

UFR Sciences & Techniques Côte Basque

Université de Pau et des Pays de l'Adour

Licence Physique-Chimie

STAGE DANS UN LABORATOIRE D'ANALYSES D'EAUX

PLAZA LOPEZ Andoni

**Stage effectué du 03/04/2018 au 25/05/2018 à LABUR Laboratorio de aguas y residuos
sous la direction scientifique de Mme CRESPO Mirari**



"Le présent rapport constitue un exercice pédagogique qui ne peut en aucun cas engager la responsabilité de l'Entreprise ou du Laboratoire d'accueil"

SOMMAIRE

- 1. INTRODUCTION**
- 2. LES ANALYSES**
 - 2.1. Les analyses effectués**
 - 2.2. Certification des analyses**
 - 2.3. Controles de Qualité**
 - 2.4. La DB**
 - 2.4.1. Procède**
 - 2.4.2. Interprétation des résultats**
- 3. Dosage du sulfite de sodium**
 - 3.1. Procedure**
 - 3.2. Interpretation des résultats**
- 4. Résultats**
 - 4.1. Validations (Incertidumbres)**
 - 4.2. Rapport des résultats**
- 5. Conclusions**
- 6. Annexes**
- 7. Bibliographie**

Il est important de contrôler la qualité de l'eau, car elle est essentielle à la vie. Nous, comme humains, en dépendons pour énormément de choses comme l'agriculture mais aussi pour survivre. Puisque l'eau est utilisée pour l'industrie elle se contamine et généralement elle est versée dans la rivière la plus proche. Et puisque l'eau possède un cycle il est impossible de contaminer seulement la fin du cycle mais on contamine le cycle entier. C'est pour cela que les pays ont élaboré plusieurs lois pour contrôler la qualité et imposer une limite de contamination tolérable par les êtres vivants, marins ou non. C'est ici que les laboratoires ont leur rôle en analysant de façon impartiale les eaux utilisées et versées.

Abstract :

It is important to control the quality of the water because it is essential for life. We, as humans, depend on water for a lot of things like agriculture, metallurgical industry but also to survive. If water is used, it becomes contaminated and usually it is poured into the nearest river. And because the water has a cycle it is impossible to contaminate only the end of the cycle but we contaminate the whole cycle. This is why countries have to elaborate several laws to control the quality and to impose a limit of contamination tolerable by the living beings, marine or not. It is here where the laboratories play their part by impartially analyzing the water used and poured.

1. INTRODUCTION

Le laboratoire LABUR créé en 2007, est situé à l'intérieur d'un bloc dans la zone industrielle du quartier de Ventas à Irún. Ce bloc est partagé avec une autre entreprise appelée OTARI, qui se charge de l'entretien de systèmes de réfrigération. Dans le laboratoire on effectue principalement des analyses sur trois types d'échantillons :

- L'eau utilisée dans les systèmes de réfrigérations industrielles (généralement d'entreprise du secteur alimentaire).
- L'eau résiduelle issue d'usines (papéterie, lamination d'acier, etc) et d'espaces publics (camping, station d'essence, etc) et de consommation.
- L'eau de consommation (appelé eaux continentales) comme celles du robinet ou des WC.



Vue extérieure du laboratoire

Ce stage a pour objectif de confirmer ma possible orientation professionnelle. Pour cela J'expliquerai au long de ce rapport comment marche le laboratoire ainsi que deux analyses et à la fin je conclurai si l'expérience a été positive ou non.

2. LES ANALYSES

Avant de pouvoir effectuer les analyses, il faut récupérer les échantillons. Pour cela il faut du personnel qualifié ainsi que le matériel approprié comme des bouteilles en plastique et en verre (dont l'intérêt de cette dernière est que les huiles et graisses ne colent pas au paroi). Pas tous les échantillons sont simple à récupérer, pour cela on utilise une perche télescopique avec un récipient accroché à son bout. Une fois est récupéré, on écrit dans un cahier l'information du client ainsi que la température, le volume d'eau et le type de matériel utilisé.



Perche télescopique

Lorsqu'un échantillon arrive au laboratoire, quelque soit sa provenance, doit être enregistré dans la base de données du laboratoire. Dans cette base de données, l'échantillon acquiert un numéro par lequel il sera identifié tout au long des analyses. A ce numéro on lui spécifie les analyses qui doivent être fait, comme la mesure du pH, de la conductivité ou de la dureté totale. Une fois l'enregistrement de l'échantillon dans la base de données est fini, l'équipe du laboratoire commence à effectuer les analyses qui correspondent à l'échantillon.



Vue intérieure du laboratoire

2.1. Les analyses effectués

Il existe une large variété d'analyses qui peuvent être faites dans le laboratoire ainsi que différentes méthodes pouvant être utilisées pour la même analyse et des délais de temps pour les faire. Les tableaux ci-dessous contiennent toutes les analyses effectuées, ainsi que des informations diverses

Analyse	Methodologie	Temperature de conservation	Limites	Faire l'analyse avant:
Huiles et Graisses	Soxhlet-Gravimétrie PEA.10	---	15-150 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄ ou HCl)
Aérobies	Plaque Petri à 36 °C	---	100-30000 ufc	24h
Acides Forts	Titration Colorimétrique	2 - 8 °C	---	24 h
Alcalinité Partielle	Titration Colorimétrique	2 - 8 °C	---	24 h
Alcalinité Totale	Titration Colorimétrique	2 - 8 °C	---	24 h
Aluminium	Esp. Absorption Atomique	---	0,02 – 10 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)

Analyse	Methodologie	Temperature de conservation	Limites	Faire l'analyse avant:
Ammonium	Esp. UV-VIS PEA.05	2 - 8 °C	0,5 – 250 mg/l	21 jours (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Bicarbonates	Titration Colorimetrique	2 - 8 °C	---	24 h
Brome	Esp. UV-VIS	2 - 8 °C	---	24 h (Obscurité)
Calcium	Esp. Absorption Atomique	---	0,5 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Carbonates	Titration Colorimetrique	2 – 8 °C	---	24 h
Carbone Organique Total	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	---	7 jours (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Clore Libre	Esp. UV-VIS	---	---	Effectuer l'analyse "in situ"
Clore Total	Esp. UV-VIS	---	---	Effectuer l'analyse "in situ"
Clorures	Titration Colorimetrique	---	---	1 mois
Cuivre	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Couleur	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	---	5 jours (Obscurité)
Conductivité	Electrometrie PEA.02	2 – 8 °C	10 – 12880 µS/cm	24 h
Crome Total	Esp. UV-VIS	---	0,03 – 10 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Crome VI	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	0,03 – 10 mg/l	24 h
DBO₅	Manometrie PEA.09	2 – 8 °C	20 – 5000 mg/l O ₂	24 h (Obscurité)
Densité	Densitometrie	---	---	---
Detergents Anioniques	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	0,05 – 40 mg/l	2 jours (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Detergents Cationiques	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	0,2 – 40 mg/l	2 jours

Analyse	Methodologie	Temperature de conservation	Limites	Faire l'analyse avant:
Detergents non Ioniques	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C		1 mois (Ajouter solution de formaldéhyde à 37%)
DCO	Esp. UV-VIS PEA.03	---	20 – 15000 mg/l O ₂	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Dureté Totale	Titration Colorimétrique	---	---	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Etain	Esp. Absorption Atomique	---	---	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HCl)
Fluorures	Electrode Selective	---	---	1 mois
Phosphates (PO ₄)	Esp. UV-VIS PEA.04	---	2,1 – 153 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Phosphore Total	Esp. UV-VIS PEA.04	---	0,7 – 50 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Hidrocarbures	Extraction- Gravimétrie	---	<10,0 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄ ou HCl)
Fer	Esp. Absorption Atomique PEA.07	---	0,4 – 30 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Fer Dissout	Esp. Absorption Atomique PEA.07	---	0,4 – 30 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Fer total	Esp. Absorption Atomique PEA.07	---	0,4 – 30 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Magnesium	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Manganese	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Níquel	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Nitrates	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	1 – 600 mg/l	24 h
Nitrites	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	0,05 – 200 mg/l	24 h
Azote Ammoniacal	Esp. UV-VIS PEA.05	2 – 8 °C	0,4 – 190 mg/l	21 jours (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)

Analyse	Methodologie	Temperature de conservation	Limites	Faire l'analyse avant:
Azote Total	Esp. UV-VIS	---	1 – 100 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec H ₂ SO ₄)
Oxidabilité au Permanganate	Titrage Colorimetrique	2 – 8 °C	---	24 h
Oxigène Dissout	Electrode Selective	---	---	Effectuer l'annalyse "in situ"
pH	Potenciometrie PEA.01	2 – 8 °C	4,0 – 13,0 unit. pH	24 h
Potassium	Esp. Absorption Atomique	---	0,2 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Silice	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Sodium	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)
Solides Dissouts (TDS)	Electrometrie	2 – 8 °C	10 – 12880 mg/l	24 h
Solides Sedimentables	Gravimetrie	2 – 8 °C	---	2 jours
Solides Suspension	Gravimetrie PEA.08	2 – 8 °C	10 – 5000 mg/l	2 jours
Sulfates	Esp. UV-VIS	2 – 8 °C	1 – 900 mg/l	1 mois
Sulfites	Titrage Colorimetrique	---	---	2 jours
Temperature	Mesure directe	---	---	Effectuer l'annalyse "in situ"
Turbidité	Turbidimetrie PEA.06	2 – 8 °C	5,00 – 20,0 NTU	24 h (Obscurité)
Vitesse de Sedimentation	Decantation	2 – 8 °C	---	2 jours
Zinc	Esp. Absorption Atomique	---	0,1 mg/l	1 mois (Acidifier à pH<2 avec HNO ₃)

Mais il faut savoir que pas n'importe qui peut effectuer tous les annalyses. Il y en a certains (pH, conductimétrie, solides en suspension, etc) pour lequel il faut avoir une certification.

2.2. Certification des analyses

Les analyses peuvent donc être classées selon deux catégories qui sont les analyses certifiées et les non certifiées (tous les titrages colorimétriques par exemple). Pour qu'une personne puisse acquérir la qualification, et donc effectuer les analyses certifiées, il faut d'abord qu'elle lise le procédé de l'analyse. Ensuite elle doit observer un travailleur qui est déjà qualifié, effectuer cette analyse dix fois. Puis la personne devra effectuer elle-même l'analyse quinze fois en étant observée par le travailleur. Enfin elle doit effectuer cinq contrôles de qualité tels qu'une vérification, une reproduction ou une intercomparative entre laboratoires. Après être passée par ses étapes la personne sera qualifiée pour effectuer les analyses certifiées. Ci-dessous vous trouverez une liste avec les analyses certifiées :

PEA 01 : pH.

PEA 02 : Conductivité.

PEA 03 : Demande chimique en oxygène.

PEA 04 : Phosphates et phosphore total.

PEA 05 : Azote ammoniacal et ammonium.

PEA 06 : Turbidité.

PEA 07 : Fer, fer dissout et fer total.

PEA 08 : Solides en suspension.

PEA 09 : Demande biochimique en oxygène

PEA 10 : Huiles et graisses

PGT.02 : Prise d'échantillon ponctuelle

(1) PEA : Procédure d'essai d'analyse

Pour qu'une analyse soit certifiée il faut élaborer un procédé qui marche entre les limites imposées par la personne, qui sont celles imposées par les conditions de travail. Il est inutile de certifier une analyse à la limite supérieure de 500 mg/L, d'huiles et graisses par exemple, si la majorité des échantillons ne dépasse pas les 100 mg/L. Lors de l'élaboration du procédé il faut créer une méthodologie mais aussi des contrôles de qualité. Une fois les procédés finis il faut les présenter dans le cas du laboratoire à ENAC qui donnera la certification ou pas pour l'analyse. Pour maintenir une analyse certifiée il faut payer, c'est pour cela que seulement les analyses recourant ou importants sont certifiés généralement.

2.3. Contrôles de qualité

Comme je mentionne dans le paragraphe précédent il existe trois contrôles de qualité. La vérification consiste à faire l'analyse sur un échantillon préparé aux concentrations limites permises. Par exemple pour les vérifications des solides en suspension il faut préparer une solution à 10 mg/L ou 5000 mg/L avec de la cellulose microcristalline et de l'eau distillé qu'on filtre sous un papier filtré en microfibres de verre. Lorsque on effectue une analyse sur un ou plusieurs échantillons et on doit faire une vérification, on cherche à alterner entre les deux concentrations possibles. Cette analyse est effectuée par la même personne à la suite des échantillons.

Contrairement à la vérification, la reproduction est effectuée par une autre personne que celle qui a analysé les échantillons. Pour simplifier on continue sur l'exemple des solides en suspension. L'autre personne doit filtrer un des échantillons filtré précédemment en filtrant le même volume ou un autre différent. Le volume filtré n'altère pas le résultat car celui-ci est divisé au poids final du filtre qui par soustraction donne le poids des solides. À la fin du calcul on obtient une concentration en mg/L. À la fin de la suite je vous présente avec un exemple que le volume n'altère pas le résultat :

	Poids filtre (mg)	Volume filtré (L)	Poids filtre + solides (mg)	Poids solides (mg)	Résultat (mg/L)
Echantillon 1	0,1120	0,5	0,1462	34,2	68,4
Echantillon 2	0,1077	0,25	0,1245	16,8	67,2

Application numérique :

$$\frac{16,8}{0,25} = 67,2 \text{ mg/L} \qquad \frac{34,2}{0,5} = 68,4 \text{ mg/L}$$

Si on calcule l'écart relatif : $\frac{68,4-67,2}{68,4} = \frac{1,2}{68,4} = 0,0175 \times 100 = 1,75\%$

Avec le résultat du calcul de l'écart type inférieur à 2% on peut conclure que les résultats sont proches et que donc une différence du volume filtré n'altère pas le résultat final. La vérification et la reproduction sont des contrôles de qualité interne, contrairement à l'intercomparatif.

L'intercomparatif entre laboratoire est le troisième contrôle de qualité possible, par contre celui-ci est un contrôle de qualité externe. Lors d'un intercomparatif, une entreprise prépare une solution à laquelle il faut effectuer plusieurs analyses. Une fois la solution préparée elle est mise en vente et le laboratoire devra acheter un échantillon de la solution. Les analyses ont une date limite pour laquelle les laboratoires devront avoir enregistré les résultats dans un site web dédié aux intercomparatifs. Une fois la date limite atteinte les résultats, des analyses seront communiqués aux laboratoires.

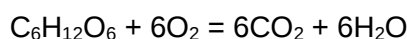
Ce contrôle de qualité permet de tester les protocoles analytiques ainsi que le personnel du laboratoire envers d'autres laboratoires.

2.4. La DBO₅

La Demande Biochimique en Oxygène 5 correspond à la quantité d'oxygène nécessaire aux micro-organismes aérobies de l'eau pour oxyder les matières organiques dans l'eau pendant 5 jours. Il s'agit donc d'une consommation d'oxygène par voie biologique. Ce paramètre constitue un bon indicateur de la teneur en matières organiques biodégradables d'une eau. La DBO permet de mesurer la qualité d'une eau superficielle (rivières, lacs...) ou d'une eau usée (stations d'épuration, rejets industriels). L'eau analysée contient une quantité de matières organiques biodégradables, rejetées dans le milieu naturel, ces matières organiques vont être dégradées par voie biologique ce qui va entraîner un développement de micro organismes aérobies. La chute de l'oxygène dissous est due à la respiration des micro-organismes aérobie lors de la réaction de dégradation de la matière organique dans le milieu conduisant à l'asphyxie des espèces présentes. Cette analyse permet donc de connaître l'impact du rejet dans le milieu récepteur. Mais avant de pouvoir effectuer cette analyse il convient de déterminer la demande chimique en oxygène (DCO). Grâce au calcul de la DCO on peut avoir une idée de l'ordre de grandeur de la DBO qui sera après utile pour fixer celui-ci dans la console. Aussi elle permet un moyen de contrôle car la DBO doit être inférieure à la DCO.

2.4.1. Le procédé

Le calcul de la DBO se fait par la méthode manométrique, c'est-à-dire par une différence de pression. Lors du procédé d'oxydation, l'oxygène est consommé et transformé par les microorganismes en dioxyde de carbone (CO₂) selon la réaction suivante (on utilise le glucose pour simplifier):



Les micro-organismes utilisent les ADP (adenosine diphosphate) et les ATP (adenosine triphosphate) pour stocker l'énergie produite par la réaction d'oxydation. Les ADP sont transformées en ATP lors de la réaction car l'énergie produite directement est trop importante pour l'organisme (2870 kJ/mol) et doit être stockée. La réaction complète est :



L'interet des groupes phosphates est leur grande énergie dans les ponts anhydride formés dans les molécules d'ADP ou ATP (il existe aussi l'AMP, adenosine monophosphate). Plus il y a de groupes phosphate plus la molécule peu liberer de l'energie.

Le CO_2 produit lors de la reaction est ensuite capturé par des comprimés d'hydroxide de potassium (KOH) pour assurer la difference de pression mais aussi empecher la reaction inverse.



Comprimés de KOH

Pour determiner la DBO il faut verser dans une bouteille en verre un volume, prédefinis par la consigne de la console manometrique, de l'échantillon (et d'eau lorsque l'ordre depasse celui de la console pour faire une dilution permettant un excès d'oxygene dans la bouteille).



Bouteilles en verre pour la DBO

La bouteille est d'un verre obscur pour éviter la photosynthese ce qui produirai de l'oxygene non voulut. Il y a un cas particulier, si l'échantillon a subi un traitement biologique alors la charge en matières sera trop faible pour pouvoir effectuer une DBO. Pour ces cas on injecte une volume 0.2 mL, qui n'altère

pas le résultat final, d'un autre échantillon d'eau usée sanitaire avec une DCO inférieure à 300 mg de O_2/L . Il faut savoir que l'eau versé dans la bouteille n'est pas distillé, c'est une eau spéciale préparé avec de l'eau ultra-pure et des sels de substances tampon nutritives, ce qui enrichi l'eau en nutriments pour éviter la mort des microorganismes.



Sachet avec la poudre pour inhiber la nitrification

Une fois le mélange versée on introduit une poudre qui inhibe la réaction de nitrification. Cette réaction est similaire à celle de l'oxygène ce qui fait donc aussi baisser la pression et donc fausse le résultat. Il faut introduire 1 cuillère de poudre par chaque 100 mL du volume total versé dans la bouteille. Ensuite on place un support pour les comprimés de KOH qui absorbent le CO_2 .



Support pour les comprimés de KOH

Pour assurer l'homogénéisation du mélange on introduit un barreau émanti. Pour finir on entoure le col de la bouteille avec du téflon puis on ferme la bouteille avec la console manométrique à laquelle on fixe l'ordre de grandeur. Ainsi on stock la bouteille dans un frigo à $20^{\circ}C$ en obscurité et pendant 5 jours.



Sonde Manométrique

2.4.2. Interpretation des resultats

Les resultats sont obtenus et exprimées en mg de O_2 / L au bout de 5 jours car c'est la plus courte tout en étant représentatif. Mais il existe aussi la DBO à 7 jours ou meme à 20 jours qui peuvent être calculé en effectuant le procedes complet mais généralement on utilise un facteur lequel on multiplit au résultat de la DBO5. Les résultats sont utiles pour calculer l'efficacité des stations d'épuration en mesurant l'eau versée à la fin du procede. On peut aussi comparer les resultats de la DBO et de la DCO pour verifier si une eau a été traitée biologiquement car le rapport DBO/DCO sera inferieur a 1.

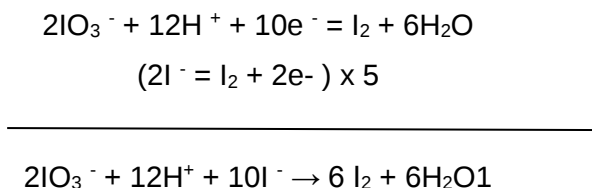
3. Dosage du sulfite de sodium

L'entreprise OTARI fabrique des produits pour le traitement des eaux et canalisations. Quelqu'uns de ces produits sont fabriqués à partir de sulfite de sodium (Na_2SO_3) lequel est dosé par iodometrie pour controler la qualité du produit fabriqué. La iodometrie fait appelé aux reactions d'oxydoréduction et consiste à doser indirectement une substance grace aux couples redox du diode (I_2). Dans le laboratoire on utilise le thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) comme solution titrante mais l'arsenic III et l'antimoine III peuvent aussi etre utilisés.

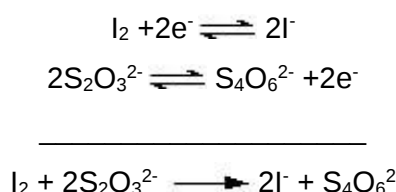
3.1. Procedure

Comme solution titrante on utilise une solution de thiosulfate de sodium a 0,1 mol/L et le diode est dilué a 0,1 mol/L a partir d'une solution commercialisée a 1 mol/L. Pour commencer on pese aproximativement 0.2 g de la solution a titré qui sont melangé avec 50 mL de solution diode dans un erlenmeyer. Celui-ci est fermé pour assurer l'oxidation seule du diode avec les sulfites.

Après 5 minutes on ajoute 5 mL d'amidon qui augmente la visualisation de la zone de virage mais il faut pas mettre en excès car il peut absorber le diiode qui ne sera pas libéré lors du dosage, faussant donc le résultat. On acidifie la solution avec 1 mL d'acide chlorhydrique pour éviter la réaction inverse de création du diiode :



Puis on procède au dosage dans lequel la solution passera du marron caractéristique du diiode au transparent des ions iode (I^-). L'équation de la réaction est :



Virage de couleur dans le dosage iodométrique

3.2. Interpretation des résultats

Pour calculer le pourcentage de sulfites on utilise une formule préétablie qui est :

$$\% \text{Na}_2\text{SO}_3 = \frac{(50 - A) \times 0.0063025}{M} \times 100$$

Avec

A : étant le volume de thiosulfate de sodium versé

50 : correspondant au volume d'iode versé au début

0.0063025 : est le nombre de grammes de Na_2SO_3 dans 1 mL de solution à 0,1 mol/L

M : est la masse de produit pesée

Le résultat est donné en pourcentage et chaque produit doit avoir un pourcentage supérieur ou inférieur à une limite établie pour chaque produit. Le résultat est communiqué à l'équipe chargée de la production mais ces produits sont aussi enregistrés dans la base de données du laboratoire pour avoir un suivi.

Lorsque j'ai voulu savoir sur la provenance de l'équation et du calcul de 0.0063025 personne n'a su me répondre. L'équation ayant été demandée à quelqu'un externe au laboratoire il y a une vingtaine d'années personne ne savait comment avait été calculé.

4. Resultats

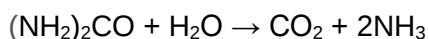
4.1. Validations (incertitudes)

Pour tous résultats obtenus en sciences il faut lui attribuer une incertitude qui peut aussi donner des informations sur la précision du matériel, des équations et qui tient en compte aussi les possibles erreurs humaines. Pour calculer ceci, le laboratoire utilise un fichier excel dans lequel les informations sur le matériel utilisé, le pourcentage d'incertitude souhaité et le fichier calcule alors pour vérifier que ce qu'on vient de lui imposer est faisable. Comme exemple on utilise celui utilisé pour l'analyse d'huiles et graisses. Le fichier est utilisé pour calculer la solution de vérification pour les différentes limites (ici il y a la limite inférieure, intermédiaire et supérieure) mais aussi les conditions pré-établies pour les contrôles de qualité. Vous trouverez en annexe (1 et 2) les fichiers correspondants, il faut savoir que « incertidumbre combinada » est l'incertitude à 66% et que « incertidumbre expandida » est l'incertitude à 95%.

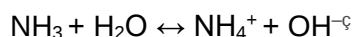
4.2. Rapport des resultats

Lorsque toutes les analyses sont effectuées et les résultats enregistrés dans la base de données le rapport avec les résultats est rédigé et envoyé au client.

Ci-dessous vous trouverez un exemplaire pour une eau résiduelle. Les limites qui apparaissent dans le rapport sont facilitées par le client qui selon le type d'eau résiduelle, où elle est versée (rivière par exemple) et les traitements qu'elle subit lui correspondent. On peut observer que tous les résultats sont en dessous de la limite à l'exception de l'azote ammoniacal (nitrógeno ammoniacal). Puisque je suis pas certifié pour cette analyse et pour la rédaction des rapports j'ai pas pu l'effectuer et donc m'apercevoir de l'excès en azote. Mais en recherchant sur internet j'ai pu trouver une possible origine qui est la décomposition de l'urée en azote selon l'équation :



Et qui est en équilibre selon :



Une solution serait l'oxydation en milieu aérobie par des microorganismes produisant la fin du processus une boue séparable par décantation.

Los ensayos marcados con ^ no están amparados por la acreditación ENAC.

INFORME DE ENSAYOS

El presente informe sólo afecta a los objetos sometidos a ensayo.

Nº Informe	Su pedido Nº	Nº Muestra
18001206		9640

CONSTRUC Y AUXILIAR DE FERROCARRILES, SA

J. M. Iturrioz, 26

20200 BEASAIN

Gipuzkoa

A la atención de: Nora Irastorza

DATOS DE LA MUESTRA

Tipo muestra:	AGUA DE VERTIDO	Tª Recepción (°C):	7,4
Referencia:	PV1	Fecha inicio análisis:	13/04/2018
Origen:	AGUAS SANITARIAS	Fecha fin análisis:	20/04/2018
Fecha toma:	13/04/2018	Volumen (l):	3,0
Fecha recep.:	13/04/2018		
Recogida:	Muestra puntual tomada y transportada al laboratorio por LABUR, según PGT.02 y bajo acreditación ENAC nº691/LE1529		

RESULTADOS DE LA MUESTRA

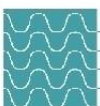
Parámetro	Método	Resultado	Unidades	Límites(#)
pH	PEA.01/Potenciometría	9,4*	UpH a 20°C	5,5-9,5
Conductividad	PEA.02/Electrometría	1124	µS/cm a 25°C	5000
Detergentes Aniónicos ^	Esp. UV-VIS	8	mg/l	10
Sólidos Suspensión (retención 1,5 µm)	PEA.08/Gravimetría	53	mg/l	600
Aceites y Grasas	PEA.10/Shoxlet-Gravimetría	< 15	mg/l	100
Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5)	PEA.09 /Manometría	106	mg O2/l	500
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	PEA.03/Esp. UV-VIS	186	mg O2/l	2000
Nitrógeno Amoniacal (N-NH4)	PEA.05/Esp. UV-VIS	86	mg/l	50
Fósforo total (P)	PEA.04/Esp. UV-VIS	4,1	mg/l	15
Hierro Total (Fe)	PEA.07/Abs. Atómica	< 0,4	mg/l	20
Sulfatos (SO4) ^	Esp. UV-VIS	24	mg/l	1000
Cloruros (Cl-) ^	Titulometría	71	mg/l	1600

OBSERVACIONES DE LA MUESTRA

Responsable de toma de muestra: Mirari Crespo / Jon Mendizabal; Hora de toma: 11h30'; Tª "In situ": 12,1 °C
*Incertidumbre asociada al ensayo: +/- 0,1 unidades de pH

Comentarios (#)

Límites facilitados por el cliente.

 entidad colaboradora de la administración hidráulica	Fecha de Emisión del informe: 20/04/2018	 Firma:
	Aprobado por: Jon Mendizabal	
	Cargo: Director Técnico	

Fin de Informe

El Laboratorio pone a disposición del cliente las incertidumbres calculadas con una probabilidad del 95% y asociadas al valor de la medida.
El presente informe no podrá ser reproducido total o parcialmente sin la aprobación por escrito del laboratorio de ensayo que lo ha emitido.

En annexes (2 et 3) vous trouverez aussi des exemplaires pour une eau continentale (eau sanitaire chaude) et pour l'eau d'un système de réfrigération dans lequel il y a plusieurs parties du système qui sont analysées. Comme l'eau qui rentre dans le système (agua bruta) et celle du condensateur évaporatif.

5. Conclusion

Ce stage avait comme objectif de me confirmer si le travail en laboratoire me plaisait bien comme orientation professionnelle. Et donc de me rassurer lors de la décision du master choisi. J'avais le doute entre le master Qualité des Milieux Aquatiques (QUAMA) à Anglet ou le master Sciences Analytiques pour le Vivant et l'environnement (SAVE) à Pau. Lors de stage j'ai pu améliorer dans le travail individuelle et m'expérimenter plus dans le travail en équipe. J'ai aussi appris sur le fonctionnement du monde professionnel en concret d'un laboratoire d'analyses d'eaux. L'expérience dans laquelle j'ai appris de nouvelles choses et approfondi dans d'autres a été très positive et m'a permis donc de conclure sur mon orientation professionnelle et donc de choisir le master QUAMA qui peut m'aider à intégrer plus facilement le monde du travail en me donnant les outils à la fin des deux années.

6. Annexes

ANNEXE 1 : Fichier de calcul des incertitudes pour l'échantillon de la limite supérieure.

DATOS GENERALES	
FECHA DE LA PREPARACION	CON CADA ENSAYO
PERSONA QUE REALIZA LA PREPARACION	MIRARI / BORJA
TIPO DE MATERIAL	ACIDO ESTEARICO
PROCEDIMIENTO	ACEITES Y GRASAS

PREPARACIÓN DE MR MEDIANTE PESADA

DATOS DEL MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO			
Código	162590,121	Nº de Lote	445948
Fecha caducidad	Mayo 2019	Riqueza Patrón (%)	98,00%
Cantidad pesada (mg)	150	Intervalo de Riqueza (tanto por uno)	0,02

DATOS DEL MATERIAL VOLUMETRICO (VOLUMEN FINAL PREPARADO)			
Material volumetrico usado		Matraz	
Volumen a preparar	1,00	Tolerancia volumen(%)	1,0%

DATOS DE LA BALANZA (EN MILIGRAMOS)			
Código de la balanza		Bal-1	
Incertidumbre calibracion de la balanza (mg)	0.22	K=	2
Resolución de la balanza (mg)		0,1	
Deriva de la balanza (mg)		0	
Corrección de la balanza (mg)		0,11	

INCERTIDUMBRE DE LA DISOLUCIÓN MADRE

Concentración final (mg/l)	147
Incertidumbre combinada (mg/l)	1,9330
Incertidumbre expandida (mg/l)	3,866
Incertidumbre debida a la pesada	0,130256158
Incertidumbre de calibración	0,22 / 0,1100000
K	2
Incertidumbre de resolución	0,02886751
Incertidumbre de Deriva	0
Incertidumbre de corrección	0,06350853
Incertidumbre de la riqueza	0,011547005
Incertidumbre de la Riqueza	0,01154701
Incertidumbre del volumen	0,005773503
Incertidumbre del volumen	0,0057735
Volúmen nominal (l)	1
Tolerancia (en tanto por 1)	0,01

ANNEXE 2 : Rapport avec les resultats pour une eau sanitaire chaude (eau continentale)



Los ensayos marcados con ^ no están amparados por la acreditación ENAC.

Laboratorio de Aguas y Residuos, S.L.
Ezurriki kalea, 31 20305 Irún (Gipuzkoa)
Tel: 943 634 162 www.labursl.es
tecnico@labursl.es



INFORME DE ENSAYOS

El presente informe sólo afecta a los objetos sometidos a ensayo.

Nº Informe	Su pedido Nº	Nº Muestra
18001356	1800510	9876

ACOND. Y CORRECCIÓN DE AGUAS, S. L.

Pol. Soroxarta Local 2 A
20305 Irún
Gipuzkoa
A la atención de: Amaia Berregi

DATOS DE LA MUESTRA

Tipo muestra:	AGUA CALIENTE SANITARIA	Tª Recepción (°C):	6,9
Referencia:	AGUA CALIENTE SANITARIA	Fecha inicio análisis:	24/04/2018
Origen:	MARIE BRIZARD WINE & SPIRITS ESPAÑA, SA	Fecha fin análisis:	07/05/2018
Fecha toma:	24/04/2018	Volumen (l):	0,5
Fecha recep.:	24/04/2018		
Recogida:	Muestra tomada por el cliente y remitida en recipiente de plástico y refrigerada. Se conserva según PGT.03		

RESULTADOS DE LA MUESTRA

Parámetro	Método	Resultado	Unidades	Límites(#)
pH	PEA.01/Potenciometría	8,2	UpH a 20°C	
Conductividad	PEA.02/Electrometría	322	µS/cm a 20°C	
Dureza Total (TH) ^	Titulometría	19	°F	
Fósforo total (P)	PEA.04/Esp. UV-VIS	1,3	mg/l	
Hierro Total (Fe) ^	Esp. Absorción Atómica	< 0,1	mg/l	
Inhibidor CL50 ^		11	mg/l	

OBSERVACIONES DE LA MUESTRA

Comentarios (#)

--

	Fecha de Emisión del informe: 07/05/2018	
	Aprobado por: Jon Mendizabal	
	Cargo: Director Técnico	

Fin de Informe

Firma:

El Laboratorio pone a disposición del cliente las incertidumbres calculadas con una probabilidad del 95% y asociadas al valor de la medida.
El presente informe no podrá ser reproducido total o parcialmente sin la aprobación por escrito del laboratorio de ensayo que lo ha emitido.

ANNEXE 3 : Rapport avec les resultats pour l'eau d'un système de refrigeration.



Los ensayos marcados con ^ no están amparados por la acreditación ENAC.

Laboratorio de Aguas y Residuos, S.L.

Ezurriki kalea, 31 20305 Irun (Gipuzkoa)
Tel: 943 634 162 www.labursl.es
tecnico@labursl.es



INFORME DE ENSAYOS

El presente informe sólo afecta a los objetos sometidos a ensayo.

Nº Informe	Su pedido Nº	Nº Muestra
18001447	18000933	10038

OTARI INGENIERIA DEL AGUA, S. L.

Pol. Industrial Arretxe-Ugalde C/ Ezurriki, 31
20305 IRUN
Gipuzkoa
A la atención de: Martín Iribarren

DATOS DE LA MUESTRA

Tipo muestra:	AGUA DE REFRIGERACIÓN	Tª Recepción (°C):	5,1
Referencia:	AGUA BRUTA	Fecha inicio análisis:	03/05/2018
Origen:	MANTINAIR-C.C. NIESSEN	Fecha fin análisis:	03/05/2018
Fecha toma:	03/05/2018	Volumen (l):	0,5
Fecha recep.:	03/05/2018		
Recogida:	Muestra tomada por el cliente y remitida en recipiente de plástico y refrigerada. Se conserva según PGT.03		

RESULTADOS DE LA MUESTRA

Parámetro	Método	Resultado	Unidades	Límites(#)
pH	PEA.01/Potenciometría	7,6	UpH a 20°C	
Conductividad	PEA.02/Electrometría	217	µS/cm a 25°C	
Dureza Total (TH) ^	Titulometría	6,4	°F	
Alcalinidad Parcial (TA) ^	Titulometría	0	°F	
Alcalinidad Total (TAC) ^	Titulometría	5,2	°F	
Cloruros (Cl-) ^	Titulometría	3,8	°F	

OBSERVACIONES DE LA MUESTRA

--

Comentarios (#)

Según R.D. 865/2004, de 4 de julio, por el que se establecen los criterios higiénico-sanitarios para la prevención y control de la legionelosis.

Los ensayos marcados con ^ no están amparados por la acreditación ENAC.

INFORME DE ENSAYOS

El presente informe sólo afecta a los objetos sometidos a ensayo.

Nº Informe	Su pedido Nº	Nº Muestra
18001447	18000933	10039

OTARI INGENIERIA DEL AGUA, S. L.

Pol. Industrial Arretxe-Ugalde C/ Ezurriki, 31

20305 IRUN

Gipuzkoa

A la atención de: Martín Iribarren

DATOS DE LA MUESTRA

Tipo muestra:	AGUA DE REFRIGERACIÓN	Tª Recepción (°C):	5,2
Referencia:	CONDENSADOR EVAPORATIVO	Fecha inicio análisis:	03/05/2018
Origen:	MANTINAIR-C.C. NIESSEN	Fecha fin análisis:	07/05/2018
Fecha toma:	03/05/2018	Volumen (l):	0,5
Fecha recep.:	03/05/2018		
Recogida:	Muestra tomada por el cliente y remitida en recipiente de plástico y refrigerada. Se conserva según PGT.03		

RESULTADOS DE LA MUESTRA

Parámetro	Método	Resultado	Unidades	Límites(#)
pH	PEA.01/Potenciometría	7,6	UpH a 20°C	6,5-9,0
Conductividad	PEA.02/Electrometría	649	µS/cm a 25°C	
Turbidez	PEA.06/Turbidimetría	6,45	NTU	<15,0
Dureza Total (TH) ^	Titulometría	27	°F	
Alcalinidad Parcial (TA) ^	Titulometría	0	°F	
Alcalinidad Total (TAC) ^	Titulometría	17	°F	
Cloruros (Cl-) ^	Titulometría	15	°F	
Índice de Ryznar ^	Cálculo	7,1		
Hierro Total (Fe)	PEA.07/Abs. Atómica	< 0,4	mg/l	<2,0
Aerobios Totales a 36°C ^	UNE-EN ISO 6222:1999	<100	ufc/ml	<10000

OBSERVACIONES DE LA MUESTRA

Comentarios (#)

Según R.D. 865/2004, de 4 de julio, por el que se establecen los criterios higiénico-sanitarios para la prevención y control de la legionelosis.

	Fecha de Emisión del informe: 07/05/2018	
	Aprobado por: Jon Mendizabal	
	Cargo: Director Técnico	
	Fin de Informe	Firma:

El Laboratorio pone a disposición del cliente las incertidumbres calculadas con una probabilidad del 95% y asociadas al valor de la medida.
El presente informe no podrá ser reproducido total o parcialmente sin la aprobación por escrito del laboratorio de ensayo que lo ha emitido.

7. Bibliographie.

<http://www.tecnicaindustrial.es/TIFrontal/a-355-eliminacion-nitrogeno-amoniaco-aguas-residuales-sanitarias.aspx>

<https://www.lachimie.fr/solutions/oxydoreduction/iodometrie.php>

<https://en.wikipedia.org/wiki/Iodometry>

https://fr.wikipedia.org/wiki/Demande_biochimique_en_oxyg%C3%A8ne

<http://eduterre.ens-lyon.fr/thematiques/hydro/travail-coop/protocoles/analysesPC/dbo5>

<http://www.3rd1000.com/chem301/chem302x.htm>

https://en.wikipedia.org/wiki/Adenosine_triphosphate

<https://www.britannica.com/science/adenosine-triphosphate>