

PROTOCOLES D'ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES EAUX USÉES ET DES BOUES DE VIDANGE

CHAPITRE 8C

L'analyse physico-chimique des eaux usées et des boues de vidange en laboratoire requiert un entraînement et des compétences spécifiques. Cette fiche n'a pas vocation à développer des protocoles précis d'analyse chimique mais à simplement donner leur logique générale. Elle est composée de quatre parties :

- la préparation des échantillons avant l'analyse ;
- les protocoles détaillés d'analyse des paramètres physiques (matière sèche et matière volatile) ;
- la logique d'analyse des paramètres chimiques par spectrophotométrie ;
- la logique d'analyse des paramètres chimiques par dosage.

Le prélèvement et le conditionnement des échantillons (réalisés en amont des analyses) font l'objet d'une fiche à part entière ([fiche n° 22](#)).

Plus le nombre d'échantillons analysés est grand, plus les données sont fiables. Il est habituel de faire plusieurs prélèvements sur un même ouvrage. Dans le cas spécifique d'analyses destinées à être publiées dans une revue scientifique, il est préférable d'analyser trois fois chaque paramètre.

I. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons doivent être homogènes afin de donner des résultats représentatifs. Les plus liquides peuvent simplement être agités, les plus denses doivent être mixés afin de réduire les solides éventuels.

En fonction des paramètres étudiés, il peut être opportun d'analyser uniquement la fraction liquide des échantillons, en particulier pour les analyses par spectrophotométrie pour lesquelles les solides perturbent la mesure. Pour séparer les phases solides et liquides, on peut utiliser deux méthodes : la centrifugation et la filtration, qu'il est possible de combiner selon les besoins.

II. ANALYSE DES PARAMÈTRES PHYSIQUES

Les échantillons sont constitués d'eau et d'une fraction solide (aussi appelée matière sèche), elle-même composée d'une fraction de matière minérale et d'une autre de matière organique, aussi appelée matière volatile. Les protocoles décrits ci-dessous ont pour but d'exprimer les pourcentages respectifs de ces fractions.

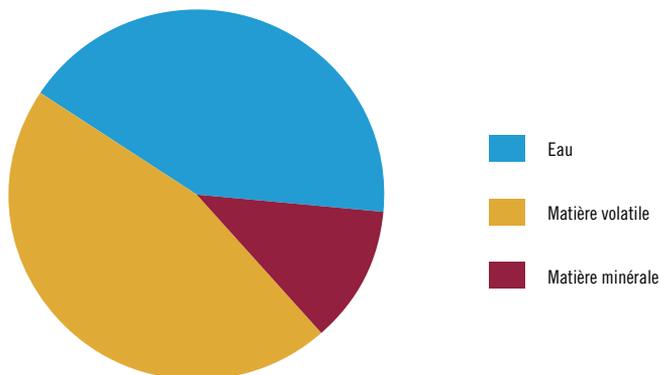


FIGURE N° 1

Exemple de fractions constituant les échantillons

1. Siccité

Les boues sont constituées d'eau et de matière sèche. La siccité est le pourcentage massique de matière sèche contenu dans la boue.

1.1 Principe

Un petit volume d'échantillon préalablement homogénéisé est déshydraté dans une coupe de céramique placée dans un four à 105 °C. La matière restant dans la coupe après le passage au four est appelé matière solide totale. Elle comprend les solides organiques, inorganiques, dissous, suspendus et volatiles.

1.2 Matériel

- Coupe en céramique ou en porcelaine.
- Four.
- Pincettes.
- Balance précise au milligramme.
- Dessiccateur.

1.3 Protocole

- Numéroter et peser les coupes vides.
- Déposer les eaux usées ou les boues de vidanges dans les coupes (ne pas trop les remplir), puis les peser.
- Mettre les coupes dans le four chauffé à 105 °C jusqu'à ce que la masse des échantillons soit stable (idéalement, laisser les échantillons dans le four au moins quatre heures).
- Laisser refroidir les échantillons jusqu'à température ambiante. Idéalement, les coupes refroidissent dans un dessiccateur afin d'éviter la reprise d'humidité. Peser les coupes.

1.4 Calcul des résultats

$$S (\%) = \frac{ME (g)}{MH (g)} = \frac{\text{Masse échantillon sec étuvé} - \text{Masse coupe vide}}{\text{Masse échantillon humide} - \text{Masse coupe vide}} \times 100$$

Avec :

- S : siccité.
- MS : matière sèche étuvée.
- MH : matière humide (ou matière totale).

2. Matière volatile totale

2.1 Principe

L'échantillon initial ou le résidu de matière solide totale est brûlé dans un four à 550 °C.

2.2 Matériel

- Coupe en porcelaine.
- Étuve.
- Pincettes.
- Balance précise au milligramme.
- Feutre résistant aux hautes températures.

Astuce : s'il n'y a pas de coupes en porcelaine ou en céramique, il est possible de faire ses propres coupes en papier d'aluminium.

2.3 Protocole

- Numérotter et peser les coupes vides. Si le feutre ne résiste pas aux hautes températures (c'est le cas d'un feutre normal), il faut repérer dans l'espace les échantillons afin de toujours pouvoir les identifier.
- Déposer les eaux usées ou les boues de vidange dans les coupes (ne pas trop les remplir), puis les peser.
- Mettre les coupes dans le four chauffé à 550 °C jusqu'à ce que la masse des échantillons soit stable (une heure environ).
- Laisser refroidir les échantillons jusqu'à ce qu'ils soient à température ambiante. Idéalement, les coupes refroidissent dans un dessiccateur afin d'éviter la reprise d'humidité. Peser les coupes.

La matière volatile peut également être déterminée à partir des échantillons utilisés pour calculer la matière sèche totale. Le protocole est identique mais le calcul est exprimé en pourcentage de la matière sèche et non pas de la matière totale.

2.4 Calcul des résultats

Si le protocole est réalisé avec l'échantillon total, la matière volatile est exprimée en pourcentage de la matière totale :

$$MV (\%_{\text{de la matière totale}}) = \left(1 - \frac{MM \text{ (g)}}{MH \text{ (g)}} \right) \times 100 =$$

$$\left(1 - \frac{\text{Masse échantillon brûlé} - \text{Masse coupe vide}}{\text{Masse échantillon humide} - \text{Masse coupe vide}} \right) \times 100$$

Avec :

- MV : matière volatile.
- MM : matière minérale.
- MH : matière humide.

Si le protocole est réalisé à la suite de celui de la siccité, la matière volatile est exprimée en pourcentage de la matière sèche :

$$MV (\%_{\text{de la matière sèche}}) = \left(1 - \frac{MM \text{ (g)}}{ME \text{ (g)}} \right) \times 100 =$$

$$\left(1 - \frac{\text{Masse échantillon brûlé} - \text{Masse coupe vide}}{\text{Masse échantillon sec étuvé} - \text{Masse coupe vide}} \right) \times 100$$

Avec :

- MV : matière volatile.
- MM : matière minérale.
- ME : matière sèche étuvée.

III. ANALYSE DES PARAMÈTRES CHIMIQUES PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE

Le principe de l'analyse par spectrophotométrie s'appuie sur une analyse colorimétrique. La loi de Beer Lambert relie le niveau d'absorbance d'un rayonnement à la concentration du milieu qu'il traverse. La spectrophotométrie permet analyse quantitative et étalonnage.

Des kits prêts à l'emploi sont disponibles. Ils fournissent les tubes à essai contenant des réactifs, compatibles avec le photomètre et un thermo-réacteur, ainsi que des réactifs devant être ajoutés à différents moments lors de la préparation du test. Lorsque les protocoles sont respectés, cette méthode est simple et fiable.

L'échantillon est introduit dans une cellule-test préparée par un laboratoire, avec un éventuel ajout de produit chimique fourni avec le kit de cellule-test. Des réactions chimiques se déroulent dans cette cellule, dont la couleur est ensuite analysée par spectrophotométrie, la longueur d'onde utilisée variant en fonction du paramètre étudié.



Spectrophotomètre.

Les cellules-test sont calibrées pour mesurer des concentrations dans certaines fourchettes. Si la concentration de l'échantillon est inférieure à cette fourchette, il est nécessaire d'utiliser un autre type de cellule-test avec une fourchette de mesure plus basse. Or, cette démarche coûte cher, et il est préférable d'estimer correctement les résultats attendus. Si la concentration de l'échantillon est supérieure à la fourchette de la cellule-test, une dilution de l'échantillon permet d'utiliser le même type de cellule-test.

Chaque type de cellule-test est livré avec son protocole et les produits chimiques qui y sont associés. Entre 0,1 et 2 ml d'échantillon sont introduits dans la cellule, ce qui nécessite une mesure par micropipette.

Les réactions chimiques qui se produisent dans les cellules-test sont généralement exothermiques (production de chaleur), ce qui peut parfois provoquer l'éclatement de la cellule. Il est primordial de porter des équipements de protection : lunettes, blouse et gants.

Pour la DCO, l'azote et le phosphore total, les cellules-test doivent être chauffées durant des durées variables à des températures comprises entre 130 et 150 °C. Le laboratoire doit donc être équipé d'un thermo-réacteur.

Lors de l'analyse de la DCO, la concentration en ions chlorure (Cl-) doit être inférieure à 2 g/l après dilution éventuelle. Ces ions peuvent avoir une concentration élevée dans le cas d'une pollution industrielle ou d'intrusion d'eau de mer dans les réseaux d'assainissement *via* la nappe phréatique. La mesure de la conductivité peut alerter sur une pollution saline.

Les points essentiels pour réaliser ces analyses sont :

- suivre avec une grande rigueur les protocoles ;
- mettre en œuvre de bonnes pratiques de laboratoire, notamment pour la protection des personnes et de l'environnement ;
- estimer à l'avance les résultats pour diluer correctement les échantillons et éviter le gaspillage de réactif.

En fin d'analyse, les réactifs doivent être traités, si possible, sans mélanger les acides et les bases. Les réactifs utilisés pour l'analyse de la DCO contiennent des métaux lourds.

Matériel minimal requis :

- Spectrophotomètre.
- Thermo-réacteur.
- Micropipette.
- Bécher.
- Porte-tube.
- Eau distillée.
- Gants.
- Lunettes de protection.
- Blouse.

Les protocoles d'analyse par spectrophotométrie ne nécessitent pas de compétences très avancées en analyse de laboratoire. En revanche, l'investissement en matériel est onéreux.

IV. ANALYSE DES PARAMÈTRES CHIMIQUES PAR DOSAGE

L'analyse des paramètres chimiques par dosage requiert des compétences spécifiques de technicien de laboratoire ainsi qu'un laboratoire équipé en verrerie (béchers, pipettes, burettes, etc.). Elle nécessite également que le laboratoire soit approvisionné en produits chimiques.

Le principe général est de déclencher une ou plusieurs réactions chimiques connues entre un réactif titré (dont la concentration est à déterminer) et un réactif titrant (dont la concentration est connue). Une réaction de dosage est unique, totale et rapide. L'objectif du protocole de dosage est de déterminer l'équivalence, c'est-à-dire le moment où les deux réactifs ont été entièrement consommés. La quantité, la concentration du réactif titrant et l'équation de la réaction sont connus : ils permettent de calculer la concentration du réactif titré. De l'équation se déduit le bilan de matière quantitatif de la réaction.