs. Dans ces cas, et jusqu'à ce qu'on ait acquis plus d'habileté ou d'entraînement, on enregistrera les organismes comme "Indéterminés No 1", "Indéterminés No 2", etc. et on passera au type suivant; la clé consiste en une série d'énoncés groupés par couples (par groupes de deux) pour aider l'observateur à prendre une série de décisions au sujet d'un spécimen particulier. On commence par le couple No 1; on choisit l'affirmation (la ou lb) qui s'applique à l'objet étudié. On passe ensuite au couple dont le numéro est imprimé à la droite de l'affirmation correcte. Si, par exemple, le spécimen est microscopique - c'est-à-dire trop petit pour être visible à l'œil nu -

on passe au couple No 3; mais si le spécimen est assez grand pour être vu (et non pas étudié) sans l'aide d'un microscope, on passe au couple No 2. Poursuivre de cette façon, en regardant fréquemment le spécimen pour se rafraîchir la mémoire, jusqu'à arriver à une affirmation correcte, qui soit suivie d'un nom, en lieu et place de la référence à un autre couple. C'est le nom du groupe auquel appartient le spécimen.

Tableau 10

*Clé de détermination des types de plancton*

	Couple suivant	Couple suivant
1a. Organisme microscopique, visible seulement au microscope (long de moins de 1 mm environ).....	3	4b. Cellule dont la structure interne n'est pas évidente. Pigments totalement dispersés. Couleur habituellement bleuâtre ou bleu-vert, qui peut être très faible sous le microscope. Les cellules isolées peuvent être très petites. Quelques formes filamenteuses mouvantes : <i>Algue bleu-vert</i> .
1b. Organisme plus grand, long de 1 mm .....	2	5a. Plante constituée de cellules uniques, ou de groupes de cellules capables de se mouvoir indépendamment. Présence d'ocelles rouges. Une flagelle au moins par cellule, ayant l'aspect d'un poil, assure une grande mobilité aux cellules isolées, et un mouvement roulant aux groupes. Certains types peuvent changer de forme en nageant; d'autres ont de longues épines dorsales; <i>Flagellé</i> .
2a. Couleur verte, structure générale filamenteuse ou fibreuse.....	6	5b. Ne correspond pas à la description faite en 5a.....
2b. Structure d'insecte ou de ver, ou formée de deux coquilles du genre palourde. Des yeux, des membres et des poils sont souvent visibles.....	9	6a. Plante verte, de forme et de taille quelconque, mais dépourvue de flagelles.....
3a. Coloré ou pigmenté (la couleur à tendance à disparaître avec le temps dans les échantillons fixés). Les descriptions ci-dessous se rapportent à des échantillons vivants, ou préservés de fraîche date .....	4	7
3b. Incolore ou transparent (on peut parfois apercevoir des particules colorées d'aliments à l'intérieur du corps).....	8	
4a. Cellule comportant des structures internes, comme des corps spéciaux qui renferment des couleurs (chloroplastes), des noyaux, etc.....	5	

- 6b. Plante dorée, ou brun-or; tendance à un contour nettement anguleux. Cellules à parois rigides, aux motifs réguliers souvent visibles. Peut être ronde, en forme de bateau ou de filament. Certains types, de forme bateau ou allongée, peuvent présenter des mouvements saccadés, d'avant en arrière ou latéraux. D'autres peuvent s'accoler côte-à-côte pour former des rubans; d'autres enfin peuvent s'accoler l'un après l'autre pour former d'autres groupements : *Diatomée*.
- 7a. Plante constituée par un fil ou un filament, par une masse de filaments ou par des structures filamenteuses : *Algue verte filamenteuse*.
- 7b. Plante constituée d'une cellule ou de plusieurs cellules en masse ou groupe compact et non filamenteux : *Algue verte non filamenteuse*.
- 8a. composé d'une seule unité ou cellule, qui peut être enfermé dans un fourreau ou un étui. Vivant il peut montrer des battements de petits cils semblables à des poils. Il tend à se ratatiner et à devenir méconnaissable en cas de conservation sauf s'il est dans un étui ou une coquille : *Protozoaire*.
- 8b. Corps composé de plusieurs cellules, de structure relativement complexe (mais ne possédant pas de membres). S'il est vivant, des cils en forme de poils, disposés en couronne dans la région de la tête, battent activement, mais ils se rétractent et perdent leur forme après fixation : *Rotifère*.
- 9a. Oeil (yeux) et membres visibles ou corps transparent allongé, muni d'yeux .....10
- 9b. Corps enfermé dans deux minuscules coquilles du genre palourde, à l'intérieur desquelles peuvent rentrer tous les membres. Pour la nage, des membres articulés sortent d'entre les coquilles. Les coquilles sont généralement opaques. Microcrustacé : *Ostracodé*.
- 10a. Oeil sombre unique fréquemment à facettes..... 11
- 10b. Deux yeux, corps allongé, segmenté et transparent, atteignant jusqu'à 1,5 cm de long. Larve de mouche ou de moucheron : *Chaoborus*.
- 11a. Deux protections en forme de coquille descendent de chaque côté du corps. Les membres sortent d'entre les coquilles. Des oeufs se trouvent souvent dans une grande poche, à l'intérieur de la partie dorsale supérieure de la coquille. Une antenne se trouve en-dessous de l'oeil. Microcrustacé : *Branchiopode ou puce d'eau*.
- 11b. Corps relativement transparent, plus cylindrique, sans coquille recouvrant les membres. Sur le devant, deux longs appendices ou membres (en réalité des antennes) employés pour le mouvement; les autres appendices sont plus courts. Les jeunes sont de taille plus petite, de corps plus arrondi, et présentent trois paires d'appendices bien visibles : *Larve de Nauplius*. Deux masses d'oeufs rougeâtres ou oranges, souvent traînées par la femelle : *microcrustacé, Copepode*.



Les groupes vastes et généraux mentionnés dans la clé de détermination peuvent suffire pour des études préliminaires, ou pour des indications générales sur l'état d'une eau. Un travail plus complet exige une identification plus détaillée. Pour ce type de travail, on emploiera une clé de détermination plus technique et plus complète. De toute façon, jusqu'à acquisition d'une certaine habileté dans l'identification de détail, on fera vérifier ses conclusions par un spécialiste.

Si la clé semble ne pas jouer pour un spécimen donné, on supposera qu'il s'agit d'une forme exceptionnelle qui requiert un traitement plus technique. On la classera comme indéterminée et on passera à l'échantillon suivant. La clé ne tient pas compte des formes qui, normalement, croissent fixées sur le fond, de celles qui poussent sur terre ferme, des lentilles d'eau, des grains de pollen et des oeufs ou des petits de divers animaux.

On trouvera l'illustration des organismes décrits dans la clé de détermination en regardant dans le *Standard Methods*, ainsi que dans les références répertoriées aux pages 202 et 203, et spécialement dans la Réf. 2.

## E. METHODES DE DENOMBREMENT

Ce qu'on appelle dénombrement du plancton comprend deux aspects : le recensement des diverses espèces (qualitatif) et le dénombrement des individus (quantitatif).

### 1. METHODE D'ETUDE QUALITATIVE

Une étude qualitative devrait toujours être réalisée, à un grossissement supérieur avant de commencer un dénombrement selon Sedgwick-Rafter, à moins que le plancton local ne soit déjà bien connu de l'opérateur. Une étude qualitative s'effectue comme suit :

- 1.1. Préparer un montage sous couvre-objet.
- 1.2. Balayer la lame sous un grossissement de 100 x (ou moins si l'on peut) pour identifier les plus grandes formes, ou celles que l'on connaît déjà.
- 1.3. Employer l'objectif sec de forte puissance (400 x) pour identifier les petites espèces, qu'on ne pouvait reconnaître sous plus faibles grossissements.
- 1.4. Employer l'objectif à immersion d'huile pour identifier les formes vrai-

ment minuscules, spécialement les diatomées. Si l'on emploie de l'huile avec des préparations fraîches, on ne mettra que très peu d'eau sous la lamelle. C'est avec des montages de type permanent (Réf. 13) qu'on observe le mieux les diatomées. Le débutant ne cherchera pas à classer les diatomées selon le genre et l'espèce, sauf pour quelques formes particulières.

Note : Pour des études qualitatives, sous un grossissement de 400 x, on peut aussi employer la cellule pour le nanoplancton (voir paragraphe 10, ci-dessous).

1.5. Etablir une liste de tous les organismes identifiés, qu'on regroupera selon les types principaux. Numérotter les formes non identifiées et ajouter à la liste des croquis sommaires, de façon à pouvoir compléter cette liste, en cas d'identification ultérieure. Cette liste est utile en soi, mais son utilité sera considérablement accrue en relation avec beaucoup des méthodes esquissées plus loin.

## 2. DENOMBREMENTS PROPORTIONNELS

Si, en plus de l'énumération des espèces ou des genres, on relève les populations relatives - par exemple : "60% de l'espèce A, 25% de l'espèce B, 10% de l'espèce C, etc." - l'étude devient un dénombrement proportionnel. Ce type de comptage, très utile, accroit essentiellement la valeur de l'étude.

## 3. DENOMBREMENTS DIFFERENTIELS

Un dénombrement différentiel est un comptage proportionnel transformé en comptage exprimé par millilitre, au moyen des techniques décrites ci-dessous. Son utilité potentielle est supérieure à celle de tous les types de dénombrements, car ce comptage n'indique par seulement au praticien quels sont les genres d'organismes présents, mais encore, quel est leur nombre et dans quelle proportion ils se trouvent. C'est également le dénombrement le plus difficile à réaliser, car il demande de pouvoir reconnaître chaque espèce, ou chaque genre présent dans la cellule de Sedgwick-Rafter à examiner.

#### \*4. DENOMBREMENTS QUANTITATIFS

On relève d'habitude les quantités de plancton en unités par millilitre. Les unités peuvent être des cellules ou des organismes individuels, des "unités de groupe" ou des "unités standards". La différence entre les cellules, ou les organismes, et les groupes, est basée sur le fait suivant : on peut compter séparément les cellules individuelles de colonies, de filaments ou d'autres associations semblables, la colonie ou le filament. Le paragraphe suivant se référera au dénombrement en unités de groupe (dénombrement de groupe). (Pour la discussion relative aux unités standards et aux autres méthodes, consulter le *Standard Methods*, et les Réf. 3 ou 14).

Quoique certaines des méthodes suivantes puissent être exécutées sans disque de comptage de plancton, ou disque de Whipple, introduit dans l'oculaire, elles se trouvent toutes grandement facilitées par sa présence; on supposera donc le disque installé.

#### \*5. CALIBRAGE DU MICROSCOPE

On suppose, pour les estimations préliminaires, ou dans les étapes initiales d'un programme d'analyse de plancton, que les grossissements sont exactement ceux indiqués. Un oculaire 10 x et un objectif 10 x donnent, par exemple, un grossissement théorique de 100 x. De légères variations dans le polissage et le montage des lentilles ou des différences dans les processus de fabrication peuvent, cependant, provoquer des changements significatifs du grossissement réel. Des modifications dans le réglage interpupillaire de microscopes binoculaires ou dans le montage du tube coulissant de microscopes monoculaires, modifient également le facteur d'agrandissement. Dans la gamme des grossissements de 200 x, certains fabricants fournissent des objectifs 20 x à employer avec des oculaires 10 x, d'autres des objectifs 21 x. Afin de réaliser un travail précis, on calibrera chaque microscope avec un standard absolu (un micromètre-objet) pour toute combinaison de lentilles et tout réglage de tube ou de distance interpupillaire. (On trouvera des instructions dans le *Standard Methods* ou dans la Réf. 19; voir également le paragraphe 8.3. p. 231) .

## \*6. EMPLOI DE LA CELLULE DE SEDGWICK-RAFTER

La cellule de Sedgwick-Rafter est profonde de 1 mm, large de 20 mm et longue de 50 mm. Elle contient donc 1000 millimètres cubes, ou 1 ml. Vu sa profondeur, il est nécessaire de faire varier la mise au point, du haut en bas de chaque champ visuel, afin de trouver à la fois les types de plancton qui coulent au fond et ceux qui flottent à la surface (voir fig. 21).

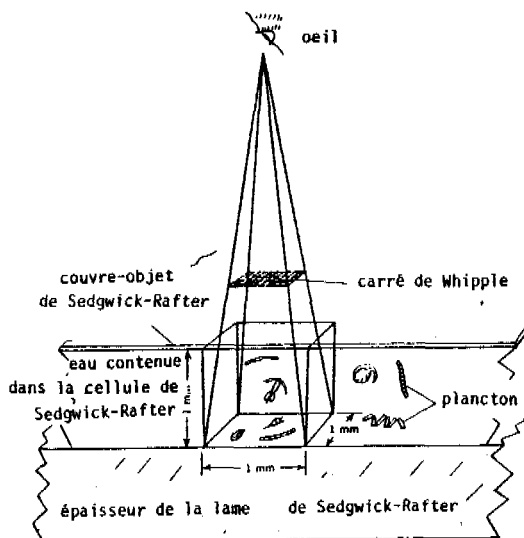


Fig. 21

Cube d'eau tel qu'on le voit à travers un carré de Whipple

*Seuls sont nets les organismes situés à la base de la cellule de Sedgwick - Rafter; pour étudier le cube dans son entier, il faut faire varier la mise au point.*

## \*7. DENOMBREMENTS D'ENSEMBLE

Le dénombrement d'ensemble est un comptage de tous les individus d'une espèce particulière, dans toute la cellule. On ne le pratique d'habitude que pour de grands organismes, telles les puces d'eau ou les *cyclopes* qu'on ne peut pas échantillonner convenablement dans de plus petits volumes. On emploie

généralement un microscope stéréoscopique, ou un microscope modulaire muni d'un oculaire 5 x.

#### \*8. DENOMBREMENTS PAR BANDE

Le dénombrement par bande (voir fig. 22) est le comptage le plus simple qu'on puisse effectuer dans une cellule de Sedgwick-Rafter, sous un grossissement de 100 x (objectif 10 x et oculaire 10 x) ou de 200 x (objectif 20 x et oculaire 10 x). (L'objectif 20 x est le plus puissant utilisable avec une cellule de Sedgwick-Rafter; il faudra en disposer chaque fois que c'est possible). Une platine mécanique est nécessaire. Procéder ainsi :

- 8.1. Effectuer le dénombrement sur une bande ayant la largeur du champ de Whipple et la longueur de toute la cellule de Sedgwick-Rafter.
- 8.2. Multiplier le nombre de cellules comptées par 20 si l'on travaille avec un grossissement de 100 x, ou par 40 si le grossissement est de 200 x. Le résultat donne une estimation du nombre de cellules par millilitre.
- 8.3. On obtient un multiplicateur plus précis en corrigeant la largeur du champ de Whipple par rapport à la largeur de la cellule de Sedgwick-Rafter sous le microscope (voir Réf. 19).

#### \*9. DENOMBREMENTS EN CHAMPS SEPARES

Le dénombrement en champs séparés peut se pratiquer avec une platine mécanique; si l'on n'en dispose pas, c'est alors la seule méthode utilisable pour un dénombrement quantitatif avec la cellule de Sedgwick-Rafter. Procéder ainsi :

- 9.1. Dénombrer les organismes dans 10 champs de Whipple très distants les uns des autres. Eviter les champs de comptage situés trop près des extrémités ou des côtés de la cellule; le mieux est de respecter une distance de un tiers à partir des bords. Certains organismes peuvent se trouver sur la ligne séparant deux champs : une méthode consiste à compter ceux qui sont plus qu'à moitié à l'intérieur, et à ignorer ceux qui sont plus qu'à moitié à l'extérieur; une autre méthode consiste à tenir compte de tous les organismes qui touchent le haut et le côté droit du carré, et à ignorer tous ceux qui touchent le bas et le côté gauche.
- 9.2. On obtient le résultat exprimé par millilitre en multipliant le chiffre obtenu par 100, si l'on travaille sous un grossissement de 100 x, ou par 400 si le grossissement est de 200 x.

## \*10. EMPLOI DE LA CELLULE POUR LE NANOPLANCTON

Lors de dénombrements quantitatifs, on peut obtenir un grossissement supérieur à 200 x si l'on emploie l'objectif 40 x avec la cellule pour le nanoplancton. La profondeur de cette cellule n'est que de 0,4 mm, ce qui en autorise d'habitude l'emploi même avec un couvre-objet d'épaisseur No 2. Cependant, à cause des dimensions diverses de ces cellules, une attention particulière sera portée au calibrage et à l'interprétation. ( Consulter le *Standard Methods* ou la Réf. 19). Cette cellule peut se révéler très utile dans des circonstances particulières : par exemple, puisque le volume de la cellule est de 0,1 ml, on peut avoir la vision de toute la préparation lors de la recherche de formes grandes ou rares; il suffit de multiplier le résultat par 10 pour obtenir le nombre d'unités par millilitre. Par l'emploi de cette cellule, on peut aussi estimer quantitativement des concentrations élevées de plancton, comme on en trouve dans les étangs de stabilisation ou les réservoirs de boues activées. L'épaisseur de liquide qu'on aurait dans une cellule de Sedgwick-Rafter serait bien trop grande pour permettre de voir à travers.

## \*11. RELEVES ET FORMULAIRES

Aucune façon unique de conserver les résultats qui concernent le plancton, ne peut satisfaire tous les besoins. On trouve d'excellents plans dans les Réf. 2 et 18. On en trouve d'autres dans les Réf. 3, 14 et le *Standard Methods*, aussi bien qu'auprès de stations de traitement d'eau qui effectuent des analyses de plancton, Le plus important est d'établir un programme bien pensé de conservation des résultats, qui permettra de procéder à des évaluations comparatives.

## F. SIGNIFICATION ET APPLICATION DES RESULTATS

Les algues sont les hôtes normaux et constants de presque toutes les eaux naturelles de surface. Là où croissent des algues, on trouvera aussi des bactéries, des champignons et divers animaux. Ces différents organismes sont en interaction dans les eaux libres, afin d'y entretenir une chaîne de vie. Les algues, en tant que plantes vertes, emploient les matières solides dissoutes (minéraux nutritifs), l'eau et l'anhydride carbonique pour leur propre construction. Des bactéries et des animaux se nourrissent de la fraction morte de

la matière organique vivante des algues. Les bactéries meurent à leur tour; leurs corps sont décomposés par d'autres bactéries, ce qui permet ainsi aux éléments de revenir éventuellement à leur forme minérale. Si une partie de ce cycle devait être éliminée, l'eau résultante pourrait alors contenir des matières qui lui donneraient goût et odeur, ou qui seraient incommodes d'une autre façon. Les créatures vivantes stabilisent l'eau, et dégradent ou décomposent les matières étrangères, comme la pollution, qui peuvent y pénétrer. Le plancton n'est donc pas toujours quelque chose de totalement mauvais (on trouvera dans la Réf. 2 une discussion plus complète des divers effets du plancton).

Plus fréquentes sont les observations, plus forte est la probabilité de remarquer le début d'une poussée planctonique. Les dénombrements peuvent se stabiliser autour de quelques centaines par millilitre durant une longue période, pour éclater soudain et atteindre plusieurs milliers en deux ou trois jours. Cette augmentation peut provenir d'une forte croissance de la population planctonique, stimulée par un changement de temps, ou par les inversions de printemps ou d'automne d'une masse d'eau stratifiée; elle peut aussi provenir d'une grande quantité de plancton s'échappant d'une retenue, ou d'un affluent fertile. Ces événements font ressortir à nouveau l'importance des mesures sur le terrain pour déterminer, à différentes profondeurs, la température de l'eau ainsi que d'autres facteurs associés, de même que la répartition jour après jour du plancton dans les diverses parties de la masse d'eau.

#### \*1. EFFET SUR LA MARCHE DE LA STATION

Trop de plancton, d'un type ou d'un autre, peut causer des ennuis sans fin dans les stations de traitement des eaux - raccourcissement de la partie du cycle des filtres prévue pour la filtration, goûts et odeurs, difficultés de floculation et de sédimentation. Il est donc important, pour qui s'occupe d'une station, de connaître ce qu'il y a dans une eau.

On ne peut ici donner de règles spécifiques qui rendent compte de toutes les conditions locales. Ce serait induire totalement en erreur que de citer une série de dénombrements planctoniques, et de sous-entendre que les conséquences de chacun d'eux puissent être toujours identiques. De façon générale, on a constaté que des comptages de quelques centaines d'organismes par millilitre

ne sont que rarement en relation avec des ennuis sérieux dans la station, alors que des comptages de floraisons, de plus de 2000 à 3000 par millilitre sont souvent significatifs. Même en nombre relativement petit cependant, certains types de plancton peuvent poser des problèmes. Le flagellé *Synura*, par exemple, semble provoquer une odeur détectable à partir de 20 à 30 colonies par millilitre, voire même moins, et des concentrations de 100 ou plus peuvent créer des ennuis graves. Des diatomées, comme les *Synedra*, *Tabellaria* ou *Melosira*, en concentration de quelques centaines par millilitre, raccourciront notablement la partie de filtration des cycles de filtres.

## \*2. DIAGNOSTIC DE LA QUALITE D'UNE EAU

L'examen d'une eau sous le microscope permet de déterminer la vraie nature de sa turbidité et de sa couleur. Il est important de savoir si un état de turbidité est dû à des matières inertes en suspension, qu'on peut s'attendre à voir sédimenter en quelques jours, ou à du plancton, qui peut croître et devenir gênant.

On peut beaucoup apprendre de la qualité d'une eau par l'examen du plancton qu'elle contient. Quoique l'information soit loin d'être complète sur ce chapitre, on peut faire certaines généralisations sûres :

Des eaux fortement polluées, chaudes ou dures, tendent à favoriser les algues bleu-vert.

Des eaux propres et froides favorisent d'habitude les diatomées. Les algues vertes ont tendance à être plus nombreuses au printemps et en arrière automne. Des floraisons de plancton animal sont fréquemment associées à des pollutions partiellement stabilisées.

On peut trouver des exceptions dans presque tous les groupes de plancton; néanmoins, ce type d'informations peut être très utile pour s'occuper d'une retenue d'eau. Pour une discussion plus détaillée de ce sujet, on consultera la référence 2.



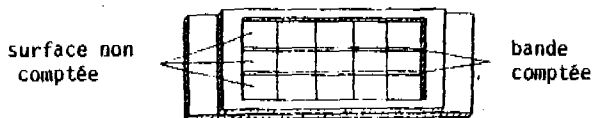


Fig. 22.

Dénombrement par bande

*Les bandes ne sont pas marquées sur la lame; elles ne font que représenter la surface comptée.*

\*3. IMPORTANCE DES OBSERVATIONS DE TERRAIN

Il convient de toujours étudier les notes de terrain pour savoir si de forts vents, un jour nuageux, des températures inhabituelles pour la saison, ou quelque autre facteur a, ou n'a pas, pu influencer le prélèvement. Ces facteurs devront également être pris en considération lors de l'application des mesures correctives qui peuvent sembler indiquées.

\*4. PREVISION DES FLORAISONS

Le but particulier que l'on vise au moyen d'un dénombrement de plancton va varier de station en station; cela découle de ce qui précède. Il faut, cependant, insister sur le fait que les croissances planctoniques soudaines, ou floraisons, tendent à se produire année après année à la même époque environ. Ainsi, l'un des grands avantages qui peut résulter d'un programme systématique de dénombrement du plancton est la possibilité de déceler à temps les floraisons auxquelles on pouvait s'attendre. Cette possibilité permet d'accumuler, avant une brusque demande, du charbon actif, du chlore ou tout autre produit indispensable. Si la source d'eau permet la mise en oeuvre de mesures de lutte, la première apparition, à une époque donnée de l'année, d'organismes connus pour créer des ennuis, peut signaler la nécessité d'appliquer du sulfate de cuivre; on évite ainsi que ne se développe un problème épineux.

## \*5. LUTTE CONTRE LE PLANCTON

Il existe deux approches générales à la lutte contre le plancton dans les eaux de surface : la diminution de la fertilité de l'eau (lutte contre la pollution) ou la lutte chimique.

5.1. La lutte contre la pollution est un problème à l'échelle d'une contrée, qui dépasse souvent les compétences du personnel d'un service des eaux. Cependant, il peut être fréquemment utile aux organismes locaux de lutte contre la pollution de connaître l'apparition dans les sources d'eau de plancton lié à la pollution. La lutte contre la pollution et les règlements concernant les cours d'eau font partie des quelques moyens de lutte contre le plancton dans les rivières.

5.2. Jusqu'à présent on n'a pas trouvé de substitut satisfaisant au sulfate de cuivre pour la lutte chimique contre le plancton des lacs et des retenues. Dans la plupart des endroits, les dosages de sulfate de cuivre, pour la lutte contre le plancton, sont bien établis (la Réf. 2 offre un tableau qui indique la toxicité relative du sulfate de cuivre à l'égard des différentes espèces d'algues; en relation avec la connaissance du genre d'algues présentes, cela peut permettre au responsable d'une station d'économiser de grandes quantités de produit chimique).

## \*6. CHOIX DE LA PROFONDEUR ADEQUATE POUR LA PRISE D'EAU

S'il est du pouvoir de la station de contrôler la profondeur de la prise d'eau dans la retenue, la connaissance du plancton et des autres caractéristiques de l'eau, à différentes profondeurs, permettra au responsable de choisir le niveau le plus favorable. Et ce ne sera pas toujours le niveau le plus bas, puisque certaines formes de plancton peuvent se concentrer entre 4,5 et 6 m de profondeur, et être pratiquement absentes en surface. Cette situation peut changer entre le jour et la nuit, car certaines formes animales peuvent remonter durant la nuit, alors que certaines algues peuvent descendre. La tendance générale est que la distribution verticale du plancton est plus uniforme durant la nuit que durant la journée.

## \*7. CONTROLE EN STATION DES TRAITEMENTS EFFECTUES

Bien des praticiens se servent d'analyses de plancton effectuées dans la station pour déterminer l'efficacité d'un traitement.

L'analyse d'échantillons avant et après un des divers procédés de traitement (ou avant et après une série d'entre eux) indiquera l'efficacité de la méthode dans l'élimination physique du plancton, ou d'autres matières solides.

#### \*8. GESTION D'UN ENSEMBLE DE RETENUES D'EAU

Grâce tant à la simplicité des analyses qu'à l'importance du plancton, les analyses de plancton et les observations associées sont fréquemment utiles dans la gestion de sources d'eau qui comprennent au moins deux accumulations, ou autres masses d'eau. Ces observations peuvent signaler l'approche d'une inversion ou avertir de l'existence d'une zone d'eau indésirable ou d'autres conditions dangereuses. Cette connaissance peut donner le moyen de mettre la retenue touchée hors-service avant que l'eau indésirable ne contamine le réseau. Les analyses de plancton permettent également de déterminer quand un tel réservoir est à nouveau prêt à l'emploi.

## INDEX

- Adoucissement; jar-test pour l'.....113
- Agitation; dispositif d'.....107
- Alcalinité; détermination de l'.....24
- Aluminium; détermination de l'.....28
- Anhydride carbonique; détermination de l'.....45
- Bactéries coliformes; description et signification des 159, 174, 191, 195...  
-; description sommaire des essais concernant les .....182
- Calcium; détermination du .....38
- Carbonate de calcium; essai de stabilité du .....42
- Chauffage; équipement .....12
- Chaux et carbonate de soude; jar-test pour l'adoucissement à la .....113
- Chlore; détermination du .....53-72  
-; détermination de la demande en ..72  
-; détermination du dioxyde de ....78  
+ Résiduel; discussion.....53
- Chlorures; détermination des .....50
- Coagulation; jar-test pour la .....104
- Coloration de Gram; méthode de ....193
- Colorimétriques; méthodes d'analyses 15
- Compérateurs .....16, 64
- Couleur; détermination de la .....84  
-; plancton comme source de la ....223
- Cuivre; détermination du .....86
- Cylindres gradués .....4
- Dessiccateurs .....12
- Dureté; détermination de la .....95
- Eau distillée; préparation de l' 13, 46
- Eau inodore; générateur d'.....146
- Echangeur d'ions pour la distillation de l'eau .....13
- Echantillonnage; discussion générale 20  
-; pour les analyses bactériologiques . 157  
-; pour les analyses biologiques 210  
-; dispositif - d'une eau contenant des gaz dissous.....47
- Facteurs de conversion.....21
- Fer; détermination du .....29
- Fermentation en tubes multiples; méthode de .....176
- Flacons d'échantillonnage 20, 163, 204
- Floculation; jar-test pour la ...104
- Fluorures; détermination des .....91
- Frottis; méthode d'inoculation de plaques à .....190
- Goût et odeur; détermination ....144
- Gram; méthode de coloration de ..193
- Inodore; générateur d'eau .....146
- Jar-tests.....104
- Jaugés; ballons .....3
- Kenmerer; échantillonneur de 208, 213
- Lames de microscope .....206, 218  
- de Palmer-Maloney ....206, 219, 232  
- pour le nanoplancton ..206, 219, 232
- Manganèse; détermination du .....119
- Membranes filtrantes; appareillage de .....164, 165  
-; mode opératoire pour les analyses bactériologiques .....160  
-; mode opératoire pour les analyses biologiques .....216
- Méthode de dilution de goutte pour la détermination du chlore .....64
- Micromètres .....203, 206
- Microscopes .....203, 229
- Milieux de culture .....168, 180
- Normes, bactériologiques.....174, 195  
- concernant l'eau potable .....158
- NPP (Nombre le Plus Probable); discussion de la méthode .....176  
-; tables de .....193, 196

Odeur; détermination de l' .....	144	Stérilisation; équipement de	162,178.
-; générateur d'eau exempte d' .....	146	Température; détermination de la	148.
Orthophosphates; détermination des	132	Thermomètres .....	148.
Oxygène dissous; détermination de	123	Tubes Nessler .....	70.
Palmer-Maloney : lame de .....	206,219,232	Turbidimètres .....	152.
Partie par million; définition de la	22	Turbidité; détermination de la	149.
Pesée : équipement de .....	1	Verrerie; acide chromique pour le nettoyage de la .....	11.
pH; détermination du .....	127	-; types et emplois de la .....	3.
Phosphates; détermination des .....	132	Volume de prise pour l'analyse bac- tériologique .....	161,177.
Photomètres .....	17.	Whipple; disques de .....	204,231.
Pipettes .....	5.	Winkler; méthode de détermination de l'oxygène dissous .....	123.
Plancton; description du .....	201.		
-; tables d'identification du .....	225.		
Préservation des spécimens biologi- ques .....	210,224.		
Relevés; discussion générale des .....	19.		
- d'examens bactériologiques	174,175,200		
- d'examens biologiques .....	215,232		
Résidu filtrable; détermination du	138.		
Saveur et odeur; détermination .....	144.		
Sets, de détermination colorimétrique .. .....	16., 64..		
Sedgwick-Rafter; cellule de	206,218,220.		
Silice; détermination de la .....	140..		
Solutions, normales .....	14..		
- titrantes .....	14..		
- titrées .....	14..		
Solution, d'acide sulfurique:			
(0,02N) .....	25..		
(1N) .....	141..		
- de carbonate de sodium			
(0,0454N) .....	46..		
- d'hydroxyde de sodium (1N) .....	39..		
- de nitrate d'argent (0,014N) .....	51..		
- de thiosulfate de sodium :			
(0,0375N) .....	126..		
(0,1N) .....	25..		

SUPPLÉMENT AUX MÉTHODES SIMPLIFIÉES D'ANALYSE  
DE L'EAU - MANUEL DE LABORATOIRE

Copyright 1977 by American Water Works Association

## TABLE DES MATIERES

Méthode photométrique .....	S-105
Conductivité .....	S-116
Mesure électrométrique du pH .....	S-120
Dosage des fluorures par électrode .....	S-128
Dosage ampérométrique du chlore résiduel.....	S-131
Turbidité .....	S-137

## PREFACE

Les instruments prennent une place de plus en plus importante dans de nombreuses phases de l'activité journalière; le laboratoire d'une station de traitement des eaux n'y fait pas exception. Des cours de brève durée ainsi que des cours de formation plus longs, soulignent l'importance des instruments pour des analyses précises et exactes. Ce supplément aux "Méthodes simplifiées d'analyse de l'eau" rend compte de cette tendance en la promouvant. L'attention y est portée sur les instruments usuels utiles à un exploitant de station plutôt qu'à un analyste exigeant et spécialisé. Fidèles aux objectifs du manuel initial, M12, les méthodes sont prévues pour aider à améliorer le fonctionnement d'une station de traitement des eaux.

Les personnes suivantes ont contribué à la préparation de ce supplément:

Michael J. Taras, *Président*

E. Robert Baumann

Robert J. Becker

Joseph J. Connors

Paul D. Foley

Robert E. Hansen

E. James Hornung

Kenneth F. Knowlton

Thomas W. Knowlton

Thurston E. Larson

Earl F. McFarren

J. Robert Popalisky

J. Kevin Reilly

Kenneth E. Shull

John E. Vogt



## I-A METHODES INSTRUMENTALES

## I-A METHODES INSTRUMENTALES

Des instruments d'analyse chimique sont d'un emploi fréquent dans la plupart des stations de traitement des eaux. Ils permettent un gain de temps lors de l'analyse, lié à une amélioration de la sensibilité et de l'exactitude des mesures. Les instruments peuvent éliminer la subjectivité humaine; ils peuvent souvent venir à bout d'interférences dues à la couleur ou à la turbidité; dans bien des cas enfin, ils permettent de réduire le nombre de standards nécessaires à une analyse colorimétrique.

Les instruments ne sont pas des panacées. On doit les employer correctement et les vérifier fréquemment pour éviter des indications erronées dues à un équipement défectueux et/ou à une mauvaise utilisation.

La plupart des méthodes colorimétriques décrites au chapitre "Analyses chimiques" peuvent être effectuées à l'aide d'un instrument, aussi bien que par comparaison visuelle des couleurs. En plus des méthodes photométriques, ce supplément traitera brièvement des mesures instrumentales habituelles de turbidité, de pH, de conductivité, de dosage du chlore résiduel et de fluorures, lesquelles font toutes partie du programme habituel d'un bon laboratoire de station de traitement des eaux.

L'intérêt s'est porté sur des instruments bon marché, moins de \$ 1'000, plutôt que sur des modèles digitaux et automatiques plus élaborés.

*Chiffres significatifs:* L'expression d'un résultat d'analyse ne contiendra que les chiffres assurés par l'essai. A l'exception du dernier, tous les chiffres d'un nombre seront connus avec exactitude.

Dans un laboratoire, le soin et la précision apportés à une analyse varient. Selon le but de l'analyse et le résultat attendu, on mesurera les échantillons à l'aide de tubes Nessler, de cylindres gradués ou de pipettes. Les pipettes volumétriques sont habituellement réservées aux manipulations les plus exactes. Sur bien des balances analytiques, on peut peser les réactifs chimiques solides à moins de un milligramme près. On peut titrer à l'aide de burettes marquées tous les 0,1 ou 0,05 ml. On peut préparer des solutions

pour l'analyse chimique avec le degré de précision voulu, correspondant aux besoins globaux.

En général, la lecture des deux premiers chiffres des instruments décrits dans ce supplément sera tenue pour exacte, le troisième sera estimé; en conséquence, le résultat reporté comptera au plus trois chiffres. Cependant, on prêtera constamment attention au fait que le résultat final sera gouverné par la mesure faite avec le moins de précision - le maillon le plus faible de la chaîne. On arrondira le résultat final définitif, afin de refléter la mesure la moins précise (la plus mauvaise) plutôt que la mesure la plus précise (la meilleure).

## MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Par sa précision, son exactitude, autant que par l'économie de temps de travail qu'il rend possible, le photomètre est devenu un précieux auxiliaire dans les laboratoires modernes. L'instrument peut discerner de petites différences dans l'intensité des couleurs, difficilement perceptibles par notre oeil, éliminant de ce fait le facteur humain, variable, des estimations colorimétriques visuelles. Parmi d'autres avantages, il faut remarquer l'indépendance face aux changements des conditions de lumière naturelle, aux différences entre les spectres des lampes et à la non-perception des couleurs par l'analyste, phénomènes qui tous affectent négativement les estimations visuelles.

La précision et l'exactitude améliorées, rendues possibles par l'approche photométrique, fournissent un moyen simple d'évaluer la possibilité d'application d'une méthode analytique à un échantillon d'eau de composition inconnue. La méthode dite des "standards internes", ou des "ajouts", consiste en l'adjonction de quantités connues du constituant à mesurer dans des portions distinctes, mais égales d'échantillon; puis en l'observation de l'importance de la restitution analytique. Il faut ajouter une quantité suffisante de constituant pour dépasser les limites de l'erreur expérimentale.

## 2. AVERTISSEMENT

Les spectrophotomètres fournissent les meilleurs résultats dans le milieu de leur gamme de mesure, soit 20% de transmittance ou 0,70 d'absorbance, pour l'extrémité inférieure de la gamme, et 80% de transmittance ou 0,10 d'absorbance pour l'extrémité supérieure. A des transmittances élevées, 95%, ou à de basses absorbances, 0,02, la lecture peut être affectée matériellement par de légères différences de construction entre les cuvettes (récipients contenant l'échantillon, ou cellules) et par leur positionnement dans le compartiment à échantillons. Des erreurs peuvent également provenir de la présence d'humidité condensée, de poussière, de traces de doigts sur les surfaces, ou de bulles à l'intérieur de la solution. Dans ces cas, on pourra préférer la comparaison visuelle, en tubes Nessler, de colorations très pâles, aux mesures photométriques dans la zone 90-100% de transmittance ou 0,04 d'absorbance.

L'analyste surveillera sans cesse l'apparition de couleurs parasites et de turbidité dans les échantillons ou dans les standards, car elles peuvent facilement passer inaperçues lors de mesures photométriques. Puisque l'instrument fournit un résultat, même s'il est douteux, on vérifiera chaque valeur inhabituelle, afin de s'assurer de sa validité.

Du point de vue physique, on fera attention à la possibilité de fatigue et de perte de sensibilité des photocellules, de fluctuations de la tension d'alimentation et de pannes électriques ou mécaniques de l'instrument.

Une pratique correcte exige la préparation d'un blanc de réactifs avec chaque lot d'échantillons, ainsi que celle d'au moins un étalon situé dans l'extrémité supérieure de la gamme de concentration optimum, afin de confirmer la validité de la courbe d'étalonnage, des réactifs, de l'instrument et de la technique du manipulateur. Lorsqu'on emploie des instruments pour des travaux de plusieurs heures, on les vérifiera une fois ou deux durant chaque période d'utilisation.

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Un photomètre comporte cinq composantes de base: (1) une source lumineuse, (2) un dispositif de contrôle de la longueur d'onde, (3) un dé-

tecteur, (4) un appareil de mesure, (5) un compartiment à échantillons. Une ampoule produit une lumière blanche, qui est un mélange de plusieurs couleurs. Lorsqu'une lumière blanche passe à travers un filtre coloré, un réseau ou un prisme, on peut isoler telle ou telle couleur. La couleur choisie est généralement complémentaire de celle développée dans l'échantillon. La lumière choisie passe à travers l'échantillon traité, et l'intensité de l'absorption (noirceur) est enregistrée par un détecteur connecté à un appareil de mesure gradué en % de transmittance, ou % de transmission, ou en unités logarithmiques d'absorbance. Le compartiment à échantillons peut accepter une assez grande variété de récipients, du tube à essai ou du flacon de 10 mm de diamètre aux cellules spéciales de 100 mm ou plus de chemin optique. Les longs chemins optiques permettent la détection de plus faibles concentrations. Pour la plupart, les dimensions des récipients à échantillons, appelés cuvettes, sont de 25 mm au moins. Le prix de vente final détermine les raffinements à inclure dans chaque instrument particulier.

### 3.2. Précautions de manipulation:

Plusieurs précautions sont recommandées pour la manipulation de tout appareil. Chaque instrument doit être mis à zéro et étalonné selon les instructions du fabricant. On maintiendra le couvercle du compartiment à échantillons soigneusement fermé lors des mesures, afin de minimiser les arrivées de lumière. Le compartiment à échantillons sera conservé propre et sec en tout temps pour éviter dégâts et corrosion des parties essentielles. On nettoiera les surfaces extérieures de la cuvette avec un chiffon doux ou une serviette à démaquiller, pour éliminer la poussière, le liquide et les souillures pouvant fausser les résultats. Les cuvettes doivent être rincées jusqu'à disparition des traces de l'analyse précédente, afin d'assurer l'exactitude des mesures de standards et d'échantillons. Il peut être nécessaire de rincer à l'eau distillée pour atteindre la propreté voulue. Comme les instruments diffèrent quant à leur système de lecture, une position correcte de l'oeil est importante pour une lecture exacte.

### 3.3. Vérification des accessoires:

A la livraison, on contrôlera que l'instrument et l'appareillage fournis soient conformes et en état de fonctionner. On s'assurera de l'absence d'entailles et de raies sur les cuvettes, qui pourraient affecter négativement les mesures instrumentales.

Le positionnement des cuvettes dans le compartiment à échantillons demande quelque attention; on peut procéder comme suit à cette estimation:

- a. L'instrument branché, le laisser chauffer un moment puis fixer la longueur d'onde à 510 nanomètres, ou insérer un filtre bleu dans la fente ad hoc.
- b. Remplir chaque cuvette, propre, au même niveau avec de l'eau distillée et essuyer les traces de doigts, la poussière et les salissures de la surface externe avec un chiffon doux et non pelucheux ou une serviette à démaquiller.
- c. Introduire la première cuvette dans le compartiment à échantillons et ajuster l'appareil de mesure sur 95,0% de transmittance ou 0,020 d'absorbance.
- d. Retirer la première cuvette et la remplacer par les autres, tour à tour, en notant la transmittance ou l'absorbance de chacune.
- e. Si nécessaire, faire pivoter les tubes ou les flacons dans le compartiment à échantillons, de façon à ce que toutes les lectures soient identiques (95% de transmittance ou 0,020 d'absorbance), pour chacun des tubes ou des flacons du lot acheté (on peut tolérer une différence de 0,5% de transmittance ou de 0,002 d'absorbance entre deux tubes).
- f. Marquer chaque tube de manière définitive pour indiquer sa position correcte dans le porte-tube en respectant la tolérance de 0,5% ou 0,002 d'absorbance.
- g. Répéter ces points en remplaçant l'eau distillée par la solution de chromate de potassium décrite au paragraphe 3.4. b; identifier ainsi les cuvettes et les tubes dont les longueurs de chemin optique sont correspondantes et donnent donc un résultat identique. Dans ce dernier cas, effectuer les mesures de transmittance ou d'absorbance à 60% ou 0,222 d'absorbance sur l'appareil de mesure, plutôt qu'à 95% ou 0,020 d'absorbance comme réglé pour l'eau distillée.

### 3.4. Vérification du fonctionnement de l'instrument:

- a. Quoique plusieurs vérifications de l'instrument soient possibles, effectuer au moins une vérification de routine lorsque l'instrument n'est employé qu'occasionnellement. Lors d'un emploi de plusieurs heures, effectuer des vérifications une ou deux fois par période d'utilisation.
- b. Dissoudre suffisamment de chromate de potassium ( $K_2CrO_4$ ) en cristaux dans de l'eau distillée, pour obtenir une solution de transmittance comprise entre 35 et 60% ou 0,450 - 0,220 d'absorbance.
- c. En référence pour la suite, relever exactement la transmittance ou l'absorbance de la solution de chromate de potassium, lorsque l'instrument fonctionne convenablement. Procéder de suite à des réglages correctifs, si des vérifications de routine s'écartent de ces valeurs.
- d. Vu la relative stabilité de la solution de chromate de potassium, on en préparera un minimum de 1 litre en prévision d'un emploi de longue durée. Plutôt que de risquer la contamination de la bouteille de stockage en y versant la solution de chromate de potassium utilisée, on jettera les petites quantités nécessaires à une vérification de routine.

## 4. METHODE GENERALE D'ETABLISSEMENT D'UNE COURBE D'ETALONNAGE

4.1. On préparera les courbes d'étalonnage pour les méthodes colorimétriques décrites dans ce manuel en observant les indications suggérées dans le tableau suivant, relatives à la longueur d'onde, au filtre coloré, au chemin optique et à la concentration.

4.2. Comme chaque méthode de colorimétrie possède un domaine de concentration bien défini, on le réduira ou l'élargira dans une certaine mesure en modifiant la longueur d'onde ou le filtre coloré, de même que la longueur du chemin optique. Prendre garde aux couleurs interférentes qui pourraient annuler une telle démarche. Employer de préférence une longueur d'onde ou un filtre coloré qui donne une courbe d'étalonnage droite plutôt qu'incurvée. On peut néanmoins utiliser une courbe incurvée si la courbure n'est pas trop forte.

Constituant	Méthode colorimétrique	Longueur d'onde	Filtre coloré	Chemin optique cm	Domaine de concentration mg/l
		nanomètre			
Aluminium	Aluminon	525	vert	1	0.05-1
Azote ammoniacal	Nessler	400-425	violet	5	0.05-1
Chlore résiduel	N.N-diéthyl-p-phénylènediamine (DPD) Arsénite-orthotolidine	515	vert	1	0.05-4
		400-450	violet	5	0.02-0.3
			bleu-vert	1	0.10-1.5 0.5 - 7
Dioxyde de chlore	N.N-diéthyl-p-phénylènediamine (DPD)	515	vert	1	0.05- 4 comme chlore 0.03-1.5 comme dioxyde de chlore
Cuivre	Cuprethol	435	violet	1	0.05- 1
Fer	Phénanthroline	510	vert	5	0.01-0.08
				1	0.10-0.4
Manganèse	Persulfate	525	vert	5	0.02-0.4
				1	0.10-1.5
Phosphate	Bleu de molybdène	650-690	rouge	5	0.04-0.5
				1	0.3 - 2
Silice	Molybdosilicate	410	violet	5	0.08- 5
				1	4 - 25

4.3. Au moyen d'eau distillée\* et d'une solution étalon du constituant à analyser, préparer 5 standards au moins, englobant les domaines de concentration inférieurs et supérieurs, ainsi que 3 valeurs de concentration réparties également entre ces bornes; préparer également un blanc de réactifs.

4.4. Dans chaque standard, ajouter les réactifs dans l'ordre prescrit, afin de former la couleur.

4.5. Respecter la marche à suivre exactement telle qu'elle est prévue pour les échantillons. Faire particulièrement attention à l'espacement et au minutage des étalons et des échantillons, lorsque le temps de développement de la couleur importe à la justesse du résultat.

\* Filtrer l'eau distillée sur une membrane de 0.45  $\mu$ , si le niveau de turbidité devient gênant (0,5-3,0 unités de turbidité néphélométrique ou plus)



4.6. Verser un volume convenable de chaque étalon prêt à la mesure dans des tubes, des flacons ou des cuvettes distincts, propres et assortis, et qui conviennent à l'appareil photométrique à disposition.

4.7. Régler l'instrument à la longueur d'onde correcte ou insérer le filtre coloré le plus adéquat dans la fente prévue.

4.8. Après un temps de chauffage suffisant, régler le zéro de l'instrument avec de l'eau distillée ou un blanc de réactifs, selon ce qui est prévu pour le constituant à examiner. Dans le cas de modèles de laboratoire fonctionnant sur secteur, faire chauffer l'instrument avant cette étape et le maintenir en "standby" ou "pause" jusqu'au moment des mesures.

4.9. Noter l'absorbance ou le % de transmittance de chacun des standards. Pour la lecture, veiller à la bonne position de l'oeil.

4.10. S'assurer que les mesures sont faites avec le compartiment à échantillons bien fermé.

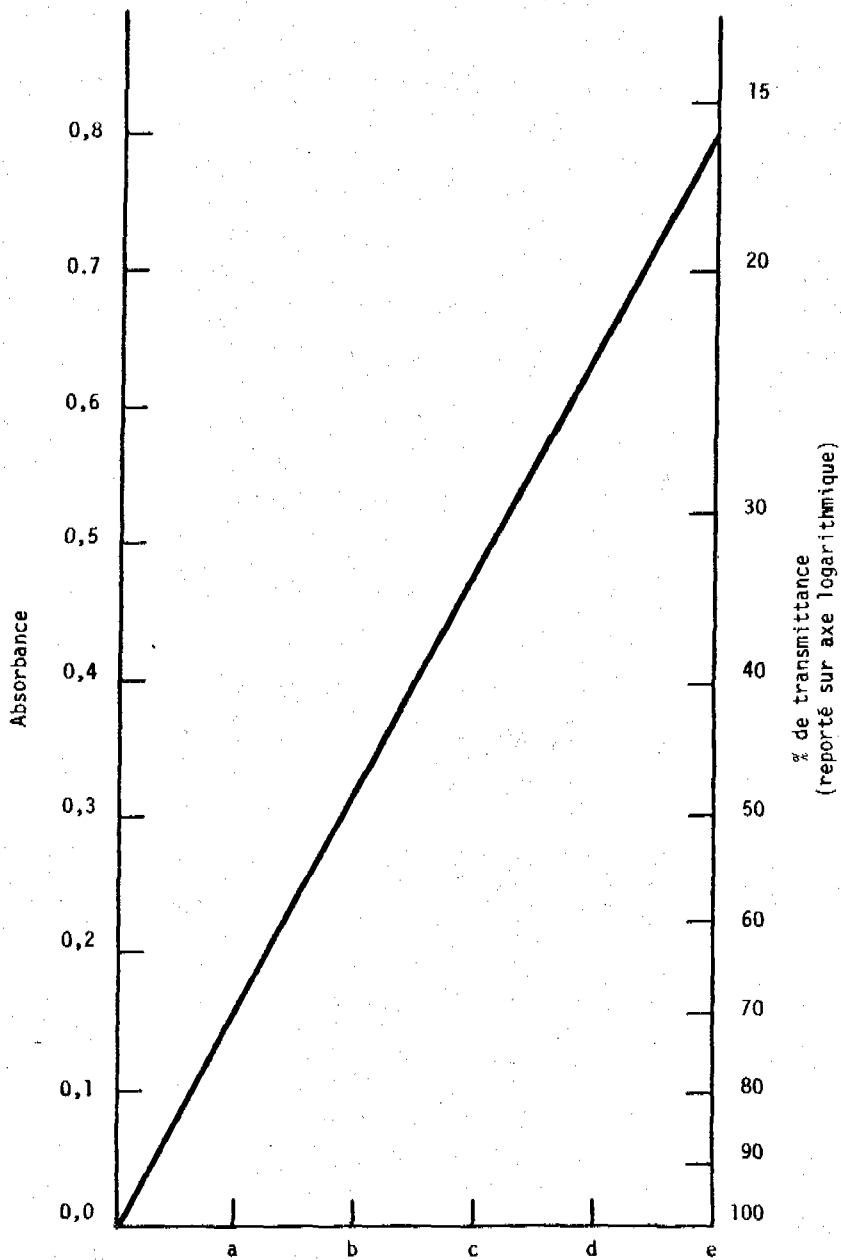
4.11. Reporter les lectures instrumentales en fonction de la concentration pour obtenir la courbe d'étalonnage; cela peut se faire de deux façons:

a. Reporter l'absorbance en fonction de la concentration sur un papier millimétré ordinaire; ou

b. Reporter le % de transmittance sur l'échelle logarithmique, en fonction de la concentration sur l'échelle linéaire d'un papier semi-logarithmique.

c. Tracer une courbe régulière reliant ces points. Une ligne droite, partant du point zéro du graphique indique un système coloré idéal (conforme à la loi de Beer) pour un emploi photométrique. Une telle courbe est illustrée à la page S-112. Quoique les courbes d'étalonnage tendent à s'écarter de la ligne droite aux concentrations élevées du constituant à doser, d'autres causes de déviation peuvent provenir de facteurs instrumentaux; ce sont: un filtre coloré à grande largeur de bande, de la lumière parasite due à des fuites de lumière, des imperfections optiques, une optique mal alignée ou mal entretenue.

Au cas où du papier semilogarithmique ne serait pas disponible, le tableau de la page S-114 permet la conversion des % de transmittance en absorbance.



Concentration du constituant mg/l ou µg/l  
 Courbe typique d'étalonnage photométrique

## 5. METHODE GENERALE POUR DES ECHANTILLONS D'EAUX INCONNUES

5.1. Commencer l'analyse d'échantillons d'eaux inconnues en mettant l'instrument à zéro, avec l'un ou l'autre des blancs suivants, selon les circonstances.

a. Employer, pour le blanc, de l'eau distillée si l'échantillon d'eau est clair et incolore.

b. Si l'échantillon non traité est naturellement coloré ou trouble, en prendre une portion pour le blanc. Un tel blanc corrigera souvent des mesures photométriques faussées par la couleur ou la turbidité naturelle.

5.2. Si les réactifs chimiques sont troubles ou colorés, traiter un volume identique d'eau distillée de la même façon que l'échantillon d'eau.

Déterminer instrumentalement la quantité de couleur produite en regard d'un blanc d'eau distillée non traité; convertir la mesure photométrique en mg/l ou en  $\mu\text{g/l}$  en se référant à la courbe d'étalonnage et soustraire la valeur en mg/l ou en  $\mu\text{g/l}$  des résultats obtenus pour chaque échantillon d'eau. Déterminer un tel blanc de réactifs alors que les réactifs viennent d'être préparés et employés, puis hebdomadairement, à moins qu'une contamination ultérieure ou une détérioration du réactif ne justifie une fréquence plus élevée.

## 6. METHODE GENERALE D'ANALYSE CONFIRMATIVE PAR ADDITION STANDARD

L'analyse confirmative par addition standard représente un moyen d'éliminer le doute quant à l'existence d'une interférence; elle permet de préciser la nature, positive ou négative, de l'interférence dans le cas d'échantillons rares ou nouveaux, dont on ne connaît pas bien l'histoire.

6.1. Mesurer trois fractions égales de l'échantillon d'eau inconnue.

6.2. Ajouter à la première fraction une quantité connue de solution étalon contenant le constituant recherché.

6.3. Ajouter à la seconde fraction, une quantité connue, mais plus importante de solution étalon.

6.4. Ne rien ajouter à la troisième.

6.5. Ramener toutes les fractions au même volume par addition d'échantillon d'eau inconnue.

6.6. Former la coloration comme l'exige la méthode utilisée.

Transmittance %	Absorbance	Transmittance %	Absorbance	Transmittance %	Absorbance	Transmittance %	Absorbance
1.0	2.000	26.0	.585	51.0	.292	76.0	.119
1.5	1.824	26.5	.577	51.5	.288	76.5	.116
2.0	1.699	27.0	.569	52.0	.284	77.0	.114
2.5	1.602	27.5	.561	52.5	.280	77.5	.111
3.0	1.523	28.0	.553	53.0	.276	78.0	.108
3.5	1.456	28.5	.545	53.5	.272	78.5	.105
4.0	1.398	29.0	.538	54.0	.268	79.0	.102
4.5	1.347	29.5	.530	54.5	.264	79.5	.100
5.0	1.301	30.0	.523	55.0	.260	80.0	.097
5.5	1.260	30.5	.516	55.5	.256	80.5	.094
6.0	1.222	31.0	.509	56.0	.252	81.0	.092
6.5	1.187	31.5	.502	56.5	.248	81.5	.089
7.0	1.155	32.0	.495	57.0	.244	82.0	.086
7.5	1.126	32.5	.488	57.5	.240	82.5	.084
8.0	1.097	33.0	.482	58.0	.237	83.0	.081
8.5	1.071	33.5	.475	58.5	.233	83.5	.078
9.0	1.046	34.0	.469	59.0	.229	84.0	.076
9.5	1.022	34.5	.462	59.5	.226	84.5	.073
10.0	1.000	35.0	.456	60.0	.222	85.0	.071
10.5	.979	35.5	.450	60.5	.218	85.5	.068
11.0	.959	36.0	.444	61.0	.215	86.0	.066
11.5	.939	36.5	.438	61.5	.211	86.5	.063
12.0	.921	37.0	.432	62.0	.208	87.0	.061
12.5	.903	37.5	.426	62.5	.204	87.5	.058
13.0	.886	38.0	.420	63.0	.201	88.0	.056
13.5	.870	38.5	.414	63.5	.197	88.5	.053
14.0	.854	39.0	.409	64.0	.194	89.0	.051
14.5	.838	39.5	.403	64.5	.191	89.5	.048
15.0	.824	40.0	.398	65.0	.187	90.0	.046
15.5	.810	40.5	.392	65.5	.184	90.5	.043
16.0	.796	41.0	.387	66.0	.181	91.0	.041
16.5	.782	41.5	.382	66.5	.177	91.5	.039
17.0	.770	42.0	.377	67.0	.174	92.0	.036
17.5	.757	42.5	.372	67.5	.171	92.5	.034
18.0	.745	43.0	.367	68.0	.168	93.0	.032
18.5	.733	43.5	.362	68.5	.164	93.5	.029
19.0	.721	44.0	.357	69.0	.161	94.0	.027
19.5	.710	44.5	.352	69.5	.158	94.5	.025
20.0	.699	45.0	.347	70.0	.155	95.0	.022
20.5	.688	45.5	.342	70.5	.152	95.5	.020
21.0	.678	46.0	.337	71.0	.149	96.0	.018
21.5	.668	46.5	.332	71.5	.146	96.5	.016
22.0	.658	47.0	.328	72.0	.143	97.0	.013
22.5	.648	47.5	.323	72.5	.140	97.5	.011
23.0	.638	48.0	.319	73.0	.139	98.0	.009
23.5	.629	48.5	.314	73.5	.134	98.5	.007
24.0	.620	49.0	.310	74.0	.131	99.0	.004
24.5	.611	49.5	.305	74.5	.128	99.5	.002
25.0	.602	50.0	.301	75.0	.125	100.0	.000
25.5	.594	50.5	.297	75.5	.122		

6.7. Si les valeurs des deux fractions modifiées de l'échantillon sont plus élevées de la quantité même qu'on leur a artificiellement ajoutée, on peut, alors, tenir pour correct le résultat de l'échantillon original, non modifié. Si l'écart, en plus ou en moins, entre la mesure des ajouts et la quantité calculée est supérieur à l'erreur expérimentale, la cause en est une interférence présente dans l'échantillon inconnu lui-même.

## 7. TROUSSES INSTRUMENTALES

Plusieurs fabricants livrent des troussees constituées d'un instrument photométrique, de courbes précalibrées, en transmittance ou en absorbance, et de réactifs de détermination d'un choix de constituants. Les instruments peuvent fonctionner sur batterie ou sur courant alternatif. Les troussees sont adaptées aux possibilités de l'instrument.

On prêtera attention aux réactifs chimiques fournis avec la trousse instrumentale. En dépit des efforts de chaque fabricant pour offrir des réactifs stables, les préparations chimiques se détériorent avec le temps. Il est recommandable de procéder à des contrôles périodiques des réactifs pour vérifier un ou plusieurs point(s) des courbes d'étalonnage fournies. Une déviation de la normale exige un examen approfondi, car elle peut provenir de l'un, voire de plusieurs, des facteurs suivants: (1) une méthode mal appliquée; (2) un réactif ou une solution standard détériorés ou (3) des défauts instrumentaux tels des passages de lumière parasite, des imperfections optiques, un alignement ou un entretien défectueux de l'optique.

Les réactifs et les solutions standards incorrects seront évidemment éliminés et des stocks frais recommandés ou préparés. Le soleil, la chaleur ou l'humidité extrême peuvent aussi raccourcir la durée d'entreposage des réactifs et des standards qu'on protégera donc contre ces éléments destructeurs.

Des standards sont disponibles commercialement pour diverses analyses, pour aider l'analyste qui ne dispose pas des conditions ou des réactifs nécessaires pour les préparer, ou qui désire un contrôle de l'exactitude de son propre travail.

## CONDUCTIVITE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

La conductivité des eaux potables est souvent liée à la concentration en sels minéraux dissous, ou en résidu filtrable; un écart à la normale peut indiquer des changements dans la composition minérale de l'eau brute, des variations saisonnières des réservoirs, des fluctuations chimiques journalières dans les rivières polluées ou l'arrivée de rejets industriels. Seule, cependant, la connaissance d'une source d'eau donnée confirmera la justesse de ces suppositions liées à l'analyse conductimétrique. La conductivité peut également donner une indication valable quant à la taille approximative d'un échantillon d'eau inconnue qui peut être pris pour une analyse chimique courante. Aux USA, la plupart des eaux potables ont une conductivité comprise entre 50 et 1000 micromhos/cm à 25°C; des eaux fortement minéralisées dépassent cette dernière valeur. L'habitude de reporter les valeurs de conductivité en micromhos/cm à 25°C nécessite la mesure exacte de la température de chaque échantillon, au moment de la mesure conductimétrique.

### 2. AVERTISSEMENT

On nettoiera les électrodes de platine et on les replatinera, dès que les mesures instrumentales deviennent aberrantes ou indistinctes ou lorsque l'examen révélera qu'une partie du noir de platine s'est écaillé. La conductivité augmente avec la température, au taux approximatif de 2% par degré Celsius, rendant très importante la mesure exacte de la température. Il vaut mieux laisser décanter une eau contenant assez de matière en suspension avant de tenter une mesure conductimétrique; cela minimise l'encrassage de la cellule et de l'électrode. Les huiles, les graisses et les corps gras peuvent également recouvrir les électrodes et affecter l'exactitude des lectures; on peut résoudre ce problème en plongeant, au besoin, les électrodes dans des solutions de détergent.

### 3. APPAREILLAGE

3.1. Les instruments autonomes de conductivité comprennent une source de tension alternative, un pont de Wheatstone, un indicateur de zéro et une cellule de conductivité. Le point de zéro est repéré à l'aide d'un galvanomètre à courant alternatif ou d'un tube à rayons cathodiques. Certains

instruments donnent des valeurs en ohms, alors que d'autres les donnent directement en unités de conductivité ou de conductance, à savoir en micromhos/cm. Les circuits transistorisés à faible consommation ont permis la réalisation de conductimètres compacts à lecture directe fonctionnant sur pile et convenant aux mesures de terrain. Les bons appareils de laboratoire et de terrain sont prévus pour fonctionner sur un large domaine de concentrations.

3.2. La cellule de conductivité constitue une des branches du pont de Wheatstone, lequel est un dispositif de mesure de la résistance électrique. La cellule contient une paire d'électrodes montées de manière rigide; leur conception, leur forme, leur taille et leur position influencent la valeur numérique de la constante de cellule; cette constante est déterminée par la mesure de la résistance d'une solution étalon de chlorure de potassium 0,0100 M à 25°C. Une constante de cellule comprise entre 0,1 et 2,0 convient à la mesure de la plupart des eaux potables. Une cellule de constante 0,1 donnera les meilleurs résultats dans le domaine de 1 à 400 micromhos/cm, alors qu'une cellule de constante 2,0 fonctionnera au mieux dans la gamme de 200-10'000 micromhos/cm. Les cellules de conductivité contenant des électrodes platinées sont disponibles sous forme soit de pipette, soit de modèle à immersion; elles conviennent aux mesures de laboratoire. Les électrodes faites de métaux communs inaltérables (l'acier inox par exemple) sont largement employées pour le contrôle en continu et pour les études sur le terrain. Pour obtenir les meilleurs résultats, on gardera en tout temps les cellules de conductivité propres; on les conservera plongées dans l'eau distillée si on ne les utilise pas de la journée ou de la semaine.

3.3. Un thermomètre couvrant la gamme de 23 à 27°C et lisible ou estimable à 0,1°C. Un thermomètre 0-50°C convient pour cela.

#### 4. REACTIFS

##### 4.1. Eau pour la conductivité:

On emploiera cette eau pour la préparation de la solution étalon de chlorure de potassium et pour toutes les dilutions d'échantillons. On la prépare selon l'une ou l'autre des deux méthodes suivantes:

a. Faire passer l'eau distillée à travers un échangeur d'ions à lit mixte en rejetant les 1000 premiers ml pour obtenir une eau de moins de 1 micromho/cm de conductivité. On peut acheter un échangeur de ce type ou le construire à l'aide d'un tube de verre de 25 cm (1-2,5 cm de diamètre) qu'on aura rempli de deux parties volume d'une résine échangeuse d'anions, fortement basique, sous forme hydroxyle et d'une partie volume d'une résine échangeuse cationique, fortement acide, sous forme hydrogène. On emploiera des résines échangeuses d'ions de qualité analytique.

b. Redistiller de l'eau distillée dans un appareil à distiller entièrement résistant à la chaleur. On fera cuire l'eau redistillée, puis on la refroidira jusqu'à température ambiante, juste avant la préparation de la solution étalon de chlorure de potassium. La préparer comme décrit au chapitre: Anhydride carbonique (libre), paragraphe 4.1, page 46.

#### 4.2. Solution étalon de chlorure de potassium 0,0100 M:

a. Mettre environ 2 g de chlorure de potassium (KCl) dans un flacon à peser ou dans une coupelle. L'introduire dans une étuve fonctionnant entre 110 et 130°C, et laisser sécher deux heures, voire une nuit. Transférer le flacon à peser ou la coupelle dans un dessiccateur, laisser refroidir jusqu'à température ambiante.

b. Peser soigneusement 0,7456 g de chlorure de potassium (KCl) sur une balance analytique. Transférer avec soin le réactif pesé dans un bêcher de 250 ml et le dissoudre dans 100 ml d'eau pour la conductivité.

c. Transférer la solution dans un ballon jaugé de 1 l et rincer le bêcher avec trois portions de 100 ml d'eau pour la conductivité.

d. Compléter la dilution à la marque avec de l'eau pour la conductivité. Boucher et mélanger soigneusement. Conserver dans une bouteille résistante à la chaleur et fermée par un bouchon de verre. Utiliser cette solution étalon de référence, dont la conductivité est de 1413 micromhos/cm à 25°C, pour déterminer les constantes de cellule comprises entre 0,1 et 2,0.



## 5. DETERMINATION DE LA CONSTANTE DE CELLULE

5.1. Laver la cellule de conductivité avec au moins trois portions de solution étalon de chlorure de potassium 0,0100 M.

5.2. Ajuster la température d'une quatrième portion à  $25 \pm 0,1$  °C en l'immergeant dans un bain-marie soigneusement réglé, ou par tout autre moyen disponible dans le laboratoire.

5.3. Plonger, lentement et avec soin, les électrodes dans un volume suffisant de solution étalon de chlorure de potassium; le niveau du liquide doit dépasser les trous d'échappement et aucune bulle d'air ne doit se former ou adhérer aux surfaces essentielles à la mesure.

5.4. Observer et noter la température de la solution étalon de chlorure de potassium à 0,1°C près.

5.5. Suivre le mode d'emploi pour le maniement de l'appareil et la mesure de la résistance.

5.6. Calculer la constante de cellule à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{Constante de cellule} = \frac{\text{Résistance mesurée de la solution étalon de chlorure de potassium} \times 0,001413}{[(\text{Température de la solution étalon de chlorure de potassium} - 25) \times 0,02] + 1}$$

5.7. Avant d'entreprendre une analyse d'échantillons, déterminer chaque jour la constante de cellule avec la solution étalon de chlorure de potassium. Refaire cette mesure dans le cours de la journée si le programme d'analyse est copieux. Conserver ces résultats en référence pour la suite. Si la cellule est traitée avec soin, sa constante ne devrait pas changer.

## 6. ANALYSE DE CONDUCTIVITE D'ECHANTILLONS

6.1. Rincer à fond la cellule de conductivité avec une ou plusieurs portions de l'échantillon d'eau. Effectuer des rinçages supplémentaires pour minimiser la contamination de la solution ou de l'échantillon, lorsque la conductivité de l'échantillon diffère d'un facteur de 5 ou plus de la conductivité du précédent échantillon ou de la solution étalon de chlorure de potassium.

6.2. Ajuster à  $25 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$  la température de la portion d'échantillon à analyser.

6.3. Plonger, lentement et avec soin, les électrodes dans un volume suffisant d'échantillon d'eau; le niveau du liquide doit dépasser les trous d'échappement et aucune bulle d'air ne doit se former ou adhérer aux surfaces essentielles à la mesure.

6.4. Observer et noter la température de l'échantillon d'eau à analyser à  $0,1^{\circ}\text{C}$  près.

6.5. Suivre le mode d'emploi pour le maniement de l'appareil et la mesure de la résistance. Choisir la position correcte de l'oeil pour la lecture. Pour obtenir les meilleurs résultats, rincer, lire, noter, reprendre de l'échantillon, lire et noter pour obtenir deux résultats identiques.

6.6. Calculer la conductivité de l'échantillon à l'aide de la formule suivante:

Conductivité de  
l'échantillon en  
micromhos/cm à  $25^{\circ}\text{C}$

Constante de la cellule

Résistance mesurée de l'échantillon X

$|0,02 \times (\text{température de l'échantillon en degrés Celsius} - 25) + |$

6.7. Si la conductivité de l'échantillon dépasse la capacité de mesure de l'instrument, diluer l'échantillon avec de l'eau pour la conductivité et répéter les étapes 6.1 - 6.6.

6.8. On relèvera les valeurs de conductivité inférieures à 1000 micromhos/cm sous forme de nombres entiers; les valeurs supérieures à 1000 ne compteront que 3 chiffres significatifs. En cas de dilution, noter le facteur de dilution ainsi que la mesure faite sur l'échantillon dilué.

## MESURE ELECTROMETRIQUE DU pH

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Le pH de la plupart des eaux naturelles est compris entre 6,0 et 8,5. La méthode électrométrique de mesure du pH surpasse la méthode colorimétrique avec indicateur, tant par son exactitude que par son indépendance face aux

interférences propres à l'échantillon: couleur, turbidité, chlore, matière organique et colloïdale, agents oxydants et réducteurs. Les circuits transistorisés permettent aux pH-mètres modernes d'atteindre une exactitude de  $\pm 0,5$  unité de pH pour les modèles bon marché, et meilleure que  $\pm 0,005$  unité de pH pour les modèles les plus précis. Une exactitude de  $\pm 0,05$  unité de pH et une notation des résultats à la première décimale, suffisent en général.

## 2. AVERTISSEMENT

Des erreurs de mesure peuvent être dues à des pannes mécaniques ou électriques: batteries déchargées, électrodes de verre fissurées ou anciennes, jonction liquide de l'électrode de référence bouchée, électrodes de référence incorrectement remplies ou souillure des électrodes par des matières huileuses, grasses ou qui auraient précipité. On peut endommager une électrode de verre en la nettoyant ou en l'essuyant avec une serviette à démaquiller, ou un chiffon, abrasifs ou sales. Des erreurs peuvent provenir d'une différence de température supérieure à  $5^{\circ}\text{C}$ , entre solutions tampons et échantillons. Il faut minimiser l'aération et l'agitation pendant l'analyse d'un échantillon pour réduire les pertes d'anhydride carbonique. Une variation de  $1\text{mg/l}$  de la teneur en anhydride carbonique peut significativement modifier le pH d'une eau peu chargée.

## 3. APPAREILLAGE

### 3.1. Types d'instruments disponibles:

On trouve, sur le marché, des pH-mètres à échelle unique ou étalée; ce dernier modèle convient bien aux mesures de pH ainsi qu'à celles d'autres ions comme le fluorure pour lesquels on a développé des électrodes spécifiques. Les échelles et les circuits des appareils de mesure à lecture directe prévus pour les électrodes spécifiques permettent également la mesure du pH tout comme celle d'autres ions. Parmi les caractéristiques des pH-mètres de qualité alimentés par secteur, citons la régulation de la tension, la stabilité du calibrage, la compensation de la température et la possibilité d'adaptation aux opérations de titrage. Des instruments compacts indépendants du secteur sont disponibles pour les mesures de pH sur le terrain.

### 3.2. Composantes:

Un pH-mètre se compose principalement de deux électrodes, l'une indicatrice, l'autre de référence, connectées à un voltmètre à haute impédance capable de mesurer la tension (force électromotrice) des électrodes à haute impédance. L'électrode de mesure est généralement faite d'un verre spécial; son voltage varie avec le pH de l'échantillon d'eau. L'électrode standard de référence au calomel fournit une tension stable et constante (+ 0,246), à laquelle on peut comparer la tension de l'électrode de verre spécifique pour les ions hydrogène. L'échelle de l'instrument est graduée en unités de pH; les modèles plus polyvalents disposent en plus d'une échelle de millivolts. Les appareils à lecture directe pour électrodes sélectives possèdent également des échelles logarithmiques prévues pour les mesures sélectives d'ions; il convient alors de choisir avec soin la bonne échelle.

### 3.3. Electrodes:

a. Electrode de verre: Une électrode de verre, neuve, ou qui a séché après une longue période de non utilisation peut nécessiter plusieurs heures de trempage pour retrouver un fonctionnement stable et fiable. L'extrémité de l'électrode de verre doit rester immergée dans l'eau si l'on ne s'en sert pas de la journée ou de la semaine: dans ces cas, suivre les instructions du fabricant. Les électrodes de verre habituelles fonctionnent au mieux dans le domaine des pH de 1 à 9. Une légère erreur apparaît en-dessous de pH 1,0. Lorsqu'on doit employer une électrode de verre normale dans le domaine alcalin, on applique une correction pour l'erreur d'alcalinité sur le résultat final, en se basant sur le graphique ou les formules fournies par le fabricant de l'électrode. Des électrodes spéciales sont habituellement recommandées dans la plage des pH supérieurs à 10, où les ions sodium causent une erreur importante; il en va de même pour les mesures à des températures supérieures à 60°C. On vérifiera régulièrement que la pointe des électrodes de verre ne comporte ni rayes, ni signes d'abrasion qui pourraient affecter la réponse et la linéarité.

b. Electrode de référence: Une électrode standard de référence au calomel, à diaphragme rodé, peut servir pour les mesures de pH et de fluorures. Quand on ne l'emploie pas, on protégera le bout de l'électrode contre l'endommagement au moyen du capuchon de caoutchouc prévu à cet

effet. On maintiendra le niveau correct de liquide dans l'électrode, par addition de solution saturée en chlorure de potassium jusqu'à 0,5 cm en-dessous du trou de remplissage. Si nécessaire, on secouera vigoureusement l'électrode pour briser les cristaux qui auraient pu s'amasser dans le bas de l'électrode. Avant de procéder à une mesure de pH, on enlèvera le joint de caoutchouc qui bouche l'orifice de remplissage.

c. Electrode combinée: D'habitude, les électrodes de mesure et de référence sont distinctes. Cependant, on les trouve combinées en un corps unique: pour en faciliter l'emploi, par solidité, pour l'analyse de petits volumes d'échantillons et pour les titrages.

#### 3.4. Influence de la température et compensation:

La température a deux influences importantes sur les mesures de pH:

(1) le potentiel des électrodes mêmes varie et (2) l'ionisation dans l'échantillon peut augmenter ou diminuer. Dans le premier cas, le changement de tension de l'électrode de mesure varie linéairement avec le pH. A température ambiante, une variation de 1 unité de pH provoque un changement d'environ 60 millivolts (mV). A 0°C, point de congélation de l'eau, la variation de tension par unité de pH décroît à 54 mV et augmente à 70 mV à 100°C, point d'ébullition de l'eau. Le réglage de température d'un pH-mètre corrige cette réponse en tension variable. Les pH-mètres plus coûteux disposent aussi d'un réglage de pente de l'électrode qui corrige une réponse différant de la réponse théorique en adaptant la sensibilité de l'appareil à la tension des électrodes. Le second effet, dû à l'ionisation est inhérent à l'échantillon; on l'indique en notant à la fois la température et le pH de chaque échantillon.

#### 3.5. Précautions opératoires

On doit étalonner un pH-mètre à l'aide d'une solution étalon prévue spécialement à cet effet. On obtient les meilleurs résultats lorsque la solution tampon étalon a un pH proche de celui de l'échantillon d'eau. Dans le cas d'échantillons d'eaux potables, ordinairement dans la zone de neutralité, la solution étalon de phosphates (pH 6,9) fournit un bon repérage initial. On peut devoir employer un deuxième ou un troisième tampon pour vérifier la linéarité de la réponse du pH-mètre dans tout le domaine nécessaire aux échantillons. Les tampons de phthalate (pH 4) et de borate (pH 9) conviennent à ce but. Il est essentiel de rincer soigneusement les électrodes, pour éliminer toute trace de tampon, avant de passer aux autres tampons ou aux analyses subséquentes d'échantillons.

#### 4. REACTIFS

4.1. Précautions à prendre dans la préparation des solutions tampons étalons:

a. Les produits conformes aux spécifications de l'American Chemical Society ou de qualité égale, voire supérieure, sont sûrs.

b. Lors de la préparation des solutions tampons, dissoudre tous les sels solides dans de l'eau distillée.

c. Préparer sur le moment les solutions tampons d'emploi peu fréquent, pour éviter toute détérioration, visible à l'apparition de moisissures ou au changement du pH.

d. Conserver les solutions tampons dans des bouteilles de polyéthylène si possible ou de verre résistant à la chaleur.

e. Par simplicité, utiliser les tablettes, poudres ou concentrés de tampons du commerce, de qualité éprouvée, qu'on dissout dans de l'eau distillée et dilue à un volume prescrit, souvent 100 ml; ou les solutions tampons étalons toutes prêtes, fournies par les maisons de confiance.

f. Eliminer une solution tampon dès que des moisissures y apparaissent.

4.2. Eau distillée pour la préparation des solutions tampons étalons: Peu avant la préparation des solutions tampons étalons suivantes, faire bouillir durant 15 minutes un volume suffisant d'eau distillée et le refroidir jusqu'à température ambiante. Suivre pour cela les indications du chapitre Anhydride carbonique (libre), paragraphe 4.1., page 46.

4.3. Solution tampon étalon, pH 6.86 à 25<sup>0</sup>C

a. Peser 4 g de chacun des produits suivants: dihydrogénophosphate de potassium (ou phosphate monopotassique) ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), et hydrogénophosphate de sodium (ou phosphate disodique) ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ); les introduire chacun dans un flacon à peser, ou une coupelle, séparé. Les mettre dans une étuve fonctionnant entre 110 et 130<sup>0</sup>C, et sécher ces sels pendant 2 h. Transférer les flacons à peser ou les coupelles dans un dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante.

b. Sur une balance analytique, peser séparément 3,388 g de dihydrogénophosphate de potassium et 3,533 g d'hydrogénophosphate de sodium. Transférer ces produits pesés dans un bécher de 500 ml et les dissoudre dans 300 ml d'eau distillée.

c. Transférer la solution dans un jaugé de 1 l, rincer avec trois portions de 200 ml d'eau distillée; compléter à la marque de 1 l avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

#### 4.4. Solution tampon étalon, pH 4,01 à 25°C:

a. Sur une balance analytique, peser 10,12 g de biphthalate de potassium ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ). Transférer le produit pesé dans un bēcher de 500 ml et le dissoudre dans 300 ml d'eau distillée.

b. Transférer la solution dans un jaugé de 1 l, avec trois portions de 200 ml d'eau distillée; compléter à la marque de 1 l avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

#### 4.5. Solution tampon étalon, pH 9,18 à 25°C:

a. Sur une balance analytique, peser 3,80 g de borate de sodium décahydraté (ou borax) ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ). Transférer le réactif pesé dans un jaugé de 500 ml et le dissoudre dans 300 ml d'eau distillée.

b. Transférer la solution dans un jaugé de 1 l, avec trois portions de 200 ml d'eau distillée; compléter à la marque de 1 l avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

### 5. ETALONNAGE DU pH-METRE

5.1. Vu les différences entre les nombreux modèles et exécutions de pH-mètres, il est impossible de donner des instructions détaillées pour le maniement correct de chaque instrument. En conséquence, il convient de suivre les instructions du fabricant relatives au soin et à l'utilisation de l'instrument et des accessoires à disposition. Observer les précautions générales suivantes qui s'appliquent dans la plupart des cas et méritent quelque attention. Mouiller soigneusement les électrodes de verre neuves et les électrodes de référence au calomel; les préparer à l'emploi selon les directives du fabricant.

5.2. Rincer les électrodes de pH et de référence avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

5.3. Sécher les électrodes mouillées avec une serviette à démaquiller, qui ne ratera ou n'abîmera pas les surfaces de verre des électrodes.

5.4. Verser dans un bēcher un volume convenable de solution tampon de phosphates à pH 6,9.

- 5.5. Plonger les électrodes dans la solution de façon à ce que leurs extrémités renflées, leurs surfaces sensibles, soient totalement immergées et libres de toute bulle d'air piégée et adhérente.
- 5.6. Mesurer la température de la solution tampon à l'aide d'un thermomètre.
- 5.7. Ajuster le cadran de température du pH-mètre à la température de la solution tampon.
- 5.8. Enclencher le pH-mètre et le laisser chauffer pendant 1 minute ou plus. Dans le cas de modèles de laboratoire, fonctionnant sur secteur, faire chauffer l'instrument avant cette étape, et le maintenir en "stand-by" jusqu'au moment de la mesure.
- 5.9. A l'aide du bouton de réglage approprié, régler l'instrument sur la valeur du pH de la solution tampon étalon, telle qu'elle est indiquée à la page S-127. S'assurer de l'immobilité de l'aiguille et de la bonne position de l'oeil par rapport à l'échelle avant de procéder au réglage final.
- 5.10. Remettre l'instrument en position "standby".
- 5.11. Relever les électrodes au-dessus de la solution tampon étalon, et remplacer le béccher de solution tampon étalon par un béccher de rinçage.
- 5.12. Rincer les électrodes avec de l'eau distillée, puis les sécher, comme indiqué aux paragraphes 5.2. et 5.3. Enlever le béccher de rinçage.
- 5.13. Passer aux paragraphes 5.14 ou 5.6 selon la précision désirée, la stabilité de l'instrument ou le temps à disposition.
- 5.14. Si le temps le permet, vérifier la linéarité de la réponse de l'électrode avec au moins une seconde, voire une troisième solution tampon. Choisir le tampon de phtalate à pH 4 si les échantillons d'eau sont inférieurs à pH 7 ou le tampon de borate à pH 9 si les échantillons sont supérieurs à pH 9.
- 5.15. Répéter les étapes des paragraphes 5.4 - 5.12. On acceptera une mesure de pH de la seconde solution tampon si elle diffère de moins de  $\pm 0,05$  unité de pH de la valeur indiquée dans le tableau de la p. S-127 pour la température donnée. Elargir la variation à 0,1 unité de pH si une précision moindre suffit, ou remplacer l'électrode de pH. Si la va-



Variation des valeurs de pH des solutions tampons étalons avec la température

Valeurs de pH des solutions tampons étalons			
Température °C	Biphthalate de potassium	Dihydrogénophosphate de potassium et hy- drogénophosphate de sodium	Borate de sodium
0	4.003	6.984	9.464
5	3.999	6.951	9.395
10	3.998	6.923	9.332
15	3.999	6.900	9.276
20	4.002	6.881	9.225
25	4.008	6.865	9.180
30	4.015	6.853	9.139
35	4.024	6.844	9.102
38	4.030	6.840	9.081
40	4.035	6.838	9.068
45	4.047	6.834	9.038
50	4.060	6.833	9.011
55	4.075	6.834	8.985
60	4.091	6.836	8.962
70	4.126	6.845	8.921
80	4.164	6.859	8.885
90	4.205	6.877	8.850
95	4.227	6.886	8.833

riation est inacceptable, répéter l'étalonnage à partir du paragraphe 5.2.  
Passer à l'étape 6.1 lorsque le fonctionnement de l'instrument est bon.

5.16. Revérifier le calibrage au cours de longues périodes de mesure.

## 6. ANALYSE D'ECHANTILLONS

6.1. Positionner l'instrument sur "standby".

6.2. Relever les électrodes au-dessus de la solution tampon étalon et remplacer le bécber de solution tampon par un bécber de rinçage.

6.3. Rincer les électrodes avec de l'eau distillée et les sécher. Rincer également avec un peu d'échantillon d'eau, s'il est disponible en quantité suffisante. Enlever le bécber de rinçage.

6.4. Remplir le bécber propre avec un volume convenable d'échantillon d'eau.

6.5. Plonger les électrodes dans l'échantillon d'eau de façon à ce que leurs extrémités sensibles soient totalement immergées et libres de toute bulle d'air piégée et adhérente.

- 6.6. Lire la température de l'échantillon d'eau.
- 6.7. Ajuster le cadran de température sur la température de l'échantillon d'eau.
- 6.8. Enclencher le pH-mètre.
- 6.9. Lire directement le pH de l'échantillon d'eau sur l'échelle. S'assurer de l'immobilité de l'aiguille et de la bonne position de l'oeil par rapport à l'échelle avant de procéder à la lecture définitive.
- 6.10. Mettre l'instrument sur "standby".
- 6.11. Répéter les étapes des paragraphes 6.2 - 6.10 si d'autres échantillons d'eau doivent être analysés.

## DOSAGE DES FLUORURES PAR ELECTRODE

### 1. EXPLICATION DE L'ANALYSE

Un pH-mètre sensible, muni d'une échelle étalée ou un appareil à lecture directe pour électrodes sélectives, fournit un moyen rapide de doser les fluorures par mesure potentiométrique. Le dispositif de détection consiste en une électrode à fluorure de lanthane. L'électrode à fluorure, ainsi que l'électrode standard de référence au calomel à diaphragme rodé, sont plongées dans l'échantillon d'eau tamponné de manière adéquate à pH 5,0-5,5; on agite alors jusqu'à obtention d'une mesure stable sur l'échelle logarithmique convenablement calibrée d'un instrument à lecture directe. Dans le cas d'un pH-mètre, il faut préparer une série de solutions de fluorure englobant le domaine intéressant (0,1 ou 0,2-2,0 mg/l), afin de tracer une courbe d'étalonnage des millivolts en fonction de la concentration. Les analyses d'échantillons peuvent être conduites avec une précision de  $\pm 0,05$  mg/l dans le domaine de teneurs en fluorures de 1 mg/l.

### 2. AVERTISSEMENT

La dépendance de l'électrode face à la température rend impératif le calibrage à une température aussi proche que possible de celle qui régnera dans les échantillons. L'électrode répond aux ions fluorures; elle est inerte vis-à-vis des formes liées ou complexées. Les électrodes à fluorure diffèrent dans leur comportement et leur sensibilité. Certaines peuvent détecter des teneurs en fluorures aussi faibles que 0,1 mg/l ou moins, alors que d'autres ne répondent qu'à une concentration de 0,2 mg/l. L'expérience seu-

le révélera la concentration minimum en fluorures qui peut être analysée de façon sûre avec l'électrode à disposition.

### 3. APPAREILLAGE

3.1. Un pH-mètre à échelle étalée ou un appareil à lecture directe pour électrodes spécifiques, équipé d'une électrode à fluorure et d'une électrode standard de référence au calomel, à diaphragme rodé. Consulter les instructions fournies avec l'électrode à fluorure quant au type d'électrode de référence recommandé, car ce choix peut être important.

3.2. Un agitateur magnétique avec un barreau d'agitation recouvert de TFE.

3.3. Une minuterie.

### 4. REACTIFS

4.1. Solutions mère et étalons de fluorure: les préparer comme indiqué au chapitre Fluorures, paragraphes 4.2. et 4.3., page 92.

4.2. Solution tampon:

a. Prendre 500 ml d'eau distillée dans un bêcher de 1 l.

b. Dans un cylindre gradué de 100 ml, mesurer 57 ml d'acide acétique concentré (ou acide acétique glacial) et les ajouter aux 500 ml d'eau distillée. Bien mélanger.

c. Sur une balance grossière, peser 58 g de chlorure de sodium (NaCl) et les dissoudre dans la solution d'acide acétique.

d. Sur une balance analytique, peser 4,0 g d'acide cyclohexylènedinitrilo 1,2-tétraacétique dit aussi acide cyclohexanediamino 1,2-tétraacétique ou CDTA, et les dissoudre dans la solution (c). Alternative-ment, vu le prix du CDTA, on peut lui substituer 12,0 g de citrate de sodium dihydraté ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ), et les dissoudre dans la solution (c).

e. Préparer une solution d'hydroxyde de sodium 6 N en pesant 48 g de pastilles de NaOH sur une balance grossière; les dissoudre avec précaution dans 150 ml d'eau distillée. Refroidir cette solution jusqu'à température ambiante dans un bain d'eau courante froide; la transférer dans un cylindre gradué de mélange, ou dans un ballon jaugé, de 200 ml

compléter à la marque avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

f. Placer le bécher contenant la solution (d) dans un bain d'eau courante froide et ajouter lentement, tout en agitant, environ 120 ml d'hydroxyde de sodium 6 N.

g. Mesurer le pH d'une petite quantité de la solution neutralisée, avec un pH-mètre.

h. Répéter la mesure du pH après de petites additions successives d'hydroxyde de sodium, jusqu'à ce que le pH final tombe dans le domaine désiré de 5,0-5,5. 125 ml d'hydroxyde de sodium peuvent être approximativement nécessaires.

i. Transférer la solution résultante dans un jaugé de 1 l, compléter à la marque avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

## 5. METHODE

5.1. Préparer trois étalons de fluorure contenant 0,5, 1,0 et 2,0 mg/l en ajoutant 2,5, 5,0 et 10,0 ml de solution étalon de fluorure (1,00 ml = 10,0 µg F) dans des jaugés de 100 ml distincts.

5.2. Pipeter 50 ml de solution tampon dans chaque jaugé, compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

5.3. Pipeter 50 ml d'échantillon dans un jaugé de 100 ml, compléter à la marque avec de la solution tampon, boucher et bien mélanger.

5.4 Amener les standards et l'échantillon à la même température, de préférence la température ambiante.

5.5 Transférer chaque étalon et l'échantillon dans des béciers de 150 ml distincts.

5.6. Si un appareil à lecture directe, prévu pour les électrodes spécifiques est disponible, suivre les instructions du fabricant pour la manipulation et le calibrage de l'instrument.

5.7. Si l'on dispose d'un pH-mètre, le positionner sur une gamme étalée. Lorsque c'est possible, ajuster, sur certains modèles, le contrôle de calibrage afin qu'un étalon de fluorure de 1,0 mg/l soit représenté par le zéro central (100 millivolts).

5.8. Plonger les électrodes à fluorure et au calomel dans chaque bécber et régler l'agitateur magnétique à vitesse moyenne. Ne pas enclencher l'agitation avant l'immersion des électrodes, car de l'air piégé autour du cristal de mesure, à la base, peut provoquer des mesures erronées ou des fluctuations de l'aiguille.

5.9. Relever la première valeur lorsque l'indication de l'instrument devient stable. Laisser les électrodes dans la solution et noter une valeur positive finale, en millivolts, après 3 min. Certaines électrodes peuvent demander 5 min ou plus pour atteindre une valeur stable avec des concentrations en fluorures inférieures à 0,5 mg/l. A des teneurs supérieures en fluorures, la réponse de l'électrode est d'habitude plus rapide.

5.10. Rincer les électrodes avec de l'eau distillée, puis les sécher après chaque échantillon ou étalon. Employer une serviette à démaquiller douce qui ne raie et n'adime pas la surface de verre de l'électrode.

5.11. Vérifier fréquemment la mesure de l'étalon de fluorure à 1,00 mg/l et, si nécessaire, ajuster le contrôle de calibrage pour se ramener à la lecture faite précédemment. Confirmer cette mesure après chaque échantillon inconnu et également après chaque standard, lors de la préparation de la courbe étalon.

5.12. Etablir la courbe d'étalonnage de fluorure sur du papier semi-logarithmique à deux décades, en reportant les millivolts sur l'axe de coordonnées vertical en fonction des milligrammes/litre de fluorure sur l'axe logarithmique. Convertir les valeurs de millivolts de chaque échantillon en concentration en fluorure au moyen de la courbe d'étalonnage.

## DOSAGE AMPEROMETRIQUE DU CHLORE RESIDUEL

### 1. BUT DE L'ANALYSE

La méthode ampérométrique est insensible à la couleur et à la turbidité de l'échantillon qui pourraient fausser une analyse colorimétrique. Le titrage est prévu en premier lieu pour une application en laboratoire, plutôt que sur le terrain; il requiert plus d'habileté et de soin que

les méthodes colorimétriques. La différenciation entre chlore actif libre et combiné est possible par un ajustement du pH et par la présence ou l'absence d'iodure de potassium. On peut doser le chlore libre à pH 6,5-7,5, alors qu'on titre le chlore combiné à pH 3,5-4,5 en présence d'une quantité convenable d'iodure de potassium. L'addition intermédiaire d'une petite quantité d'iodure de potassium, dans le domaine des pH neutres, permet d'estimer la teneur en monochloramines.

## 2. AVERTISSEMENT

Il convient de réduire les volumes d'échantillons ou de diluer ces derniers, pour le dosage du chlore résiduel à des concentrations supérieures à 2 mg/l. Le contrôle du pH est important pour l'obtention de résultats corrects. En-dessus de pH 7,5, la réaction avec le chlore libre devient lente, au-dessous de pH 6,5 du chlore combiné peut réagir même en l'absence d'iodure. A pH inférieur à 3,5, le manganèse oxydé réagit avec le réactif de titrage, alors qu'à pH supérieur à 4,5, le titrage du chlore est incomplet. Il convient d'entreprendre l'analyse sitôt après la prise de l'échantillon et de l'effectuer à l'abri de la lumière du soleil, en évitant tout brassage superflu, afin de réduire les pertes de chlore.

## 3. APPAREILLAGE

### 3.1. Appareil de titrage ampérométrique:

Le coeur d'un appareil type de titrage ampérométrique consiste en une cellule à deux électrodes, connectée à un microampèremètre et à un potentiomètre variable. Une électrode en métal noble et une électrode de référence à l'argent-chlorure d'argent en solution saturée de chlorure de sodium font partie du circuit électrique, tout comme un pont de jonction saline. Un agitateur et une burette complètent la gamme des accessoires de travail liés à l'instrument.

### 3.2. Préparation d'un appareil de titrage ampérométrique:

Pour obtenir les meilleurs résultats, observer les pratiques d'entretien suivantes lors de la préparation et de l'emploi de l'appareil.

a. Si nécessaire, débarasser avec délicatesse l'électrode en métal noble de tout dépôt ou film, à l'aide d'une poudre de nettoyage de ménage.

- b. Si le débit de sel n'est pas correct dans le pont de jonction, ou si ce dernier se bouche, vider la cellule de son ancien contenu qu'on remplacera par du sel frais.
- c. Garder en tout temps une réserve convenable de sel solide dans l'électrode de référence.
- d. Eliminer de l'agitateur et du couple d'électrodes exposé à leur action, les substances contaminantes qui consomment du chlore: plonger ces pièces durant quelques minutes dans une eau contenant 1-2 mg/l de chlore actif résiduel libre, ajouter ensuite à cette même eau de l'iode de potassium et maintenir l'immersion durant 5 min encore.
- e. Rincer soigneusement les électrodes conditionnées et l'agitateur avec de l'eau à demande en chlore nulle, ou avec l'échantillon à analyser. Si la concentration en chlore des échantillons devait approcher les 0,5 mg/l, poursuivre le conditionnement du système d'électrodes en effectuant deux titrages, voire davantage, dans le domaine des 0,5 mg/l jusqu'à ce que les titrages soient reproductibles.

### 3.3. Verrerie:

Satisfaire la demande en chlore de toute la verrerie à employer pour l'échantillonnage et le titrage des échantillons en plongeant toutes les surfaces critiques dans de l'eau contenant 10 mg/l ou plus de chlore résiduel et ce pendant 3 h. au moins; rincer ensuite avec de l'eau à demande en chlore nulle pour éliminer les traces de chlore résiduel.

## 4. REACTIFS

### 4.1. Réactif de titrage à l'oxyde de phénylarsine:

La poudre d'oxyde de phénylarsine n'est pas disponible sous une forme suffisamment pure pour permettre la préparation directe de la solution étalon par dissolution d'un poids précis de solide dans un volume donné. Cette situation mène à l'alternative suivante: soit (1) acheter le réactif de titrage étalon dans le commerce, soit (2) préparer et titrer le réactif comme indiqué dans la dernière édition du Standard Methods. *Manipuler ce poison avec d'extrêmes précautions en évitant tout spécialement un contact oral.*

#### 4.2. Solution tampon de phosphates, pH 7:

a. Sur une balance grossière, peser séparément 25,4 g de dihydrogénophosphate de potassium (ou phosphate monopotassique) ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) anhydre, et 34,1 g d'hydrogénophosphate de sodium (ou phosphate disodique) ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) anhydre. Transférer ces produits dans un bēcher de 500 ml et les dissoudre dans 300 ml d'eau distillée.

b. Transférer la solution dans une bouteille de 1 l à bouchon de verre avec 3 portions de 170 ml d'eau distillée; bien mélanger.

c. Ajouter, à la pipette médicale, 0,5 ml de solution d'hypochlorite de sodium à 5% de chlore actif (solution blanchissante de ménage). Boucher et bien mélanger.

d. Entreposer la bouteille fermée dans un endroit frais et sombre, à l'abri du soleil et de la chaleur, durant plusieurs jours pour permettre au chlore de réagir complètement avec les contaminants ammoniacaux qui se trouvent d'habitude dans les composés de phosphate.

e. Eliminer le chlore présent dans la bouteille par l'un des deux moyens suivants:

1. Placer la bouteille au soleil, à l'intérieur ou à l'extérieur du local jusqu'à ce que tout le chlore disparaisse par suite de l'activité photochimique (le temps nécessaire peut aller d'un jour en été à une semaine en hiver).

2. Ajouter assez de solution diluée de sulfite de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) pour ramener la teneur en chlore à une simple trace, détectable par une coloration rose très pâle avec le réactif DPD.

f. Transférer le contenu de la bouteille dans un cylindre gradué de 1 l et compléter à la marque de 1 l avec de l'eau distillée. Bien mélanger en versant et reversant dans la bouteille.

#### 4.3. Solution d'iodure de potassium:

a. Introduire 105 ml d'eau distillée dans un ballon de 250 ml, et la faire bouillir pendant 7-10 min. Coiffer le haut du ballon d'un petit bēcher propre renversé et laisser refroidir l'eau jusqu'à température ambiante. On peut accélérer le refroidissement en plaçant le ballon dans un bain d'eau courante froide.

b. Sur une balance grossière, peser 5,0 g d'iodure de potassium (KI). Transférer le produit pesé dans l'eau distillée fraîchement bouillie et refroidie; bien mélanger.



c. Transférer la solution dans une bouteille brune à bouchon de verre. Conserver dans un endroit sombre et frais, de préférence dans un réfrigérateur. Jeter la solution si elle devient jaune.

#### 4.4 Solution tampon d'acétate, pH-4:

- a. Prendre 400 ml d'eau distillée dans un bécher de 1500 ml.
- b. Prendre 480 ml d'acide acétique concentré (ou acide acétique glacial) dans un cylindre gradué de mélange de 1000 ml; les ajouter au 400 ml d'eau distillée et bien mélanger.
- c. Sur une balance grossière, peser 243 g d'acétate de sodium trihydraté ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ) et les dissoudre dans la solution d'acide acétique.
- d. Transférer la solution dans un cylindre gradué de mélange de 1 l. compléter à la marque de 1 l avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.

## 5. METHODE

5.1. Remplir la burette de solution de titrage à l'oxyde de phénylarsine. Relever le niveau du liquide dans la burette, en lisant à la base du ménisque. Faire en sorte que le robinet ne fuie pas, ce qui provoquerait des pertes de liquide titrant lorsque le robinet est fermé.

5.2. Mesurer le volume d'échantillon correspondant à la plage indiquée de teneur en chlore résiduel:

Plage de teneur en chlore résiduel mg/l	Volume d'échantillon ml
0 - 2,0	200
2,1 - 4,0	100
4,1 - 8,0	50

5.3. Si l'on sait que le pH de l'échantillon n'est pas dans le domaine de pH 6,5-7,5, ajouter 1 ml de solution tampon de phosphates à pH 7. Enclencher l'agitateur.

5.4 Titrer avec le réactif étalon à l'oxyde de phénylarsine, en surveillant le déplacement de l'aiguille sur l'échelle du microampèremètre. Au début du titrage, il faut s'attendre à ce qu'une forte concentration en chlore provoque une forte variation de l'aiguille. Si l'aiguille se dé-

place vers l'extrémité de l'échelle, la ramener au milieu avec le bouton de réglage approprié: l'observation sera plus facile et la sensibilité plus grande. Lorsque l'activité de l'aiguille diminue, indiquant l'approche du point de fin de titrage, ajouter le réactif par portions de plus en plus petites. A ce stade, noter l'indication de la burette avant chaque adjonction de solution de titrage. Prendre comme point de fin de titrage, l'adjonction qui fait cesser toute déviation de l'aiguille. Déduire, au besoin, l'adjonction finale due à un titrage en excès.

5.5. Relever le nouveau niveau de la burette, par une lecture à la base du ménisque, et calculer le volume de solution de titrage employée en soustrayant la lecture de burette initiale (paragraphe 5.1) de la lecture actuelle.

5.6. Calculer le teneur en chlore actif libre en multipliant le résultat obtenu au paragraphe 5.5. par le facteur approprié:

Volume d'échantillon ml	Multiplier les ml de solution de titrage par:
200	1
100	2
50	4

5.7. Ajouter exactement 1 ml de solution d'iodure de potassium à l'échantillon. Réenclencher l'agitateur au besoin.

5.8. Ajouter 1 ml de solution tampon d'acétate à l'échantillon.

5.9. Répéter le processus de titrage décrit au paragraphe 5.4.

5.10. Relever le nouveau niveau de la burette par une lecture à la base du ménisque et noter le volume total de solution de titrage employée à la fois pour le dosage du chlore actif libre (paragraphe 5.4 si on l'a exécuté) et pour celui du chlore actif total (paragraphe 5.9). Multiplier ce total par le facteur approprié donné au paragraphe 5.6.

5.11. Pour obtenir le chlore actif combiné, soustraire la valeur obtenue au paragraphe 5.6. de celle du paragraphe 5.10.

**ATTENTION:** Avant d'entreprendre le prochain dosage de chlore actif libre, nettoyer soigneusement les électrodes, l'agitateur et le récipient ayant contenu l'échantillon pour en éliminer toute trace d'iodure. S'assurer de l'élimination complète de l'iodure en répétant deux ou trois fois le dosage du chlore libre jusqu'à obtention de résultats acceptables.

## TURBIDITE

### 1. BUT DE L'ANALYSE

Les turbidimètres basés sur le principe néphélométrique améliorent la reproductibilité et la possibilité de comparaison entre différents laboratoires lors de mesures de turbidité de faible niveau. De plus, une suspension de polymère de formazine donne un étalon de turbidité dont les propriétés de diffraction de la lumière sont plus reproductibles que les étalons à l'argile ou à l'eau naturelle trouble, employés habituellement pour les estimations visuelles.

### 2. AVERTISSEMENT

Les mêmes précautions de manipulation s'appliquent aux turbidimètres et aux appareils photométriques. Les tubes à échantillons devront être propres à l'intérieur et à l'extérieur; on les éliminera à l'apparition de raies et de marques de corrosion. Les surfaces traversées par le faisceau lumineux seront conservées exemptes de marques de doigts et de saletés. Un étui protecteur peut être nécessaire pour manipuler convenablement les tubes. On mélangera soigneusement les échantillons et les étalons avant d'en remplir les tubes; on laissera s'échapper les bulles d'air avant de tenter une mesure. De petites bulles d'air peuvent passer pour de la turbidité et contribuer à fausser le résultat par excès. Si le temps presse, on peut hâter l'élimination des petites bulles de gaz en reliant le récipient contenant l'échantillon à un récipient semblable servant de piège et relié à la source de vide. On peut aussi éliminer les bulles d'air en plaçant quelques secondes le tube à échantillon dans un petit bain à ultra-sons; on s'assurera cependant que la méthode employée n'affecte pas la turbidité dans le cas précis.

Un néphélomètre ne tient pas compte du charbon actif ou d'autres particules non réfléchissantes dans sa mesure de la turbidité, à l'inver-

se d'un photomètre basé sur la transmittance, qui réagit aux mêmes matériaux, à des chemins optiques de longueur adéquate.

### 3. TURBIDIMETRE

#### 3.1. Principe du néphélomètre:

La néphélométrie se base sur la mesure de la lumière diffractée dans une certaine direction, 90 degrés par exemple, par rapport au rayon incident. On effectue la mesure en faisant passer un fort faisceau lumineux à travers l'échantillon. Les particules fines qui constituent la turbidité diffractent une partie du rayonnement lumineux. La lumière diffractée à angle droit (ou à un autre angle choisi) du faisceau atteint le détecteur qui la convertit en une impulsion électrique; cette dernière agit sur l'appareil de mesure. L'intensité de la lumière frappant le détecteur est proportionnelle à la turbidité. Bien évidemment, aucune lumière ne sera déviée sur la phot cellule par un échantillon exempt de turbidité.

L'équipement photométrique, basé sur le principe de la transmittance, permet la mesure de turbidités supérieures à 10 unités de turbidité. Un long chemin optique accroît la sensibilité des mesures photométriques dans le bas du domaine de mesure. Pour la plupart, les appareils photométriques ont été supplantés, pour l'estimation de la turbidité de faible niveau, par des turbidimètres plus sensibles, basés sur le principe néphélométrique.

#### 3.2. Conception et domaine d'application

Le détecteur photoélectrique d'un photomètre et d'un spectrophotomètre est placé pour recevoir le faisceau lumineux direct, alors que le détecteur du néphélomètre est déplacé sur le côté. Dans les deux cas, le détecteur consiste en une phot cellule ou en un tube photomultiplicateur. Certains turbidimètres sont munis d'échelles pré-calibrées de turbidité, d'autres disposent de réglages pour transformer les valeurs de l'échelle directement en unités de turbidité; les autres enfin nécessitent la préparation d'une courbe d'étalonnage. On suivra les instructions du fabricant relatives au maniement de l'instrument. Le domaine de fonctionnement des turbidimètres s'étend fréquemment sur plusieurs plages de turbidité, allant de 0,5 ou moins à 1000. Des erreurs croissantes peuvent apparaître lors de l'a-

analyse d'échantillons de turbidité supérieure à 40 unités de turbidité néphélométrique (UTN) (en anglais, NTU, Ndt); les échelles supérieures peuvent alors fournir des indications pour estimer la dilution qui ramènera les lectures dans la gamme de travail de 40 UTN. Les meilleurs résultats proviennent d'échantillons exempts de matières grossières à sédimentation rapide. Il est recommandable de vérifier l'absence de dérive de l'instrument sur toutes les échelles avant de faire totalement confiance à un étalon dont la diffraction est due à des matières solides. Quoique les couleurs dissoutes n'influencent d'habitude pas la turbidité, une coloration intense peut amener des résultats trop bas.

### 3.3. Calibration:

Les turbidimètres sont calibrés avec une suspension de polymère de formazine obtenue par mélange de solutions d'hexaméthylénetétramine et de sulfate d'hydrazine. La suspension de formazine se prépare facilement lorsqu'on en a besoin; elle donne des particules de taille et de forme stables et reproductibles.

## 4. REACTIFS

### 4.1. Eau exempte de turbidité

Éliminer les impuretés flottantes et les particules de l'eau distillée en la faisant passer à travers une membrane filtrante de porosité n'excédant pas  $1,0 \mu\text{m}$ . Rejeter les 200 premiers ml de filtrat avant de recueillir et de conserver le reste dans un récipient parfaitement propre. Si la filtration réduit la turbidité, employer l'eau distillée filtrée pour la préparation des étalons de turbidité inférieure à 1,0. Si l'on n'observe aucun changement, utiliser l'eau distillée.

### 4.2. Solution de sulfate d'hydrazine:

- a. Sur une balance analytique, peser 1,000 g de sulfate d'hydrazine  $((\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)$ . Transférer le produit pesé dans un béccher de 100 ml et le dissoudre dans 50 ml d'eau distillée.
- b. Transférer la solution dans un jaugé de 100 ml avec trois portions de 15 ml d'eau distillée; compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.
- c. Préparer chaque mois cette solution.

#### 4.3. Solution mère d'hexaméthylènetétramine:

- a. Sur une balance analytique, peser 10,000 g d'hexaméthylènetétramine ( $(\text{CH}_2)_6 \text{N}_4$ ), Transférer le produit pesé dans un bécher de 100 ml et le dissoudre dans 50 ml d'eau distillée.
- b. Transférer la solution dans un jaugé de 100 ml, avec trois portions de 15 ml d'eau distillée; compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.
- c. Préparer chaque mois cette solution.

#### 4.4. Suspension mère de polymère de formazine:

- a. A l'aide de pipettes volumétriques, introduire séparément 5 ml de solution mère de sulfate d'hydrazine et 5 ml de solution mère d'hexaméthylènetétramine dans un jaugé de 100 ml. Ne pas rajouter d'eau.
- b. Bien mélanger le contenu du jaugé par brassage, et laisser reposer 24 h à température ambiante ( $25 \pm 3^\circ\text{C}$ ).
- c. Compléter le contenu du jaugé à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée, boucher et bien mélanger.
- d. Préparer cette suspension chaque mois.

#### 4.5. Suspension étalon de turbidité à 40 unités de turbidité néphélo-métrique (UTN):

- a. A la pipette volumétrique, introduire 10 ml de la suspension mère de formazine bien mélangée dans un jaugé de 100 ml.
- b. Compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau exempte de turbidité boucher et bien mélanger.
- c. Préparer cette suspension chaque semaine.

#### 4.6. Suspension diluée de turbidité à 2 unités de turbidité néphélo-métrique (UTN):

- a. A la pipette volumétrique, introduire 5 ml de suspension étalon de turbidité à 40 UTN (4,5), bien mélangée, dans un jaugé de 100 ml.
- b. Compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau exempte de turbidité, boucher et bien mélanger.
- c. Préparer cette suspension chaque jour.

## 5. PREPARATION DES ETALONS DE TURBIDITE POUR LA CALIBRATION DU TURBIDIMETRE

5.1. Employer la suspension à 40 UTN (4,5) pour la préparation des étalons de turbidité dans la gamme de 4 à 40 UTN et la suspension à 2 UTN (4,6) pour la préparation des étalons de turbidité inférieure à 2 UTN. Préparer les étalons de turbidité suivants dans des tubes Nessler ou des jaugés de 100 ml.

Etalon de turbidité UTN	Volume de suspension requis en ml		Volume requis d'eau exempte de turbidité - ml
	Suspension à 2 UTN	Suspension à 4 UTN	
0,05	2,5		97,5
0,1	5,0		95,0
0,5	25,0		75,0
1,0	50,0		50,0
1,5	75,0		25,0
2,0	100		0
4,0		10,0	90,0
6,0		15,0	85,0
10		25,0	75,0
20		50,0	50,0
30		75,0	25,0
40		100	0

5.2. Minimiser la sédimentation des particules en mesurant aussi rapidement que possible les volumes prescrits de suspension bien mélangée, à l'aide de pipettes de mesure ou/et d'une burette; les introduire dans des tubes Nessler ou des jaugés de 100 ml distincts.

5.3. Compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau exempte de turbidité, boucher et bien mélanger en retournant quatre fois chaque tube.

5.4. Laisser disparaître les bulles d'air avant de verser les étalons résultants dans le tube du turbidimètre pour procéder à la mesure.

5.5. Employer ces étalons pour vérifier l'exactitude d'une échelle instrumentale calibrée en unités de turbidité néphélométrique basées sur la suspension de polymère de formazine.

## 6. MESURE DE TURBIDITES D'ECHANTILLONS INFERIEURES A 50 UTN

- 6.1. Secouer le récipient contenant l'échantillon pour répartir également la turbidité dans tout l'échantillon.
- 6.2. Après disparition des bulles d'air, verser l'échantillon dans le tube du turbidimètre.
- 6.3. Lire la turbidité directement sur l'échelle calibrée de l'instrument ou sur la courbe étalon préparée.
- 6.4. Réchauffer jusqu'à température ambiante un échantillon très froid pour éviter la condensation sur le tube du turbidimètre; attendre la disparition de toutes les bulles d'air dues à la sursaturation, par agitations et attentes alternées, avant de passer à la mesure de la turbidité d'eaux très claires.

## 7. MESURE DE TURBIDITES SUPERIEURES A 40

- 7.1. Secouer le récipient contenant l'échantillon pour répartir également la turbidité dans tout l'échantillon.
- 7.2. Minimiser la sédimentation des particules en mesurant aussi vite que possible le volume d'échantillon correspondant à la plage de turbidité indiquée

Volume d'échantillon ml	Plage de turbidité UTN
100	0.05 - 40
50	41 - 80
25	85 - 160
10	170 - 360
5	370 - 800
2	850 - 2000

Introduire l'échantillon bien mélangé dans un tube Nessler de 100 ml.

- 7.3. Compléter à la marque de 100 ml avec de l'eau distillée. Mélanger en retournant quatre fois le tube.
- 7.4. Laisser disparaître les bulles d'air avant de verser la suspension dans le tube du turbidimètre. Lire la turbidité directement sur l'échelle calibrée de l'instrument ou sur la courbe étalon préparée.



7.5. Calculer les unités de turbidité néphélométrique (UTN) de l'échantillon en multipliant le résultat obtenu au paragraphe 7.4. par le facteur correspondant.

Volume d'échantillon ml	Multiplier la turbidité UTN par
100	1
50	2
25	4
10	10
5	20
2	50

7.6. Si l'on a employé d'autres volumes d'échantillon pour la dilution, calculer les unités de turbidité néphélométrique au moyen de l'équation suivante:

$$\text{Turbidité en UTN} = \frac{\text{Turbidité mesurée (UTN) de l'échantillon dilué} \times \text{Volume final de dilution (ml)}}{\text{Volume d'échantillon pris pour la dilution (ml)}}$$

7.7. Arrondir les résultats à 0,05 près dans la gamme inférieure à 1.0; à 0,1 près dans la gamme de 1-10; à l'entier le plus proche dans la gamme de 10-40; à 5 près dans la gamme de 40-100; à 10 près dans la gamme de 100-400; à 50 près dans la gamme de 400-1000; et à 100 près au-dessus de 1000. La turbidité ne variant pas nécessairement de manière linéaire avec la dilution, noter et le facteur de dilution et la lecture.