

2 5 0
8 0 E A

UNIVERSITE DE LIMOGES

MISSION POUR L'ETUDE
ES PROBLEMES DE L'EAU

.....

Research Centre
Community Water Supply

- EAUX POTABLES -

ESSAIS DE LABORATOIRE ET CONTROLES NECESSAIRES
AU TRAITEMENT DE L'EAU

ESSAIS DE LABORATOIRE ET CONTROLES

DU TRAITEMENT DE L'EAU

Remarque Générale - Les essais de laboratoire décrits ci-après et les contrôles du traitement de l'eau évoqués étant naturellement liés à la technologie propre à certains appareils, il a été largement fait appel aux notices d'exploitation des Constructeurs pour leur rédaction.

- SOMMAIRE -

PREPARATION DES SOLUTIONS	P.	3
Carbonate de sodium.....		3
Lait de chaux.....		7
Eau de chaux.....		7
Sulfate d'aluminium.....		10
Sulfate ferrique.....		11
Chlorure ferrique.....		12
Floculant.....		14
Silice activée.....		14
PREPARATION DE SOLUTIONS TITREES		17
Solutions titrées de chlore et solutions permettant de doser le chlore résiduel		
- Hypochlorite de sodium		22
- Hypochlorite de calcium		
Solutions titrées utilisées pour le dosage du chlore		
- Liqueur décimale et N/35,5 de thiosulfate de sodium		23
- Liqueur décimale d'iode		
- Solution d'empois d'amidon		
- Solution d'empois de potassium d'iode		

PREPARATION DE SOLUTIONS TITREES ALCALIMETRIQUES
ET ACIDIMETRIQUES 32

Solution $\frac{N}{25}$ d'acide sulfurique 32

Solution $\frac{N}{25}$ de soude 30

PREPARATION DE SOLUTIONS DE REFERENCE 20-21

Hydrogénophtalate de K

Hydrogénocarbonate de Na

Acide oxalique

Dichromate de K

CONSERVATION DES SOLUTIONS ET REACTIFS 34

ETUDE DE LA PRECHLORATION 38

Théorie du point critique ou break-point 38

Techniques pour la détermination du point critique 39

Contrôle du traitement 42

TECHNIQUES DES ESSAIS DE FLOCCULATION (JAR-TESTS) 50

Recherche de la bonne dose de flocculant 55

EXAMEN DE LA COHESION DE LA BOUE 61

Cas d'une étude d'eau

Technique à suivre

MESURE DU TA ET DU TAC 80

Mesure des titres

=====

PREPARATION DES SOLUTIONS

Pour préparer les solutions, il faut utiliser de la verrerie bien propre et de l'eau distillée. Au cas où on ne peut pas se procurer de l'eau distillée, on peut utiliser de l'eau déminéralisée ou, à la rigueur, de l'eau ordinaire.

La concentration des solutions préparées sur la station pourra aisément être vérifiée par une méthode densimétrique comme indiqué sur les figures 1 et 2. Il pourra être tenu compte des différences de températures comme indiqué figures 2 et 3.

1°) - SOLUTION DE CARBONATE DE SODIUM A 20 G/LITRE -

Le carbonate de sodium remplace parfois la chaux pour ajuster le pH de floculation ou pour neutraliser le gaz carbonique excédentaire.

Peser 5 g. de carbonate de sodium et les introduire dans la fiole jaugée de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le niveau de liquide atteigne la graduation.

Boucher la fiole jaugée et agiter soigneusement jusqu'à dissolution complète.

On obtient ainsi une solution à 20 g/l ; 1 ml. de cette solution versée dans un bécher contenant 1 litre d'eau à étudier correspond à une dose de réactif (encore appelée taux de traitement) égale à 20 mg/l.

Calcul du taux de traitement

Le graphique n°4 permet de lire directement la dose de réactif ou taux de traitement en mg par litre en fonction du nombre de millilitres (ml) de solution introduits dans 1 litre d'eau à étudier.

EXEMPLE - On a introduit 3 ml. de solution de carbonate de sodium à 20 g/l dans un bécher contenant 1 litre d'eau à étudier. Sur l'axe vertical situé à gauche chercher le point A correspondant à 3 ml. et situé à 3 cm de 0.

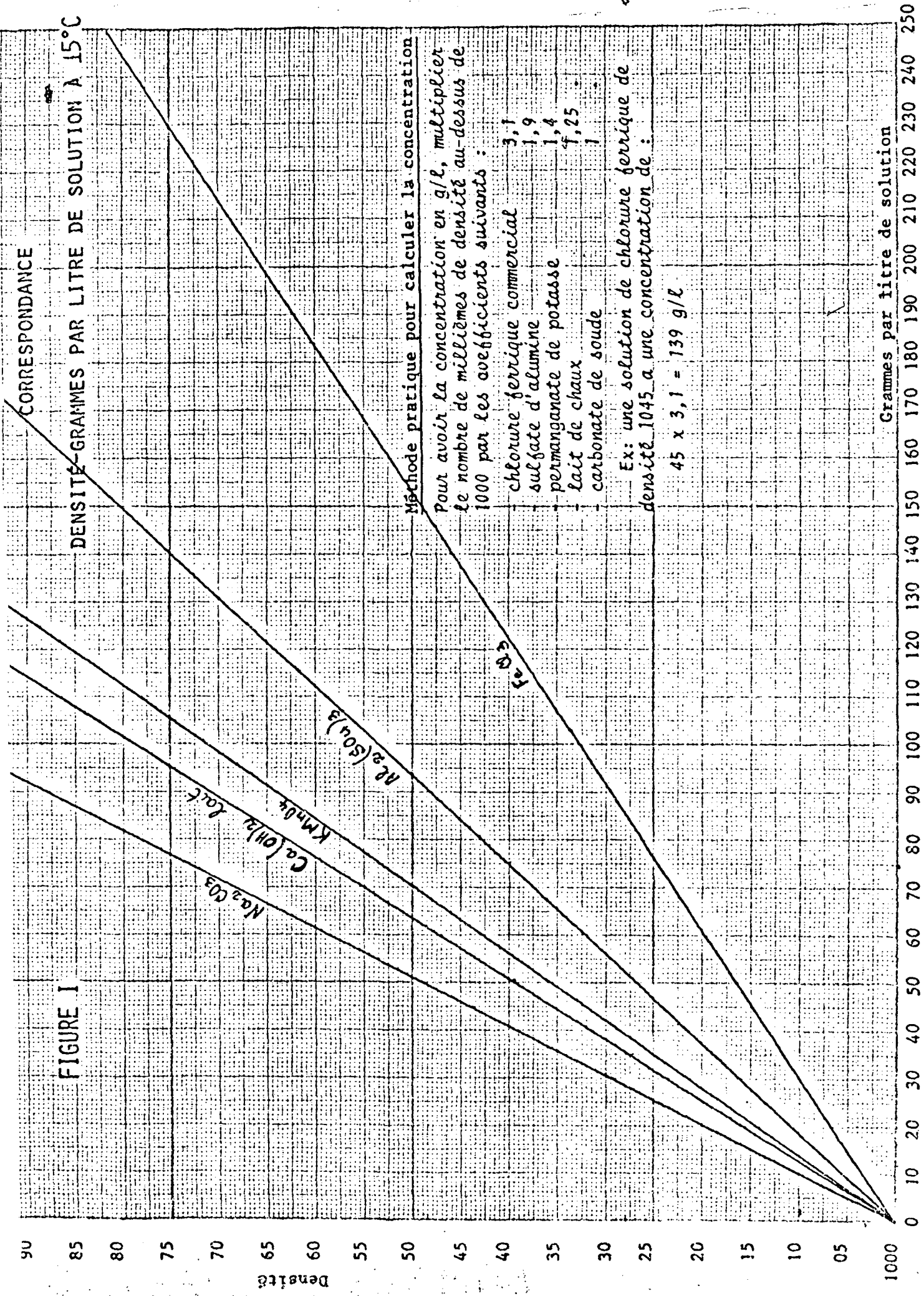
Suivre la droite horizontale AB jusqu'à sa rencontre avec la droite OP. En B suivre la ligne verticale OC jusqu'à sa rencontre avec l'axe horizontal. C'est situé à 6 centimètres de 0 et correspond à 60 mg. Le taux de traitement est 60 mg/litre (ou 60 g/m³).

.../...

CORRESPONDANCE

DENSITÉ-GRAMMES PAR LITRE DE SOLUTION A 15°C

FIGURE I



Méthode pratique pour calculer la concentration

Pour avoir la concentration en g/l, multiplier le nombre de millièmes de densité au-dessus de 1000 par les coefficients suivants :

- chlorure ferrique commercial 3,1
- sulfate d'alumine 1,9
- permanganate de potasse 1,4
- lait de chaux 1,25
- carbonate de soude 1

Ex: une solution de chlorure ferrique de densité 1045 a une concentration de :

$$45 \times 3,1 = 139 \text{ g/l}$$

Grammes par litre de solution

PERMANGANATE DE POTASSIUM

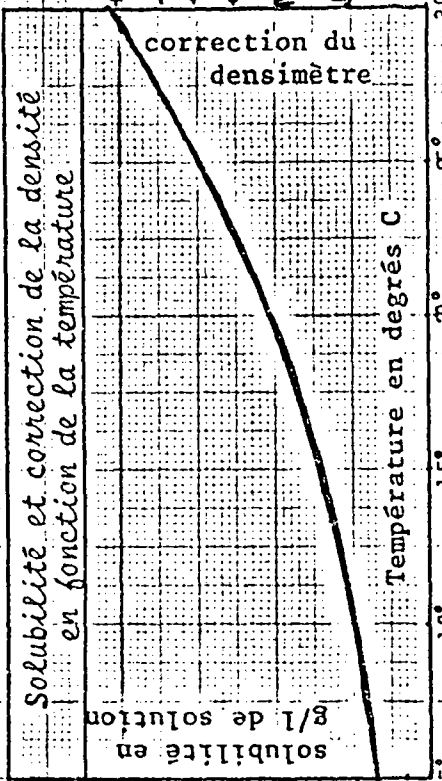
CORRESPONDANCE DENSITÉ-GRAMMES PAR LITRE DE SOLUTION

A 15° C

FIGURE 2

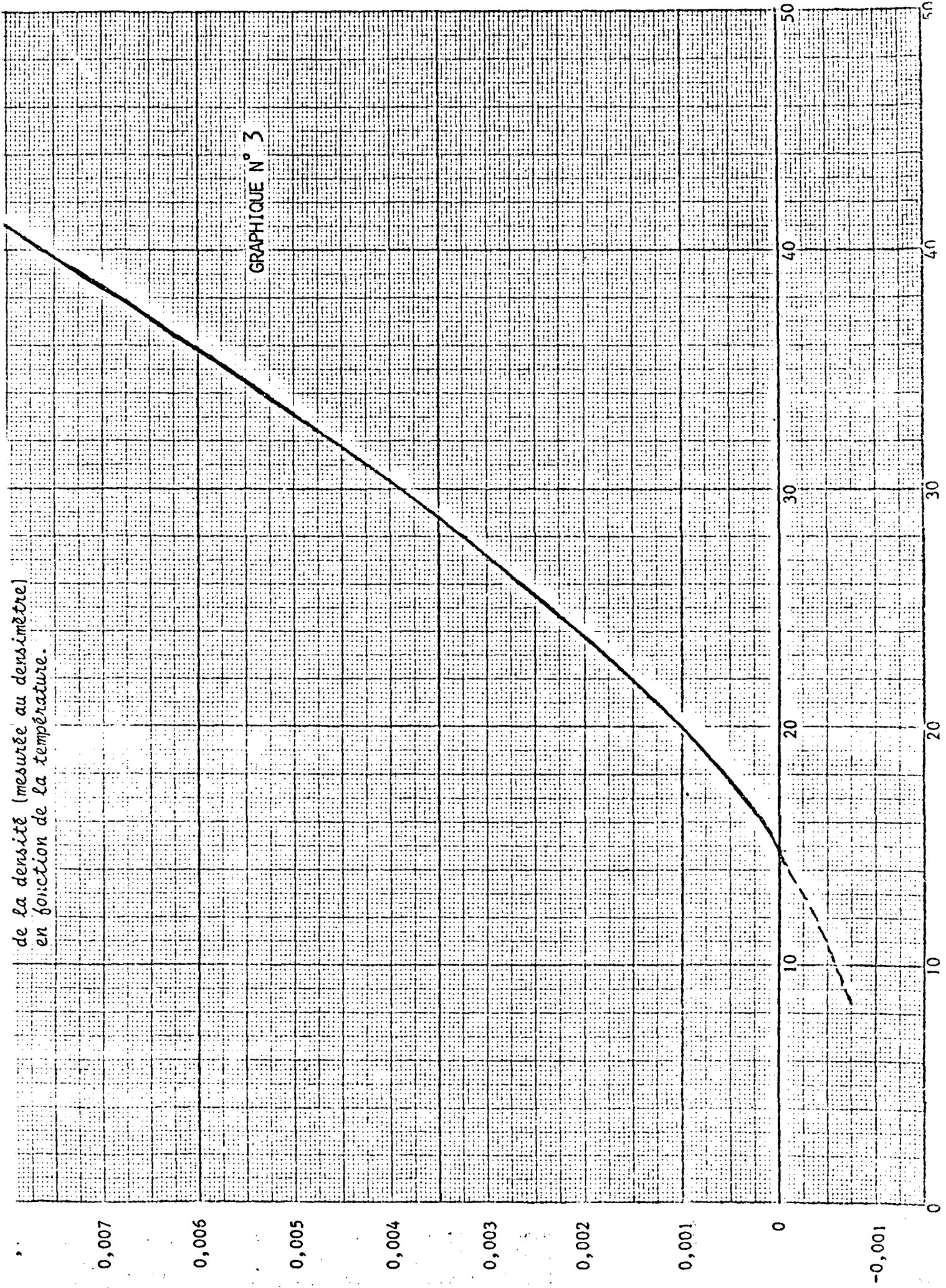
1.035
34
33
32
31
1.030
29
28
27
26
25
24
23
22
21
1.020
19
18
17
16
15
14
13
12
11
1.010
9
8
7
6
5
4
3
2
1
1.000

5 10 15 20 30 litres 35 40 45 solution



de la densité (mesurée au densimètre)
en fonction de la température.

GRAPHIQUE N° 3



2°) - CHAUX -

A - Lait de chaux à 20 grammes par litres

Peser 5 grammes de chaux, introduire cette chaux dans une fiole jaugée de 250 centimètres cubes, ajouter de l'eau distillée jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne la graduation.

Fermer la fiole et agiter violemment pour obtenir une bonne suspension, transvaser ensuite cette suspension dans un flacon. S'il reste un dépôt dans la fiole, on laisse décanter le flacon et lorsque l'eau surnageante est assez claire, on verse un peu d'eau dans la fiole que l'on agite bien et l'on transvase à nouveau dans le flacon, (répéter plusieurs fois jusqu'à ce qu'il ne reste plus de dépôt dans la fiole).

Important : Toutes les fois où l'on désire utiliser le lait de chaux, il faut agiter violemment le flacon avant de prélever le lait de chaux avec la pipette.

Calcul du taux de traitement (se servir du graphique n° 4)

Le graphique n° 4 permet de lire directement la dose de réactif ou taux de traitement en mg/l en fonction du nombre de millilitres (ml) de solution introduit dans un litre d'eau à étudier.

Si dans un bécher contenant 1 litre d'eau à étudier, on introduit 3 ml de lait de chaux à 20 g/l, la dose de réactif (encore appelée taux de traitement) est égale à 60 mg/l (ou à 60 grammes par mètre cube).

En général, la dose de chaux à utiliser est égale au tiers de la dose de sulfate d'alumine : lorsque l'eau brute traitée est peu chargée (moins de 40 mg/l de sulfate d'alumine), il est préférable d'utiliser de l'eau de chaux.

B - Eau de chaux

Peser 4 à 5 grammes de chaux en se servant d'un petit entonnoir en papier, verser la chaux dans un flacon de 1 litre (ou une bouteille de 75 centilitres) propre et sec.

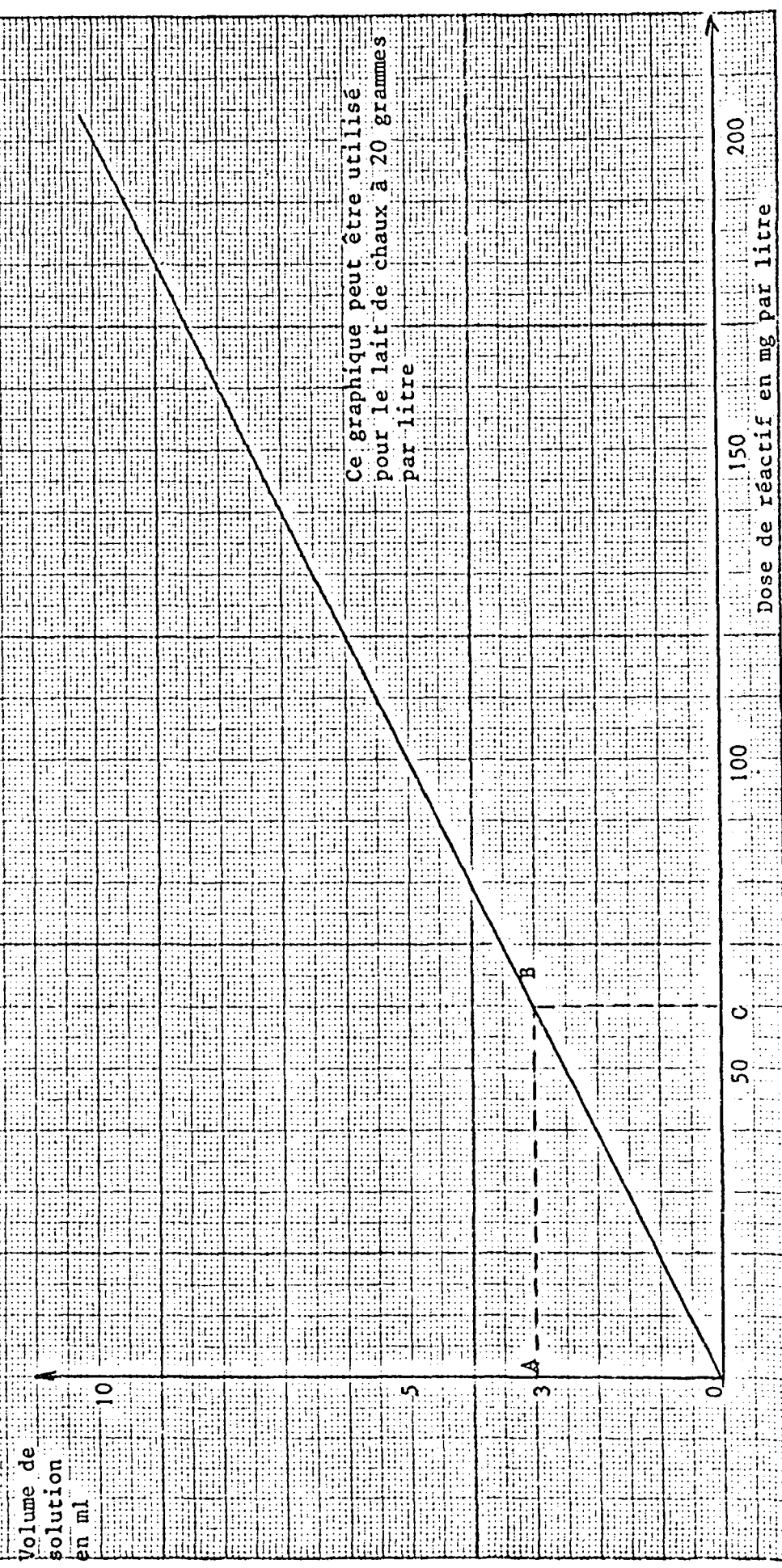
Verser de l'eau distillée jusqu'à ce qu'il ne reste qu'un vide très faible (le cinquième ou le sixième de la capacité).

Boucher le flacon ou la bouteille et agiter violemment pendant 5 à 10 minutes. Répéter 4 à 5 fois cette agitation en six heures.

Laisser décanter, et lorsque l'eau est assez claire, filtrer sur filtre plissé. (Si l'on ne possède pas de filtre, on laisse au repos pendant 12 à 24 heures et l'on transvase le liquide clair dans un autre flacon, sans entraîner le dépôt qui est au fond).

carbonate de sodium : solution à 20 grammes par litre
Correspondance entre les millilitres (ml) de solution de carbonate de sodium
introduit dans 1 litre d'eau à étudier et la dose de réactif ou taux de traitement
en mg par litre.

FIGURE /1



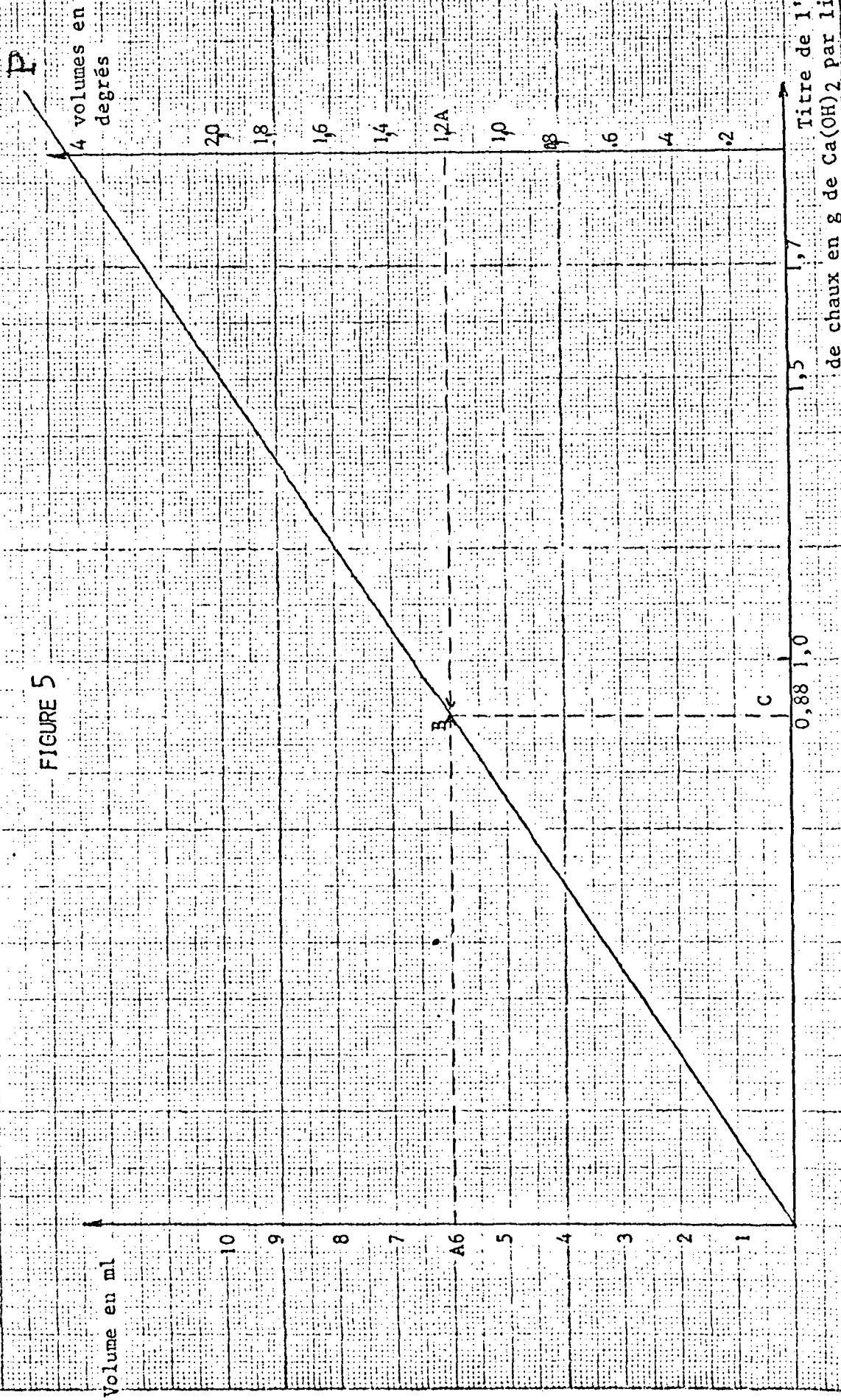
Ce graphique peut être utilisé
pour le lait de chaux à 20 grammes
par litre

EAU DE CHAUX

Titre de l'eau de chaux en grammes par litre en fonction du nombre de millilitres ou de degrés lus sur la burette pour neutraliser 10 ml d'eau de chaux.

Exemple : on lit sur la burette 6 ml ; par le point A sur l'axe vertical, situé à 6 cm de O, on trace une ligne droite horizontale (AB) qui coupe la ligne OP en B. Par B, tracer une ligne verticale BC qui coupe l'axe horizontal en C situé à 8,8 cm de O. Le titre de l'eau de chaux est 0,88 gramme par litre.

FIGURE 5



Détermination du titre de l'eau de chaux

On se reportera à la mesure du TA et du TAC.

Le graphique n° 5 permet de lire directement le titre de l'eau de chaux en fonction du nombre de ml de liqueur alcalimétrique N/25 (axe vertical de gauche) ou du nombre de degrés de cette même liqueur (axe vertical de droite).

Exemple : On a prélevé 10 ml d'eau de chaux et on a versé 6 ml de liqueur alcalimétrique N/25 ou 12 degrés de cette même liqueur pour faire virer l'héliantène.

Suivre la ligne horizontale passant par le point A jusqu'à ce qu'elle coupe la droite OP en B.

Suivre la droite verticale jusqu'à son intersection C avec l'axe horizontal. C correspond à 0,88 g de chaux exprimée en Ca(OH)_2 par litre.

Calcul de la dose de réactif ou taux de traitement

Si T est le titre de l'eau de chaux exprimé en grammes de Ca(OH)_2 /litre et si dans un béccher contenant 1 litre d'eau à étudier on a versé N millilitres (ml) de l'eau de chaux de titre T, la dose de chaux ou taux de traitement exprimé en mg Ca(OH)_2 /l est : $T \times N$.

3°) - SOLUTION-MÈRE DE SULFATE D'ALUMINIUM à 100 g/l

Peser 25 grammes de sulfate d'aluminium et introduire les cristaux dans une fiole jaugée de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne la graduation.

Fermer la fiole et agiter soigneusement jusqu'à dissolution complète des cristaux (si l'on dispose de suffisamment de temps, on peut laisser les cristaux se dissoudre, et, lorsqu'il reste très peu de cristaux, on agite pour terminer la dissolution et le mélange).

On obtient ainsi une solution-mère "A" à 100 g/l ; 1 ml de cette solution, versé dans un béccher de 1 litre d'eau à étudier, correspond à une dose de réactif (encore appelée taux de traitement), égale à 100 mg/l.

Cette solution peut être utilisée pour l'essai de floculation si on est en présence d'une eau excessivement trouble ou très colorée exigeant plus de 100 mg/l de sulfate d'aluminium. Lorsqu'on est en présence d'une eau brute normale, on prépare, à partir de la solution-mère "A", une solution à 10 g/l.

.../...

Solution de sulfate d'aluminium à 10 g/l

Prélever 25 ml de la solution-mère "A", et verser ce volume dans une fiole de 250 ml; (si l'on ne possède qu'une pipette de 10 ml, on prélève deux fois une pipette de 10 ml et 5 ml, en versant chaque fois le volume de la pipette dans la fiole de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le liquide atteigne la graduation.

Fermer la fiole et agiter violemment, en la retournant plusieurs fois pendant 4 à 5 minutes, de façon à bien mélanger : on obtient une solution homogène ayant une concentration de 10 g/l.

Calcul du taux de traitement

On utilisera le graphique n° 6 pour calculer la dose de réactif ou taux de traitement en mg/l.

Exemple : Dans un béccher contenant un litre d'eau à étudier on a introduit 7 ml de solution de sulfate d'aluminium (graphique n° 6).

Sur l'axe vertical, chercher le point A correspondant à 7 ml et situé à 7 cm de 0.

Suivre la droite horizontale AB jusqu'à son intersection C avec OP. Au point B, suivre la droite verticale BC jusqu'à son intersection C avec l'axe horizontal.

Le point C, situé à 7 cm de 0 correspond à 70 mg/l.

4°) - SOLUTION DE SULFATE FERRIQUE à 100 g/l -

Peser 25 grammes de sulfate ferrique, et introduire les cristaux dans une fiole jaugée de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne la graduation.

Fermer la fiole et agiter violemment pendant 5 à 10 minutes ; laisser reposer pendant 1 heure, et agiter à nouveau pendant 5 à 10 minutes ; répéter cette agitation pendant 3 à 4 heures, et laisser bien déposer car le sulfate ferrique contient beaucoup d'impuretés insolubles dans l'eau.

Transvaser le liquide surnageant clair dans un flacon sans entraîner de précipité, et boucher le flacon.

Pour effectuer les essais de floculation, il faut, comme dans le cas du sulfate d'alumine, faire une solution à 10 g/l (voir le paragraphe relatif au sulfate d'aluminium).

Sulfate d'aluminium: solution à 10 grammes par litre

Correspondance entre les millilitres (ml) de solution de sulfate d'aluminium introduit dans un(1) litre d'eau à étudier et la dose de réactif ou taux de traitement en mg par litre.

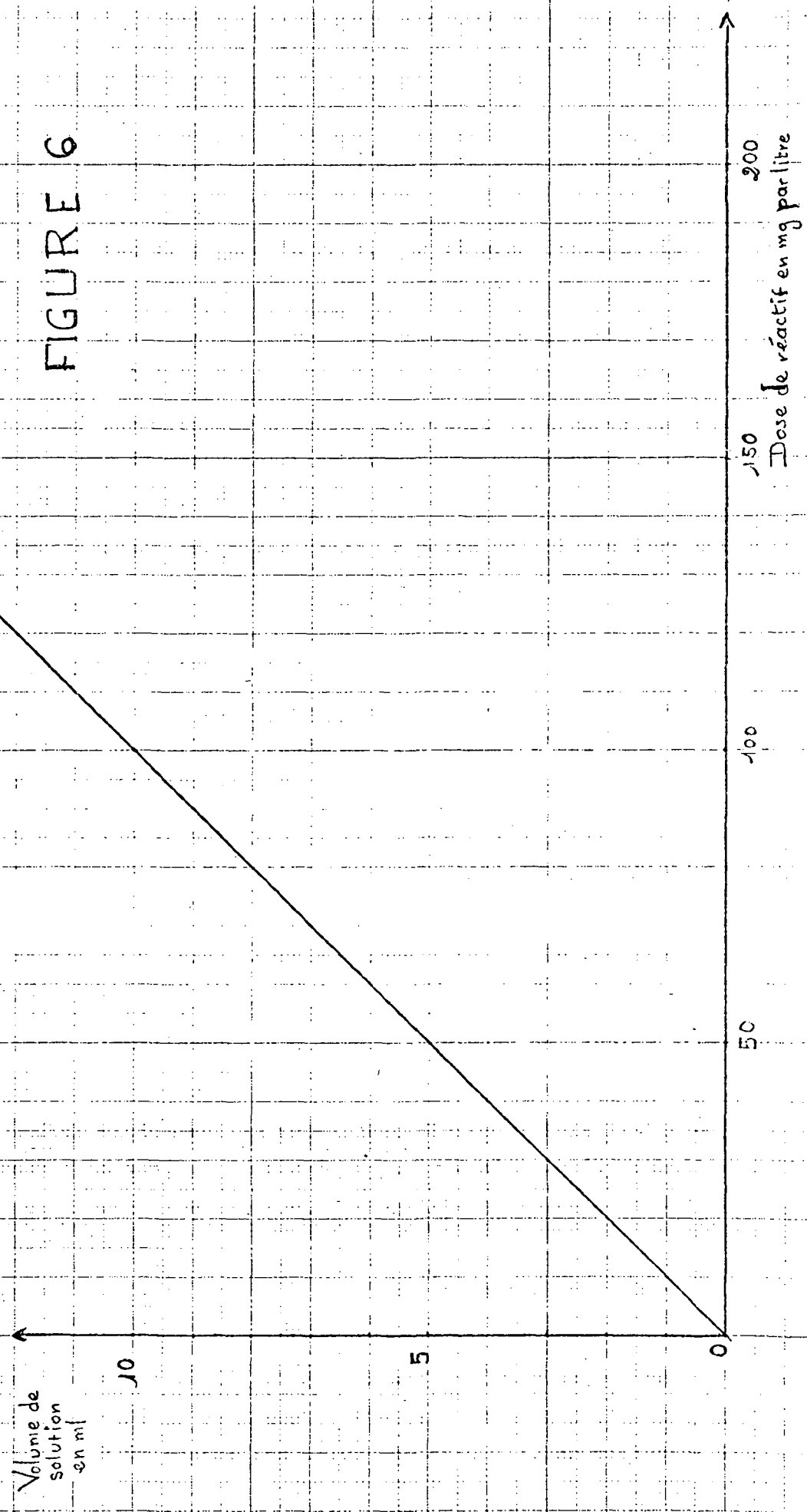


FIGURE 6

Prélever 25 ml de la solution-mère à 100 g/l et verser ce volume dans une fiole de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le liquide atteigne la graduation.

Fermer la fiole et agiter violemment en retournant plusieurs fois la fiole pendant 4 à 5 minutes.

On obtient ainsi une solution homogène contenant 10 grammes de sulfate ferrique par litre ; 1 cm³ de cette solution versé dans un litre d'eau correspond à une dose de réactif de 10 mg/l.

Pour la correspondance entre les ml et le poids de sulfate ferrique, on utilisera le graphique n° 6.

5°) - SOLUTION DE CHLORURE FERRIQUE à 100 g/l -

Le chlorure ferrique est fourni sous différentes formes : solution ou solide ; dans tous les cas, il est vendu au kilogramme, c'est donc en poids qu'il faut exprimer les concentrations.

Un litre de solution de chlorure ferrique commercial pèse environ 1,450 kg et contient environ 600 g de FeCl₃ pur, un kilogramme de solution commerciale contient ≈ 414 g de FeCl₃ pur.

Peser 25 grammes de chlorure ferrique commercial et introduire ce poids dans une fiole jaugée de 250 ml.

Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que le niveau de liquide atteigne la graduation.

Fermer et agiter violemment en retournant plusieurs fois la fiole (s'il s'agit de produit solide, il faut agiter jusqu'à dissolution complète ; s'il s'agit du produit sous forme liquide, une agitation violente de 5 à 10 minutes assure un bon mélange.).

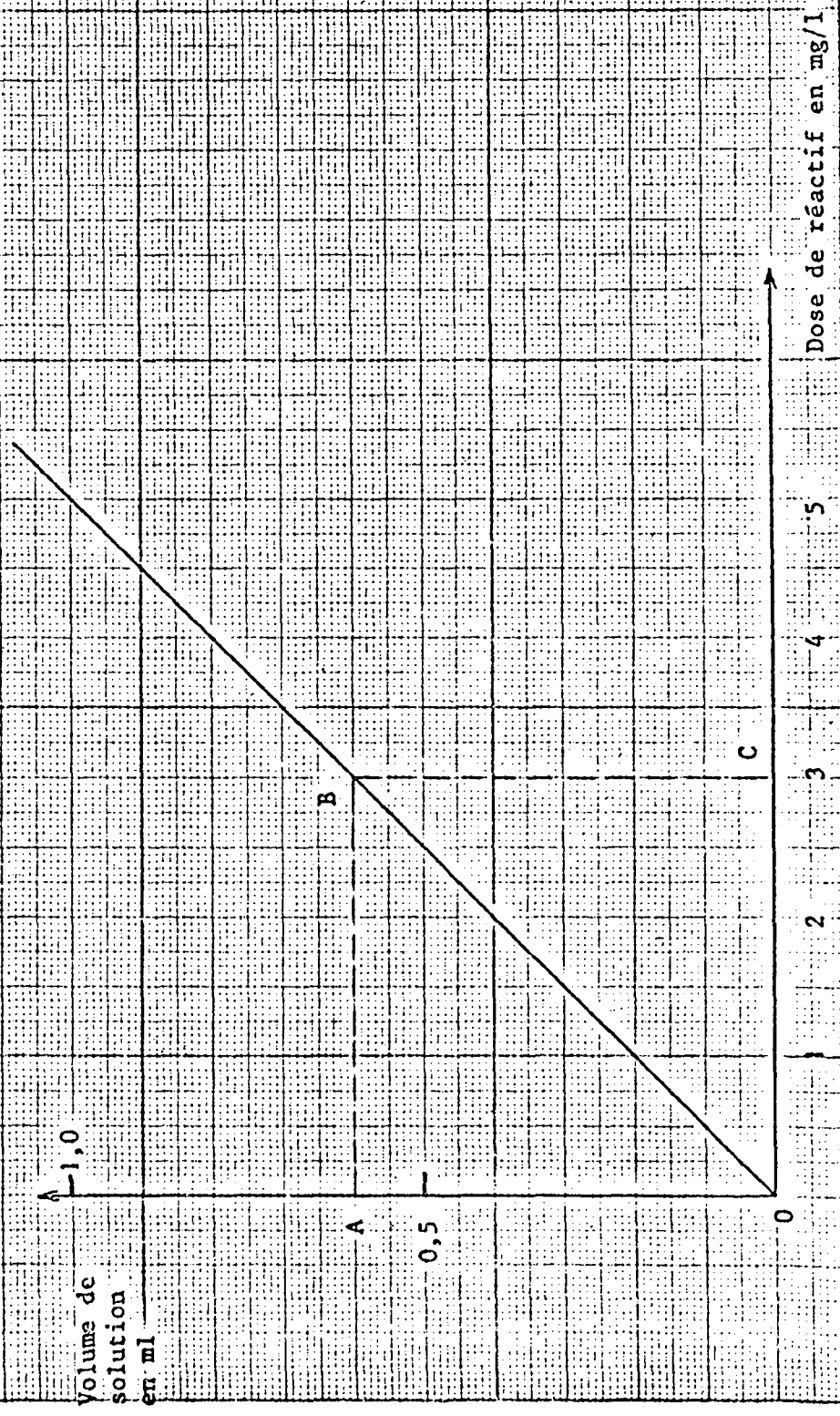
Pour les essais de floculation, on utilise une solution à 10 g/l, préparée comme il est indiqué pour les deux solutions précédentes.

Remarque : - Les solutions à 100 g/l de sulfate d'aluminium, de sulfate ferrique ou de chlorure ferrique se conservent plus d'un mois ; il est bon de refaire toutes les 24 à 48 heures les solutions à 10 g/l, en utilisant les solutions-mères à 100 g/l.

.../...

Solution de flocculant à 5 grammes par litre.

Correspondance entre le nombre de millilitres versés dans l'eau à étudier et la dose de réactif ou taux de traitement en milligrammes par litre.



6°) - SOLUTION-MERE DE FLOCCULANT (encore appelée adjuvant de floculation)
à 5 grammes par litre (0,5%) -

Les flocculants se trouvent dans le commerce, sous forme de poudre, ou sous forme de solution concentrée.

Mettre 150 ml d'eau distillée dans un bécher.

Peser 1,25 gramme de produit et verser très lentement dans l'eau, en agitant violemment (il faut que la dissolution soit complète entre chaque addition de produit).

Transvaser la solution dans une éprouvette de 250 ml, rincer le bécher en versant d'eau distillée, et transvaser dans l'éprouvette de 250 ml ; recommencer le rinçage deux fois pour que le niveau de liquide dans l'éprouvette atteigne la graduation 250.

Agiter violemment l'éprouvette, comme indiqué précédemment.

Calcul du taux de traitement

On se reportera au graphique n° 7 et à la note explicative du paragraphe silice activée pour ce calcul.

7°) - CAS DE LA SILICE ACTIVEE (appelée également adjuvant de floculation) -

A- Solution A de silicate de sodium

Peser 74 grammes de silicate de sodium commercial ; dans une fiole jaugée de 1 litre, verser 400 ml d'eau distillée, puis verser les 74 g de silicate de sodium.

Rincer avec de l'eau distillée le récipient qui a servi à peser le silicate de sodium (ou rincer au moins 4 à 5 fois) puis ajuster le volume à 1 litre avec de l'eau distillée.

Agiter soigneusement en retournant la fiole jaugée bouchée.

Transvaser cette solution dans un flacon de 1 litre.

Le silicate de sodium commercial a une densité comprise entre 1,3 et 1,4 (38 à 41° B^e) et contient entre 0,270 et 0,280 Kg de SiO₂ par kilogramme.

B- Solution B d'acide sulfurique

Peser 9,2 g d'acide sulfurique pur à 66° B^e, densité 1,84.

Dans une fiole jaugée de 1 litre, verser 400 ml d'eau distillée, puis

verser les 9,2 g d'acide en ayant soin d'agiter et de verser très lentement.

Rincer plusieurs fois avec de l'eau distillée le récipient qui a servi à peser l'acide. Laisser refroidir et ajuster le volume à 1 litre avec de l'eau distillée. Agiter soigneusement en retournant plusieurs fois la fiole jaugée bouchée.

Transvaser cette solution dans un flacon de 1 litre.

Remarque : - Pour préparer la solution de silice activée à partir des solutions A et B, on utilisera toujours la même verrerie jaugée pour volumer le silicate et on affectera également toujours une même verrerie pour volumer la solution d'acide ; en opérant ainsi on peut être persuadé d'obtenir des résultats constants.

Préparation de la solution de silice activée à 10 g/l de concentration

Rincer soigneusement 6 Erlenmeyer de 250 ml : dans les 3 premiers n° 1 - 2 - 3, volumer exactement 50 ml de la solution A de silicate de sodium. Dans les 3 autres Erlenmeyer n° 4 - 5 - 6, volumer exactement 40 ml de la solution B d'acide ; ajouter 7 ml de solution B dans le n° 4, 8 ml de solution B dans le n° 5, 9 ml de solution B dans le n° 6.

Verser l'Erlenmeyer n° 4 dans le n° 1, le n° 5 dans le n° 2 et le n° 6 dans le n° 3 en ayant soin d'agiter soigneusement puis, au moyen d'une pipette propre, verser 3 ml d'eau distillée dans l'Erlenmeyer n° 1, 2 ml d'eau distillée dans le n° 2, 1 ml d'eau distillée dans le n° 3.

Agiter soigneusement les Erlenmeyer pour homogénéiser chacune des solutions.

Rincer soigneusement les Erlenmeyer n° 4 - 5 - 6 avec de l'eau distillée et jeter à l'égout l'eau de rinçage.

Avec une pipette, prélever 10 ml dans l'Erlenmeyer n° 1 et les introduire dans le n° 4. Après avoir bien rincé la pipette, prélever 10 ml dans le n° 2 et les introduire dans le n° 5, enfin, après avoir bien rincé la pipette, prélever 10 ml dans le n° 3 et les introduire dans le n° 6. Ajouter environ 90 ml d'eau distillée dans chacun des Erlenmeyer n° 4 - 5 - 6 puis contrôler le TA et le TAC (voir méthode d'analyse) de chacune des solutions préparées.. Si les solutions ont été bien préparées l'une d'elle doit avoir un TA compris entre 12 et 15° pour un TAC compris entre 57 et 65° (normalement c'est la solution n° 2).

Si tous les TA sont inférieurs à 12° et si tous les TAC sont inférieurs à 57° , il faut diminuer la dose d'acide utilisée. Par exemple : dans les Erlenmeyer n° 1 - 2 - 3, verser 50 ml de solution A de silicate de sodium, puis :

dans l'Erlenmeyer n° 4 : 40 ml de solution B + 4 ml de B + 6 ml d'eau distillée.

dans l'Erlenmeyer n° 5 : 40 ml de solution B + 5 ml de B + 5 ml d'eau distillée.

dans l'Erlenmeyer n° 6 : 40 ml de solution B + 6 ml de B + 4 ml d'eau distillée.

Laisser la solution mûrir pendant 20 à 30 minutes ; une légère opalescence bleutée se développe.

Ajouter 90 ml d'eau à la solution ayant les titres TA et TAC les plus voisins de ceux indiqués ci-dessus, puis agiter soigneusement. On obtient ainsi une solution à 5 g par litre dont 1 ml correspond à 5 mg de SiO_2 (voir graphique n° 7).

Exemple : Dans un bécher contenant 1 litre d'eau à étudier, on a introduit 0,6 ml de solution à 5 grammes par litre de SiO_2 . Sur l'axe vertical, chercher le point A correspondant à 0,6 ml et situé à 6 cm de O. Suivre la droite AB jusqu'à ce qu'elle coupe la ligne OP. En B suivre la droite verticale BC jusqu'à son intersection C avec l'axe horizontal. Le point C situé à 6 cm de O correspond à un taux de traitement de 3 mg par litre de SiO_2 .

PREPARATION DE SOLUTIONS TITREES NECESSAIRES
AU CONTROLE ET TRAITEMENT DE L'EAU

Les solutions nécessaires au contrôle et traitement de l'eau se classent en deux catégories :

- celles pour lesquelles la concentration est un ordre de grandeur, les masses seront alors pesées à 1 g. près, les volumes mesurés à 1 ou 2 ml. près à l'éprouvette graduée ;
- celles pour lesquelles la préparation et le contrôle nécessitent des pesées rigoureuses au 1/10 mg., des mesures de volume à 0,05 ml. près (burette, fiole jaugée, pipette graduée ou jaugée).

PREPARATION DE SOLUTIONS TITREES

Elle se fait à partir de produits de commerce dont la pureté et le comportement nécessitent deux techniques de préparation.

1°) - PRODUIT DE PURETE SUPERIEURE A 99,5 % ET DONT LA MANIPULATION OU LA MISE EN SOLUTION N'ALTERE PAS LA PURETE -

Ces produits sont peu nombreux, leurs solutions constitueront des solutions de référence.

Peser dans un bécher propre et sec, la masse correspondant au titre souhaité à 0,2 mg. près. Introduire le produit dans une fiole jaugée, rincée à l'eau distillée, en prenant bien soin de rincer le bécher à l'eau distillée et de recueillir les eaux de rinçage dans la fiole jaugée. Introduire une quantité d'eau distillée telle que la fiole ne soit qu'à moitié pleine, agiter jusqu'à dissolution complète des cristaux. Compléter la fiole avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ; essuyer les gouttes d'eau distillée mouillant l'intérieur du col de la fiole au-dessus du trait de jauge, à l'aide d'un papier filtre Boucher et agiter très soigneusement. La solution doit être parfaitement homogène.

2°) - PRODUITS DE PURETE INFERIEURE A 99 % OU DONT LA MANIPULATION ALTERE LA PURETE -

C'est le cas :

- de la soude qui s'hydrate et se carbonate très vite à l'air et en présence du CO₂ dissout dans l'eau ;
- de l'iode qui se sublime et se dissout très lentement ;

.../...

- du thiosulfate de sodium qui réagit lentement avec l'oxygène et le CO_2 dissous dans l'eau ;
- etc...

De telles solutions ne peuvent être préparées à coup sûr à partir du produit du commerce, on préfère fabriquer une solution mère trop riche (en général supérieure de 10 % au titre souhaité) que l'on dose de suite ou après quelques jours et que l'on ajuste au titre souhaité.

a) Préparation d'une solution mère trop riche

Peser à 0,1 g. près la masse théoriquement nécessaire pour obtenir le titre souhaité + 10 %.

Ajouter la moitié de l'eau distillée correspondante, mesurée avec une éprouvette graduée (il est inutile d'effectuer cette opération dans une fiole jaugée). Dissoudre complètement les cristaux. Ajouter le reste de la quantité d'eau distillée nécessaire et bien homogénéiser (ceci est très important si l'on désire obtenir des résultats reproductibles)

b) Dosage de la solution mère

A l'aide d'une solution de référence adaptée (voir chaque cas particulier). La concentration obtenue doit être supérieure à celle espérée sinon il faut enrichir la solution mère en ajoutant du produit, homogénéiser puis redoser.

c) Ajustement

Cette opération consiste à ajouter V ml. d'eau à la solution mère trop riche pour obtenir une solution fille de titre égal ou titre désiré.

Calcul de V

Le fait d'ajouter V ml. d'eau à V_M ml. de solution mère de titre C_M ne change pas le nombre de moles d'équivalents qu'elle contient. On obtient une solution fille de volume $V_M + V$ et de titre C_F souhaité

$$V_M \times C_M = (V_M + V) C_F \quad C_M \text{ et } C_F \text{ sont connus}$$

On calcule V_M et V suivant deux méthodes.

- on pose $(V_M + V) =$ contenu de la fiole choisie et on calcule V et V_M
réalisation : dans la fiole choisie, rincée à la solution mère, on verse V ml. d'eau distillée (avec précision ; burettes, pipettes) puis on complète au trait de jauge avec la solution mère. On essuie l'intérieur du col de la fiole avec un papier filtre. On bouche, on agite soigneusement. Ceci peut se réaliser dans tous les cas.

- on pose V_M = contenu de la fiole choisie et on calcule V

réalisation : dans la fiole choisie, rincée à la solution mère, on introduit de la solution mère jusqu'au trait de jauge. On essuie l'intérieur du col de la fiole puis on ajoute V ml. d'eau distillée. On bouche, on agite soigneusement. Ceci n'est réalisable que si V est petit, c'est-à-dire si le titre de la solution mère est très proche de celui de la solution fille souhaitée.

PREPARATION DE SOLUTIONS
DE REFERENCE

Ces solutions très stables sont préparées directement par pesée de la masse calculée de produit RP. La masse est pesée à 0,5 mg. près, dans un bécher ou un sabot de pesée propre et sec.

On introduit les cristaux dans la fiole jaugée, on rince le sabot de pesée à l'eau distillée, l'eau de rinçage est récupérée dans la fiole. Introduire une petite quantité d'eau distillée, agiter jusqu'à dissolution totale des cristaux, ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, essuyer le col de la fiole, boucher soigneusement pour que la solution soit parfaitement homogène.

PRODUIT	COMPORTEMENT	MASSE A PESER POUR 1 L DE SOLUTION 0,100 N	USAGES
drogéné- phthalate potassium $C_6H_5 \begin{matrix} \text{COOH} \\ \text{COO}^- \end{matrix}$	$C_6H_5 \begin{matrix} \text{COOH} \\ \text{COO}^- \end{matrix} \rightleftharpoons H^+ + C_6H_5 \begin{matrix} \text{COO}^- \\ \text{COO}^- \end{matrix}$ monoacide faible	0,100 N → 0,1 M → 20,423 g/l	Dosage de la soude en présence de phénol phtaléine Conservation 1 an
$H_5 \begin{matrix} \text{COOH} \\ \text{COOK} \end{matrix}$	1 M 1 N 204,23 g/l		
drogéné- carbonate de sodium $CO_3^- Na^+$	$HCO_3^- + H^+ \rightleftharpoons CO_2 + H_2O$ monobase faible	0,100 N → 0,100 M → 8,401 g/l	Dosage des acides forts hélianthine Conservation 1 an
dicarbonate de	1 M 1 N 84,01 g/l		
acide oxalique $(COOH)_2, 2H_2O$	$\begin{matrix} \text{COOH} \\ \\ \text{COOH} \end{matrix} \rightleftharpoons \begin{matrix} \text{COO}^- \\ \\ \text{COO}^- \end{matrix} + 2H^+$ diacide faible	0,100 N → 0,050 M → 6,3035 g/l	Dosage des bases fortes en présence de phénol phtaléine POISON
1 M 2 N 126,07 g/l			
acide oxalique $(COOH)_2, 2H_2O$ ou oxalate de sodium $(COO Na)_2$	$\begin{matrix} \text{COO}^- \\ \\ \text{COO}^- \end{matrix} \rightleftharpoons 2 CO_2 + 2e^-$ Réducteur	126,07 g/l 0,100 N → 0,050 M → 6,3035 g/l	Dosage du permanganate de potassium (ajouter H_2SO_4 chauffer légèrement) Bonne conservation. POISON
1 M 2 N 126,07 g/l 134 g/l		0,100 N → 0,050 M → 6,700 g/l	

chromate	: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{=}$ + 14 H^+ + 6e \rightleftharpoons	: 0,100 N $\rightarrow \frac{1}{60}$ moles/l \rightarrow 4,9035 g/l	: Dosage des ré-
potassium	: 2 Cr^{3+} + 7 H_2O	:	: ducteurs
Cr_2O_7	: Oxydant puissant	:	: $\text{S}_2\text{O}_3^{=}$ Fe^{2+}
	: 1 M 6 N 294,27 g/l	:	: en présence
	:	:	: H_2SO_4 Bonne
	:	:	: conservation
	:	:	: 1 an
	:	:	: CORROSIF

PREPARATION D'UNE SOLUTION

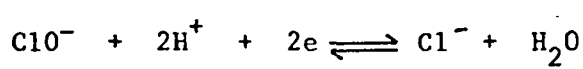
TITREE D'HYPOCHLORITE



<u>TEMPS</u>	:	<u>CONSERVATION</u>
1 heure	:	Faible durée de l'ordre de quel-
<u>PRODUITS</u>	:	ques heures. D'autant plus faible
- Eau de javel du commerce concentrée	:	que la concentration est basse
46° chlorométrique ou hypochlorite	:	
de calcium solide	:	
- Eau d'évian ou eau à demande en chlore	:	
nulle voir plus loin, ou eau du robinet	:	
- KI en solution à 100 g/l	:	
- Solution de thiosulfate de sodium	:	
<u>N</u>	:	
35,5	:	

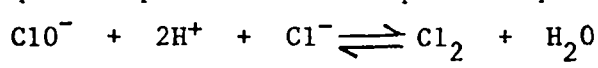
PROPRIETES CARACTERISTIQUES

1°) - L'HYPOCHLORITE DE SODIUM OU DE CALCIUM SONT OXYDANTS. -



une solution 1 M est 2 N

On exprime la concentration d'une solution d'hypochlorite en fonction du chlore qu'elle peut libérer d'après l'équation



- soit en degré chlorométrique : volume de chlore qu'1 l. de solution peut dégager par décomposition complète de ClO⁻ → une solution 1 M est à 22,4° chl.
- soit en g. ou mg. de chlore par litre : masse de chlore qu'un litre de solution peut dégager par décomposition complète → une solution 1 M est à 71 g/l de chlore.

Une solution d'hypochlorite 1 M est 2 N ↔ 22,4° chl. ↔ 71 g/l de chlore

Une solution $\frac{N}{35,5}$ d'hypochlorite peut libérer 1 g/l de chlore
1 ml. de cette solution libère 1 mg. de chlore

2°) - L'HYPOCHLORITE OXYDE LES MATIERES ORGANIQUES DE L'EAU -

Son titre varie très vite si on utilise de l'eau déminéralisée, moins vite si on utilise de l'eau d'évian (non chlorée) ou de l'eau du robinet qui est chlorée.

3°) - L'ION HYPOCHLORITE SE DECOMPOSE EN LIBERANT DU CHLORE -

Le titre de la solution est instable.

PREPARATION D'UN LITRE DE SOLUTION D'HYPOCHLORITE DE Na $\frac{N}{35,5}$

1°) - A PARTIR DE L'EAU DE JAVEL CONCENTREE DU COMMERCE 45° CHL. -

a) Préparation d'une solution mère environ $\frac{N}{35,5}$

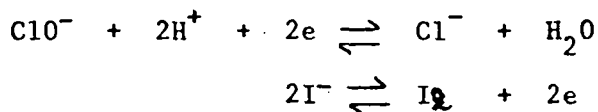
- Dans une fiole de 100 ml. rincée à l'eau distillée, prendre 10 ml. de solution du commerce (avec propipette). Compléter à 100 ml. avec de l'eau d'évian fraîchement ouverte ou de l'eau à demande en chlore nulle, ou de l'eau du robinet.

b) Préparation et dosage de la solution fille environ $\frac{N}{35,5}$

Cette solution est préparée au moment de son emploi.

- Prélever 10 ml. de solution mère (pipette + propipette) que l'on place dans une fiole jaugée de 100 ml. rincée à l'eau d'évian. Compléter à 100 ml. avec de l'eau d'évian. Homogénéiser.

- Dosage en présence d'iodure de K



On dose l'iode libérée par une solution $\frac{N}{35,5}$ de thiosulfate de sodium


$\left\{ \begin{array}{l} \text{thiosulfate de sodium } \frac{N}{35,5} = C_1 \\ V_1 \\ V_2 \quad 10 \text{ ml. de solution d'hypochlorite } C_2 \\ \quad 20 \text{ ml. solution KI } 100 \text{ g/l} \\ \quad 15 \text{ gouttes d'acides acétique "glacial"} \end{array} \right.$
brun \rightarrow *incolore*

A l'équivalence

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2} \neq$$

- Détermination du chlore contenu dans l'eau utilisée à la fabrication de la solution

.../...


 thiosulfate de sodium $\frac{N}{35,5}$
 10 ml. d'eau utilisée
 1 cristal de KI
 1 ml. empois d'amidon

si une coloration se développe, verser
 du thiosulfate jusqu'à sa disparition
 V Volume de thiosulfate versé

Si au cours de ce contrôle, il faut verser V ml. de thiosulfate c'est que cette eau contenait du chlore. Le volume de thiosulfate intervenant dans le calcul de C₂ est non pas V₁ mais V₁ - V ml. correction inutile si on utilise de l'eau à demande nulle en chlore.

1 ml. de solution de concentration C₂ libère C₂ x 35,5 mg. de chlore

2°) - A PARTIR D'HYPOCHLORITE DE CALCIUM 2 ClO⁻ Ca²⁺ = 143 g. -

- Préparation de 100 ml. de solution mère de titre compris entre 9 et 12 g. de chlore par litre.
- Peser environ 2 g. d'hypochlorite de Ca. Introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Dissoudre avec un peu d'eau d'Evian. Compléter à 100 ml. Agiter et laisser reposer.

- Préparation et dosage de la solution fille de concentration voisine de 1 g. de chlore par litre
- Prélever 10 ml. de solution mère et verser dans une fiole jaugée de 100 ml. rincée à l'eau du robinet. Compléter à 100 ml. avec de l'eau d'évian ou du robinet. Doser comme en 1 b.

PREPARATION DE 1 L. DE SOLUTION DE THIOSULFATE DE SODIUM $\frac{N}{35,5}$

Cette liqueur permet de contrôler facilement les solutions de chlore ou chlore résiduel dans l'eau. 1 ml. de cette solution correspond à 1 mg. de chlore.

A. SOLUTION A UTILISER DANS LES 2 JOURS

- 1) Peser avec précision 6,99 g de thiosulfate de sodium, 5H₂O (Na₂S₂O₃, 5H₂O)
- 2) Verser dans une fiole de 1 l. rincée à l'eau distillée
- 3) Verser de l'eau distillée de façon à remplir les 2/3 de la fiole
- 4) Agiter jusqu'à dissolution complète des cristaux
- 5) Compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Essayer le haut du col de la fiole. Boucher, agiter longuement, pour bien homogénéiser.

.../...

B. SOLUTION POUVANT SE CONSERVER PLUSIEURS MOIS

Cette solution se conserve moins bien que la solution 0,100 N préparée par la 2° méthode. Aussi, est-il préférable de préparer la solution $\frac{N}{35,5}$ à partir de la solution stabilisée 0,100 N.

1°) - PREPARATION PAR DILUTION DE LA SOLUTION STABLE 0,100 N préparée par la 2° méthode II.B.

. Dans une fiole de 1 l. rincée à l'eau distillée, mettre 282 ml. de solution de thiosulfate de sodium 0,100 N

$$V_{\text{sol. mère}} \times C_{\text{sol. mère}} = (V_{\text{sol. mère}} + V_{\text{eau}}) C_{\text{sol. fille}}$$

$$0,200 \text{ N} \quad 1\ 000 \text{ ml.} \quad \frac{N}{35,5}$$

pipettes jaugées { 100 ml. 2 fois 200 ml.
50 ml. 1 fois 50 ml.
25 ml. 1 fois 25 ml.

$$\rightarrow V_{\text{sol. mère}} = 281,69 \text{ ml.}$$

pipettes graduées { 10 ml. 7 ml.
282 ml.

$$V_{\text{eau}} = 718,31 \text{ ml.}$$

Remarque : peut se mesurer à l'éprouvette graduée (moins précis)

. Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Essuyer le col

Homogénéiser

2°) - PREPARATION DIRECTE suivant la même technique que pour la solution 0,100 N 2° méthode

. Peser environ 7,2 g. de thiosulfate de sodium, $5\text{H}_2\text{O}$ puis procéder comme II.B. 2, 3, 4, 5.

PREPARATION D'UNE SOLUTION TITREE

D'IODE $I_2 = 253,84$ g

<u>TEMPS</u>	:	<u>CONSERVATION</u>
1 journée (12 h. d'agitation)	:	Quelques mois à l'abri de la lumière
<u>PRODUITS</u>	:	(flacon jaune) dans flacon bouché
I_2 bisublimé 14 g.	:	émeri (l'iode attaque le liège et le
solution KI 100 g/l 1,5 l.	:	caoutchouc)
solution $S_2O_3Na_2$ 0,100 N 50 ml.	:	
	:	

I. PRESENTATION - PROPRIETES

1°) - L'IODE EST UN OXYDANT $I_2 + 2e \rightleftharpoons 2I^-$

Une solution 1 M est 2 N et à 253,84 g/l

2°) - ON LE TROUVE DANS LE COMMERCE SOUS FORME DE CRISTAUX GRIS VIOLACES PURS -

Il se sublime facilement, donc ne peut être pesé avec précision.

Il est *peu soluble* dans l'eau, mais soluble dans une solution d'iodure de K (solubilisation lente) contenant au moins 1 mole I^- par mole d' I_2 . Le couple (I_2, I^-) ou I_3^- (ion iode ioduré) se comporte en oxydo réduction exactement comme I_2 : $I_3^- + 2e \rightleftharpoons 3I^-$

Une solution 1 M en iode est 2 N et contient 253,84 g/l d'iode + au moins 126,92 + 39 g d'iodure de K.

La solution se prépare avec une solution d'iodure de K (à environ 100 g/l) et non avec de l'eau distillée. Toute dilution ou ajustement de même.

I. PREPARATION DE 1 L. DE SOLUTION D'IODE EXACTEMENT 0,100 N

PRINCIPE - On prépare environ 1 l. de solution trop riche (10 % en plus de la masse théorique) que l'on dose par une solution de thiosulfate de Na 0,100 N puis que l'on ajuste.

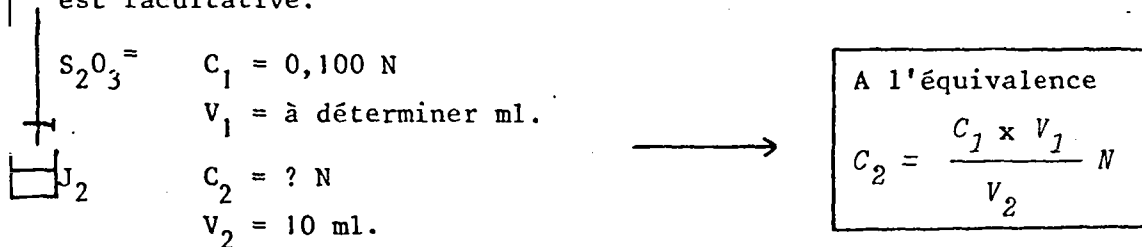
REALISATION -1) Peser environ 14 g. d'iode

2) Préparer environ 1,5 l. de solution de KI à environ 100 g/l

3) Mettre l'iode dans un récipient quelconque de 1 l. (pas besoin de fiole jaugée) rincé à l'eau distillée. Ajouter environ 3/4 l. de solution de KI *mettre sur agitateur magnétique environ 12 h.*

4) Au bout de ce temps filtrer la solution obtenue, ajouter de la solution de KI de façon à obtenir environ 1 l. de solution mère (plutôt moins que plus)

5) Doser par une solution de thiosulfate 0,100 N. La présence d'empois d'amidon est facultative.



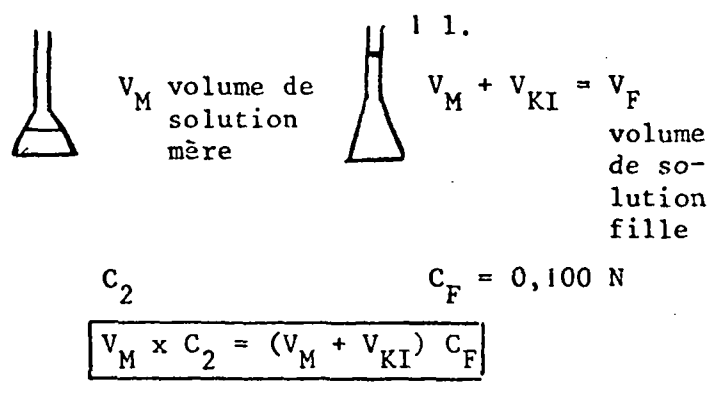
Jaune → Incolore

6) Ajuster avec V_{KI} de solution d'iodure de potassium à 100 g/l

Dans une fiole de 1 l. rincée à la solution mère d'iode verser V_{KI} ml. de solution d'iodure de K.

Compléter au trait de jauge avec la solution mère d'iode.

Homogénéiser



II. SOLUTION D'EMPOIS D'AMIDON

=====

Peser 1 à 3 grammes d'amidon, verser ce poids dans un petit béccher ou dans un Erlenmeyer, ajouter 100 millilitres d'eau distillée, bien agiter. Chauffer très modérément jusqu'à ébullition. Lorsque celle-ci est atteinte, laisser quelques secondes pour que la solution fasse 3 à 5 bouillonnements. Puis laisser refroidir et décanter. Transvaser la solution dans un flacon bien propre.

IV. IODURE DE POTASSIUM

=====

Approvisionner en iodure de potassium cristallisé et pur. Solution d'iodure de potassium à 100 g/l. Peser à 1 g. près 100 g. de KI, dissoudre dans le volume d'eau distillée permettant d'obtenir environ 1 l. de solution.

PREPARATION D'UNE SOLUTION TITREE

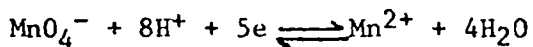
DE PERMANGANATE DE POTASSIUM

K Mn O4 = 158,03 g

<p><u>TEMPS</u></p> <p>15' pour usage immédiat (1° méthode)</p> <p>15' puis 1 h. espacés d'une dizaine de jours pour longue conservation (2° méthode)</p>	<p><u>CONSERVATION</u></p> <p>Quelques jours pour solution $\frac{N}{8}$ ou 0,100 N selon 1° méthode</p> <p>Quelques heures pour solution $\frac{N}{80}$ ou 0,01 N selon 1° méthode ou 2° méthode</p> <p>Plusieurs mois pour solution $\frac{N}{8}$ selon 2° méthode, dans flacons bouchés émeri ou verre jaune, à l'abri de la lumière</p>
<p><u>PRODUITS</u></p> <p>K Mn O4 RP 4 g. pour 1 litre $\frac{N}{8}$</p> <p>COOH</p> <p>COOH, 2H2O solution 0,100 N 100 ml.</p>	

PRESENTATION - PROPRIETES

1°) LE PERMANGANATE DE POTASSIUM EST OXYDANT



Une solution 1 M est 5 N et à 158,03 g/l

2°) - SE PRESENTE SOUS FORME DE CRISTAUX VIOLETS, PURS SE DISSOLVANT ASSEZ LENTEMENT

3°) - REAGIT AVEC LES MATIERES ORGANIQUES DE L'EAU, LE LIEGE, LE CAOUTCHOUC, LE PAPIER FILTRE, QU'IL OXYDE.

Son titre évolue pendant quelques jours puis reste stable.

Préparer une solution un peu trop riche (5 % en plus de la masse théorique) la laisser reposer 10 à 15 jours, la filtrer, la doser, l'ajuster.

I. PREPARATION DE 1 L. DE PERMANGANATE DE POTASSIUM N/8

POUR USAGE IMMEDIAT - 1° Méthode - Conservation quelques jours

- Peser exactement 3,951 de KMnO4 RP

- Mettre dans une fiole de 1 l. rincée à l'eau distillée, ajouter de l'eau distillée pour que la fiole soit remplie à moitié.

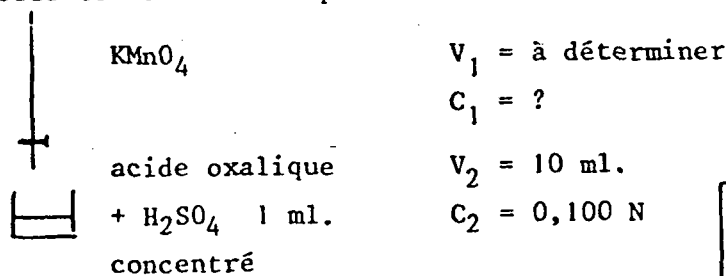
Agiter très longuement

- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau distillée. Essuyer le haut du col de la fiole

Homogénéiser avec beaucoup de soin

POUR CONSERVATION DE QUELQUES MOIS

- Peser environ 3,7 g. de $KMnO_4$ RP
- Le mettre dans un flacon contenant environ 1 l. Ajouter environ 1 l. d'eau distillée (éprouvette graduée) plutôt moins que plus, chaude
- Agiter, laisser reposer une quinzaine de jours bien bouché, à l'abri de la lumière
- Doser cette solution par une solution titrée d'acide oxalique 0,100 N



A l'équivalence

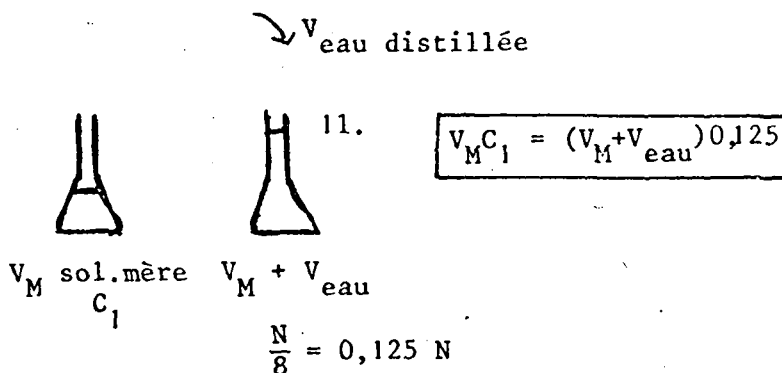
$$C_1 = \frac{V_2 \cdot C_2}{V_1}$$

$C_1 > \frac{N}{8}$

chauffer pour amorcer la réaction 70° maximum
incolore → rose

- Ajuster

Dans une fiole de 1 l. rincée à l'eau distillée mettre V_M de solution mère de permanganate. Compléter à l'eau distillée.



Homogénéiser

PREPARATION D'UNE SOLUTION TITREE'

DE SOUDE M = 40 g.

<u>TEMPS</u>	<u>CONSERVATION</u>
1 heure	Variable, se carbonate. Il est préférable de vérifier le titre avant chaque usage avec une solution de référence hydrogénéphthalate de K ou acide sulfurique ou (phénol phtaléine ou acide sulfurique ou chlorhydrique de titre exact connu (bleu de bromothymol)
<u>PRODUITS</u>	
Soude en pastilles	
solution hydrogénéphthalate de K 0,100 N ou acide oxalique 0,100 N ou acide sulfurique 0,100 N	

I. CARACTERISTIQUES - PROPRIETES

1°) - LA SOUDE EST UNE MONOBASE $\text{Na}^+, \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Na}^+ + \text{OH}^-$

1 solution 1 M est 1 N et à 40 g/l

2°) - C'EST UN COMPOSE :

- caustique : ne pas toucher à la main nue, ne pas pipeter à la bouche des solutions concentrées
- corrosif : attaque le verre, éviter un long séjour dans des récipients gradués ou jaugés. Les rincer avec soin
- qui s'hydrate et se carbonate : au contact de l'air, la solution se carbonate facilement → son titre varie

La préparation se fera par préparation d'une solution mère trop riche (7 à 10 % de la masse théorique en plus) que l'on dose puis que l'on ajuste. Les solutions seront redosées avant usage.

II. PREPARATION DE 1 L. DE SOLUTION $\frac{N}{25}$ DE SOUDE

1°) - PREPARATION DE LA SOLUTION MERE TROP RICHE

- Pour avoir 1 l. de solution fille, on prépare 1,1 l. de solution mère. Peser environ 1,93 g. de soude sans avoir à couper de pastilles (en peser plutôt un peu plus)

- Mettre ces pastilles dans un récipient en verre Pyrex pouvant contenir 1,1 l. de solution ; ajouter par petites quantités et en agitant environ 1,1 l. d'eau distillée. Bien homogénéiser, vérifier que les pastilles sont bien dissoutes. *La dissolution dégage de la chaleur ; attendre qu'elle soit froide pour doser.*

2°) - DOSAGE DE LA SOLUTION MERE PAR UNE SOLUTION TITREE ACIDE



acide : hydrogénophtalate de K
ou acide oxalique
ou H₂SO₄ ou HCl
V_A C_A = 0,100 N



soude V_B = 25 ml. C_B = ?
+ phénol phtaleine si on utilise
hydrogénophtalate en acide oxalique

A l'équivalence
$$C_B = \frac{C_A \times V_A}{V_B}$$

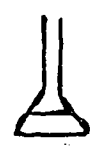
rose → incolore

+ bleu de bromothymol si on utilise
H₂SO₄ ou HCl

bleu → vert

3°) - AJUSTEMENT à $\frac{N}{25}$

- Dans une fiole de 1 l. rincée à la solution mère verser V_{eau} distillée



V_M solution mère
C_B précédent



V_M + V = solution fille
c = $\frac{N}{25}$

- Ajuster au trait de jauge avec la solution mère. Essayer le col de la fiole, homogénéiser

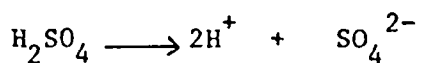
$$V_M \times C_B = (V_M + V) C$$

PREPARATION D'UNE SOLUTION TITREE

D'ACIDE SULFURIQUE

<u>TEMPS</u>	<u>CONSERVATION</u>
1 heure	Excellente à l'abri
<u>PRODUITS</u>	de la lumière. Flacon
Acide sulfurique d 1,84	bouché
% 95-98 1 ml.	
Hydrogénocarbonate de sodium	
M = 84,01 g N/25 100 ml	
ou hydrogénocarbonate de potassium	
M = 100,1 g N/25 100 ml.	
hélianthine ou bleu de bromothymol	

I. PROPRIETES - SECURITE

1°) - L'ACIDE SULFURIQUE EST UN DIACIDE FORT

Une solution 1 M et 2 N et à 98,08 g/l

La solution du commerce d = 1,84 % massique = 95-97 est environ 35 N

2°) - L'ACIDE SULFURIQUE EST TRES CORROSIF

Eviter tout contact avec la bouche, les yeux et la peau

Pipeter les solutions concentrées à la propipette.

3°) - SA DISSOLUTION DANS L'EAU EST TRES EXOTHERMIQUE ET RISQUE DE PROVOQUER DES PROJECTIONS

NE JAMAIS VERSER D'EAU DANS L'ACIDE CONCENTRE

Toujours verser lentement l'acide dans l'eau, travailler dans des récipients en verre Pyrex.

I. PREPARATION DE 1 L. D'ACIDE SULFURIQUE N/25

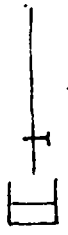
1°) - PREPARATION D'UNE SOLUTION UN PEU TROP RICHE

. dans un récipient en verre pyrex de contenance 1 l. mettre 500 à 600 ml. d'eau distillée (mesurer ce volume)

. à l'aide d'une propipette, prélever 1,4 ml. d'acide concentré que l'on fait écouler doucement dans l'eau distillée du récipient précédent. Bien agiter.

. ajouter l'eau nécessaire pour que l'on ait environ 1,1 l. de solution (plutôt un peu moins qu'un peu plus). Agiter soigneusement

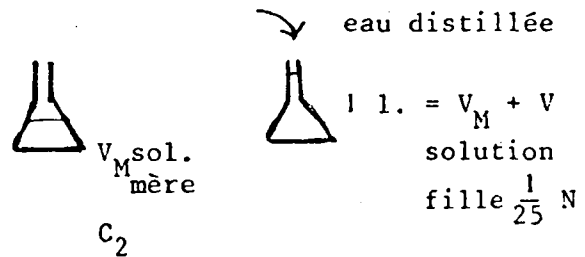
2°) - DOSAGE DE LA SOLUTION TROP RICHE (à faire très soigneusement)


 { Hydrogénocarbonate de K ou Na
 $C_1 = \frac{N}{25} \quad V_1$
 V_2 10 ml. de solution trop riche
 $C_2 = ?$
 hélianthine ou bleu de bromothymol
 rose → orangé jaune → vert

A l'équivalence $C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2}$
--

3°) - AJUSTEMENT A EXACTEMENT N/25

. dans une fiole jaugée de 1 l. rincée à la solution trop riche, verser V ml. d'eau distillée . compléter à 1 l. avec la solution trop riche. Essuyer le col de la fiole. Bien homogénéiser.



$V_M \times C_2 = (V_M + V) \times \frac{1}{25}$
--

CONSERVATION DES SUSPENSIONS, DES RÉACTIFS
EN SOLUTION ET DES LIQUEURS TITRÉES

Les indications données ne sont valables que si l'on a bien soin de manipuler avec beaucoup de précautions. Il est recommandé de bien rincer les pipettes, burettes et la verrerie à l'eau distillée.

1 - SUSPENSIONS -

Les réactifs qui sont préparés sous forme de suspension sont ceux qui sont peu solubles ou insolubles.

Lait de chaux

On peut conserver 1 mois le lait de chaux à 20 grammes par litre : par contre si on est obligé de faire une suspension plus diluée, il est indispensable de la préparer au moment de l'utilisation.

Suspension de charbon actif

Cette suspension doit être préparée au moment des essais.

Suspension de carbonate de calcium

Cette suspension peut être conservée 1 mois.

2 - SOLUTIONS -

Eau de chaux

Cette solution ne doit pas être conservée plus de 4 jours.

Carbonate de sodium à 20 grammes par litre

Cette solution préparée dans l'eau distillée se conserve une semaine. Une solution plus diluée doit être préparée à partir de la solution à 20 grammes par litre au moment de l'utilisation. Sa conservation ne doit pas excéder une journée.

Sulfate d'aluminium à 100 grammes par litre

Cette solution peut être conservée 5 à 6 mois. Une solution diluée doit être préparée chaque jour à partir de la solution à 100 g/l.

Sulfate ferrique à 100 grammes par litre

Cette solution peut être conservée 5 à 6 mois (si l'on observe la formation d'un précipité avant ce temps, il faut faire une nouvelle solution). Les solutions plus diluées doivent être préparées au moment de l'emploi.

Chlorure ferrique à 100 grammes par litre

Cette solution se conserve 5 à 6 mois. Les solutions plus diluées se préparent au moment de l'emploi.

Floculants

D'une façon générale, il est bon de ne pas dépasser une semaine de conservation pour les concentrations comprises entre 0,5 et 1% ; il est souvent préférable de les préparer quelques heures avant utilisation. Ce sont pour la plupart des produits organiques qui peuvent s'ensemencer par les pollutions de l'atmosphère.

Silice activée

La solution de silicate de sodium et la solution d'acide se conservent 5 à 6 mois. Les solutions de silice activée à 1 % et à 0,5 % doivent être préparées chaque jour à partir des solutions de silicate de sodium et d'acide sulfurique.

Solution de chlore à 10 grammes par litre, ou plus concentrée

Cette solution se conserve très mal ; il ne faut pas dépasser 2 semaines. De toute façon, il faut préparer une solution diluée en utilisant de l'eau du robinet ou de l'eau d'Evian au moment de l'emploi et titrer cette solution fraîchement préparée. Il n'y a aucune différence si l'on utilise l'hypochlorite de sodium ou si l'on utilise l'hypochlorite de calcium.

Solution d'empois d'amidon

Cette solution doit être refaite toutes les 2 semaines ; l'amidon est un corps organique et ses solutions constituent un excellent milieu de culture. On s'aperçoit facilement de la détérioration de la solution, car en présence de faible quantité d'iode, la couleur développée n'est pas franchement bleue.

3 - REACTIFS -

Iodure de potassium en cristaux

Conserver dans un récipient en verre jaune brun, bien bouché. Contrôler à intervalles réguliers que les cristaux sont bien blancs ; s'ils sont jaunes, il faut changer le produit.

Orthotolidine

Se conserve 5 à 6 mois. Vérifier que la solution n'ait pas une couleur jaune.

Réactif de Nessler

Ce réactif a une teinte légèrement jaunâtre. Il est nécessaire de le conserver dans des flacons en verre jaune et de vérifier si la teinte jaune n'est pas trop accentuée et s'il n'y a pas un dépôt abondant ; durée de conservation : 1 à 2 mois.

Hélianthine

Cette solution se conserve plus de 6 mois. Elle doit avoir une couleur jaune orangée. S'il apparaît une couleur orangée rose ou rouge, jeter le réactif.

Phénolphtaléine

Cette solution se conserve également plus de 6 mois. Elle doit être incolore : si une coloration apparaît, jeter le réactif.

Réactifs pour le dosage du fer, le dosage des nitrites ou pour la détermination du pH par la méthode colorimétrique.

Ils doivent être renouvelés tous les deux mois. Il faut utiliser des pipettes ou des comptes-gouttes soigneusement lavés et rincés 2 à 3 fois avec de l'eau distillée, puis séchés.

4 - LIQUEURS TITREES - (cf sur chaque feuille de préparation)

Les liqueurs titrées doivent être utilisées avec un grand soin ; il ne faut jamais remettre dans le flacon une liqueur qui a été prélevée dans une pipette, une burette ou une fiole quelconque, sauf si la verrerie a été lavée avec beaucoup de soin, rincée abondamment à l'eau distillée et ensuite bien séchée.

ETUDE DE LA PRÉCHLORATION

Le traitement de préchloration participe à l'abaissement de la teneur en matières organiques de l'eau brute. Il diminue la teneur en bactéries pathogènes, plancton, etc..., et lorsque la dose de chlore utilisée atteint une certaine valeur dépendant de la quantité de matières organiques et d'ammoniaque de l'eau brute, il est possible d'éliminer la totalité ou la plus grande partie de l'azote ammoniacal.

Il y a donc un grand intérêt à adopter une dose de chlore correspondant au point critique ou break-point que l'on peut définir de la façon suivante :

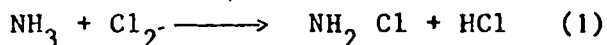
I - THEORIE DU POINT CRITIQUE OU BREAK-POINT -

Lorsqu'on introduit des doses croissantes de chlore dans des fractions aliquotes d'un échantillon homogène d'eau brute, et qu'on mesure le chlore résiduel dans chaque fraction après un certain temps de contact, on constate souvent que les résultats suivent une loi caractéristique.

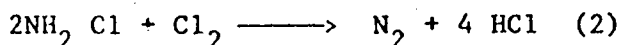
Le graphique n° 8 donne le type de courbe obtenue lorsque l'eau contient de l'ammoniaque soit libre, soit liée sous forme de fonctions amines, à des composés organiques.

La courbe est décomposée en trois éléments :

La première branche montante, OA, correspond à une réaction de substitution entre le chlore et l'ammoniaque ou les composés ammoniacaux aboutissant à la formation de chloramines ; dans le cas de l'ammoniac, la réaction peut s'écrire :



Au point A la réaction (1) est terminée. A partir du point A, toute quantité de chlore supplémentaire détruit les chloramines formées suivant la réaction :



Les équations (1) et (2) sont tout aussi valables avec une amine organique du type $R-NH_2$ ou R_2NH qu'avec l'ammoniaque. Seules les vitesses de réactions diffèrent et peuvent dans certains cas être très lentes (de quelques heures à quelques jours).

Remarque : Cette réaction est lente, et dépend donc du temps. Il reste le plus souvent une petite quantité d'ammoniaque au point B et la petite quantité de chlore résiduel est sous forme de chloramine.

Au-delà du point B appelé point critique ou break-point, toute quantité de chlore ajoutée en excès se retrouve intégralement sous forme de chlore libre. La courbe représentative devient donc une droite à 45° si l'on prend la même unité sur les deux axes. Si on prolongeait le temps de contact, on obtiendrait une courbe dont le minimum passe en B'; dans la partie OB' il n'y a pas de chlore libre et dans la partie B'C' on est en présence uniquement de chlore libre alors que sur la branche BC on a une petite quantité de chloramine et du chlore libre.

II - TECHNIQUES POUR LA DETERMINATION DU POINT CRITIQUE -

Il faut opérer sur de l'eau brute fraîchement prélevée. Dès le prélèvement, effectuer le dosage de l'ammoniaque, car l'ordre de grandeur de la dose de chlore à introduire est égale à environ 7 à 8 fois la valeur trouvée et exprimée en mg/litre NH_4 .

Préparer une solution de chlore à une concentration voisine de 1 g/litre (voir préparation des solutions).

Prendre 10 flacons de 1 litre très propres et si possible bouchés émeri ; inscrire un numéro d'ordre sur chacun d'eux.

Verser dans chaque flacon un litre d'eau fraîchement prélevée. Prenons par exemple une eau contenant 0,4 mg/litre NH_4 , la dose de chlore correspondant au point critique sera voisine de :

$$0,4 \times 7 = 2,8 \text{ mg/litre et } 0,4 \times 8 = 3,2$$

on aura donc intérêt à resserrer la dose de chlore introduite dans cette partie.

Par exemple, on introduira :

1 mg de chlore dans le flacon n° 1 ; boucher et agiter,

2 mg de chlore dans le flacon n° 2 ; boucher et agiter,

2,5 mg de chlore dans le flacon n° 3 ; boucher et agiter,

3 mg de chlore dans le flacon n° 4 ; boucher et agiter,

3,5 mg de chlore dans le flacon n° 5 ; boucher et agiter,

.../...

4 mg de chlore dans le falcon n° 6 ; boucher et agiter,
5 mg de chlore dans le flacon n° 7 ; boucher et agiter,
6 mg de chlore dans le flacon n° 8 ; boucher et agiter,
8 mg de chlore dans le flacon n° 9 ; boucher et agiter,
10 mg de chlore dans le flacon n° 10 ; boucher et agiter.

Placer les flacons à l'abri de la lumière, à température constante, (voisine de la température de l'eau brute).

Puis après un temps de contact correspondant au temps de passage de l'eau dans l'installation de traitement (si possible 2 heures ou plus) : mettre dans chacun des flacons environ 1 gramme de cristaux d'iodure de potassium, bien agiter ; il se développe une couleur jaune pâle à jaune brun dans les eaux contenant encore du chlore.

Mettre la solution de thiosulfate de sodium N/35,5 dans la burette et déboucher :

- le flacon n° 1 (couleur jaune) ; mettre 2 gouttes de solution de thiosulfate, reboucher le flacon, agiter. Si la couleur est encore suffisamment jaune, déboucher le flacon et mettre 2 gouttes de solution de thiosulfate, reboucher le flacon et agiter, etc..., puis lorsque la couleur jaune est très pâle, ajouter 2 ml de solution d'empois d'amidon dans le flacon ; il se développe une couleur bleue. Continuer à ajouter 2 gouttes par 2 gouttes de solution de thiosulfate en ayant soin d'agiter très violemment après chaque addition. Arrêter lorsque la couleur bleue a disparu. Lire le nombre de millilitres ou de 1/10èmes de millilitre sur la burette. 1 ml correspond à 1 mg de chlore ; dans l'exemple choisi, on lit : 0,8 ml (graphique 8).

- le flacon n° 2 (couleur jaune intense) ; introduire 0,5 ml de solution de thiosulfate de sodium N/35,5 ; reboucher le flacon et agiter violemment. Si la couleur est jaune pâle, par exemple, on continue en ajoutant la solution de thiosulfate de sodium 2 gouttes par 2 gouttes et en agitant soigneusement après chaque addition : lorsque la couleur est jaune très pâle, ajouter 2 ml d'empois d'amidon qui développe une couleur bleue. Bien agiter et continuer le dosage jusqu'à décoloration.

- avec les flacons n° 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 et 10, procéder comme pour les flacons n° 1 et 2. Lorsque la couleur est jaune brun dans le flacon, on peut ajouter des volumes de 0,5 ml de solution de thiosulfate de sodium N/35,5, pour gagner du temps, on résume les résultats sous forme de tableau.

Par exemple :

Chlore introduit en mg de Cl par litre	Nombre de ml lus sur la burette	Nombre de ml réellement versés dans le flacon	Chlore résiduel en mg de Cl par litre
1	0,8	$0 - 0,8 = 0,8$	0,8
2	1,85	$1,85 - 0,8 = 1,05$	1,05
2,5	2,30	$2,30 - 1,85 = 0,45$	0,45
3	2,60	$2,60 - 2,30 = 0,30$	0,30
3,5	3,25	$3,25 - 2,60 = 0,65$	0,65
4	4,35	$4,35 - 3,25 = 1,10$	1,10
5	6,45	$6,45 - 4,35 = 2,10$	2,10
6	9,55	$9,55 - 6,45 = 3,10$	3,10
8	14,65	$14,65 - 9,55 = 5,10$	5,10
10	21,75	$21,75 - 14,65 = 7,10$	7,10

Tracer le graphique (graphique n° 8) représentant les résultats.

Sur le graphique n° 8, 1 mg de chlore est représenté par 2 centimètres sur les 2 axes ; la partie BC est donc à 45° et la dose de chlore résiduel au point critique ou break-point est égale à 0,27 mg/litre.

Méthode rapide (encore appelée test 10 ppm)

Doser l'ammoniaque : par exemple 0,4 mg par litre en NH_4 .

Prélever 1 litre d'eau brute dans un flacon ; boucher émeri.

Introduire dans ce flacon 10 mg de chlore, boucher et agiter soigneusement.

Laisser en contact, à l'abri de la lumière, à température constante pendant le temps correspondant au temps de passage de l'eau dans l'installation (si possible 2 heures ou plus).

Puis doser le chlore restant en suivant la méthode indiquée précédemment.

Déterminer le point critique graphiquement (graphique n° 9).

Tracer 2 axes OA et OR ; représenter sur l'axe horizontal la quantité de chlore introduit; par exemple 1 mg est représenté par 2 cm, 10 mg seront donc représentés par 20 cm.

La dose de chlore résiduel a été trouvée égale à 7,1 mg.

Sur l'axe horizontal, porter $OA = 20$ cm représentant les 10 mg de chlore introduit. En A, tracer une droite verticale parallèle à l'axe vertical OR, le segment AC sur la verticale passant par A doit correspondre à 7,1 mg de chlore, et avec l'échelle choisie il doit être égal à 14,2 cm.

Sur l'axe horizontal OA à partir du point A, prendre une longueur égale à 14,2 cm, ce qui donne le point B ; la droite joignant le point C au point B est inclinée à 45° et le segment OB = 5,8 cm représente 2,9 mg de chlore qui est la dose de chlore à introduire pour être au point critique.

Cette technique ne permet pas de bien figurer la courbe d'absorption en chlore de l'eau, mais en cas d'urgence, elle permet de gagner du temps.

Lorsque la dose d'ammoniaque est supérieure à 1 mg/litre, on introduit une dose de chlore supérieure à 10 mg ; par exemple : 15 mg de l à 1,3 - 20 mg de l,3 à 1,7 mg de NH_4 , etc...

Les eaux ne présentent pas toutes un point critique ou break-point ; on trouve également, parfois, un point critique peu net.

III - CONTROLE DU TRAITEMENT -

Si on a ajusté le débit de chlore en fonction des résultats obtenus en laboratoire et que l'on constate à la sortie des filtres une teneur en chlore résiduel comprise entre 0,1 et 0,2 mg/litre, on a toutes les chances d'être bien au break-point ; si on peut disposer d'un appareil de mesure ampérométrique ou d'une trousse permettant de différencier le chlore libre du chlore combiné, il est bon d'ajuster le traitement de façon à obtenir un léger résiduel de chlore libre, ce qui signifiera que le break-point est légèrement dépassé, condition optimale du bon rendement de ce traitement.

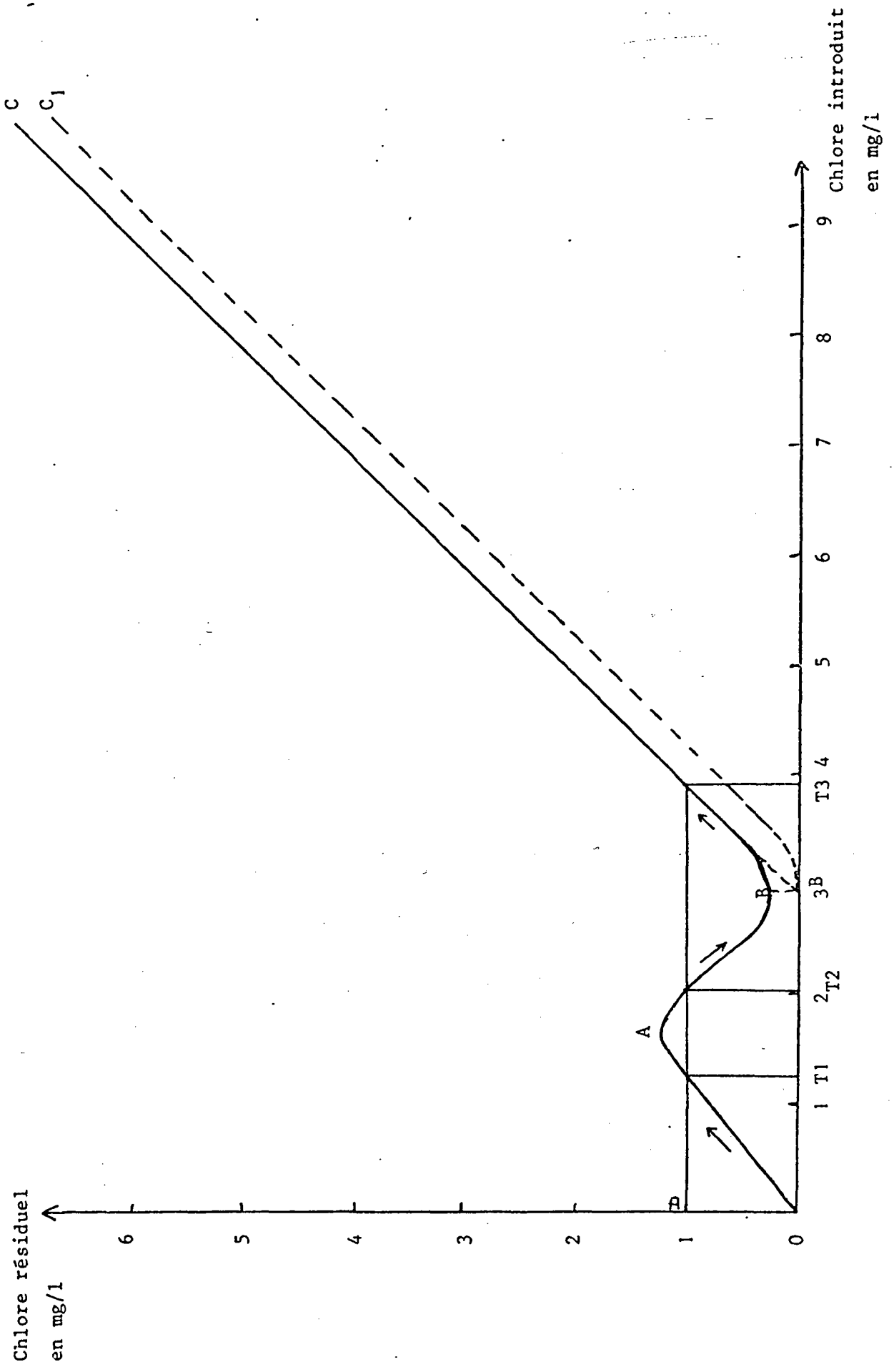
Si par contre, on mesure un chlore résiduel supérieur à 0,2 mg/litre, on peut se demander sur quelle branche de courbe se situe le traitement actuel.

En effet, si nous nous reportons de nouveau au graphique n° 8, nous voyons qu'une teneur résiduelle matérialisée par le segment OD peut correspondre à 3 taux de traitements différents ; cependant, il est facile de savoir rapidement à quel cas nous avons affaire :

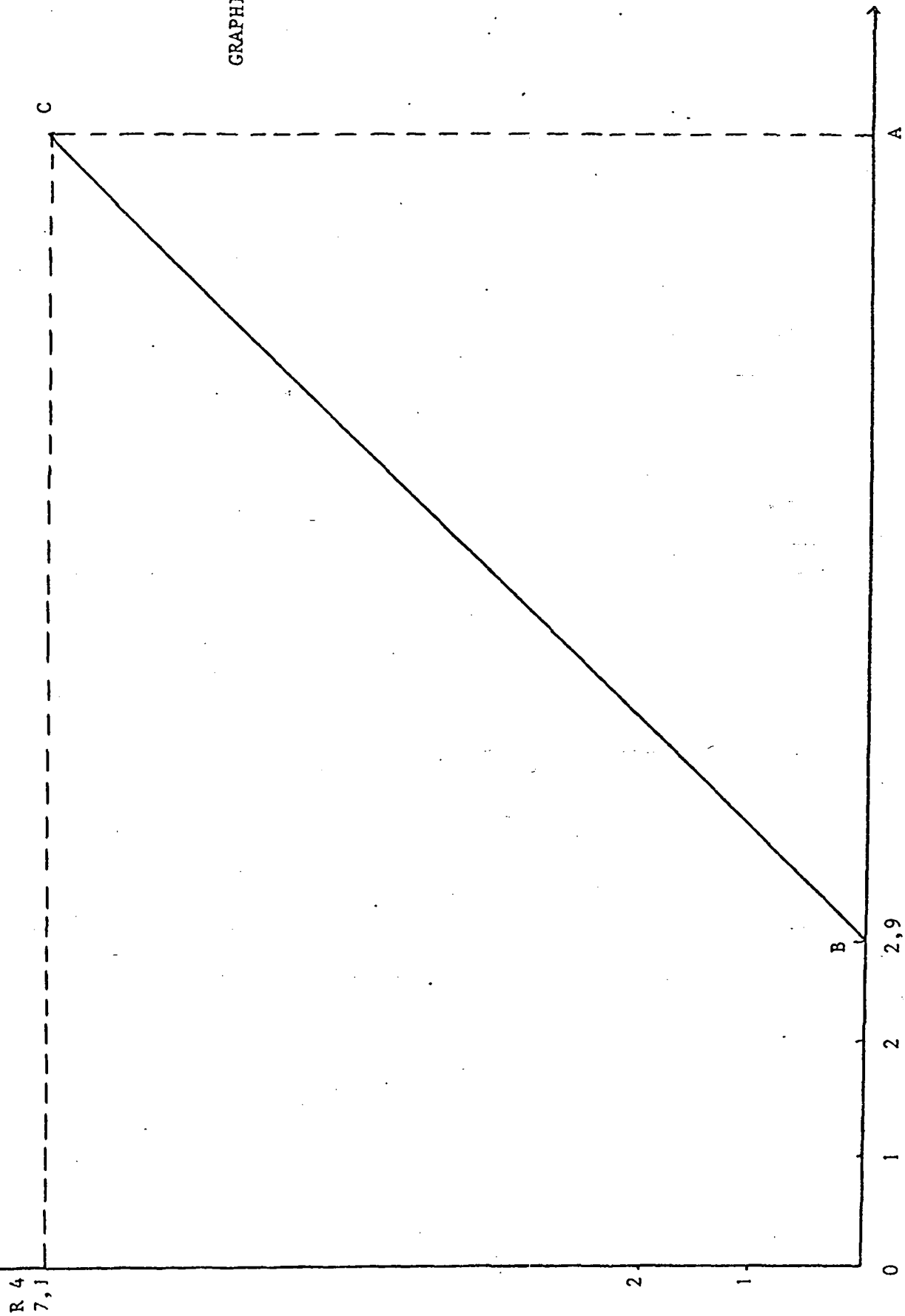
- Traitement T1 :

- pas de chlore libre,
- chlore résiduel entièrement sous forme de chloramine,
- teneur en ammoniaque identique à celle de l'eau brute,
- une légère augmentation du traitement augmente la teneur en chlore résiduel (cf. flèche sur le graphique).

GRAPHIQUE N° 8



GRAPHIQUE N° 8B



R 4
7,1

2

1

0

2,9

2

1

B

C

A

- Traitement T2 :

- pas de chlore libre,
- chlore résiduel entièrement sous forme de chloramine,
- teneur en ammoniacque plus faible que celle de l'eau brute, sans être nulle,
- une légère augmentation du traitement diminue la teneur en chlore résiduel (cf. flèche sur le graphique).

- Traitement T3 :

- présence de chlore libre,
- sur le chlore résiduel total, on ne mesure que 0,1 à 0,2 mg/l de chloramine,
- l'ammoniacque a presque entièrement disparu,
- une légère augmentation du traitement augmente la teneur en chlore résiduel.

On peut encore ajouter que dans les cas T1 et T2, la mesure du chlore résiduel par l'iodure de potassium et l'empois d'amidon ne donne pas un virage très franc et l'échantillon rebleuit souvent au bout de quelques minutes, après neutralisation par l'hyposulfite ou l'anhydride arsénieux. Au contraire, ces phénomènes ne se produisent pas pour un traitement du type T3.

Remarques : Cas s'écartant du break-point classique

La réalité ne correspond pas toujours au cas idéal décrit sur le graphique n° 8. L'interprétation du graphique obtenu est parfois délicate et nous donnons ci-dessous quelques exemples de cas pouvant également se produire :

- graphique n° 9 : nous supposons que nous avons affaire à des eaux complètement dépourvues d'ammoniacque ; la courbe des chloramines est donc absente. La courbe n° 1 correspond à une eau propre n'absorbant pratiquement pas de chlore. La courbe n° 2 est relative à une eau riche en matières organiques, et la droite à 45° n'est obtenue qu'à partir d'une certaine dose de chlore introduit ; dans certains cas, le chlore des composés organiques chlorés ainsi formés peut être mesuré par une ampérométrie à pH2.

.../...

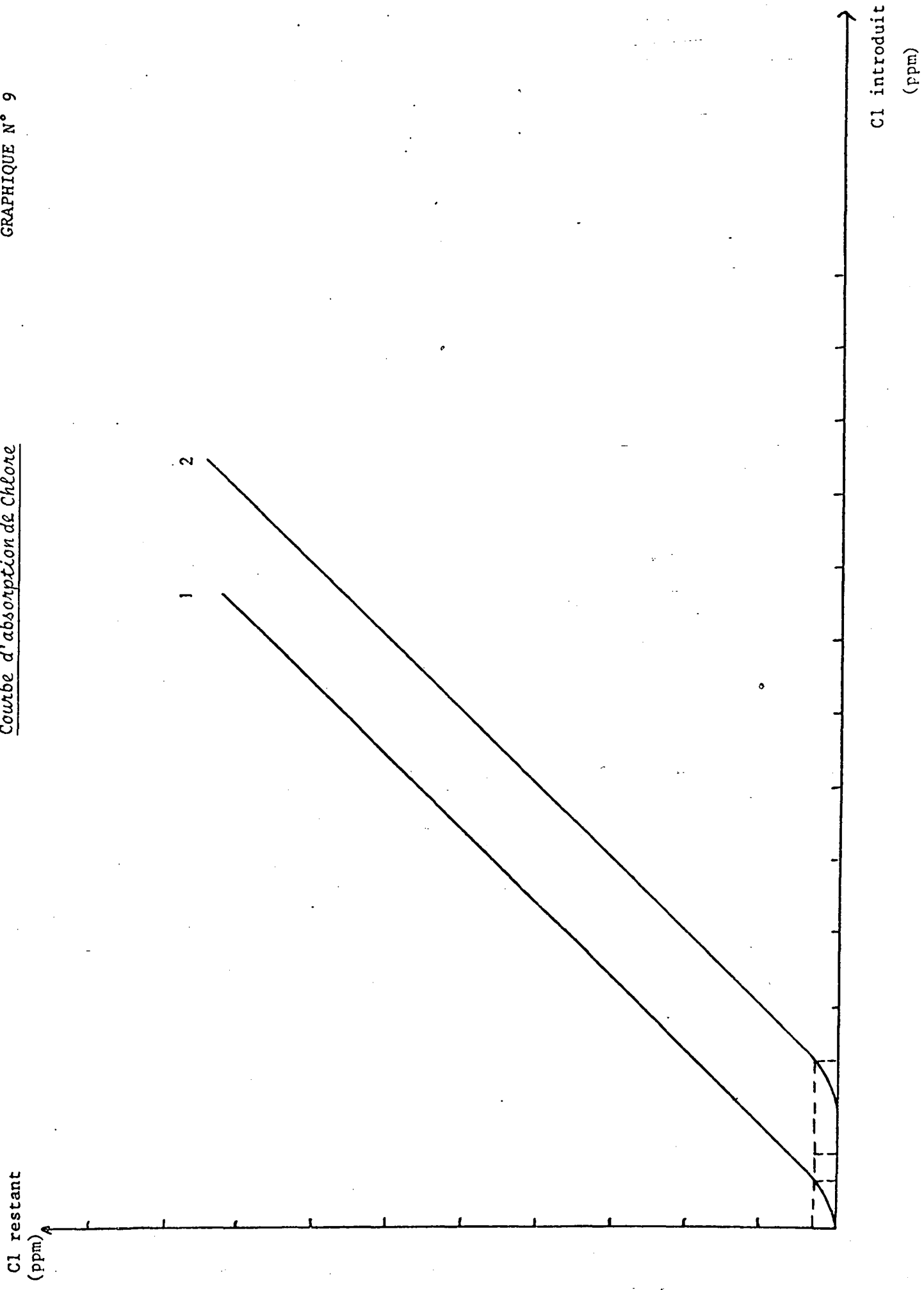
Dans l'exemple des courbes n° 1 et n° 2, on appliquera le taux de traitement déterminé graphiquement (voir lignes en traits interrompus) en fonction de la teneur en chlore résiduel que l'on désire obtenir.

- graphique n° 10 : synthèse des cas des graphiques n° 1 et n° 2, il représente le cas d'une eau brute riche à la fois en matières organiques (qui ont tendance à absorber le chlore en priorité) et en ammoniacale. Les conclusions sur le break-point restent néanmoins identiques.

- graphique n° 11 : nous sommes à nouveau dans le cas du graphique n° 8, mais nous trouvons dans l'eau brute, outre l'ammoniacale qui conditionne la première partie de la courbe, des substances organiques (dont seul un laboratoire spécialisé dans la recherche pourrait donner la composition chimique) qui induisent une réaction secondaire, se traduisant par une déformation de la droite inclinée à 45° sur l'axe des abscisses. Ce cas se rencontre parfois, et si nous disposons dans la suite du traitement de charbon actif, ozone ou ClO₂, nous pouvons dans ce cas également ajuster le traitement dans les conditions représentées par le point B, qui, là encore, constitue le break-point.

Courbe d'absorption de Chlore

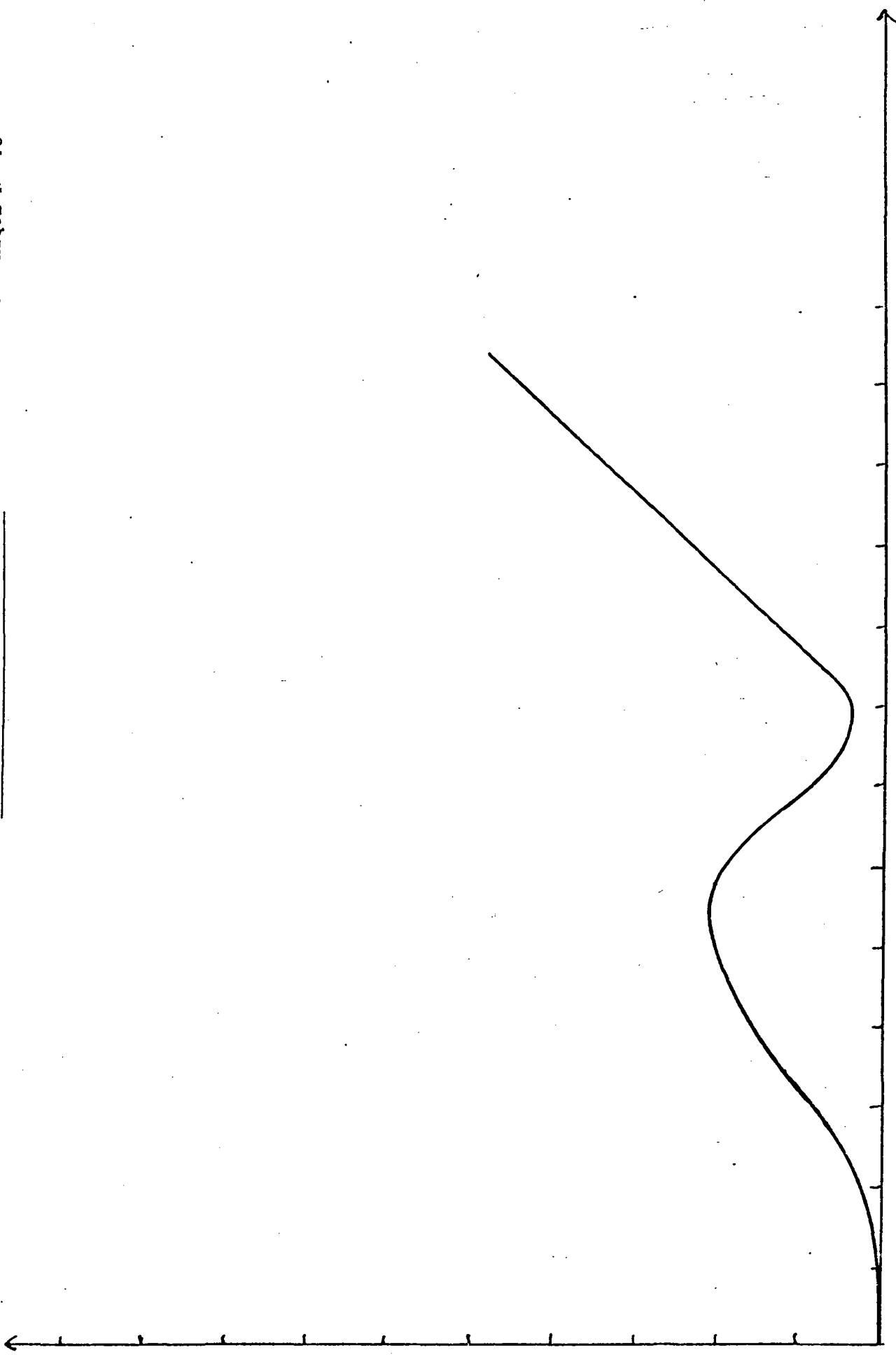
GRAPHIQUE N° 9



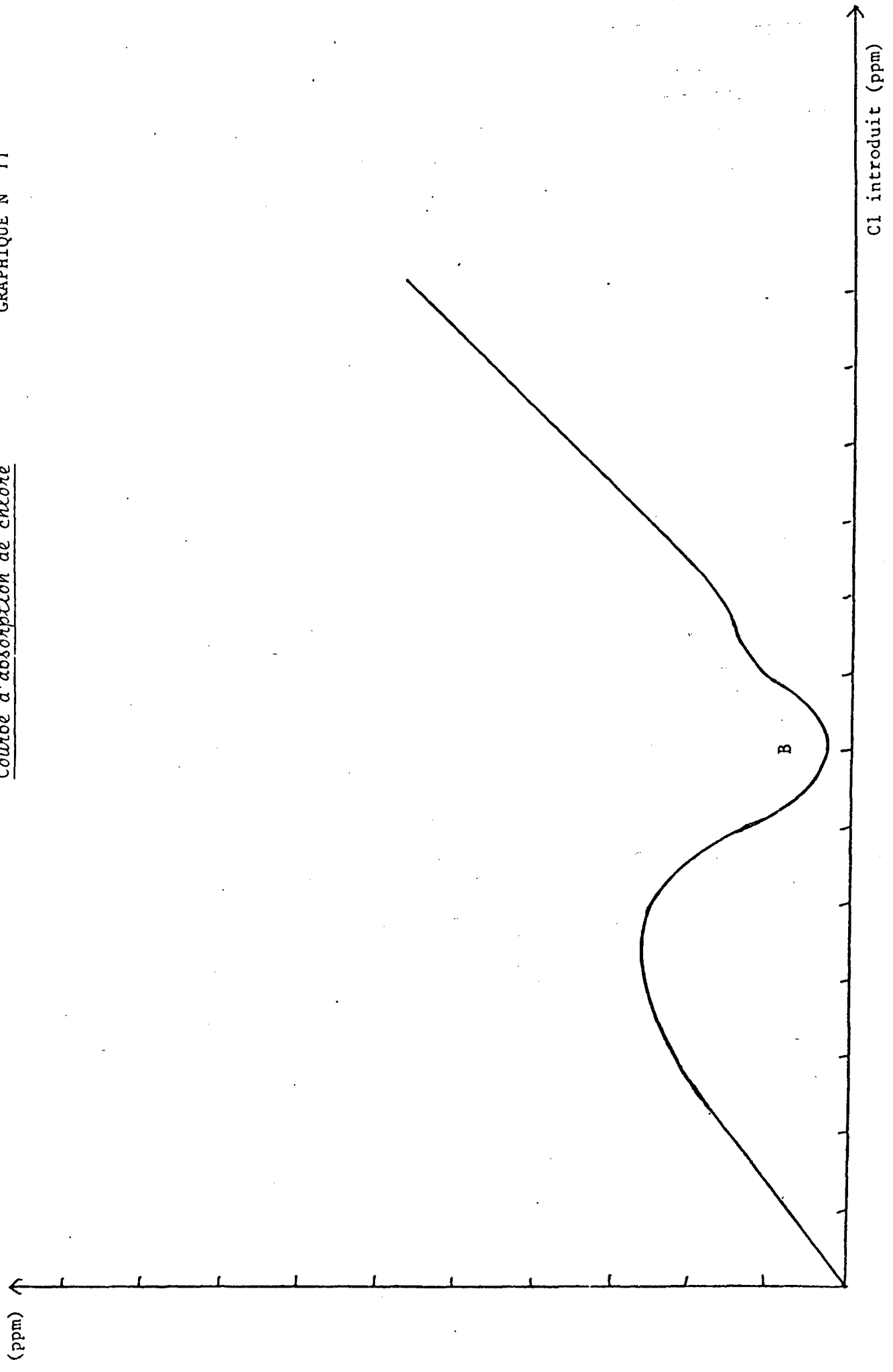
Cl restant
(ppm)

Courbe d'absorption de chlone

GRAPHIQUE N° 10



Cl introduit (ppm)



TECHNIQUES DES ESSAIS DE FLOCCULATION

(JAR-TESTS)

Ces essais ont pour but de déterminer la nature, les doses, l'ordre d'addition des réactifs nécessaires à la clarification optimum d'une eau brute.

Technique à suivre -

- 1 - Prélever l'eau brute à étudier dans un seau de 10 litres.
- 2 - Sur l'eau prélevée dans le seau, mesurer : température, pH, CO₂ libre, turbidité, couleur, ammoniacque, TAC. Si le pH est supérieur à 8, mettre 3 à 4 gouttes de phénolphthaléine dans 100 ml d'eau ; s'il se développe une coloration rose, mesurer le TA puis mettre 2 à 3 gouttes d'hélianthine et mesurer le TAC (voir méthode).
- 3 - Bien agiter l'eau stockée dans le seau et introduire dans chacun des béchers 1 litre d'eau.
- 4 - Commencer toujours, sauf exigence contraire, une étude en utilisant en premier lieu le sulfate d'aluminium (solution à 10 g par litre). Placer les béchers sur le flocculateur et abaisser les hélices dans l'eau, mettre en route le moteur et régler à la vitesse d'agitation maximale (environ 150 t /mn).
- 5 - Avec une pipette de 25 ml graduée en 1/10^{ème} de ml, introduire dans l'eau de chacun des béchers les volumes suivants :
Bécher n° 1 : 0,5 ml, soit un taux de traitement de 5 mg par litre, et mettre en route le chronomètre ou noter l'heure.
Bécher n° 2 : 1 ml, soit 10 mg par litre.
Bécher n° 3 : 1,5 ml, soit 15 mg par litre.
Bécher n° 4 : 2 ml, soit 20 mg par litre.
Bécher n° 5 : 2,5 ml, soit 25 mg par litre.
Bécher n° 6 : 3 ml, soit 30 mg par litre..
- 6 - Après 3 minutes d'agitation rapide, réduire la vitesse de façon à obtenir 40 tours minute.

.../...

7 - Après 17 mn d'agitation lente, on évaluera la qualité de la floculation en donnant une note à chaque béccher, par exemple :

- pas de floc	0
- floc peu visible, eau opalescente	2
- petits points	4
- floc moyen avec eau interstitielle limpide	6
- bon floc, eau interstitielle limpide et brillante	8
- très bon floc, eau interstitielle limpide et brillante	10

Ces notes permettent une comparaison facile des différentes eaux.

Sortir doucement les hélices pour ne pas briser le floc.

8 - Laisser décanter les matières en suspension, ce qui demande environ 15 à 30 minutes (ce temps est beaucoup plus court lorsqu'on utilise un flocculant 3 à 10 minutes). Noter l'aptitude à la décantation.

9 - Siphonner la moitié de la hauteur d'eau de chacun des bécchers en recueillant l'eau dans un béccher ou un récipient de 500 ml.

10 - Sur les eaux siphonnées, contrôler le pH, le TAC, la turbidité et dans certains cas le fer, les matières organiques, etc... (les matières organiques seront contrôlées par un laboratoire, à moins de disposer des solutions et appareils de chauffage).

Conclusions de cet essai -

Plusieurs cas peuvent se présenter :

a) Tous les pH sont supérieurs à 5,8 mais le floc est peu visible, note 2 ou 4.

Après avoir rincé les bécchers, recommencer l'essai comme indiqué au paragraphe 3, mais en choisissant des doses de sulfate d'aluminium supérieures (de 30 à 55 mg/l par exemple).

Puis suivre du paragraphe 6 au paragraphe 10.

Si on observe que tous les pH sont supérieurs à 5,8 et que la note de floculation est inférieure ou égale à 4, on recommence un nouvel essai en partant de 5,5 ml, soit 55mg/litre jusqu'à 8ml soit 80 mg/litre.

On opérera avec des doses encore supérieures si le pH est supérieur à 5,8 et la note de floculation inférieure à 4.

.../...

b) - A partir de l'un des béchers (par exemple le n° 4, paragraphe 5), le pH devient inférieur à 5,8. Il faut utiliser du carbonate de sodium ou bien de l'eau de chaux pour ajuster au préalable le pH.

Bien rincer les béchers et volumer 1 litre d'eau brute dans chacun d'eux, puis en procédant comme au paragraphe 4 et 5, opérer comme indiqué ci-après :

Utilisation du carbonate de sodium

Bécher n°	1	2	3	4	5	6
Dose de carbonate de sodium.....	0	15	20	25	30	35
Dose de sulfate d'aluminium	30	30	30	30	30	30

Puis procéder comme indiqué du paragraphe 6 au paragraphe 10.

Utilisation de l'eau de chaux

Bécher n°	1	2	3	4	5	6
Dose de chaux en mg par litre	0	5	7	10	15	20
Dose de sulfate d'aluminium en mg/l	30	30	30	30	30	30

Puis procéder comme indiqué du paragraphe 6 au paragraphe 10.

Prenons le cas où l'on utilise de l'eau de chaux et supposons que c'est l'eau du bécher n° 4 qui est la meilleure de toutes. Après avoir bien rincé les béchers et avoir volumé un litre d'eau brute dans chacun d'eux, on fera l'essai suivant en se conformant aux mêmes directives que celles indiquées précédemment.

.../...

Bécher n°	1	2	3	4	5	6
Dose de chaux en mg par litre.....	6,6	10	13,3	16,7	20	23,2
Dose de sulfate d'aluminium en mg/litre....	20	30	40	50	60	70

La dose de chaux, qui dans cet exemple, est égale au 1/3 de la dose de sulfate d'aluminium, peut ne pas être égale dans tous les cas au 1/3 des doses de sulfate d'aluminium utilisées, car il est impossible, avec une pipette graduée en 1/10ème de ml d'obtenir la dose correcte qui est en même temps fonction du titre de l'eau de chaux.

Remarque : Lorsque dans le 2ème ou le 3ème essai du cas examiné au paragraphe a) , le pH est inférieur ou égal à 5,8, on procède comme indiqué en b) et en adoptant la dose de sulfate d'aluminium maximale expérimentée dans le dernier essai.

Conclusion du deuxième cas -

- Ou bien toutes les eaux sont de bonnes qualités et on adoptera les doses minimales pour poursuivre les essais.

Dans l'exemple choisi, c'est :

. chaux en mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par litre.....	6,6
. sulfate d'aluminium en mg par litre	20

- Ou bien l'une des eaux est nettement de meilleure qualité que les autres, par exemple celle du bécher n° 5 :

. chaux exprimée en mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par litre	20
. sulfate d'aluminium en mg par litre	60

Faire l'essai suivant :

Bécher n°	1	2	3	4	5	6
Dose de chaux en mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par litre	0	17,6	18,8	20	21,5	23
Dose de sulfate d'aluminium en mg/litre....	60	60	60	60	60	60

Les contrôles effectués sur les eaux siphonnées permettent de déterminer de façon précise la proportion de chaux à mettre pour ajuster le pH de floculation.

la silice activée et on procèdera de la même façon pour les différents flocculants. La préparation des solutions recommandées par les fournisseurs est le seul point constituant une différence avec la silice activée que l'on préparera au moment de l'essai (1 à 2 heures avant) et que l'on diluera de façon à obtenir une solution à 5 grammes de SiO_2 par litre (voir préparation des solutions).

Technique à suivre -

Par exemple, l'étude a été faite sur une eau brute ayant les caractéristiques suivantes :

- Température	7°
- pH	7,8
- Gaz carbonique libre en mg/litre	3,5
- Turbidité en U.J.	37
- Couleur	18
- Ammoniaque en mg de NH_4	0,3
- TAC	21°F

L'étude concernant le coagulant a conduit au traitement et aux résultats suivants :

- Dose de sulfate d'aluminium en mg/litre.....	40
- Temps d'apparition du floc en minutes	4
- Note de floculation	6
- Temps de décantation en minutes	30
- Hauteur d'eau siphonnée en cm	6,3
- pH de l'eau siphonnée	7,3
- TAC de l'eau siphonnée en degré français	19
- Turbidité de l'eau siphonnée en U.J.	3,5

1. Dans chacun des béchers, on introduit un litre d'eau brute.
2. Placer les béchers sur le flocculateur de laboratoire, descendre les hélices d'agitation et régler le moteur de façon à tourner à la vitesse maximale.
3. En notant le temps auquel on introduit le coagulant dans chacun des béchers, introduire 4 ml de solution de sulfate d'aluminium à 10 g/litre, ce qui représente une dose de réactif de 40 mg par litre ; deux minutes après avoir introduit le coagulant, on introduit la silice activée avec une pipette de 1 ou 2 ml graduée en 1/10 aux doses indiquées dans le tableau suivant :

.../...

Conclusions générales des essais précédents -

Les essais précédents permettent de déterminer la bonne dose de coagulant, l'inutilité ou la nécessité d'un ajustement du pH de floculation, et la proportion de carbonate de soude ou de chaux à utiliser.

Dans ce dernier cas, il faut noter, qu'en général, il est préférable d'ajouter la chaux, le carbonate de sodium ou la soude (si ce dernier réactif est préféré aux deux autres) avant le sulfate d'aluminium ; mais il arrive parfois qu'il soit nécessaire de renverser l'ordre d'introduction de ces réactifs.

Enfin, nous précisons également que l'on peut, dans certains cas, utiliser le chlorure ferrique ou un autre coagulant à la place du sulfate d'aluminium ; les études à réaliser sont effectuées en suivant la même méthode.

Les sels de fer sont moins employés que le sulfate d'aluminium, ils s'adoptent surtout lorsqu'une eau est suffisamment minéralisée (TAC égal ou supérieur à 9°), pauvre en gaz carbonique donc à pH élevé et pauvre en matières organiques car le fer forme des complexes avec certaines matières organiques.

RECHERCHE DE LA BONNE DOSE

DE FLOCULANT ENCORE APPELE ADJUVANT

Un floculant a pour but d'améliorer la floculation du coagulant (sulfate d'aluminium, sulfate de fer ou chlorure ferrique, etc...), il permet également d'assurer une meilleure cohésion du floc formé et accélère la décantation de ce dernier.

La nature et la dose optimale du ou des réactifs de coagulation ayant été déterminées, c'est ce traitement que l'on adoptera pour rechercher la nature et la dose de floculant.

Les principaux floculants utilisés sont :

1. Pour les eaux potables -

- la silice activée,
- l'alginate,
- les polyélectrolytes dont quelques uns sont agréés dans certains pays.

2. Pour les eaux industrielles -

-les adjuvants des eaux potables ainsi que tous les polyélectrolytes, tant que les eaux ne sont pas destinées à la fabrication de produits alimentaires. Dans le but de ne pas allonger cette note, l'exemple choisi concerne l'utilisation de *la silice activée*.

Bécher n°	1	2	3	4	5	6
Sulfate d'alumine en mg/l...	40	40	40	40	40	40
Silice activée en mg/l.....	0	0,5	1	1,5	2	2,5
Temps d'apparition du floc en minutes	4	3	2 1/2	2 1/2	2 1/2	2 1/2
Note de floculation	6	6 1/2	7	8	8 1/2	9
Temps de décantation en mn..	10	10	10	10	10	10
pH de l'eau siphonnée	7,3	7,3	7,3	7,3	7,3	7,3
Turbidité de l'eau siphonnée en U.J.	3,5	2,7	1,2	0,8	0,8	0,8
TAC	19	19	19	19	19	19

La dose optimale de silice activée est égale à 1,5 mg par litre, ce qui correspond à l'introduction de 0,3 ml de la solution à 5 grammes par litre.

En effet, bien que dans les béchers n° 5 et 6 on ait eu une meilleure note de floculation, on n'observe aucune amélioration de la turbidité de l'eau au-dessus de cette dose.

Le temps de contact entre le coagulant et l'eau ayant une grande importance, il y a intérêt à étudier en laboratoire le temps de contact à respecter entre l'eau et le sulfate d'aluminium avant d'introduire la silice activée.

On effectuera un nouvel essai en laboratoire en adoptant la dose de sulfate d'aluminium de 40 mg/litre et la dose de silice de 1,5 mg/litre, en décalant l'introduction de la solution de sulfate d'aluminium de façon à respecter le temps de contact entre le coagulant et l'eau avant d'introduire le floculant : par exemple, les hélices du flocculateur ayant été mises en route :

Bécher n° 1 :	Sulfate d'aluminium	40 mg
	Silice activée	1,5 mg
Bécher n° 2 :	Sulfate d'aluminium	40 mg
	attendre 15 secondes, puis	
	Silice activée	1,5 mg
Bécher n° 3 :	Sulfate d'aluminium	40 mg
	attendre 30 secondes, puis	
	Silice activée	1,5 mg
Bécher n° 4 :	Sulfate d'aluminium	40 mg
	attendre 60 secondes puis	
	Silice activée	1,5 mg

.../...

Bécher n° 5 : Sulfate d'aluminium	40	mg
attendre 90 secondes, puis		
Silice activée	1,5	mg
 Bécher n° 6 : Sulfate d'aluminium	 40	 mg
attendre 120 secondes, puis		
Silice activée	1,5	mg

En respectant le même temps d'agitation de 20 minutes pour tous les béchers, c'est-à-dire en décalant l'arrêt de chacun d'eux et en respectant le même temps de décantation et en siphonnant la même hauteur d'eau dans chacun des béchers, cet essai permet de déterminer le temps de contact à prévoir.

Règles générales -

Les techniques développées ci-dessus conduisent, par une étude comparative, à déterminer en laboratoire la nature et les doses de réactifs à utiliser ainsi que l'ordre et les temps à respecter pour l'introduction de chacun des réactifs.

Aucune règle absolue ne peut être donnée pour guider ces recherches.

Le nombre important d'études réalisées autorise à donner les règles générales suivantes qui tiennent compte de la qualité de l'eau brute dont on dispose :

- 1 - Eau peu minéralisée, généralement de faible turbidité, mais légèrement ou très colorée et qui est le plus souvent riche en matières organiques.

Le titre alcalimétrique de ces eaux est inférieur à 7 degrés français, le plus souvent compris entre 0,5 et 5 degrés français.

On utilisera, de préférence, le sulfate d'aluminium comme coagulant, les sels de fer n'étant pas souhaitables dans ce cas.

Il y a, de plus, intérêt à travailler à un pH compris entre 5,8 et 6,9 qui est le plus favorable pour l'élimination des matières organiques et de la couleur.

Lorsque la dose de sulfate d'aluminium nécessaire pour obtenir une réduction suffisante de la couleur est élevée, il est indispensable d'ajuster le pH de floculation par une addition de carbonate de calcium ou de carbonate de sodium, de façon à ce qu'après addition du sulfate d'aluminium le pH soit compris entre 5,8 et 6,9.

.../...

2 - Eau minéralisée moyennement chargée en matières en suspension et peu colorée. (couleur 10 à 30).

Le titre alcalimétrique de ces eaux est supérieur à 13 degrés français, bien souvent voisin de 20°.

Le traitement au sulfate d'aluminium seul provoque une baisse suffisante du titre alcalimétrique pour que le pH soit compris entre 6,9 et 7,4, et un ajustement du pH de floculation n'est, en général, pas nécessaire, le flocculant assurant l'obtention d'une faible dose de coagulant résiduel.

On peut également expérimenter les sels de fer et surtout le chlorure ferrique qui est le plus simple d'exploitation.

3 - Eau minéralisée mais très chargée en matières en suspension; leur couleur est en général due aux matières en suspension et non pas aux matières en solution comme dans le premier cas.

Il est fréquent que l'on puisse coaguler même avec le sulfate d'aluminium à un pH voisin de 8 en ajoutant au préalable une dose de chaux suffisante pour neutraliser l'abaissement du pH dû au sulfate d'aluminium ou au chlorure ferrique.

Contrôle du volume et du poids de boue

Il est très important de contrôler le volume de boue résultant du traitement : dans le cas des eaux très chargées il y a, parfois, intérêt à effectuer ce contrôle qui permet de juger si une partie des matières en suspension peut décanter sans aucun coagulant ou voir même avec une très faible quantité de coagulant.

L'essai de floculation ayant fixé la nature et les doses de réactif, procéder de la façon suivante :

1. Volumer un litre d'eau brute et le verser dans un bécher d'un litre.
2. Placer le bécher sur le flocculateur de laboratoire et, après avoir fait plonger l'hélice, mettre le moteur en route en tournant à la vitesse maximale.
3. Introduire le ou les réactifs en respectant l'ordre et les temps fixés par les études antérieures.
4. Après 3 minutes, ralentir l'agitation pour tourner à 40 tours/minute.
5. Après 20 minutes de temps total, arrêter l'agitation et sortir l'hélice, puis placer le bécher dans un endroit frais pour que la température reste constante.
6. Laisser les boues se rassembler au fond du bécher (ce qui peut demander 15 à

45 minutes), puis, en inclinant légèrement le b cher, siphonner la presque totalit  de l'eau surnageante sans entra ner de flocons et en recueillant l'eau, siphonner dans un b cher.

7. Suivant le volume de boue, on transvase le volume de boue d pos e dans une  prouvette de :

- 50 ml, si le volume de boue est inf rieur   10 ml,
- 100ml, si le volume de boue est compris entre 10 et 50 ml,
- 250 ml, si le volume de boue est sup rieur   50ml.

Avec de l'eau siphonn e, ajuster le volume   50, 100 ou 250 ml, suivant l' prouvette utilis e.

8. Boucher l' prouvette avec la paume de la main et retourner cette  prouvette 4   6 fois pour bien homog n iser.

9. Saisir le sommet de l' prouvette entre 4 doigts et faire d crire au fond de l' prouvette une circonf rence d'environ 50 cm de diam tre   la cadence de 1 tour par seconde et pendant 15 secondes.

10. Placer l' prouvette   temp rature constante et noter l'heure (au besoin, mettre en route un chronom tre). Noter le volume d pos  au fond de l' prouvette apr s le tableau ci-dessous :

Temps de repos en minutes	Volume de boue en millilitres apr�s ce temps	Pourcentage de boue d�pos�e (diviser par 10 le chiffre de la deuxi�me colonne)
5		
10		
20		
30		
45		
60		
120		

D termination du poids

Siphonner l'eau surnageante dans l' prouvette, puis filtrer les boues sur un papier filtre dont on a d termin  la tare. Porter   l' tuve   105-110  C et s cher jusqu'  poids constant. Ce contr le ne peut  tre r alis  qu'en laboratoire.

Exemple de manipulation pour l'essai de floculation

Solution de sulfate d'aluminium utilisée : 10 grammes par litre.

Volume d'eau à étudier introduit dans chaque bécher : 1 litre.

Note : Mettre le chronomètre en route lorsqu'on introduit le réactif dans le bécher n° 1, ou noter l'heure sur une montre qui représente le temps zéro.

cher n°	1	2	3	4	5	6
Sulfate d'aluminium :						
- volume en ml	1	1,5	2	2,5	3	3,5
- dose en mg/l	10	15	20	25	30	35
Temps d'agitation rapide en mn	3	3	3	3	3	3
Temps de floculation à 15 mn	0	2	6	6 1/2	6 1/2	5 1/2
Temps de l'agitation après...mn	20'0"	20'45"	21'30"	22'15"	23'	23'45"
Temps de décantation en mn	30'	30'	30'	30'	30'	30'
Hauteur d'eau siphonnée en cm	6	6	6	6	6	6
Conductivité de l'eau siphonnée						
UJ.	17	18	3	2,5	2,2	2,2
etc ...						

- EXAMEN DE LA COHÉSION DE LA BOUE -

Cet examen permet de déduire la vitesse ascensionnelle que l'on peut adopter dans un décanteur industriel à lit de boue.

Cet examen s'effectue sur des boues préparées en laboratoire lorsque l'étude d'une eau est réalisée et après avoir déterminé le traitement optimal.

Il peut également être réalisé sur une boue prélevée dans un décanteur à lit de boue, soit pour contrôler si l'exploitation d'un appareil est correcte, soit pour améliorer le rendement de cet appareil en faisant, par exemple, varier la nature ou les doses de réactifs, de coagulation et de floculation, ou bien en faisant varier les points d'injection des réactifs et en attendant de 4 à 6 heures avant d'effectuer un prélèvement de boue.

I - CAS D'UNE ETUDE D'EAU -

Le traitement optimal a été déterminé par les essais de floculation et le volume de boue a été contrôlé comme précisé au chapitre " Contrôle du volume et du poids de boue " ; en se basant sur le volume obtenu après 10 mn de repos, on pourra prévoir approximativement le nombre de bécchers de un litre à traiter pour obtenir un volume excédentaire de boue.

Si par exemple, le volume de boue fourni par le traitement après 10 mn de repos est égal à 0,3 %, on en déduit que le traitement d'un litre d'eau fournira un volume de 3 ml et, comme 50 à 70 ml sont nécessaires pour réaliser un examen correct, on traitera environ 30 bécchers de un litre d'eau pour avoir un volume suffisant de boue.

II - TECHNIQUE A SUIVRE -

Mesurer, sur l'éprouvette à coefficient de boue, la hauteur H en millimètres comprise entre 100 et 200 ml et correspondant à un volume de 100 ml.

Dans chacun des six bécchers, volumer un litre d'eau sous examen. Placer les bécchers sur le flocculateur de laboratoire, puis procéder comme il a été précisé pour un essai de floculation, mais en introduisant dans chacun des bécchers les mêmes réactifs dans le même ordre et aux mêmes doses (traitement optimal).

Après les vitesses et les temps d'agitation précisés antérieurement, sortir les hélices et laisser le floc se rassembler complètement au fond de chacun des bécchers. Lorsque la décantation est terminée, on siphonne le maximum d'eau dans chacun des bécchers sans entraîner de boue et en recueillant l'eau siphonnée dans un seau.

Après avoir agité manuellement chaque béccher, transvaser toutes les boues dans un même béccher ; placer ce dernier dans un endroit frais et bien à l'abri du soleil.

Rincer soigneusement les bécchers vides et procéder de la même façon pour flocculer six nouveaux litres d'eau. Puis, après décantation des boues, siphonner le maximum d'eau surnageante avec les précautions indiquées.

Si dans un béccher où les boues ont été stockées, on obtient une séparation nette des boues et de l'eau surnageante claire, on siphonne l'eau surnageante pour libérer le plus de volume possible dans ce béccher. Si l'eau surnageante n'est pas claire, on place ce béccher sur le flocculateur de laboratoire et, après avoir plongé l'hélice, on agite ces boues à faible vitesse (40 t/mn) pendant 5 à 10 mn ; sortir l'hélice après arrêt du moteur et laisser décanter. On obtient un liquide surnageant clair, ce qui permet de siphonner la partie claire.

Transvaser dans ce béccher l'ensemble des boues recueillies dans la 2ème flocculation de 6 litres.

Après avoir flocculé les 30 bécchers de un litre et ayant rassemblé toutes les boues dans le même béccher, on placera ce dernier sur le flocculateur de laboratoire. Ensuite, faire plonger l'hélice et agiter à 40 t/mn pendant 10 à 15 mn. Arrêter le moteur et sortir l'hélice, puis laisser décanter.

Lorsque le volume de boue ne représente que 200 ml dans ce béccher, on siphonne au maximum l'eau claire surnageante et, après avoir bien homogénéisé les boues, on transvase ces boues dans l'éprouvette de 250 ml destinée à la mesure du coefficient K des boues, l'entonnoir ayant été, au préalable, sorti de l'éprouvette.

Avec la paume de la main, boucher l'éprouvette que l'on retourne une dizaine de fois, puis, avec 3 ou 4 doigts, saisir la partie supérieure de l'éprouvette et faire décrire à sa partie inférieure une circonférence d'environ 50 cm de diamètre à raison d'un tour par seconde et pendant 15 secondes.

Placer l'éprouvette à l'abri du soleil dans un endroit frais, puis lire le volume de boue après 5 mn et après 10 mn de repos.

On doit avoir un volume X d'environ 100 ml après 5 mn de décantation et un volume Y compris entre 50 et 70 ml après 10 mn de décantation.

Le premier volume X permet de fixer la première expansion que l'on doit expérimenter : cette expansion doit être supérieure au volume X.

Le second volume Y doit absolument être compris entre les limites qui sont indiquées. Si le volume est supérieur à 70 ml, par exemple 80 ml, prendre une pipette bâton graduée en 1/10^{ème} de ml ; avec le doigt, boucher sa partie supérieure puis descendre la pointe de la pipette légèrement au-dessous du niveau des boues, puis retirer le doigt qui bouche la partie supérieure de la pipette ; on voit les boues monter dans la pipette, et , dans l'exemple choisi, on rebouche la pipette avec le doigt lorsque le volume de boue dans la pipette est égal à 15 ml environ : sortir la pipette dont la partie supérieure est bien bouchée avec le doigt et remettre ce volume de boue dans le bécher où on a stocké les boues.

Avec de l'eau siphonnée rétablir le niveau dans l'éprouvette à 250 ml, puis boucher la partie supérieure de l'éprouvette avec la paume de la main ; retourner 10 fois l'éprouvette pour bien homogénéiser les boues, puis lui imprimer un mouvement giratoire comme indiqué précédemment et pendant 15 secondes. laisser l'éprouvette au repos et vérifier le volume de boue déposé après 5 mn, puis après 10 mn de décantation. Si le volume est supérieur à 70 ml, on recommence comme précédemment.

Si le volume Y décanté en 5 mn est inférieur à 50 ml, par exemple 35 ml, boucher avec le doigt la partie supérieure d'une pipette bâton graduée en 1/10^{ème} de ml, puis descendre la pointe de la pipette dans le bécher où les boues ont été stockées. Retirer le doigt et aspirer par l'autre extrémité de la pipette lorsque le volume de boue atteint 21 ml dans la pipette. Reboucher la partie supérieure avec le doigt, ajuster le volume à 20 ml, puis plonger la pointe de la pipette jusqu'au niveau des boues dans l'éprouvette de 250 ml ; retirer le doigt bouchant la partie supérieure de la pipette, puis sortir cette dernière très lentement de l'éprouvette de façon à ce que les boues se diffusent le plus près possible du niveau "Y".

En utilisant la pipette bâton, on retire l'eau excédentaire pour rétablir le volume de 250 ml dans l'éprouvette.

Afin de voir si la correction apportée donne bien un volume "Y" compris dans les limites imposées, contrôler le volume de boue "X" décantée en 5 mn et le volume de boue "Y" décantée en 10 mn en procédant comme indiqué précédemment.

Répéter la correction jusqu'à obtenir un volume "Y" compris entre 50 et 70 ml après 10 mn de décantation.

Par exemple, les volumes sont bien ajustés, on obtient :

X = 98 ml après 5 mn de décantation

Y = 60 ml après 10 mn de décantation.

Il faudra que la première expansion expérimentée soit supérieure à 98 ml et voisine de 2Y, c'est-à-dire voisine de 120 ml.

Préparer une éprouvette B contenant 100 ml d'eau siphonnée, un petit béccher C contenant 150 à 200 ml d'eau siphonnée, et enfin, un grand béccher D d'un litre destiné à recueillir l'eau qui passe en surverse par l'éprouvette (Fig. 1).

Verser très lentement dans l'éprouvette de 250 ml de l'eau siphonnée jusqu'à ce que le niveau soit à 10 ou 15 millimètres au-dessous de la partie supérieure de l'éprouvette, de façon à ce que le fond F (Fig. 1) de l'entonnoir plonge dans l'eau lorsqu'on l'introduira dans l'éprouvette ; puis, après avoir ajusté ce niveau et l'éprouvette étant bouchée avec la paume de la main, homogénéiser et flocculer en procédant comme indiqué précédemment.

Lorsque le niveau des boues est descendu aux environs du volume "X" correspondant à un temps de décantation de 5 mn, introduire l'entonnoir E et sa tige dans l'éprouvette puis attendre que le niveau des boues soit aux environs de "Y".

Avec le béccher C, verser un petit volume d'eau (2 à 3 ml) dans l'entonnoir E en faisant bien attention qu'il n'y ait pas de bulles d'air dans le tube prolongeant l'entonnoir, puis reposer le béccher et observer le niveau des boues dans l'éprouvette.

Si l'on observe des remous violents, c'est que le volume d'eau versé est trop élevé. Il faut obtenir une légère élévation du niveau des boues dans l'éprouvette, mais sans engendrer de gros remous. Lorsque le niveau des boues a tendance à descendre, avec le béccher C verser un nouveau volume d'eau (volume compris entre 1 et 2 ml dans l'exemple choisi et si on a observé des remous ; volume compris entre 2 et 3 ml s'il n'y a pas eu de remous).

Continuer de la même façon jusqu'à ce que le niveau des boues dépasse légèrement 110 ml (115 et 125 ml par exemple), toujours en se servant du béccher C et en versant de l'eau par intermittence dans l'entonnoir E, maintenir le niveau des boues entre 120 ml lorsqu'on vient de verser l'eau et 110 ml avant de verser un nouveau volume (observer le volume chaque fois introduit et le temps approximatif entre deux introductions successives ; ceci permet, par la suite, de faciliter la manipulation).

Lorsque les boues ont été ainsi travaillées à l'expansion choisie pendant 10 mn, prendre l'éprouvette B contenant 100 ml d'eau siphonnée et tout en remettant en route le chronomètre, verser un petit volume d'eau (le même qu'avec le bécher) ; le niveau des boues doit s'élever puis redescendre à 115 ml avant de verser un nouveau volume. Continuer à verser l'eau de l'éprouvette de façon intermittente (en adoptant sensiblement les mêmes volumes versés et la même cadence).

Puis lorsque les 100 ml d'eau ont été versés, arrêter le chronomètre lorsque le niveau des boues est à 110 ml.

Lire et noter le temps en secondes indiqué par le chronomètre : on voit qu'au cours de cette manipulation le niveau des boues oscille en permanence entre 110 et 120 ml.

Ramener le chronomètre à zéro.

Au moyen du bécher C et en procédant comme indiqué ci-dessus, élever le niveau des boues de façon à ce qu'elles occupent un volume compris entre 130 et 140 ml en prenant la précaution de faire pulser le niveau des boues, ce qui assure une montée homogène du niveau ; pour obtenir ce résultat, il suffit de diminuer la cadence d'introduction du volume d'eau choisi (par exemple 2 ml).

Entre temps on introduit 100 ml d'eau prélevée dans le bécher D dans l'éprouvette B de façon à préparer la seconde mesure à un volume de 130 ml.

Continuer à bien travailler les boues pendant 10 mn environ pour maintenir leur expansion entre 130 et 140 ml, puis prendre comme précédemment l'éprouvette B et, dès que le niveau des boues est à 130 ml, commencer à verser l'eau de façon intermittente avec l'éprouvette en déclenchant simultanément le chronomètre.

Enfin, suivre la même méthode pour deux ou trois autres volumes de boues.

Par exemple, on a contrôlé le temps nécessaire pour verser les 100 ml pour maintenir les boues à un volume de 110 ml puis à un volume de 130 ml, puis à un volume de 150 ml, et enfin, à un volume de 180 ml.

Connaissant le temps "T" secondes et la hauteur "A" (par exemple 91 mm), on calcule la vitesse en appliquant la formule suivante :

$$v = \frac{3,6 \times A \text{ mm}}{T''} = \frac{3,6 \times 91}{T''} = \frac{327,6}{T''}$$

Exemple :

Volume choisi en ml	Temps en minutes et secondes lu sur le chronomètre	Temps en secondes	$v = \frac{3,6 A}{T''}$	"v" en mètre heure
110	26'00"	1560"	$\frac{327,6}{1560}$	0,21
130	18'49"	1129"	$\frac{327,6}{1129}$	0,29
150	13'00"	780"	$\frac{327,6}{780}$	0,42
180	9'56"	596"	$\frac{327,6}{596}$	0,549

On représente graphiquement les résultats comme indiqué sur le graphique joint.

Sur l'axe horizontal, on porte le volume en ml, 50 ml étant représentés, par exemple, par 2,5 cm.

Sur l'axe vertical, on porte les vitesses en mètre-heure, 1 mètre par heure étant représenté, par exemple, par 4 cm. Sur la verticale passant par le volume 110 ml (5,5 cm), on trace un point correspondant à 0,21 m/h (0,84 cm). Sur la verticale passant par le volume 130 ml (6,5 cm), on trace un point correspondant à 0,29 m/h (1,16 cm). Sur la verticale passant par le volume 150 ml (7,5 cm), on trace un point correspondant à 0,42 m/h (1,68 cm). Enfin, sur la verticale passant par le volume 180 ml (9 cm), on trace un point correspondant à 0,549 m/h (2,2 cm).

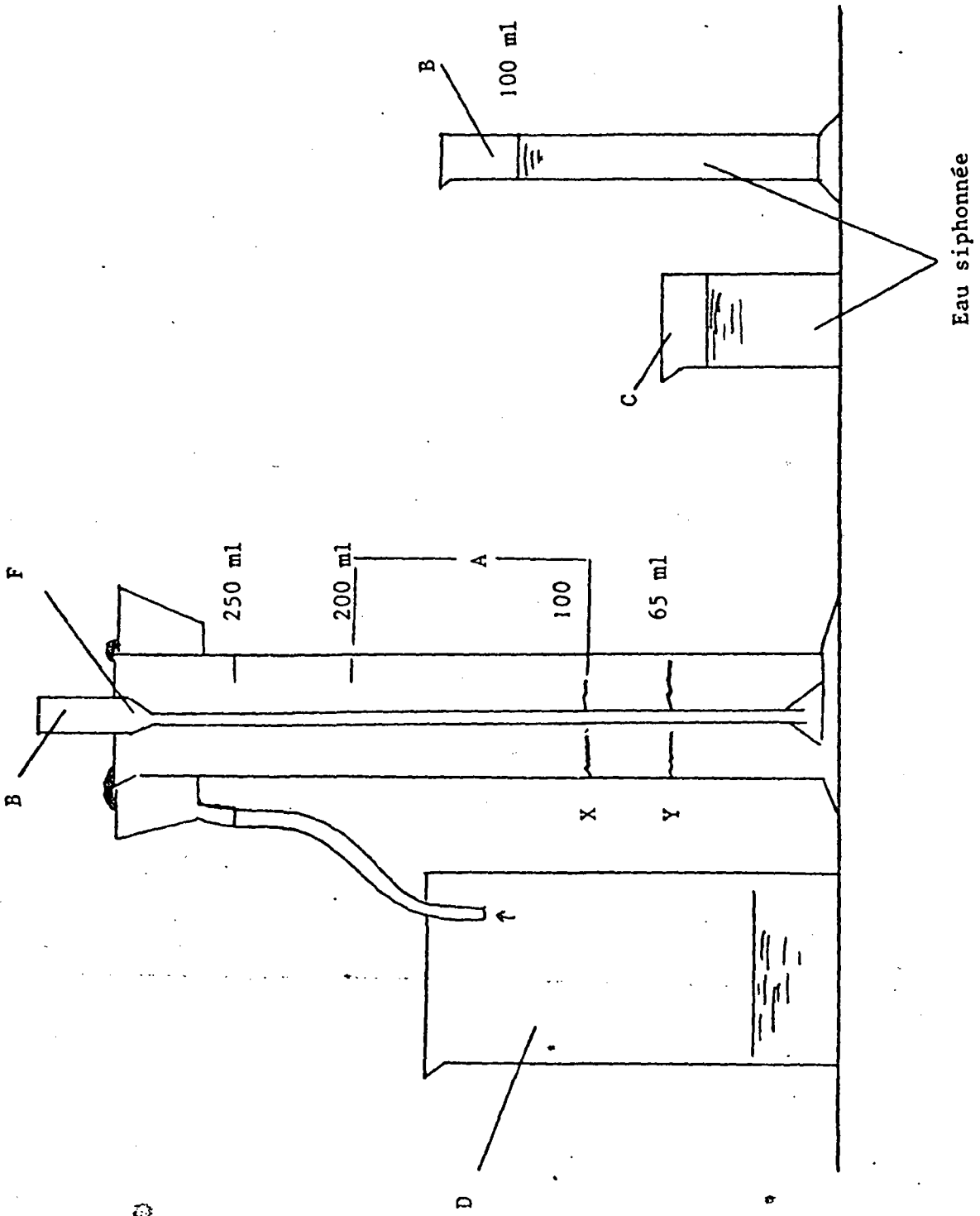
On trace la droite passant de façon la plus rapprochée de ces points ; elle coupe l'axe vertical en un point "Q". La pente de cette droite, représentée par le coefficient "K" est la caractéristique de la cohésion de la boue.

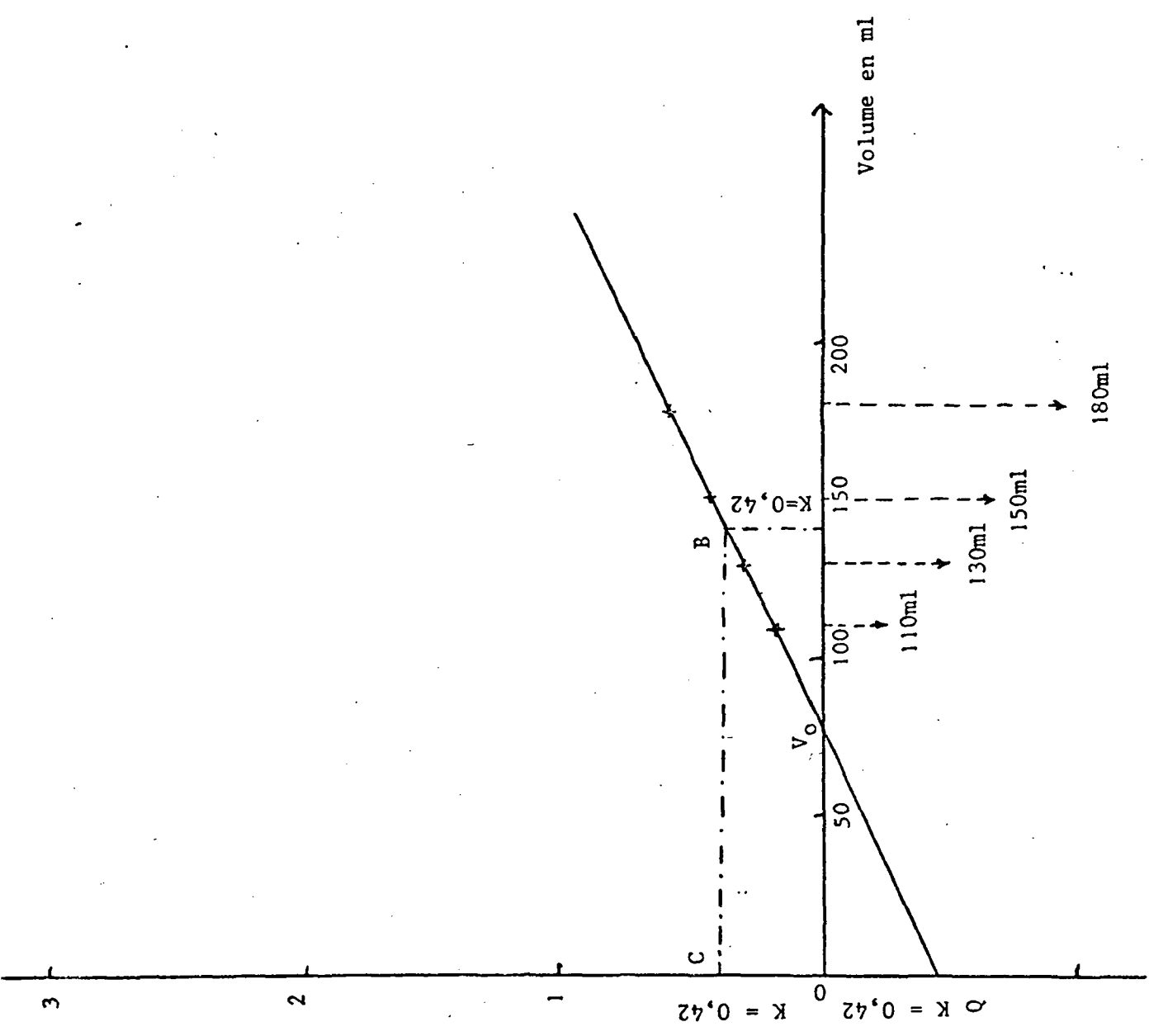
La mesure de OQ sur le graphique donne 1,7 cm, et, comme 4 cm représentent 1 mètre, le coefficient "K" est égal à :

$$K = \frac{1,7 \times 1}{4} = 0,425$$

$$K = \text{peu différent de } 0,42$$

.../...





m/metre

On choisit l'échelle la plus pratique ; en particulier, les coefficients de cohésion "K" élevés correspondent à des vitesses en mètre/heure plus élevées que celles que nous avons prises comme exemple. On est donc obligé de changer l'échelle sur l'axe vertical. On peut, par exemple, prendre 2 cm pour 1 m/h.

Cette mesure est très importante et doit être faite avec soin ; elle est parfois longue pour les coefficients "K" de faible valeur ; dans l'exemple choisi il faudrait environ 2 heures uniquement pour la mesure après avoir préparé les boues.

Note : - Il arrive parfois, avec certaines natures de boues, que les flocons aient tendance à s'agglutiner en boules ou en filaments ; dans un cas semblable, il est conseillé de retirer l'entonnoir de l'éprouvette ; on bouche l'éprouvette et on homogénéise en suivant la technique indiquée précédemment, puis, lorsque pendant la sédimentation le niveau des boues passe par le volume désiré, on commence tout de suite à travailler les boues avec l'eau du béccher, puis on fait la mesure avec l'eau de l'éprouvette B.

On recommence ainsi pour chacun des volumes pour lesquels on désire faire la mesure.

En pratique, on devra obtenir un coefficient "K" compris entre 0,8 et 1,2. Une valeur de "K" nettement plus faible indique une floculation difficile, en général du fait d'une température trop basse, d'une silice mal activée ou d'une dose d'adjuvant mal réglée, et il en résultera un lit de boues de densité insuffisante (pourcentage de boues en 10 mn trop faible) et une eau décantée troublée par le départ de petits flocons relâchés par une boue à cohésion trop faible ; l'eau filtrée pourra subir aussi une détérioration, car la valeur de "K" joue également sur la profondeur d'encrassement des filtres et sur les phénomènes de "crevaison".

Par contre, une valeur de "K" trop forte n'est pas souhaitable non plus, car la boue a alors tendance à s'agglomérer en gros paquets et la percolation de l'eau dans le lit de boues n'est plus uniforme. C'est pourquoi il faudra jouer sur la qualité et la dose de silice activée pour maintenir la valeur de "K" dans la fourchette ci-dessus, et on verra que, si cette condition est réalisée, les valeurs des pourcentages de boues en 10 mn resteront également dans les limites souhaitables.

Il existe non seulement un rapport entre "K" et le pourcentage de boues en 10 mn (ce qui est normal puisque l'expansion de la boue à une vitesse donnée est inversement proportionnelle à "K", et que le pourcentage de boues représente lui-même l'inverse de l'expansion), mais également entre "K" et l'homogénéité

verticale du lit de boues. En effet, si le pourcentage des boues en 10 mm ne dépendait que du poids spécifique des boues, le mouvement ascensionnel de l'eau provoquerait un classement des matériaux et on obtiendrait un lit de boues plus dense à sa partie inférieure qu'à sa partie supérieure. Le fait que le lit de boues reste homogène montre bien que ce sont les forces de cohésion qui régissent sa densité et que ce sont ces mêmes forces qui expliquent la grande supériorité des décanteurs à lit de boues sur les appareils statiques.

Extractions de boues

Lors de la mise en route d'un décanteur, on peut avoir une idée approximative du pourcentage d'eau qui sera perdu par extractions de boues : il suffit pour cela de flocculer, au taux de traitement optimal de chaque réactif, un litre d'eau brute (avec la technique habituelle de l'essai de floculation) et, après 20 mn d'agitation et une demi-heure environ de repos, de rassembler les boues déposées au fond du béccher dans une petite éprouvette, de 50 ou 100 ml. Le volume de boues observé au bout d'une heure, rapporté au litre d'eau brute initial, donne un ordre de grandeur du pourcentage de boues (par exemple, si on recueille 5 ml de boues après 2 heures de repos, il faut s'attendre à évacuer environ 0,5 % de boues des concentrateurs).

On réglera donc la minuterie des extractions de boues sur ce pourcentage théorique.

Par ailleurs, il est évident que l'essai de laboratoire décrit plus haut ne donne qu'une approximation. Le laboratoire examinera donc fréquemment les décanteurs et demandera, le cas échéant, de modifier les réglages, de façon à maintenir les concentrateurs constamment remplis entre les 2/3 et les 3/4 de leur volume.

En période de floculation difficile et de mauvaise visibilité, la simple observation pourrait être remplacée par un sondage des concentrateurs ou par des prélèvements d'eau boueuse à la sortie des extractions, au début, au milieu et à la fin du temps d'ouverture.

- MESURE DU TA ET DU TAC -

Verser la liqueur alcalimétrique N/25 (1,96 g d'H₂SO₄ par litre) dans la burette de façon à ce que le niveau de la liqueur soit supérieure au zéro. En plaçant un récipient sous la burette, purger l'air contenu dans le robinet et dans l'effluve de la burette.

Si le niveau de la liqueur est au-dessus du zéro dans la burette, on ouvre légèrement le robinet de façon à ce que la burette coule goutte à goutte jusqu'à ce que le niveau de la liqueur soit à zéro ; fermer le robinet. Si le niveau de la liqueur est au-dessous du zéro, remettre de la liqueur dans la burette pour être au-dessus du zéro, puis procéder comme précédemment.

MESURE DES TITRES -

a) - Sur une eau

Mesurer 100 millilitres (ml) d'eau sur laquelle on veut faire la mesure ; verser ce volume dans un Erlenmeyer (ou vase conique) de 250 ml.

Ajouter 1 à 2 gouttes de solution de phénolphtaléine :

- si l'eau reste incolore, le TA = 0

- si l'eau se colore légèrement en rose, verser goutte à goutte la liqueur alcalimétrique en ayant soin de bien agiter après chaque addition d'une goutte.

Lorsque la coloration rose a disparu, lire sur la burette le niveau de la liqueur alcalimétrique.

Pour une burette graduée en degrés, on lit directement le nombre de degrés, par exemple, 1 degré français.

Pour une burette graduée en ml, multiplier par 2 le nombre de ml lu sur la burette ; dans l'exemple, on aurait 0,5 ml d'où :

$$TA = 0,5 \text{ ml} \times 2 = 1 \text{ degré français}$$

Mettre dans l'eau 2 à 3 gouttes d'hélianthine; il se développe une coloration jaune (si la phénolphtaléine n'a développé aucune couleur, on a TA = 0, on met les 2 à 3 gouttes d'hélianthine).

Sans ajuster à nouveau la burette à zéro (dans le cas où on a un TA supérieur à zéro), verser goutte à goutte la liqueur alcalimétrique en ayant soin d'agiter

après addition de chaque goutte. Lorsque la coloration est virée au jaune orangé, fermer le robinet de la burette et lire la graduation à laquelle affleure le niveau de la liqueur alcalimétrique.

Pour une burette graduée en degrés, on lit directement le nombre de degrés, par exemple, 18 degrés français.

Pour une burette graduée en ml, multiplier par 2 le chiffre lu ; dans l'exemple choisi, on aurait 9 ml :

$$TA = 9 \text{ ml} \times 2 = 18 \text{ degrés français}$$

b) - Sur de l'eau de chaux ou la silice activée

Les TA et TAC de l'eau de chaux et de la silice activée sont élevés et entraîneraient une trop forte consommation de liqueur alcalimétrique.

Au lieu d'effectuer l'analyse sur 100 ml, on ne prélève que 10 ml.

Ajuster la burette à zéro comme indiqué précédemment.

Avec une pipette, prélever 10 ml de solution et les verser dans une fiole conique ; ajouter 90 ml environ d'eau distillée et procéder au dosage comme indiqué précédemment.

Pour une burette graduée en degrés, on multiplie par dix ; pour une burette graduée en ml, on multiplie par 20 les chiffres lus.

Remarque : Il est parfois difficile d'apprécier le virage de l'hélianthine. Il est conseillé de mettre 100 ml d'eau distillée dans un Erlenmeyer (fiole conique) ; mettre 2 à 3 gouttes d'hélianthine et , la burette étant ajustée au zéro, verser 3 à 4 gouttes de liqueur alcalimétrique dans l'Erlenmeyer ; on obtient une coloration orangée.

Ajuster la burette à zéro, puis prélever 100 ml d'eau à analyser ; mettre 2 à 3 gouttes d'hélianthine et verser goutte à goutte, en agitant après chaque addition, la liqueur alcalimétrique ; arrêter le dosage lorsque la couleur du liquide est la même que dans l'eau distillée.

Calcul :

Par exemple, on a versé 2 gouttes ou 0,1 ml de liqueur alcalimétrique dans l'eau distillée contenant l'hélianthine.

On a versé 5,3 ml dans l'eau à analyser ; le volume de liqueur alcalimétrique que l'on aurait dû consommer est égal à :

$$5,3 - 0,1 = 5,2 \text{ ml, d'où}$$

$$TAC = 5,2 \text{ ml} \times 2 = 10,4 \text{ degrés français}$$