

**OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER**

**CENTRE DE NOUMEA**

Bilan Géochimique de l'altération des péridotites  
en Nouvelle-Calédonie

- - - -

Méthodes d'analyse des eaux drainant les massifs  
de péridotites de Nouvelle-Calédonie

- - - -

Août 1965

J.J. TRESCASES  
Ingénieur-Géologue E.N.S.G.  
Chargé de Recherches Stagiaire  
à l'O.R.S.T.O.M.

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE MER

Centre de Nouméa

Section Géologie

- - - -

Bilan Géochimique de l'altération des péridotites  
en Nouvelle Calédonie

- - - -

Méthodes d'analyse des eaux drainant les massifs  
de péridotites de Nouvelle Calédonie

- - - -

J.J. TRESCASES  
Ingénieur-Géologue E.N.S.G.  
Chargé de Recherches Stagiaire  
à l'O.R.S.T.O.M.

Août 1965

# PLAN

Résumé .....	Page 1
Introduction .....	2

-:~::~:-

<b>I - <u>EVALUATION DE LA CHARGE SOLIDE</u> - .....</b>	<b>4</b>
- Formes de transport des éléments	
- Principe de la méthode	
- Essai d'analyse turbidimétrique de la teneur en éléments fins d'une suspension	
- Technique de l'évaluation de la charge solide	
- Application	
- Matériel nécessaire pour cette opération	
<b>II - <u>DOSAGE DES ELEMENTS EN SOLUTION ET EN SUSPENSION STABLE DE GRANULOMETRIE <math>\leq 0,2 \mu</math></u> - .....</b>	<b>10</b>
1 - Oligo-éléments .....	10
- Principe	
- Technique	
- Matériel nécessaire	
2 - Mesures physico-chimiques rapides .....	11
3 - Chlorures .....	12
- Principe	
- Réactifs	
- Mode opératoire	
- Résultats	
- Matériel nécessaire	
4 - Nitrates .....	14
5 - Silice .....	16
6 - Magnésium .....	18
7 - Fer .....	20
8 - Sodium .....	22
<b>III - <u>DOSAGE DE LA CHARGE SOLIDE INSOLUBLE INSTABLE</u> .....</b>	<b>23</b>
1 - Perte au Feu .....	23
2 Minéralisation et dosage de la silice .....	23
- Principe	
- Réactifs	
- Mode opératoire	
- Résultats	
- Matériel nécessaire	

.../...

3 - Fer .....	25
4 - Aluminium .....	27
- Principe	
- Technique suivie	
- Résultats	
- vérifications	
- conclusions	
- réactifs	
- Matériel nécessaire	
5 - Magnésium .....	31
6 - Chrome .....	33
- Principe	
- Etude de l'influence de la concentration en $\text{ClO}_4^-$	
- Mode opératoire	
- Résultats	
- Contrôle	
7 - Manganèse .....	35
- Principe	
- Essai de colorimétrie en présence Cr VI	
- Etude de l'oxydation de Mn II en Mn VII	
- Mode opératoire	
- Réactifs	
- Résultats	
- Matériel nécessaire	
8 - Nickel .....	40
9 - Cobalt .....	43
IV - <u>RESULTATS</u> - .....	44
V - <u>QUANTITES DE PRODUITS NECESSAIRES</u> - .....	47
VI - <u>BIBLIOGRAPHIE</u> - .....	49

-:-:-:-:-

## R E S U M E

Les méthodes courantes d'analyse des eaux ne peuvent pas s'appliquer aux eaux drainant les massifs de péridotite de Nouvelle Calédonie, sans une mise au point préalable, ceci du fait de la nature très particulière des roches et des caractéristiques du climat sub-tropical.

Les méthodes ont été testées sur des échantillons d'eaux de la Dumbéa, de Guenarou (Bassin de Yaté) et sur certains horizons de sols sur péridotite ou alluvions de péridotite.

Une technique d'évaluation de la charge solide transportée par les eaux en période de crue a été mise au point, par gravimétrie pour les fractions  $> 0,2 \mu$  (décantation et centrifugation), turbidimétrie pour la fraction  $0 - 0,2 \mu$ .

Les éléments en solution ou en suspension stable de granulométrie inférieure à  $0,2 \mu$  dont le dosage a été testé ont été les suivants : Chlorures - Nitrates - Silice - Magnésium - Fer.

Dans la charge solide, les éléments recherchés ont été : Silice - Fer - Aluminium - Magnésium - Chrome - Manganèse - Nickel.

On a établi chaque fois le mode opératoire à suivre, ainsi que les réactifs et le matériel nécessaires.

Des modèles de fiches analytiques ont été composés, destinés à faciliter l'analyse et clarifier la présentation des résultats.

- - - -

## INTRODUCTION

L'étude du couple Altération-Sédimentation entreprise par LORSTOM sur les roches ultra-basiques de Nouvelle-Calédonie est destinée à établir le bilan géochimique de l'altération des massifs de péridotites, roches particulièrement répandues en Nouvelle Calédonie, de manière à suivre la destinée de chacun des éléments constitutifs de ces roches. Elle comporte l'étude des processus de l'altération d'une péridotite saine, de l'entraînement de ses divers constituants, de leur transport et enfin de leur dépôt. Cette opération porte sur l'étude d'un versant situé exclusivement sur des roches ultra-basiques. L'agent de transport, c'est-à-dire la rivière drainant ce bassin versant, est le lien fondamental du couple Altération-Sédimentation, l'eau étant à l'origine de tous les phénomènes entrant en jeu.

L'étude de la physico-chimie de ces eaux est donc une part très importante du programme. Les conditions de milieu ont donné à ces eaux un caractère très spécial : les roches sont en effet assez solubles, ce qui est mis en évidence par l'aspect souvent karstique du paysage, et recouvertes par endroit, de lambeaux de ferrallites. Le climat subtropical d'autre part, joue un rôle essentiel, avec ses grosses pluies cycloniques de l'été austral, entraînant des crues violentes, au cours desquelles les eaux sont fortement chargées en matières en suspension, ce qui les colore en rouge, et les périodes plus sèches où les rivières ne roulent plus que des eaux soit tout à fait limpides, toute la charge étant dissoute, soit légèrement opalescentes, les éléments étant alors transportés sous forme de suspension stable. Les méthodes d'analyse comme celles décrites par Béguinot et coll. (1), Dall'Aglio et Tonani (5) ou Rodier (18), n'étaient pas toujours adaptées à de tels matériaux.

Pour mettre au point les méthodes analytiques les mieux adaptées, deux types d'eau ont été choisis :

- Comme type d'eau claire, à charge entièrement dissoute, l'eau du réseau de distribution urbaine de Nouméa. Cette eau provient directement du barrage établi sur la branche Est de la Dumbéa, sans subir de traitement chimique : Echantillon NCU.

- Comme type d'eau de ruissellement, à charge solide en suspension, l'eau de Ouénarou (bassin de la Yaté), prélevée le 25 Février 1965 lors du passage du Cyclône OLGA : Echantillon OUE.

En même temps que cette charge solide, ont été analysés un certain nombre d'horizons de sols sur péridotite ou alluvions de péridotite, prélevés par les pédologues du Centre.

Profil PC 1

Bordure Plaine des Lacs (Kuébini) - Collines calmes, sous maquis - Cuirasse en cours de désagrégation.

PC 11 3 - 15 cm

PC 13 100 - 120 cm

PC 2

Bordure Plaine des Lacs (Kuébini) - Flanc de colline à forte pente, juste au-dessus d'un arrachement.

Sous lande clairsemée - Sol non cuirassé à croûte terreuse.

PC 20 0 - 5 cm

PC 23 350 cm = horizon jaune à "fumées"noires.

PC 4

Monts Koghis - Flanc de colline - Sous lande - Ferrallite jeune non lessivée.

PC 42 70 - 85 cm

PC 5

Route Yaté - Touaourou - Sous forêt - Plaine de piémont des péridotites - Pédiment jeune

PC 52 30 - 45 cm

BLX - Région de Bourail - léger méplat sur pente. Sous maquis arbustifs. Ferrallite.

BLX 3 = 300 - 320 cm

Ce travail avait pour unique objectif la mise au point des méthodes d'analyse. Les échantillons utilisés pour ces tests ont été choisis parce que représentatifs des diverses catégories de matériaux à étudier ultérieurement. Les seules conclusions à tirer des résultats seront donc à propos du choix de la méthode la mieux adaptée.

## I - VALUATION DE LA CHARGE SOLIDE -

### Formes de transport des éléments

L'eau transporte les éléments sous deux formes : en solution ou en suspension.

#### - En solution :

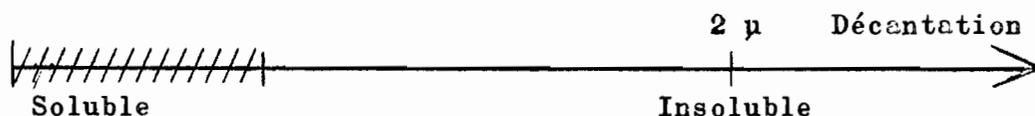
- soit sous forme d'ions simples, et il sera en général facile de les mettre en évidence par une réaction spécifique de l'ion considéré.
- soit sous forme de complexes : il sera alors nécessaire, pour les déterminer, de détruire le complexe, ou par un complexant plus énergétique ou par une minéralisation qui le transformera en ion simple.

#### - En suspension :

- La fraction granulométrique grossière sera obtenue par simple décantation.
- La fraction fine pose la première difficulté : Nous avons vu, en effet, que ces suspensions provenaient de l'érosion brutale, par ruissellement, en temps de grosse pluie, des ferrallites. Il s'agira par conséquent surtout de la partie superficielle de ces ferrallites constituée à peu près totalement d'hydroxydes insolubles. Ces particules très fines seront difficilement flocculables.

### Principe de la méthode

On peut schématiser comme suit la répartition de la charge des eaux :



En adaptant un temps de sédimentation de durée raisonnable, la décantation permet une première coupure à 2 microns. La fraction 2  $\mu$  sera connue par simple pesée. Le liquide siphonné contiendra la partie soluble + les insolubles  $< 2 \mu$ . Cette fraction soluble constitue une inconnue supplémentaire. On l'élimine par une deuxième équation qui consistera en une deuxième coupure, à 0,2 microns, obtenue en éliminant la fraction  $> 0,2 \mu$  par centrifugation. On peut alors essayer d'évaluer au colorimètre la quantité 0 - 0,2  $\mu$ , et elle seule, d'après son effet turbidimétrique. On va commencer par vérifier, sur une suspension préparée spécialement, les possibilités d'application d'une telle méthode.

Essai d'analyse turbidimétrique de la teneur en éléments fins d'une suspension.

Le principe est simple : Si on interpose sur le trajet d'une radiation monochromatique d'intensité  $I_0$  une suspension de concentration  $C$ , d'épaisseur  $e$ , l'intensité  $I$  de la radiation transmise est telle que, par analogie avec les solutions colorées on a :

$$\text{Log } \frac{I_0}{I} = K.e.c. \quad (\text{Loi de Beer}).$$

$K$  étant un facteur de proportionnalité.

En fait cette loi n'est en général pas valable en turbidimétrie, mais, dans le cas de suspensions très fines, et très diluées dans une eau ne donnant pratiquement pas de fond spectral, on peut essayer de voir si on ne peut pas l'utiliser. Pour cela on va construire point par point, à différentes longueurs d'onde du rayonnement incident, la courbe de l'absorption en fonction de la teneur d'une suspension synthétique.

Pour se rapprocher des conditions naturelles on met en suspension des particules extraites de ferrallites prélevées à THIO. La séparation de la fraction fine est réalisée comme indiqué par CAILLERE et HENIN (2) :

- 50 g de sol sont traités à  $H_2O_2$  (1 nuit à froid, puis à chaud), pour éliminer la matière organique.

- Passe sur filtre et lave par 2 l environ de  $HCl$  N/50, pour désaturer les argiles.

- Rince trois fois à  $H_2O$  distillée, passe en allonge et ajuste à 1 l environ.

- Laisse reposer 62h30 (Vendredi 17h30 à lundi 8h), à  $22^\circ C$ , prélève à 19 cm par siphonage :

d'après la formule

$$v = \frac{2}{9} g \frac{r^2 (\sigma - \rho)}{n}$$

où  $v$  cm/s est la vitesse limite =  $19/225 \cdot 10^{-3}$

$g$  cm/s<sup>2</sup> la pesanteur = 979 en Nouvelle Calédonie

$r$  le rayon de la particule en cm

$\sigma$  la densité de la particule = 2,65

$\rho$  la densité du liquide = 1

$n$  la viscosité du liquide à  $22^\circ$  en poises =  $0,95 \cdot 10^{-2}$

d'où  $r \neq 0,5 \mu$

on a la fraction  $d \leq 1 \mu$

- Lave 5 fois à H Cl N/5 en centrifugeant chaque fois 5 minutes à 2500 tours/mn, puis après un lavage à H<sub>2</sub>O distillée, centrifuge 45 minutes à 2800 tours/mn : Cl<sup>-</sup> est alors éliminé et l'argile commence à se disperser

- remet en dispersion avec H<sub>2</sub>O distillée et centrifuge à 1000 g, soit à 2550 r.p.m. On prélèvera à 5 cm, la fraction < 0,2 μ ce qui, d'après la formule précédente, donne un temps de centrifugation de

$$x = 5 \cdot \frac{9}{2} \cdot \frac{95}{979 \cdot 165} \cdot 10^5$$

$$x = \underline{\underline{22 \text{ minutes}}}$$

- On siphonne à 5 cm, directement du tube de centrifugation dans une fiole jaugée de 1 l, refait cette extraction trois fois et complète à 1 l par H<sub>2</sub>O distillée.

- On a alors une suspension d'argile < 0,2 μ que l'on va doser par gravimétrie et par turbidimétrie.

- Le dosage gravimétrique est fait en trois exemplaires, avec un témoin eau distillée et un témoin eau échangée :

On obtient les résidus suivants pour 100 cm<sup>3</sup> de liquide, pipetés dans une capsule tarée, séchés à l'étuve à 105° :

Argile 1	0,0995 g
Argile 2	0,0991 g
Argile 3	0,0998 g
H <sub>2</sub> O dist.	0,0021 g
H <sub>2</sub> O éch.	0,0025 g

ce qui donne, en moyenne, pour la suspension : 975 mg/l.

- à partir de cette solution-mère on va faire une série de solutions-filles en versant à la burette de précision :

6,41 cm <sup>3</sup>	dans 250 cm <sup>3</sup>	→	solution à 25 mg/l
5,13 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 20 mg/l
3,85 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 15 mg/l
2,56 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 10 mg/l
5,13 cm <sup>3</sup>	" 1000 cm <sup>3</sup>	→	" 5 mg/l
4,10 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 4 mg/l
3,08 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 3 mg/l
2,05 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 2 mg/l
1,02 cm <sup>3</sup>	" "	→	" 1 mg/l

On agite et passe au colorimètre Meunier, cuves de 4 cm.

Ech. \ $\lambda$	4300 Å	4700	5200	5600	5900	6200	6700	7200
25 ppm	120	86	61	40	25,5	24	22	18
20	97	70	50	32	20,5	19	17	16
15	75	57	39	26	17	17	15	15
10	50	37	26	17	11	10	9	7
5	25	18	12	9	6	5	5,5	5
4	20	17	11,5	8	5	5	4,5	4,5
3	15	10,5	9	6	4	4	4	2,5
2	11	9	8	4	3	3	3	1,5
1	5	5	4,5	2	3	2	2	1,5
0	0	0	0	0	0	0	0	0

Ce qui donne les courbes 1 à 5.

On constate que la loi est d'autant plus valable que la longueur d'onde du rayonnement absorbé est plus petite : la loi d'absorption en fonction de la concentration est pratiquement linéaire à 4300 Å, devient moins nette ensuite, et totalement inapplicable à partir de 5900 Å.

Cette loi est utilisable pour des concentrations allant jusqu'à 15 mg/l.

#### Technique de l'évaluation de la charge solide

- Agiter et laisser reposer le temps nécessaire au dépôt des particules  $> 2 \mu$  (selon la température et la profondeur du récipient).

Siphonner dans des éprouvettes de 2 l de manière à évaluer le volume de liquide A.

A contient la charge soluble et la fraction 0 - 2  $\mu$  de la suspension.

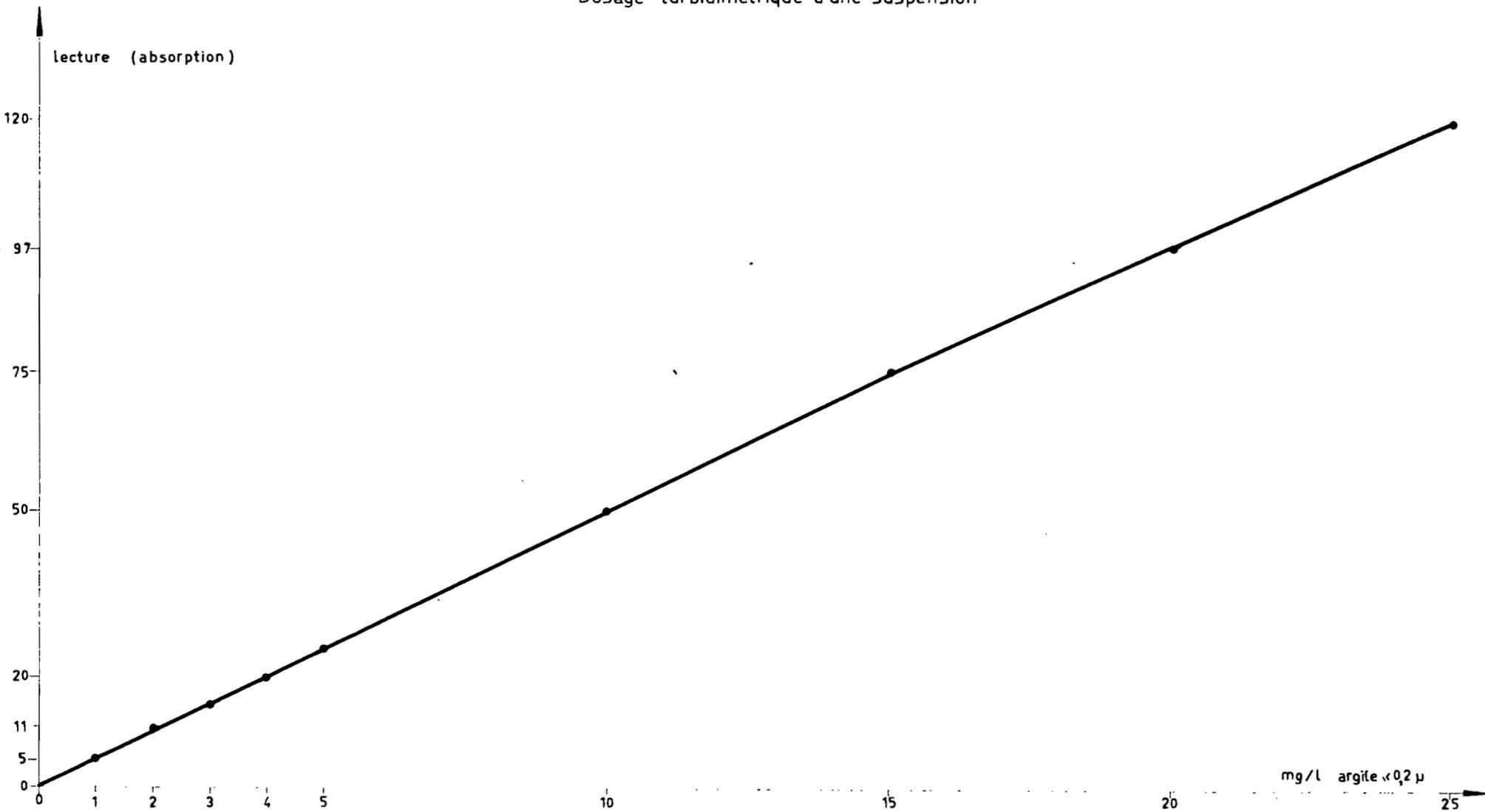
Le reste de la charge solide, soit C, est au fond : C représente la fraction  $> 2 \mu$  ainsi qu'une partie 0 - 2  $\mu$  qui s'est sédimentée durant le temps de repos.

- Mettre C à sec (à 105°) dans une capsule tarée, peser = p 1

$\lambda = 4300 \text{ \AA}$

# Courbe 1

Dosage turbidimétrique d'une suspension

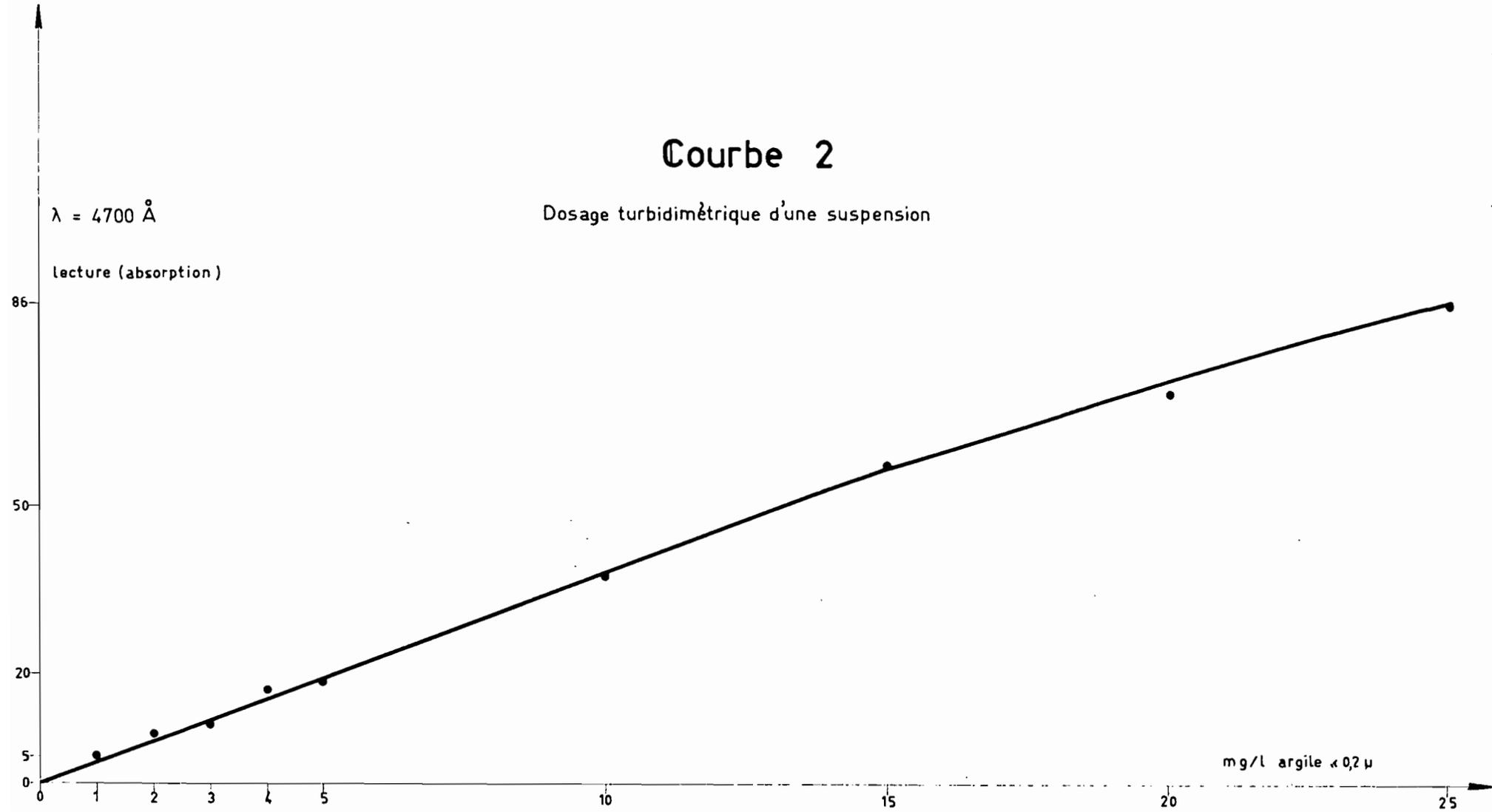


## Courbe 2

Dosage turbidimétrique d'une suspension

$\lambda = 4700 \text{ \AA}$

lecture (absorption)



# Courbe 3

Dosage turbidimétrique d'une suspension

$\lambda = 5200 \text{ \AA}$

61 lecture (absorption)

50

25

5

0

1

2

3

4

5

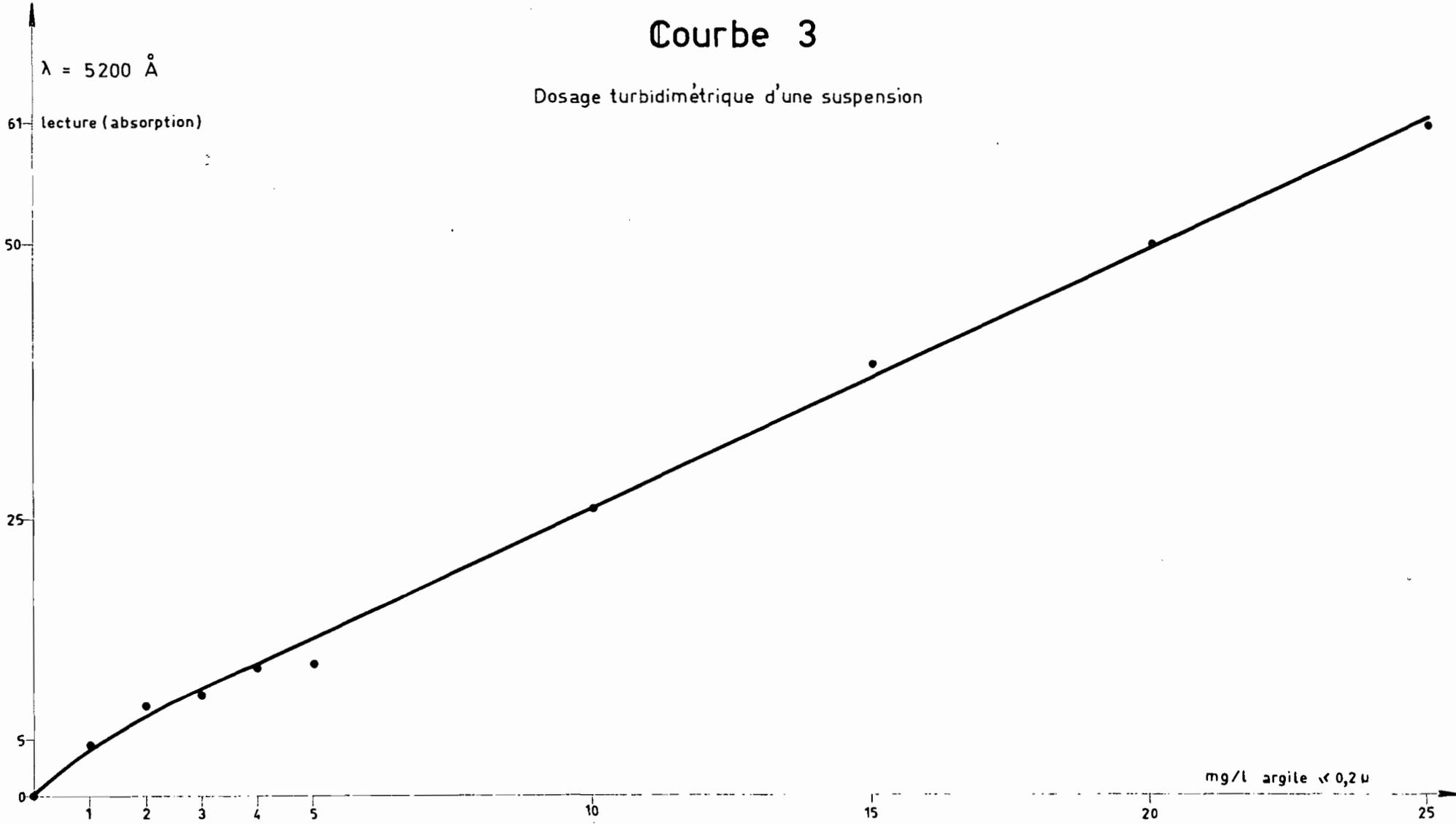
10

15

20

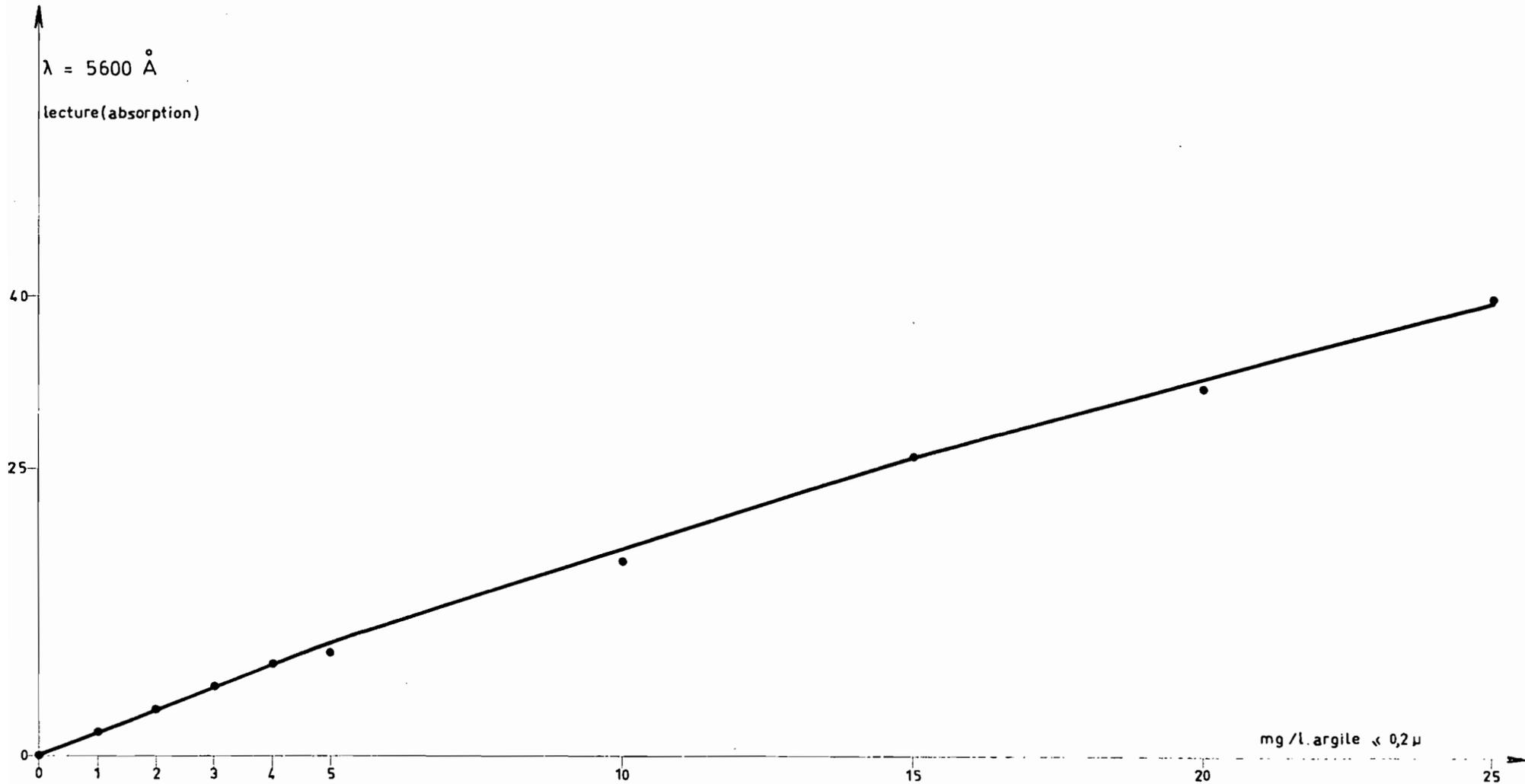
25

mg/l argile  $\leq 0,2 \mu$



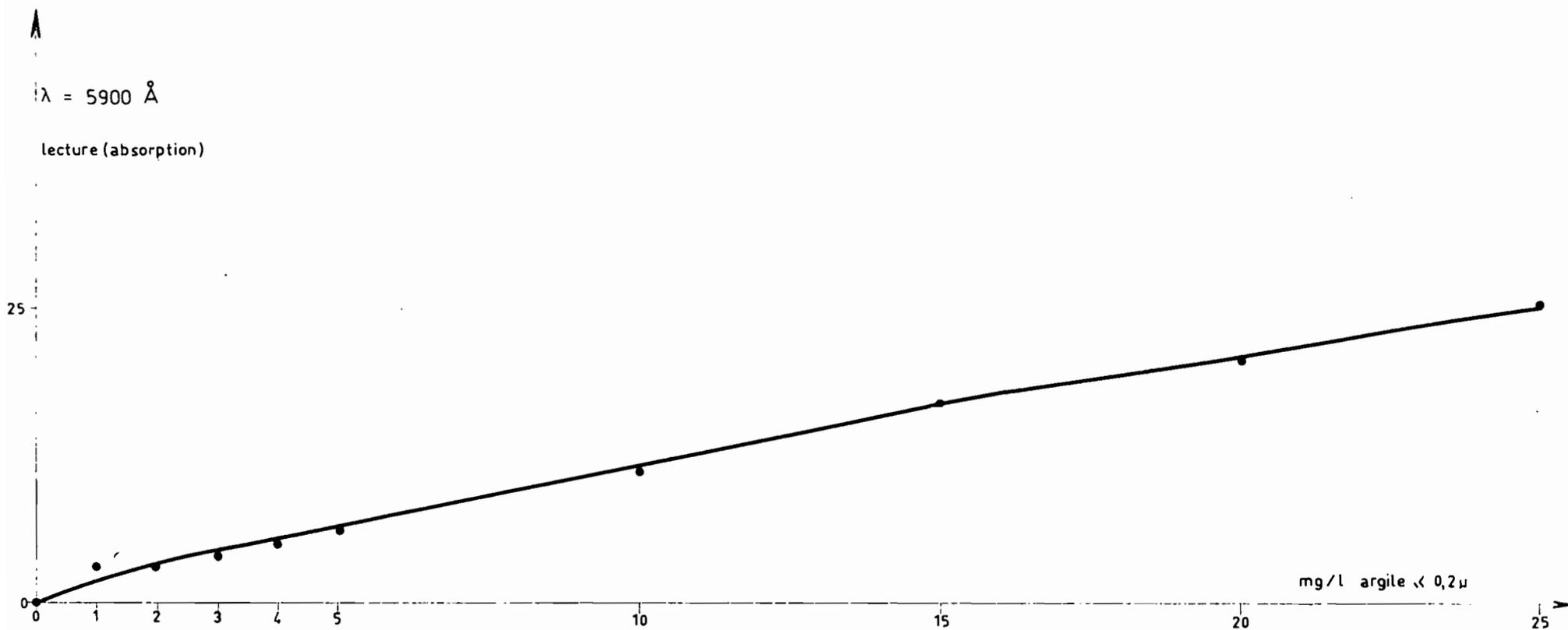
# Courbe 4

Dosage turbidimétrique d'une suspension



# Courbe 5

Dosage turbidimétrique d'une suspension



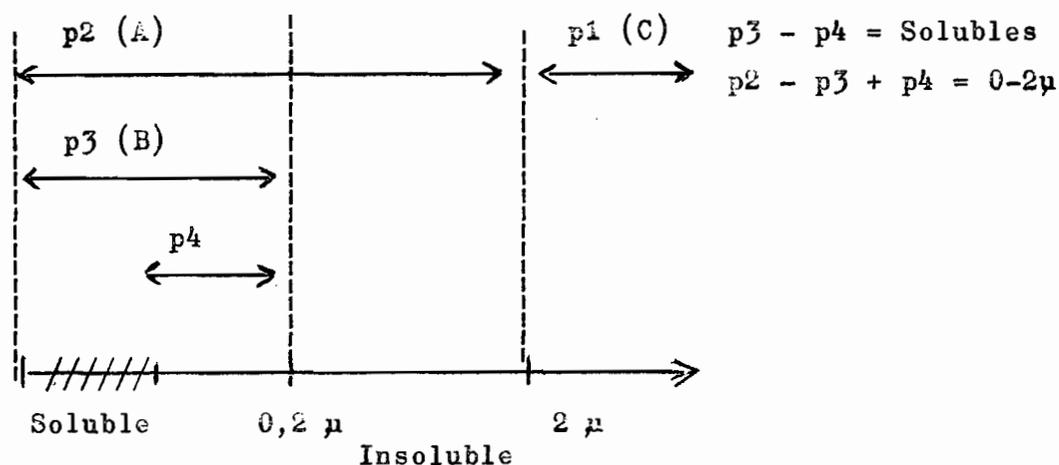
- Pipeter 100 ml de A, mettre à sec à 105° dans une capsule tarée, peser = p2 = extrait sec soluble + 0 - 2 µ

- Centrifuger 1 l de A (4 bouteilles de 250 ml) à 1000 g pendant 45 minutes - Siphonner à 10 cm : liquide B.

B contient la charge soluble et la fraction 0 - 0,2 µ de la suspension.

- Pipeter 100 ml de B, mettre à sec à 105° dans une capsule tarée, peser = p3 = extrait sec soluble + 0 - 0,2 µ.

- Colorimétrer B : La courbe 1 donne directement p4



D'où la charge solide P :  $P = p_1 + p_2 - p_3 + p_4$

C'est le liquide B qui sera analysé, la fraction 0 - 0,2 µ qu'il contient, par ailleurs très faible, étant assimilée à la charge soluble.

Application : Eau de Ouénarou : OUE.

Cette eau n'a, en fait, pas été traitée tout à fait ainsi : On espérait tout d'abord obtenir une eau liquide par simple décantation. La suspension a été laissée longtemps en repos. Le liquide siphonné ne contenait donc plus que la fraction la plus fine, et il a été directement colorimétré, sans centrifugation préalable : On a alors  $p_2 = p_3$      $P = p_1 + p_4$

- Volume de A 18,090 l
- restent dans la bonbonne C + 2,200 l d'eau  
après mise à sec            C = 4,477 g  
soit ramené à 1 l,            p1 = 220 mg/l
- Colorimétre: : lecture à 4300 Å = 29    p4 = 6 mg/l

$P = 226 \text{ mg/l}$

En fait ce procédé n'est pas précis, car on n'est pas sûr de la coupure à  $0,2 \mu$ , donc de la validité de la turbidimétrie. Seule la centrifugation permet de normaliser la méthode.

#### Remarques

1/ - On voit la petite quantité de charge solide transportée. Si on veut l'analyser, il est nécessaire de prélever un grand volume d'eau : 20 l semble un bon chiffre.

2/ - Le procédé décrit ne constitue pas une véritable analyse granulométrique de la suspension : il donne seulement l'allure générale de l'histogramme. Il faudrait répéter les siphonnages (trois fois au moins), de manière à extraire la totalité de chaque fraction.

#### Matériel nécessaire pour cette opération

##### Prélèvements

Bouteilles plastiques de 2 l

Jerrycans plastiques de 20 l

##### Evaluation de la charge

Eprouvettes graduées : 2l - 1l - 500 ml - 250 ml - 100 ml

Béchers : 5l - 2l - 1l - et verres de montre

Entonnoirs cannelés  $\phi$  100 mm

Siphon

Pipette de précision jaugée à 1 trait, 100 ml

Capsules à fond plat - 200 ml - 125 ml.

## II - DOSAGE DES ELEMENTS EN SOLUTION ET EN SUSPENSION STABLE DE GRANULOMETRIE $\leq 0,2 \mu$ -

### 1 - Oligo éléments

Le liquide à analyser est selon les cas :

- L'eau prélevée, dans le cas d'une eau claire sans charge solide
- Le liquide B obtenu pas siphonnage après centrifugation à 1000 g.

Dans les deux cas il est nécessaire de disposer de 2 l de liquide environ.

### Principe

Le dosage des oligo-éléments sera effectué sur l'extrait sec de l'eau par spectrographie d'émission, l'échantillon étant brûlé dans un arc électrique sous basse tension, établi entre deux électrodes de graphite, en présence d'un tampon spectral tel que  $SO_4 K_2$ .

Le spectre est enregistré sur plaque photographique, et l'intensité des raies caractéristiques de chaque élément à doser est comparé, sur la même plaque, avec l'intensité des mêmes raies données par une série d'échantillons synthétiques contenant 0 - 3 - 10 - 31 - 100 - 316 - 1000 - 3160 - 10 000 ppm de chaque élément : C'est la technique de l'analyse spectrographique semi-quantitative, décrite par PINTA (17), et DUPONT (8).

### Technique

L'analyse spectrographique proprement dite sera effectuée à BONDY (Seine) par les Services Scientifiques Centraux de l'ORSTOM, aussi la manipulation à Nouméa se réduira-t-elle à une simple mise à sec de l'eau, ce qui réduira considérablement le coût du transport d'échantillon.

Prélever 500 ml d'eau à l'aide d'une fiole jaugée et les mettre à évaporer dans un bécher de 600 ml, à l'étuve (ou plaque chauffante douce). Lorsque le liquide est presque totalement évaporé ajouter 1 cm<sup>3</sup>  $SO_4 K_2$  Johnson-Matthey à 50 mg/ml (spectrographiquement pur) et transvaser dans une capsule en silice qui a été tarée. Evaporer à sec sur plaque chauffante douce - Peser.

Le résidu sec est alors conditionné dans des piluliers en verre de capacité 8 cm<sup>3</sup>.

Les oligo-éléments dosés sont les suivants : Mn - Pb -  
Ga - Ge - Bi - Be - Mo - Sn - V - Cu - Ag - W - Zr - Ni - Co - Ti -  
Cr - Cs - Sr - Ba - Li - Rb - Ca - Al -

### Matériel nécessaire

Fioles jaugées 500 ml  
Béchers 600 ml  
Capsules Silice cylindriques 75 x 27 mm  
Spatules inox  
Piluliers.

### 2 - Mesures physico-chimiques rapides

Toutes ces mesures ont été effectuées au laboratoire, ce qui n'est pas souhaitable pour certaines d'entre-elles. Un matériel spécialisé permettra la mesure directe, sur le terrain, et même in-situ, dans la rivière, d'un certain nombre de paramètres :

- Le support à immersion, porteur d'électrodes et de sondes, fabriqué par MECI, plongé dans l'eau à analyser, est relié à un potentiomètre indicateur de pH, un pont de conductivité et un thermomètre pont de Wheatstone, ces appareils étant installés dans une Land-Rover. On mesure ainsi in-situ le pH, le potentiel d'oxydo-réduction Eh, la résistivité, la température de l'eau au moment du prélèvement.

La section géologie ne dispose pas encore d'un tel matériel, aussi les mesures qui suivent ont-elles une simple valeur indicative.

### pH

Lu au pH mètre électrique à pile Tacussel

OUE pH = 5,8  
NOU pH = 7,5

### TA - TAC

Le pH étant  $< 8,3$ , il n'existe ni hydrates ni carbonates en solution :

TA = 0

Le TAC sera donné par le virage du méthyl-orange : Degré-  
mont (7). Le virage étant délicat à observer dans ces conditions,  
on l'a remplacé par celui du bleu de bromophénol qui se produit à  
pH  $< 4,5$ .

Le TAC donnera directement les bicarbonates :

Mesure :

Verser quelques gouttes de bleu de bromophénol dans 100 ml d'eau, puis, avec une burette, de l'acide sulfurique titré N/25 jusqu'au virage du violet au jaune.

	L ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> N/25	L-T=A	milli HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> équiv.	degré TAC	mg/1 HCO <sub>3</sub>
NOU	2,80	2,30	0,9	4,6	56,1
OUE	0,50	0	0	0	0
T	0,50	0			

TE

Il sera donné par les résultats des analyses de Ca<sup>++</sup> et Mg<sup>++</sup>.

Tests

Des tests réalisés dans un tube à essai permettent d'éliminer un certain nombre d'analyses :

Test au Ba Cl<sub>2</sub> : Absence de SO<sub>4</sub><sup>--</sup> dans NOU et OUE

Test à l'oxalate d'ammonium : Absence de Ca<sup>++</sup> dans NOU et OUE  
(le TE sera donc exclusivement magnésien).

Test au Ag NO<sub>3</sub> : présence de Cl<sup>-</sup> dans NOU, et, en bien moindre quantité, dans OUE.

3 - Chlorures

Principe

C'est la méthode de Morh qui a été retenue : Charlot (3). L'addition dans l'eau de nitrate d'argent provoque la précipitation du chlorure d'argent. En opérant en présence de chromate, la fin de la précipitation du chlorure est mise en évidence par l'apparition de la teinte rouge brique du chromate d'argent.

Réactifs

- Chromate de Potassium 5%

K<sub>2</sub> Cr O<sub>4</sub> R.P. .... 50 g  
H<sub>2</sub>O distillée qsp ..... 1000 ml

- Nitrate d'Argent N/10

Ag NO<sub>3</sub> R.P. sec ..... 1,700 g  
 H<sub>2</sub>O distillée q.s.p. .... 100 ml

Mode opératoire

Prélever avec une fiole jaugée 250 ml d'eau à analyser, et les verser dans une fiole cylindro-conique de 500 ml. Ajouter 2,5 ml de K<sub>2</sub> Cr O<sub>4</sub> 5% avec une pipette baton.

Titrer en agitant (agitateur magnétique) par addition Ag NO<sub>3</sub> N/10

Faire un témoin avec de l'eau distillée.

1 ml Ag NO<sub>3</sub> N/10 correspond à 3,55 mg de Cl<sup>-</sup> dans la prise d'essai.

Résultats

Chaque échantillon a été fait en double :

Opération Echantillon	Titration par L ml AgNO <sub>3</sub>	L-T = A	A x 3,55 = B mg Cl <sup>-</sup> dans prise	B x 4 = C mg/1 Cl <sup>-</sup>
NOU 1	0,66	0,48	1,7	6,8
NOU 2	0,64	0,46	1,7	6,8
OUE 1	0,36	0,18	0,6	2,4
OUE 2	0,35	0,17	0,6	2,4
Témoin	0,18	0	0	0

Matériel nécessaire

- Fioles jaugées : 1l - 250 ml - 100 ml
- Fiole cylindro-conique : 500 ml
- Pipette baton de 10 ml graduée au 1/10 ml
- Agitateur magnétique et barreaux aimantés
- Burette de précision à robinet rodé de 10 ml.

#### 4 - Nitrates

##### Principe

Il existe plusieurs possibilités pour doser les nitrates. Une des plus simples est la colorimétrie en milieu alcalin du composé nitrophénolé, obtenu par l'addition au résidu sec de l'eau d'un réactif sulfo-phénolé : Rodier (18) - Danet (6).

##### Réactifs

- Salicylate de sodium :

$N_2 O_5$ R.P. ....	5 pastilles
Acide salicylique R.P. ....	1,000 g.
$H_2O$ distillée qsp .....	1 000 ml.

- Solution d'oléum dans l'acide sulfurique :

Verser avec précautions 75 ml d'oléum (acide sulfurique de Nordhausen à 20% d'anhydride) dans 150 ml d'acide sulfurique concentré. Porter à ébullition dans un matras, sous hotte, le col du ballon étant recouvert d'un entonnoir. Lorsque le liquide est devenu limpide laisser refroidir.

- Ammoniaque concentrée - R.P.  $d = 0,92$

- Solution mère étalon de Nitrates = 100 mg/l  $N_2O_5$

$KNO_3$ R.P. sec .....	0,187 g.
$H_2O$ distillée .....	1 000 ml.

- Solution fille étalon à 10 mg/l  $N_2O_5$  .

##### Mode opératoire

Le dosage ne peut s'effectuer qu'après la détermination des chlorures : La teneur en chlorures de la prise d'essai doit être inférieure à 3 mg. Dans le cas contraire on précipite (par le sulfate d'argent) les chlorures en excès, filtre, lave, et traite le filtrat et eaux de lavage.

En fait les teneurs en chlorure, comme celles en  $N_2O_5$ , sont en général faibles. La prise d'essai sera de 25 ml=

Pipeter 25 ml d'eau à analyser dans une capsule en pyrex. Pipeter également dans des capsules en pyrex, respectivement :

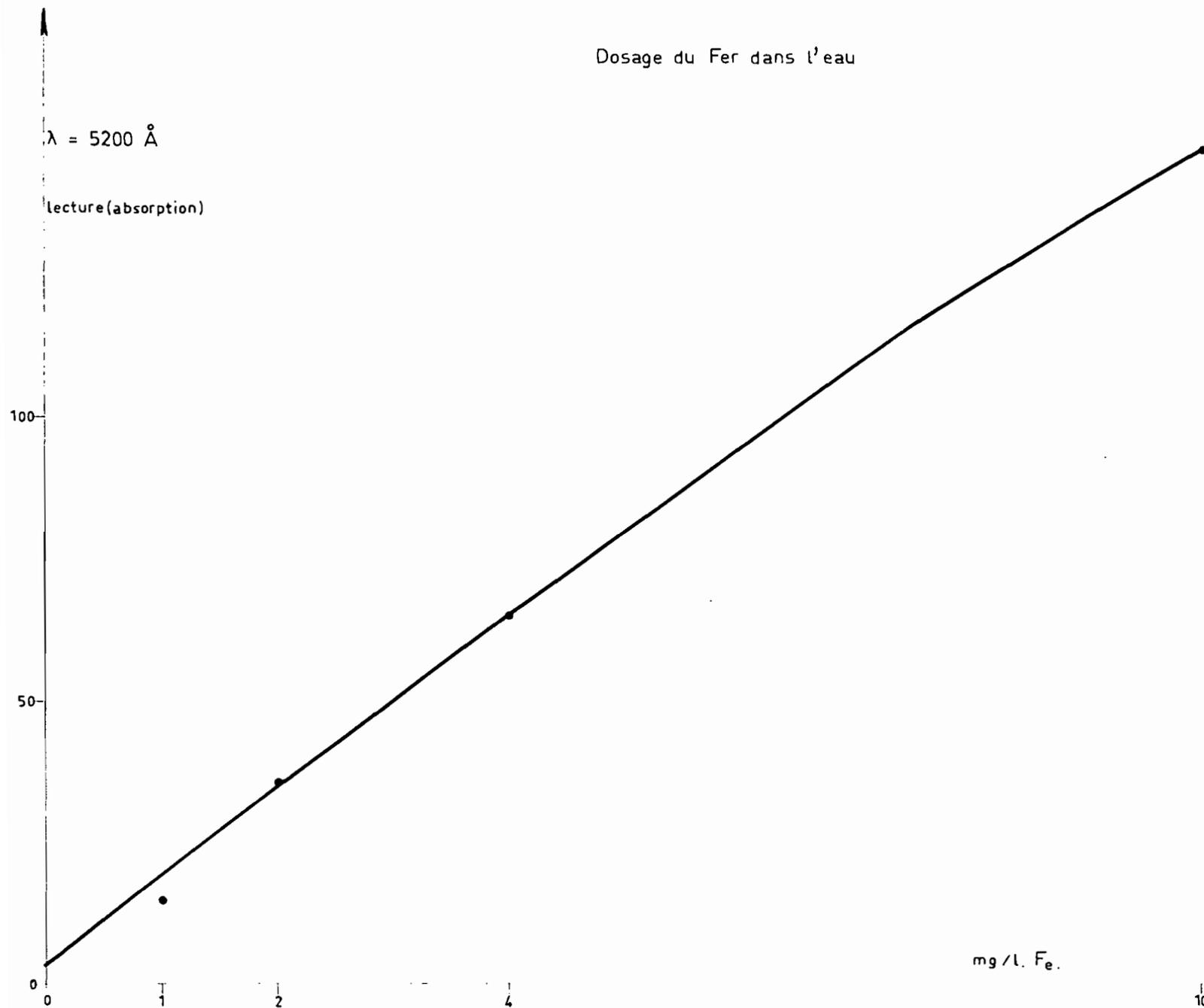
1 - 5 - 10 - 15 - 20 et 25 ml de solution fille de nitrates à 10 mg/l - (Echantillons S1 à S6) - Ajouter dans chaque capsule 1,5 ml de solution de salicylate de sodium avec une pipette baton et mettre une nuit à l'étuve à 105° pour mise à sec. On prépare en même temps, dans les mêmes conditions, deux témoins avec 25 ml d'eau distillée.

# Courbe 8

Dosage du Fer dans l'eau

$\lambda = 5200 \text{ \AA}$

lecture (absorption)



Reprendre le résidu sec par 1 ml de solution sulfurique d'oléum, et triturer par un agitateur de pyrex à bout aplati - Laisser reposer 5 minutes.

Reprendre par H<sub>2</sub>O distillée et neutraliser par NH<sub>4</sub> OH. ( On détermine la quantité d'ammoniaque nécessaire par un essai sur l'un des témoins, contrôlé par le bleu de bromothymol).

Filtrer et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml. Rincer trois fois la capsule par H<sub>2</sub>O distillée, et passer les eaux de rinçage sur le filtre. Compléter à 50 ml et colorimétrer à 4400Å, en cuve de 4 cm.

Résultats

La prise d'essai a été de 20 ml pour chaque échantillon. Lectures à l'électrophotomètre Neunier, écran de 4300Å. Cuves de 4 cm.

Opération Echantillon	Colorimètre	A mg/1 N <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dans la fiole	A x 2 = B mg/1 N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
T	0	0	-
S 1	13	0,2	-
S 2	55	1	-
S 3	85	2	-
S 4	87	3	-
S 5	122	4	-
S 6	150	5	-
NOU	15	0,25	≈ 0,5
OUE	9,5	< 0,2	< 0,5

Remarque :

La courbe 6 est assez mauvaise, aussi permet-elle une simple estimation de l'ordre de grandeur de la teneur en N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Matériel nécessaire

- Fiole Kjeldahl
- Capsules pyrex contenance 40 ml.
- Pipettes de précision, 1 trait, 5 ml - 10 ml - 20 ml - 25 ml
- Pipette baton de 10 ml graduée en 1/10<sup>e</sup> ml.
- Bêchers 250 ml - 5 ml.
- Fioles jaugées 1 l - 50 ml.
- Agitateurs bout aplati.
- Rampe de filtration - Entonnoirs  $\varnothing$  55<sup>mm</sup> filtres  $\varnothing$  90<sup>mm</sup> moyens.

5 - Silice

Principe

On colorimètre le complexe silico-molybdique jaune, obtenu par l'addition dans l'eau de molybdate d'ammonium en milieu sulfurique. Cette coloration est comparée à celles données par des solutions de chromate de Potassium, la courbe d'absorption du chromate étant calée une fois pour toute par rapport à celle du complexe silico-molybdique, selon la méthode décrite par CHARLOT (3 et 4).

On peut encore, et c'est ce qui a été fait ici, ainsi qu'il est indiqué par MEURICE (15), comparer directement la coloration du complexe formé à celle de solutions d'acide picrique.

Réactifs

- Solution molybdique :

Molybdate d'ammonium R.P.	.....	10 g.
H <sub>2</sub> O distillée	.....	80 ml
NH <sub>4</sub> OH pure	.....	3 ml
H <sub>2</sub> O distillée qsp	.....	100 ml

- Acide sulfurique 1/3

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> R.P.	.....	300 ml
H <sub>2</sub> O distillée q.s.p	.....	1000 ml

- Solution picrique : coloration d'une solution à 500 mg/l SiO<sub>2</sub>

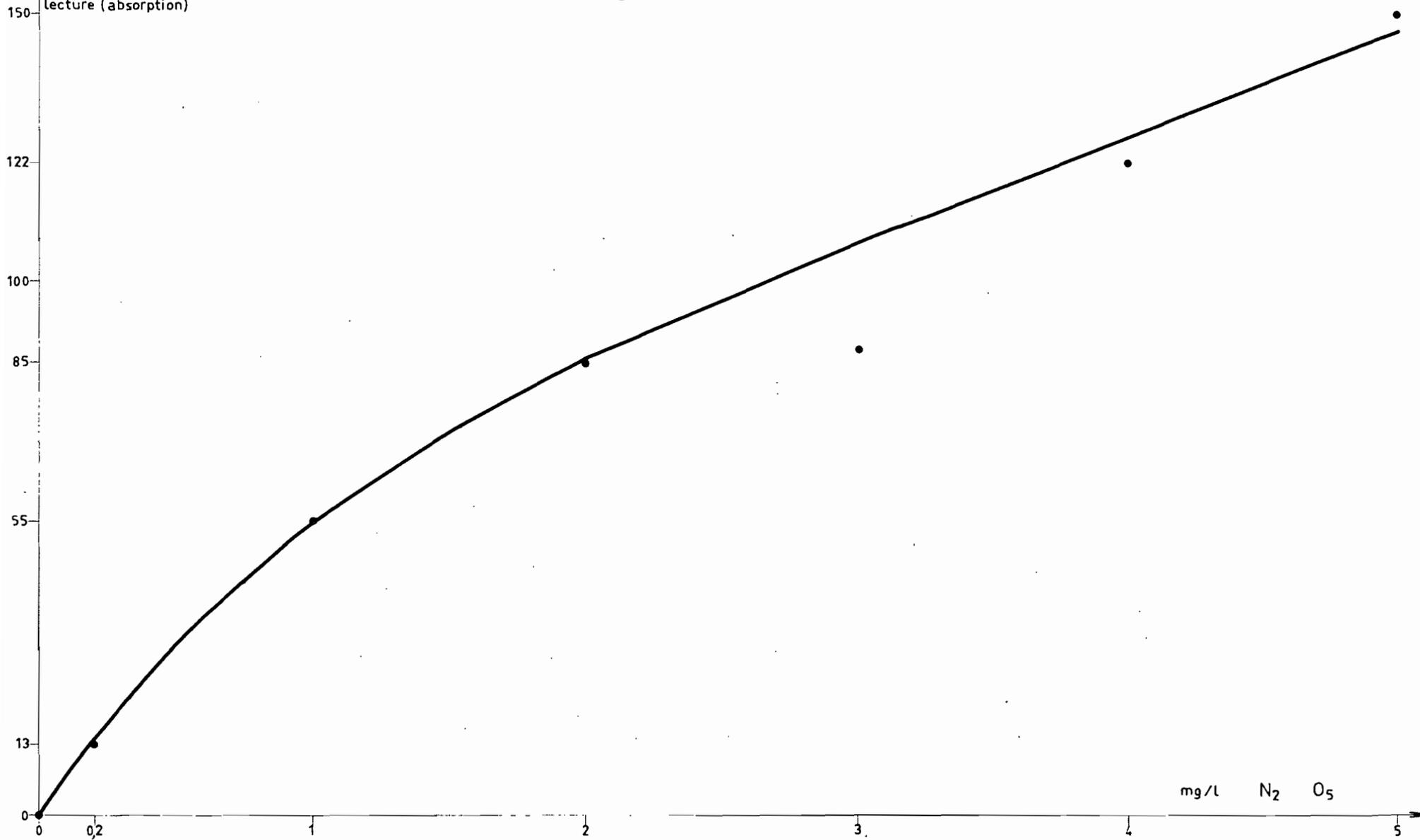
Acide picrique 10% H <sub>2</sub> O	.....	275 mg.
H <sub>2</sub> O distillée q.s.p.	.....	1000 ml.

# Courbe 6

Dosage des Nitrates dans l'eau

$\lambda = 4300 \text{ \AA}$

lecture (absorption)



mg/l N<sub>2</sub> O<sub>5</sub>

- Solution de chromate, colorimétrable = coloration de 20 mg/l SiO<sub>2</sub>

K <sub>2</sub> Cr O <sub>4</sub> à 0,63 g/l .....	100 ml
Borax 1% .....	250 ml
H <sub>2</sub> O distillée q.s.p. ....	500 ml

Mode opératoire

Pipeter 50 ml d'eau à analyser dans deux fioles erlenmeyer, de capacité 100 ml, à col étroit. Ajouter 2 ml de solution molybdique et 1 ml d'acide sulfurique 1/3, ceci dans une seule fiole.

Boucher les fioles, agiter vivement, laisser reposer 20 minutes.

Mesurer à 4400 Å, en cuves de 4 cm, l'absorption du liquide de chaque fiole, par rapport à l'eau distillée :

Fiole avec réactifs = lecture L

Fiole sans réactifs = lecture L'

Reporter la valeur L - L' sur la courbe obtenue en colorimétrant des dilutions convenables des solutions picriques ou chromiques, équivalentes d'une gamme d'étalons allant de 2,5 à 25 mg/l SiO<sub>2</sub>, limites de validité de la loi de Beer. (Echantillons S 1 à S 6: courbe 7).

Résultats

Opération Echantillon	L	L'	L-L'	mg/l SiO <sub>2</sub>
T	0	0	0	0
S 1	30	-	30	2,5
S 2	57	-	57	5
S 3	111	-	111	10
S 4	157	-	157	15
S 5	197	-	197	20
S 6	232	-	232	25
NOU	149	0	149	14
OUE	41	29	12	∠ 1

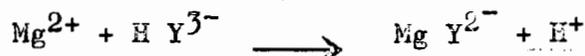
Matériel nécessaire

- Fioles jaugées 1 l - 500 ml - 100 ml
- Fioles erlenmeyer 100 ml, ouverture étroite
- Bouteilles plastique pour les réactifs
- Pipette de précision, un trait : 50 ml
- Pipette baton de 10 ml graduée en 1/10<sup>e</sup> ml.
- Mortier et pilon (pour broyer le molybdate d'ammonium).

6 - (M)agnésium

Principe

Le magnésium est complexé par le sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique (E D T A) selon la réaction :



On observe la fin de la réaction à l'aide d'un indicateur de concentration de Mg, le noir ériochrome T, bleu pur en l'absence de Mg<sup>2+</sup>, rouge vineux en sa présence, à pH 10. Le calcium gêne, aussi doit-on, au préalable, comme cela a été fait, s'assurer de son absence.

Réactifs

- Solution tampon pH 10

NH <sub>4</sub> Cl	R.P.		67,5 g.
H <sub>2</sub> O distillée			200 ml.
Dissoudre +			
NH <sub>4</sub> OH	R.P.	d = 0,92	370 ml
H <sub>2</sub> O distillée	q.s.p.		1000 ml
à conserver en récipient plastique.			

- K C N 1 %

K C N	R.P.		10 g.
H <sub>2</sub> O distillée	q.s.p.		1000 ml

- Noir Eriochrome T :

mélange à sec :

Noir Eriochrome T			1 g.
Na Cl pulvérisé			50 g.

- E D T A : N/50

E D T A ..... 3,72 g.  
H<sub>2</sub>O distillée q.s.p. .... 1000 ml

conservée en récipient plastique, étalonnée par rapport à une solution étalon de Mg.

- Solution étalon de Magnésium :

Mg O sec ..... 2,016 g.  
H Cl dilué q.s.p. dissoudre

porte à sec, reprend par H<sub>2</sub>O un peu acidulée par H Cl, reporte à sec, reprend par H<sub>2</sub>O distillée, filtre, et porte à un litre avec H<sub>2</sub>O distillée.

On a une solution de Mg<sup>++</sup> ~~N~~ N/10

Le titre exact est vérifié par gravimétrie (CHARLOT - 3) :

- 100 ml solution à titrer
- + 200 ml H<sub>2</sub>O distillée
- + 1 ml HCl concentré
- + 5 ml Acide citrique saturé
- + 20 ml Phosphate biammonique 5 %
- Agiter
- + 50 ml NH<sub>4</sub> OH concentré

Agiter sans toucher les parois. Laisser précipiter 4 heures. Filtrer, laver par NH<sub>4</sub>OH 2 % jusqu'à disparition Cl<sup>-</sup>. Sèche le précipité, puis calcine sur bec dans un creuset taré : soit 0,4830 g. de Mg<sub>2</sub> P<sub>2</sub> O<sub>7</sub> ce qui donne en fait 1,750 g/l de MgO dans la solution étalon, soit 1,055 g/l Mg.  
(Solution 0,086 N)

Mode opératoire

A partir de la solution étalon à 1055 mg/l Mg faire deux solutions filles à 105,5 mg/l et 211,0 mg/l.

Pipeter en fioles cylindro-coniques de 250 ml 10 ml de chacune de ces solutions, et les porter à 100 ml avec H<sub>2</sub>O distillée. (Echantillons S 1 et S 2)

Pipeter également en fioles cylindro-coniques de 250 ml, 100 ml d'eau à analyser.

Ajouter partout :

- 2 ml K C N
- 20 ml solution tampon
- 1 pincée de noir Eriochrome T.

Titrer par E D T A N/50 en agitant (agitateur magnétique)  
Faire un témoin à l'eau distillée.

Résultats

Opération Echantillon	Titration par L ml E D T A	L-T = A	A x 0,245=B mg Mg dans prise	B x 10 = C mg/l Mg <sup>++</sup>
T	0	0	0	-
S 1	4,30	4,30	1,055	-
S 2	8,62	8,62	2,110	-
NOU	4,75	4,75	1,165	11,65
OUE 1	0,20	0,20	0,050	0,5
OUE 2	0,30	0,30	0,070	0,7

Matériel nécessaire

- Pipette de précision à un trait - 100 ml
- Fiole cylindro-conique 250 ml
- Eprouvette graduée 25 ml - 100 ml - 250 ml - 500 ml
- Spatule inox
- Burette de précision, à robinet rodé, de 10 ml
- Agitateur magnétique et barreaux aimantés
- Fioles jaugées 100 - 250 - 500 - 1000 ml
- Bêchers 600 - 250 - 50 - 5 ml
- Bouteilles plastiques pour conserver les réactifs
- Mortier en porcelaine et pilon.

7 - Fe

Principe

On colorimètre le complexe  $(C_{12}H_8 N_2)_3 Fe^{++}$  formé par le fer ferreux avec l'orthophénanthroline : GRANDIN (10) - SEGALÉN (19). On ne traitera pas l'eau elle-même, mais le liquide obtenu en concentrant 10 fois cette eau après mise à sec.

Réactifs

- Acétate de Sodium 25 % :

Acétate de sodium ..... 25 g.  
H<sub>2</sub>O distillée q.s.p ..... 100ml.

- Chlorhydrate d'hydroxylamine 10 % :

Chlorhydrate d'hydroxylamine ..... 10 g.  
H<sub>2</sub>O distillée q.s.p. .... 100ml

- Ortho-phénanthroline 0,5% :

Ortho-phénanthroline ..... 500mg  
H<sub>2</sub>O distillée acidulée par HCl q.s.p..... 100ml

- Solution étalon de Fer : 1 g/l.

Fer pur ..... 1,000g.

attaqué par H NO<sub>3</sub> dilué, mis à sec, repris par H<sub>2</sub>O distillée, filtré, porté à 1 l en fiole jaugée.

Mode opératoire

Prélever 500 ml d'eau à analyser (fiole jaugée), et les verser dans un bécber de 600 ml. Evaporer à sec sur plaque chauffante douce. Reprendre par 25 ml HCl N/50, filtrer (filtre rouge 90 mm Ø), et recueillir le filtrat dans une fiole à partir de la solution mère de Fe, jaugée de 50 ml - Compléter à 50 ml par H<sub>2</sub>O distillée, faire des solutions filles à 100 mg/l, 20 mg/l et 10 mg/l.

Pipeter en fioles de 25 ml les quantités voulues de ces solutions de manière à obtenir une gamme d'étalons (S 1 à S 4) contenant respectivement 1 - 2 - 4 - 10 mg/l de Fe.

Pipeter, en fioles de 25 ml, 20 ml d'eau concentrée 10 fois.

Vérifier sur une autre prise la quantité d'acétate de sodium nécessaire pour amener le pH à 3,5 (observé par bleu de bromophénol).

Ajouter partout cette quantité,

+ 1 ml chlorhydrate d'hydroxylamine

+ 1 ml ortho-phénanthroline

Agiter, attendre une heure

Colorimétrer à 5200 Å en cuves de 1 cm.

Résultats (courbe n° 8)-(Ici l'eau n'a été concentrée que 5 fois)

Opération Echantillon	Colorimètre 5200 Å	mg/l dans la fiole	A mg Fe dans la prise	A x 10 = B mg/l Fe dans l'eau
S 1	15	1	-	-
S 2	36	2	-	-
S 3	65	4	-	-
S 4	147	10	-	-
T	5	0	-	-
QUE	8	0,5	0,012	0,12
NOU	16	1	0,025	0,25

Matériel nécessaire

- Bécher 600 ml - 250 ml.
- Fioles jaugées 25 ml - 50 ml - 250 ml - 500 ml - 1 l
- Entonnoirs Ø 55 mm - Filtres rouges Ø 90 mm - Rampe filtration.
- Pipette baton 10 ml - graduée en 1/10 ml
- Pipette de précision, un trait, 5 ml - 10 ml - 20 ml.

8 - Sodium

Cet élément n'a pas été dosé au cours de cette série d'essais, et sera, ultérieurement, analysé par spectrophotométrie de flamme, au Centre ORSTOM de Nouméa, lorsque le Centre aura reçu l'appareil nécessaire .

### III - D OSAGE DE LA CHARGE SOLIDE INSOLUBLE INSTABLE -

#### 1 - P erte au feu

Puisqu'il s'agit d'une suspension dans l'eau, seul le paramètre  $H_2O^+$  a de l'intérêt. Il sera obtenu par la pesée, avant et après calcination à  $800^\circ$ , en creuset de porcelaine taré, d'un certain poids de suspension porphyrisée ( $\phi < 200 \mu$ ) séchée à l'étuve à  $105^\circ$ .

Creuset vide stabilisé	p1
Creuset + suspension sèche	p2
Creuset + suspension calcinée	p3

$$P.F. \% = \frac{(p_2 - p_3) 100}{p_2 - p_1}$$

#### 2 - M inéralisation et dosage de la silice

##### Principe

Les méthodes d'attaques permettant de solubiliser un sol ou une roche sont assez variées. C'est l'attaque perchlorique qui a été choisie ici (GROVES - 11). Ses avantages sont en effet nombreux dans ce cas : C'est une attaque énergique, laissant, à l'exception de la silice, un minimum de résidus insolubles. La silice est facilement déterminable dans ce résidu par dissolution à la soude. L'attaque étant oxydante porte le Chrome au degré VI, ce qui le rend directement colorimétrable, alors que le fer, en présence de perchlorate, reste incolore. La présence de perchlorate n'est pas gênante pour la détermination des autres ions.

##### Réactifs

- Acide perchlorique R.P.                    d 1,615
- Na OH 2%
- Na OH R.P.                    .....                    20 g.
- H<sub>2</sub>O distillée q.s.p..                    1000 ml
- Eau ammoniacale.

##### Mode opératoire

Peser exactement 2,5 g. environ de suspension porphyrisée ( $\phi < 200 \mu$ ) et séchée à l'étuve à  $105^\circ$ , et les mettre dans une fiole Kjeldahl de 300 ml avec 15 ml de HCl O<sub>4</sub> concentré. Chauffer doucement sur bec Bunsen, avec un rond d'amiante pour régulariser le chauffage.

Lorsque l'eau est partie (apparition de fumées blanches), mettre un petit entonnoir pour boucher le matras, et continuer l'attaque 2 jours (4 fois 4 heures).

Reprendre dans le matras par un peu d'eau distillée et passer sur filtre (bleu - 90 mm  $\phi$ ). Recueillir le filtrat en fiole jaugée de 250 ml, laver par  $\text{HClO}_4$  dilué, en joignant le liquide de lavage au filtrat. Compléter à 250 ml. Cette liqueur contient, dissous, tous les ions qui vont être analysés ultérieurement à l'exception du silicium. Tous les pipetages devront être effectués ensembles.

### Silice

Laver le résidu d'attaque par  $\text{HNO}_3$  dilué, puis le recueillir dans un creuset de porcelaine stabilisé et taré, et calciner à  $800^\circ$ . Peser :  $\text{SiO}_2$  + Insolubles.

Reprendre le résidu calciné par 30 ml  $\text{NaOH}$  2% en béccher de 100 ml, et mettre à ébullition sur plaque chauffante, avec verre de montre. Lorsque le volume est réduit de 1/3, rajouter  $\text{H}_2\text{O}$  distillé pour ramener au niveau initial. Répéter l'opération 2 à 3 fois, puis passer sur filtre bleu - 90 mm  $\phi$ , laver par eau ammoniacale, et calciner à nouveau à  $800^\circ$  en creuset de porcelaine stabilisé taré. Peser : Insolubles .

On en déduit la silice par différence.

### Résultats :

	OUE	PC 11	PC 13	PC 20	PC 23	PC 42	PC 52	BLx3
C + S.S.	25,1116	27,0109	23,1564	25,7352	23,6265	28,0946	20,6334	20,9769
C Vide	23,0320	24,4225	20,6397	22,9400	21,1249	25,6015	18,1465	18,4304
S. Attaqué	2,079	2,588	2,517	2,795	2,501	2,493	2,487	2,546
C + RT	19,8227	19,2541	18,7138	19,7342	19,3214	19,8627	19,9269	19,9961
C Vide	19,7289	19,2237	18,6997	19,6840	19,2604	19,5007	19,8099	19,9150
Résidu Total	0,0938	0,0304	0,0141	0,0502	0,0610	0,3620	0,1170	0,0811
C + I	16,3498	15,3733	15,2254	15,3154	14,9845	16,9488	10,6915	16,8325
C Vide	16,3163	15,3647	15,2219	15,2997	14,9745	16,7438	10,6541	16,8191
Insolubles	0,0335	0,0086	0,0035	0,0157	0,0100	0,2050	0,0374	0,0134
$\text{SiO}_2 = \text{RT-I}$	0,0603	0,0218	0,0106	0,0345	0,0510	0,1570	0,0796	0,0677
$\frac{100 \text{ I}}{\text{A}} = \text{I} \%$	1,61	0,33	0,14	0,56	0,40	8,22	1,50	0,53
$\frac{100 \text{ SiO}_2}{\text{A}} = \text{SiO}_2\%$	2,90	0,84	0,42	1,23	2,04	6,30	3,20	2,56

Matériel nécessaire :

- Main pour poudre en Nickel
- Rampe de minéralisation
- Fioles Kjeldahl de 300 ml
- Eprouvette graduée de 50 ml
- Ronds d'amiante
- Entonnoirs  $\phi$  35 mm et 55 mm
- Filtres bleus  $\phi$  90 mm
- Rampe de filtration
- Fioles jaugées 250 ml
- Creusets de porcelaine
- Bécher 100 ml et verre de montre
- Dessiccateur
- (Plaques chauffantes, Etuve, Moufle, Balance).

3 - Fe r

Principe

Le fer est réduit en Fe II par le chlorure stanneux, cette opération étant contrôlée par la décoloration du complexe ferri-chlorhydrique. L'excès éventuel d'étain stanneux est oxydé par le chlorure mercurique, qui respecte Fe II. On dose alors l'oxydation de Fe II en Fe III par le Chrome VI, la fin de la réaction étant mise en évidence par le virage du diphénylamine-Sulfonate de Baryum.

Réactifs

- HCl 6 N = HCl 1/2
- Chlorure stanneux 15 % :

Sn cl <sub>2</sub> , 2 H <sub>2</sub> O	.....	1,5 g.
HCl 6 N	.....	100 ml.
- Chlorure mercurique 5%

Dissoudre à chaud		
Hg Cl <sub>2</sub>	.....	50 g.
H <sub>2</sub> O distillée q.s.p.	.....	1000 ml.
- Mélange :

H <sub>2</sub> O distillée	.....	108 parties
SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> 1/6	.....	2 parties
PO <sub>4</sub> H <sub>3</sub> concentré d = 1,71	.....	5 parties

- diphénylamine-sulfonate de Baryum à 0,25 % dans l'eau
- Bichromate de Potassium N/10

Kr Cr O<sub>4</sub> R.F. sec ..... 4,903 g.  
 H<sub>2</sub>O distillée q.s.p. .... 1000 ml.

Mode opératoire

Pipeter 20 ml de solution perchlorique dans une fiole cylindro-conique de 250 ml. Ajouter 20 ml d'HCl 6 N et chauffer sur bec Bunsen jusqu'à début d'ébullition.

Ajouter Sn II goutte à goutte, au moyen d'une burette, jusqu'à décoloration du complexe ferri-chlorhydrique. Le bichromate présent dans la solution perchlorique est également réduit en Cr III vert, qui gêne un peu pour distinguer la décoloration du Fe III. Ne pas mettre un trop gros excès de Sn II.

Refroidir sous robinet. Puis ajouter 10 ml de chlorure mercurique. Un leuche blanc doit apparaître, plus ou moins intense selon l'excès de Sn II présent. Il n'est pas gênant pour le dosage.

Attendre deux minutes puis ajouter 115 ml du mélange sulfophosphorique, 10 gouttes d'indicateur, et titrer immédiatement en agitant (agitateur magnétique).

Résultats

	ml Cr VI	L x 69,81 ng Fe	100Fe/A Fe %	x 1,43 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
OUE	11,86	828,0	39,83	56,96
PC 11	19,03	1328,5	51,33	73,40
PC 13	18,96	1316,6	52,31	74,80
PC 20	18,84	1315,2	47,06	67,30
PC 23	17,55	1225,2	48,99	70,06
PC 42	15,70	1096,0	43,96	62,86
PC 52	16,60	1158,9	46,60	66,64
BL X 3	15,40	1075,1	42,23	60,81

### Matériel nécessaire

- Pipette de précision, un trait - 20 ml.
- Fiole cylindro-conique 250 ml
- Verre gradué 50 ml
- Burette ordinaire
- Bec de gaz
- Eprouvette graduée 1 l - 125 ml - 50 ml.
- Fiole jaugée 1 l - 100 ml
- Agitateur magnétique
- Burette de précision - 25 ml.

### 4 - Aluminium

#### Principe

Le principe de la méthode essayée est très simple : c'est la gravimétrie du phosphate d'Aluminium. Les complications viennent de la grande analogie de comportement entre le fer et l'aluminium. Le fer est ici en doses massives, et sera d'autant plus gênant.

Le processus à suivre sera donc le suivant : LEROUX (14).

- 1 - Précipitation par  $\text{NH}_4 \text{OH}$  des hydroxydes de Fer et d'Aluminium à pH7. (Une double précipitation améliore l'isolement de ces deux métaux).
- 2 - Extraction par la soude du phosphate d'Aluminium, soluble à pH 10 alors que le phosphate de Fer reste insoluble. (Une double extraction améliore l'extraction de l'Aluminium).
- 3 - Après acidification de la solution d'Aluminium, précipitation par  $\text{Na OH}$  du phosphate d'Aluminium à pH7. Calcination et pesée de ce précipité.

Nous exposerons d'abord la technique telle qu'elle a été suivie, ce qui fera apparaître les inconvénients qui en sont résultés, après quoi les diverses solutions possibles seront examinées.

#### Technique suivie

100 ml de la solution perchlorique ont été pipetés en bécher de 1 l et dilués à 600 ml par de l'eau distillée, les réactions étant meilleures si le volume de liquide est plus grand. On ajoute 10 ml de  $\text{HNO}_3$  concentré : lorsque l'on ajoutera l'ammoniaque le milieu sera tamponné par  $\text{NH}_4 \text{NO}_3$ .

Porte à ébullition, avec verre de montre, et, à ce moment là, précipite les hydroxydes de Fe et Al par  $\text{NH}_4 \text{OH}$  1/2 à 1/3. On s'arrête dès que le pH = 7 (Le précipité floccule, et l'odeur d'ammoniaque est persistante sur le bécher), et porte à nouveau à l'ébullition pour chasser l'excès d'ammoniaque. Filtre (rouge - 185 mm  $\phi$ ), lave par  $\text{NH}_4 \text{NO}_3$  chaud, remet dans le bécher avec le papier filtre, et redissout le précipité avec 25 ml  $\text{NO}_3 \text{H}$ . Broie un peu le papier filtre et recommence une deuxième précipitation. Après la dernière filtration et lavage on a isolé dans le précipité Fe et Al.

On remet le précipité et le papier filtre dans le bécher de 11 (en pyrex), et redissout avec 25 ml  $\text{HNO}_3$ . Ajoute alors 100 ml de phosphate de sodium à 10 g/l et 100 ml de  $\text{NaOH}$  à 300 g/l. Porte à ébullition sur plaque chauffante (attention aux projections si la plaque est trop chaude) puis filtre (rouge - 185 mm  $\varnothing$ ) et lave à  $\text{NaOH}$  diluée. Le filtrat (I) contient Al, mais pas la totalité : L'extraction devra être recommencée sur le précipité, mais, auparavant, on fait réduire le volume du filtrat I à 300 ml environ (sur plaque chauffante douce). Lors de cette opération le liquide est troublé par l'apparition de flocons bruns ou blancs : Il s'agit vraisemblablement de phosphate de Fer, qui est passé à travers le filtre sous forme colloïdale et précipite maintenant en se coagulant à la chaleur. Ce précipité est éliminé par filtration et ajouté au précipité initial, qui a subi la première extraction et va subir la deuxième. Celle-ci effectuée, le filtrat (II) est joint au filtrat I. L'ensemble est alors réduit sur plaque chauffante à un volume de 600 ml, ce qui provoque encore l'apparition de flocons. Ceux-ci sont éliminés par une filtration à chaud (rouge - 185 mm  $\varnothing$ ).

Le filtrat contient maintenant la totalité de l'Aluminium, mais aussi des quantités importantes de sodium, de nitrate, de silice, (provenant de l'attaque du bécher par la soude pendant l'extraction) et enfin il est coloré en brun, vraisemblablement par les composés organiques provenant de la destruction du papier filtre par la soude. Ce filtrat est acidifié par  $\text{HNO}_3$  concentré jusqu'à pH 4 (contrôlé par bleu de bromophéol). Au voisinage de la neutralité le précipité de phosphate d'Aluminium apparaît, puis disparaît à pH acide, pendant que le liquide se trouble par apparition de silice.

On porte à ébullition et précipite comme tout à l'heure par  $\text{NH}_4\text{OH}$  1/2 à pH 7, filtre et jette le filtrat. Le précipité, remis dans le bécher, est redissout par  $\text{HNO}_3$  1/10. On met à sec, sur plaque chauffante douce pour fritter la silice. Reprend par  $\text{HNO}_3$  dilué, filtre, lave par  $\text{HNO}_3$  dilué : Le filtrat ne contient plus que le phosphate d'Aluminium.

Celui-ci est précipité encore une fois par  $\text{NH}_4\text{OH}$  1/2, filtré, calciné et pesé.

Résultats

	OUE	PC 13	PC 20	PC 42	BL X 3
C + P	18,8736	20,6394	20,3503	19,8916	19,7931
C vide	18,6972	20,4371	20,0900	19,8068	19,5731
Précipité	0,1764	0,2023	0,2603	0,0848	0,2200
P x mg Al	97,5	111,8	143,8	46,8	121,5
$\frac{Al \times 100}{A}$ = Al %	4,69	4,44	5,14	1,88	4,77
x 1,926 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	9,03	8,55	9,90	3,62	9,19

Vérifications

Les précipités de PC 23 et PC 52 n'ont pas été calcinés, de manière à vérifier s'ils ne contenaient que du phosphate d'Aluminium : Après redissolution par acide perchlorique, on teste les éléments suivants : Cr - Ni - Mn selon les méthodes décrites dans la suite de ce rapport et Fe par SKCN : Aucun de ces tests n'est positif, ce qui semble prouver la pureté du précipité d'aluminium.

Conclusions

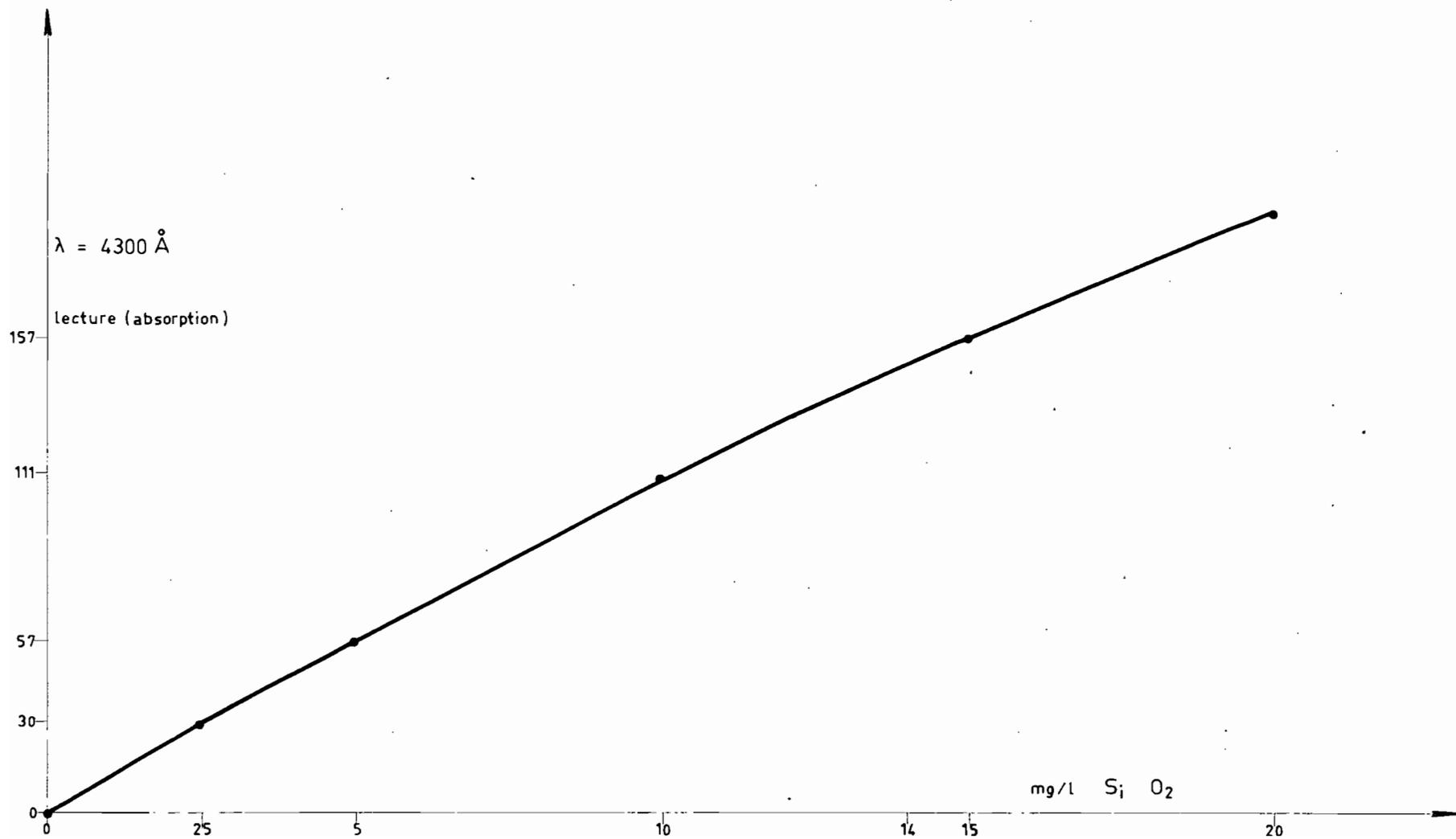
Néanmoins cette méthode est extrêmement longue et fastidieuse. Trois solutions sont proposées pour résoudre ce problème Al, qui n'ont malheureusement pas pu être testées, le laboratoire du centre ORSTOM étant dépourvu pour l'instant du matériel ou des produits qui auraient été nécessaires : Leur mode opératoire est rapidement exposé :

1 - Extraction en béchers inox

La double précipitation des hydroxydes ayant été effectuée comme décrit plus haut, la double extraction est effectuée en vaisselle acier inoxydable, et les papiers filtres ne sont pas joints aux précipités dans la lessive de soude. On évite ainsi la dissolution de silice, et de composés organique, ce qui permet d'obtenir le précipité de phosphate par double précipitation, sans frittage intermédiaire.

# Courbe 7

Dosage de la Silice dans l'eau



## 2 - Séparation Fe - Al par adsorptions sélectives

Gordon et Teicher (9) utilisent une résine échangeuses d'anions, type Amberlite IR 400, qui adsorbe fortement le fer complexé par le sulfocyanure : L'échantillon est entraîné par du sulfocyanure d'ammonium 0,3 M, pH 1 (ajusté par HCl). Al passe dans le filtrat.

Pour Horton et Thomason (12) ainsi que pour Kraus et Moore (13), le complexe adsorbé est le complexe ferrichlorhydrique, la résine étant alors du type Dowex 1. Cette dernière méthode semble intéressante dans le cas présent : La séparation sur résine viendrait remplacer la longue extraction par la soude. On aurait directement une solution acide ne contenant que l'Aluminium, sur laquelle on pourrait faire la gravimétrie par une simple précipitation.

## 3 - Colorimétrie

Il existe un procédé colorimétrique, malheureusement beaucoup trop sensible dans ce cas, qui est celui à l'Eriochrome-cyanine: On peut doser de 5 à 30 µg de Al dans 10 ml : La teneur en Al est de 5 % en moyenne dans les échantillons analysés : soit, pour 2,5g attaqués, 125 ng Al dans 250 ml, c'est-à-dire 500 µg/ml.

En pipétant 5 ml de la solution perchlorique à 500 µg/ml on a 2 500 µg que l'on peut diluer à 1000 ml, soit une solution B à 2,5 µg/ml. En pipétant 5 ou 10 ml de cette solution B on a une prise colorimétrable, puisque, pour des teneurs de la suspension comprises entre 1% et 12% Al, on est ramené à une prise de 5 à 30 µg Al.

La colorimétrie s'effectue en fiole jaugée de 25 ml, en présence d'acide thioglycolique 1%, d'Eriochrome cyanine R, et d'une solution tampon à pH6 (Solution Acide Acétique - Acétate d'ammonium), à 5 350 Å, en cuves de 4 cm.

## Réactifs nécessaires

Dans la méthode gravimétrique avec extraction à la soude il n'y a pas de réactifs à préparer avec précision, puisque l'on n'utilise que HNO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>OH, NaOH, et Phosphate de Sodium, plus ou moins dilués. Il est par contre nécessaire de prévoir de grandes quantités, surtout de HNO<sub>3</sub> et NH<sub>4</sub>OH.

## Matériel nécessaire - (Procédé gravimétrique avec extraction).

- Pipette 100 ml
- Bécher 1 l en pyrex
- Bécher 1 l inox
- Verres de montres
- Entonnoirs Ø 100 mm et 70 mm
- Filtres rouges Ø 185 mm - 110 mm
- " bleus Ø 150 mm
- Creusets de porcelaine

Pour les autres techniques, réactifs et matériel nécessaires à un travail en série ne peuvent pas être évalués tant que les méthodes n'ont pas été essayées sur ces types d'échantillons.

## 5 - Magnésium

### Principe

Le magnésium est précipité par le phosphate d'ammonium, le précipité dissous dans une quantité donnée d'acide sulfurique titré, l'excès d'acide étant dosé par de la soude titrée.

### Réactifs

- Acide tartrique

- Phosphate di-ammonique 5%

Phosphate di-ammonique R.P. .... 50 g.

H<sub>2</sub>O distillée q.s.p. .... 1000 ml

- NH<sub>4</sub> OH concentrée

- Alcool éthylique neutralisé (à l'ammoniaque, contrôlé par bleu de bromothymol bleu vert à pH7). L'alcool doit être vérifié avant chaque utilisation, son oxydation le transformant continuellement en acide.

- H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> N/10 :

On prépare H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N que l'on dilue 10 fois :

H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> d 1,83 ..... 30 ml

H<sub>2</sub> O distillée ..... 970 ml

(verser H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dans un bécher contenant 970 ml d'eau).

Liqueur titrée par CO<sub>3</sub> Na<sub>2</sub> :

Dans erlenmeyer de 250 ml, 25 ml de solution N de CO<sub>3</sub>Na<sub>2</sub> (53,002 g/l), + 1 goutte d'héliantine à 0,02 %.

Titrer par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> jusqu'à virage au rouge.

L'acide est en général un peu trop fort, on calcule la quantité exacte d'eau à rajouter au volume restant d'acide (connu) pour obtenir une solution N.

Revérifier le nouveau titre.

- Na OH N/10 - 4g/l.

Mode opératoire

Pipeter 50 ml de solution perchlorique dans un bécher de 100 ml, mettre sur plaque chauffante pour réduire le volume de moitié. Ajouter 2,5 g d'acide tartrique, puis 10 ml de phosphate diammonique 5%, agiter, ajouter d'un coup 20 ml NH<sub>4</sub>OH concentré, agiter vigoureusement en frottant les parois du bécher avec un agitateur et laisser 24 heures. Le précipité doit se former lentement, être cristallin, et accrocher aux parois et à l'agitateur.

Filtrer (Bleu - ø 90 mm) et recueillir le filtrat en bécher de 250 ml pour dosage ultérieur du Nickel. Laver 5 fois le bécher où a eu lieu la précipitation, par eau ammoniacale, et passer sur filtres ces eaux de lavages. L'eau de lavage doit être ajoutée à la solution de Ni tant qu'elle est colorée. Laver trois fois à l'acool neutralisé, de la même manière, mais en jetant ce filtrat. Replacer alors le papier filtre et le précipité dans le bécher de 100 ml où a eu lieu la précipitation et laisser sécher à l'air.

Ajouter 10 ml de H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> N/10 + 6 gouttes de vert de bromocrésol 0,1% dans l'alcool, et titrer par NaOH N/10. Faire deux témoins :

- TNa sert à déterminer le titre exact de la soude : x ml de NaOH  $\frac{N}{x}$  pour 10 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  $\frac{N}{10}$
- T 1 sert à déterminer la correction due aux réactifs : c'est de l'eau distillée ayant subi la totalité du traitement comme les échantillons.

Résultats

	0UE	PC 42	PC 52	T Na	T 1
L ml Na OH N/10	6,45	3,70	5,87	7,70	7,80
T1 - L = Δ Na OH	1,35	4,10	1,93		
$\frac{\Delta}{TNa} = \Delta H_2SO_4$	1,66	5,22	2,42		
X 6,08 = Mg (mg)	9,88	31,56	14,47		
$\frac{Mg}{A} \times 100 = Mg \%$	0,47	1,27	0,58		
X 1,658 = MgO %	0,78	2,11	0,96		

Matériel nécessaire

- Bécher 100 ml - Verre de montre
- Pipette 10 ml - 50 ml
- Fiole jaugée 1 l
- Eprouvettes graduées - 10 ml - 50 ml
- Entonnoirs  $\phi$  55 mm
- Filtres bleus -  $\phi$  90 mm
- Burette de précision - 10 ml.

6 - Chrome

Principe

La solution perchlorique contient Cr sous forme de Cr VI  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{--}$ , alors que les autres ions présents (Fe, Mn, Ni) sont incolores. Cette solution est donc directement colorimétrable, et comparable avec des solutions étalons de bichromate. Ceci est toutefois possible dans la mesure où l'acidité du milieu n'influe pas sur la colorimétrie. C'est la première vérification qui a été faite.

Etude de l'influence de la concentration en  $\text{ClO}_4^-$

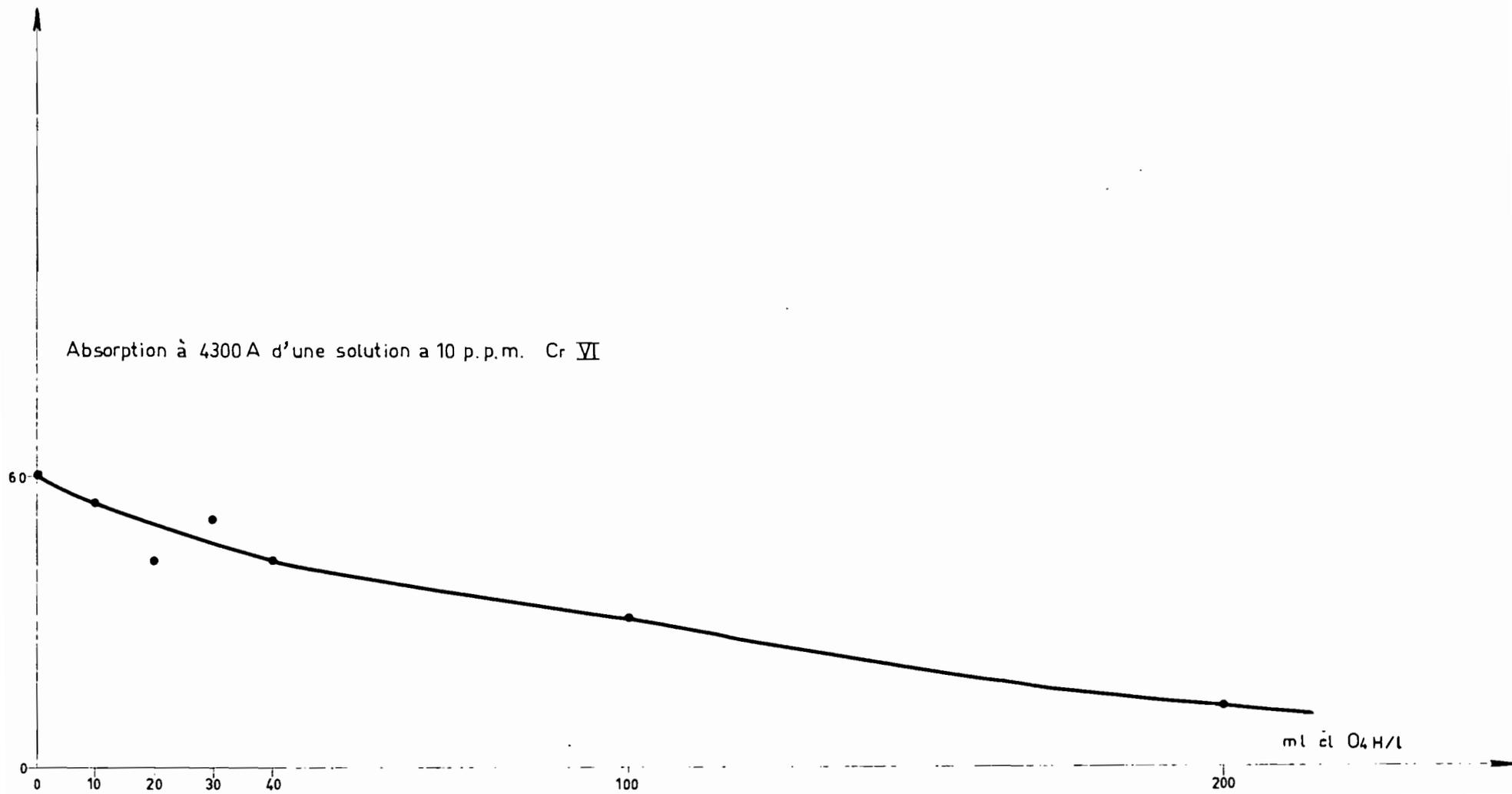
L'attaque a été effectuée avec 15 ml de  $\text{ClO}_4\text{H}$ , en estimant qu'il n'y a pas de perte (ce qui est faux), c'est donc 15 ml de  $\text{ClO}_4\text{H}$  qui sont présents dans les 250 ml de solution. On pipette, pour la colorimétrie, 5 ml de cette solution, soit  $\frac{15 \times 5}{250} = 0,3$  ml de  $\text{ClO}_4\text{H}$ .

(Le milieu est trop concentré en Cr pour une colorimétrie directe, la loi de Beer étant valable entre 2 et 40 ppm, et il est nécessaire de diluer 10 fois).

On fait une solution de bichromate à 100 mg/l de Cr (282,7 mg de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dans 1 litre), à partir de laquelle on fait une série de solutions filles à 10 mg/l Cr, qui contiendront des quantités croissantes de  $\text{ClO}_4^-$  : En fioles jaugées de 50 ml :

Fiole	I	II	III	IV	V	VI	VII
ml Cr 100ppm	5	5	5	5	5	5	5
ml $\text{ClO}_4^-$	0	0,5	1	1,5	2	5	10
Colorimètre 4300 Å	60	59	57	58,5	57	55	52

# Courbe 9



lecture (absorption)

# Courbe 10

Dosage Colorimétrique du Cr VI

100

51

22

10

5

0

0

1

2

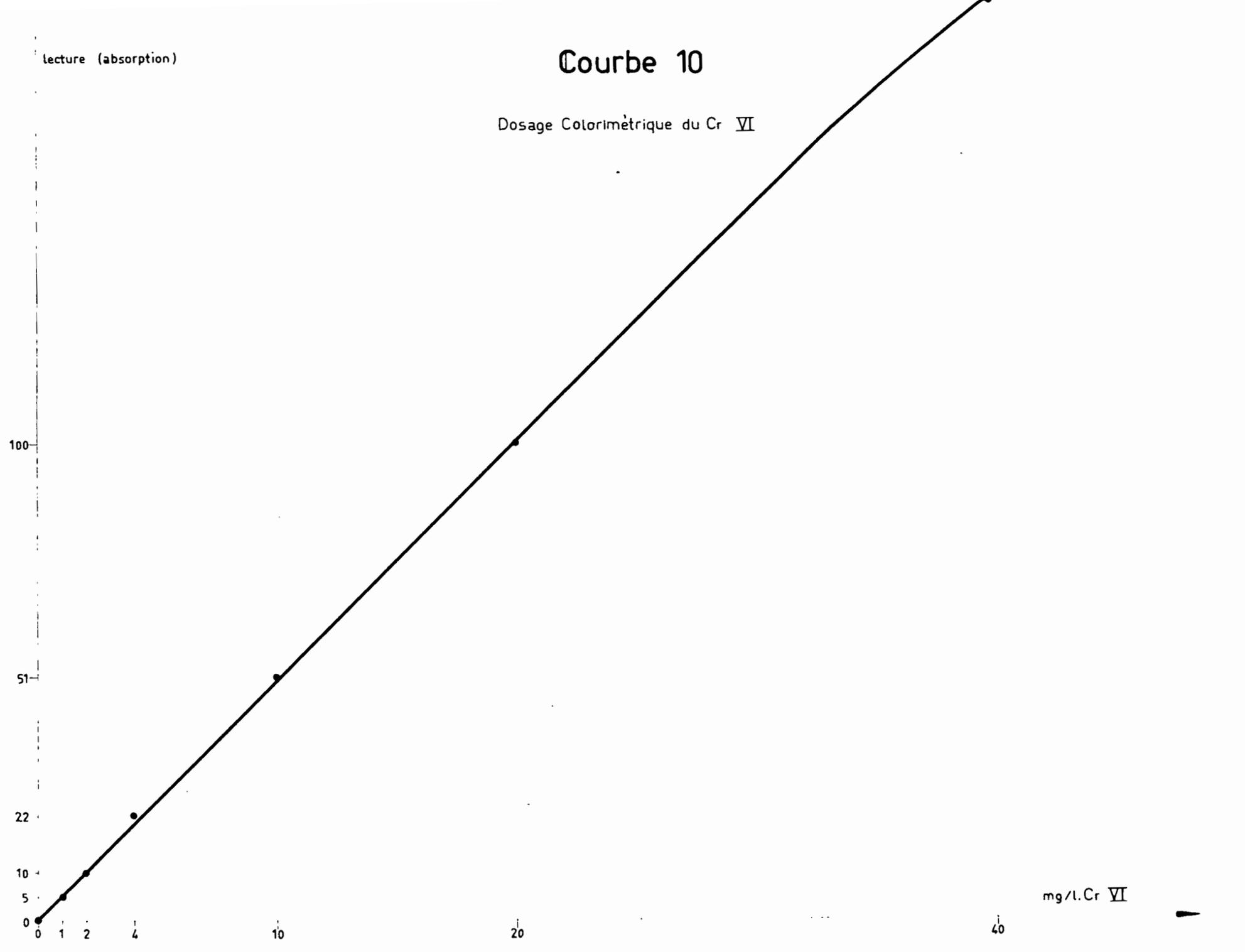
4

10

20

40

mg/l. Cr VI



Les pipetages de  $\text{ClO}_4^-$  dans les fioles de I à V sont faits à partir d'une solution de  $\text{HClO}_4$  à 10 %.

La courbe 9 résume ces résultats.

Il y a donc une légère diminution de l'absorption lorsque ( $\text{ClO}_4^-$ ) augmente. on peut fixer l'acidité, en ajoutant partout une quantité connue de  $\text{HClO}_4$  : Si l'on ne dilue pas la solution perchlorique, celle-ci est à  $\frac{15 \times 100}{250} = 60 \text{ ml/l}$  de  $\text{HClO}_4$  - (En fait 40 à 50 vu les pertes.)

Dans cette zone la variation d'absorption devient négligeable, même pour des variations relatives importantes de la teneur en  $\text{ClO}_4^-$ . On se ramènera donc toujours, après la dilution éventuelle, à cette zone, en ajoutant 2 ml de  $\text{HClO}_4$  dans la fiole où le mélange colorimétré est effectué : 5 ml de solution perchlorique + 2ml  $\text{HClO}_4$  +  $\text{H}_2\text{O}$  distillée q.s.p. 50 ml.

### Mode opératoire

La gamme étalon est réalisée à partir de la solution mère à 100 ng/l = Echantillons S1 à S6

0 - 1 - 2 - 4 - 10 - 20 - 40 ng/l Cr.

avec partout 40 ml/l de  $\text{HClO}_4$ .

### Résultats

Colorimètre à 4300° - Cuve de 4 cm (Courbe 10)

	Colorimètre	mg/l Cr (courbe)	Cr mg	Cr %	$\text{Cr}_2\text{O}_3$ %
T	0	0	-		
S	5	1	-		
S2	10	2	-		
S3	22	4	-		
S4	51	10	-		
S5	100	20	-		
S6	193	40	-		
QUE	72	12	30	1,44	2,10
PC 11	231	40	100	3,86	5,64
PC 13	134	22,5	56,2	2,23	3,26
PC 20	151	25	62,5	2,24	3,27
PC 23	102	17	42,5	1,70	2,48
PC 42	150	25	62,5	2,51	3,66
PC 52	130	22	55	2,21	3,23
BL x 3	155	26	65	2,55	3,72

Comparaison avec la titrimétrie

La méthode est testée par comparaison avec les résultats obtenus par dosage titrimétrique du Cr VI par Fe II (sel de Mohr N/50) dans quatre échantillons :

Pipette 20 ml de solution perchlorique dans un bécher de 250 ml + 30 ml H<sub>2</sub>O distillée + 2,5 ml SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> 1/6 + 1,5ml PO<sub>4</sub>H<sub>3</sub> + 7 gouttes diphénylamine sulfonée 0,5%.

Titre par sel de Mohr N/50 : Une teinte violette apparaît puis disparaît tout à coup.

Le sel de Mohr est vérifié sur un témoin (solution étalon de Cr VI).

	ml Fe <sup>++</sup>	mg Cr VI dans la prise	Cr%
OUE	6,50	2,31	1,39
PC 11	20,80	7,37	3,56
PC 23	8,61	3,05	1,52
BL X 3	13,50	4,79	2,35
T	5,64	2	

La courbe 11 précise ces résultats : On voit que, plus la teneur en Cr augmente, plus la relation (teneur par colorimétrie) = f (teneur par titrimétrie) s'écarte de la première bissectrice.

Jusqu'à 2% de Cr (3% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) les deux méthodes sont valables, au-dessus la titrimétrie semble préférable.

Matériel nécessaire (colorimétrie)

- Pipette de précision
- Fioles jaugées 50 ml - 1 l.

7 - Manganèse

Principe

Dans la solution perchlorique le manganèse est incolore. On doit l'oxyder en Mn VII par un peroxydant, tel que le periodate, pour le rendre colorimétrable.

Deux complications apparaissent :

teneur Cr %  
(colorimétrie)

# Courbe 11

3

2

1

0

Comparaison des dosages Colorimétriques et  
Titrimétrique du CHROME

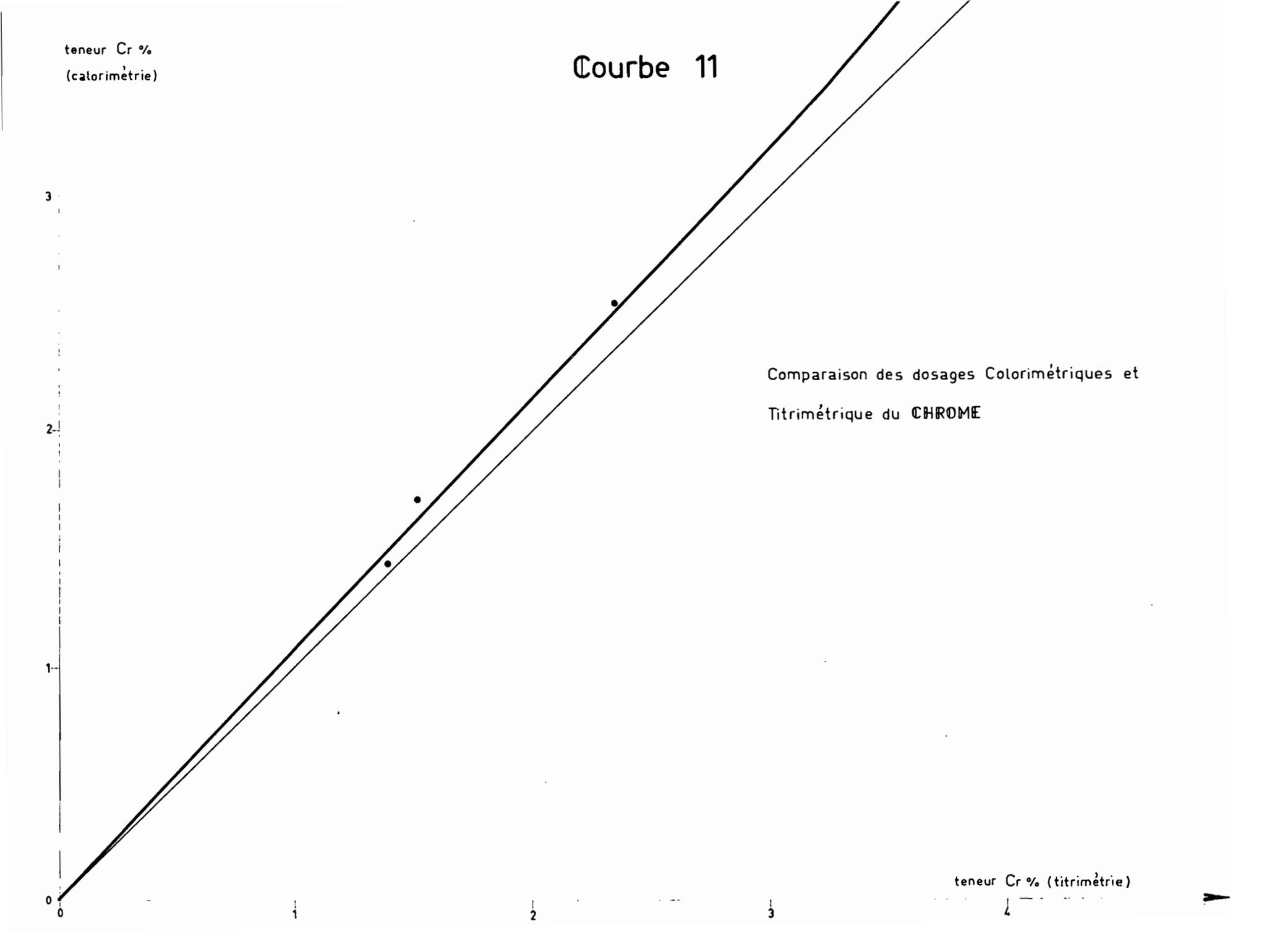
teneur Cr % (titrimétrie)

1

2

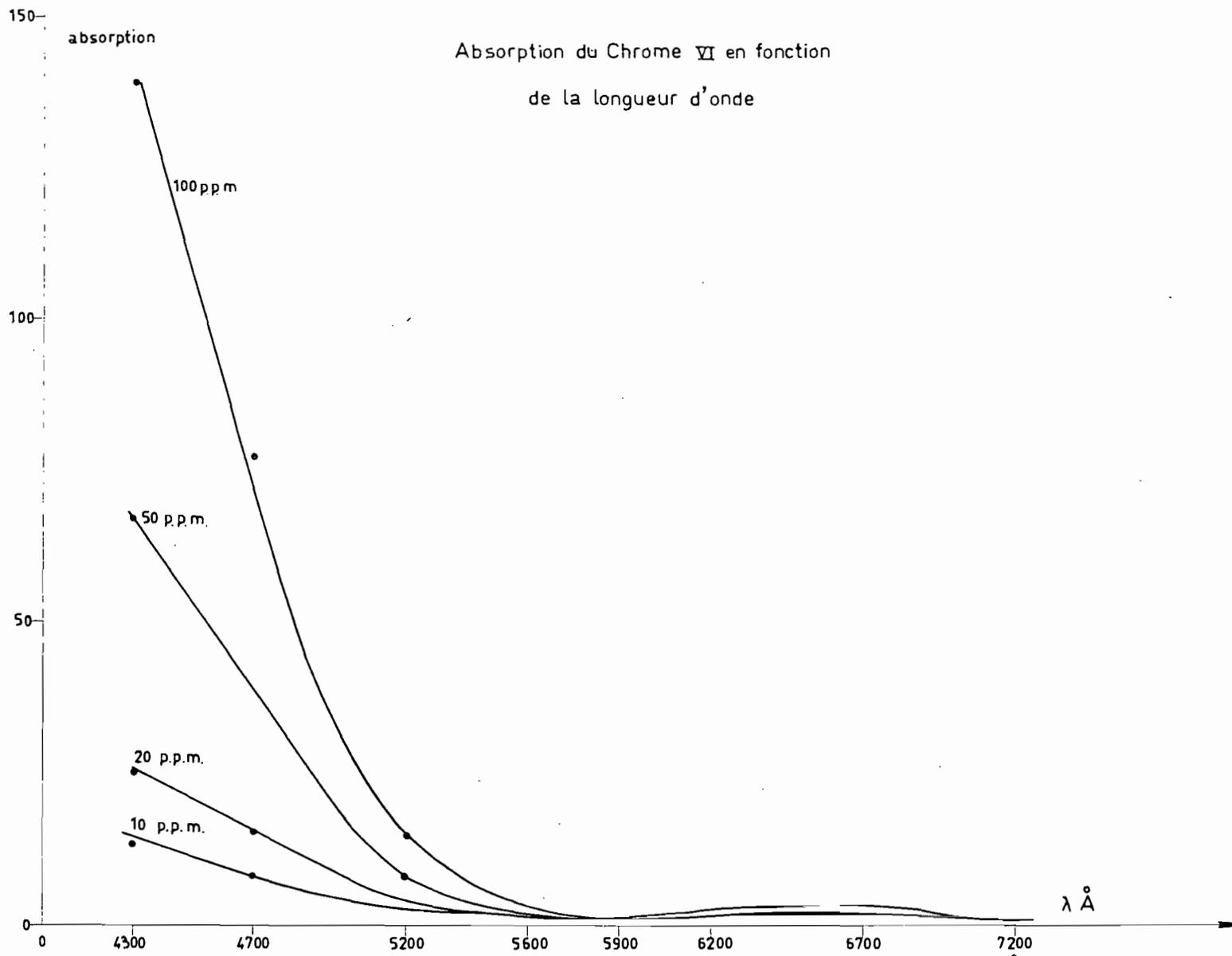
3

4



# Courbe 12

Absorption du Chrome VI en fonction  
de la longueur d'onde



250 -  
absorption

# Courbe 13

Absorption du manganèse VII en  
Fonction de la longueur d'onde

200--

20 p.p.m.

150--

10 p.p.m.

100--

4 p.p.m.

50

2 p.p.m.

1 p.p.m.

0

4300

4700

5200

5600

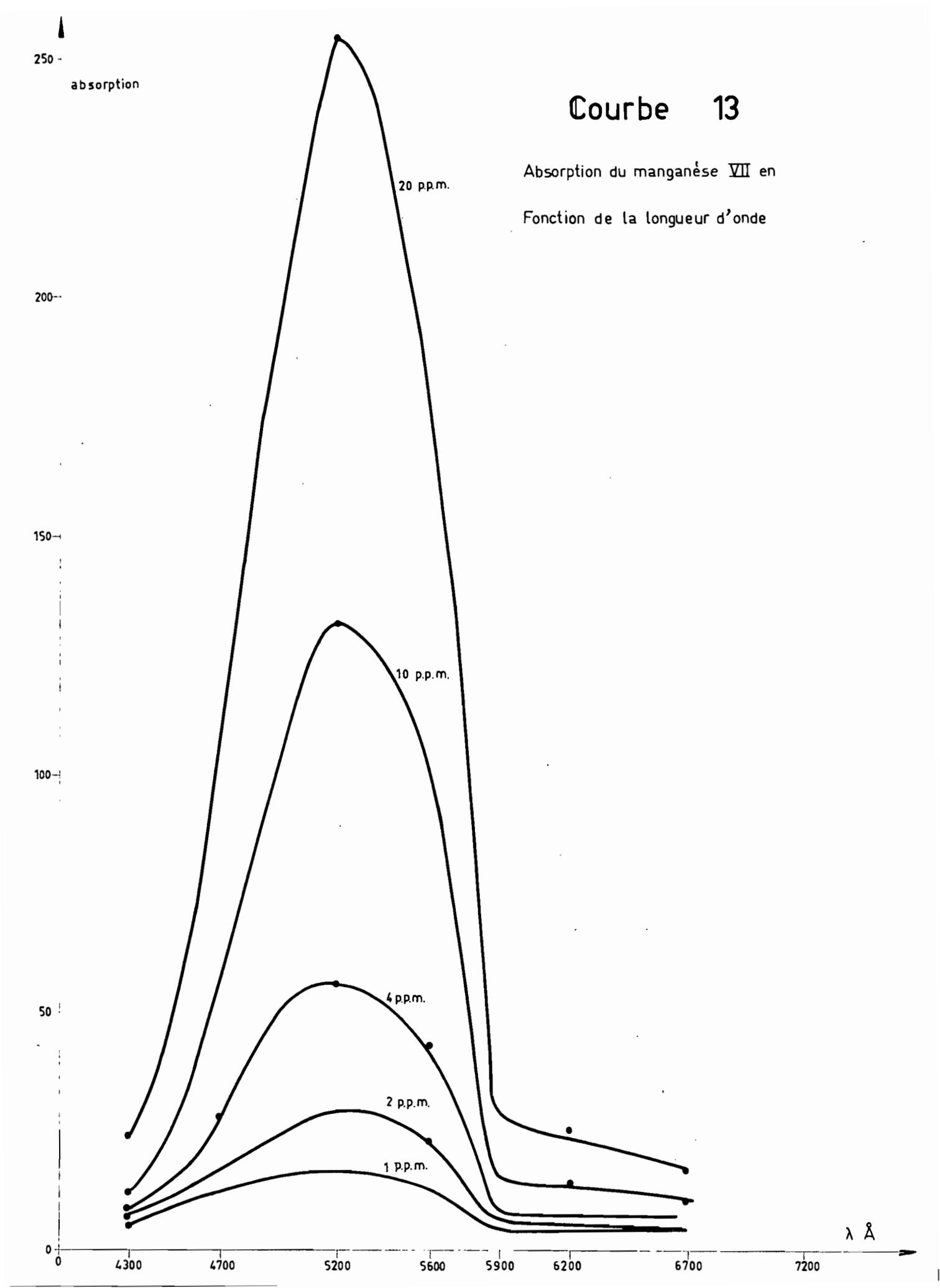
5900

6200

6700

7200

$\lambda$  Å



- La présence d'un peroxydant tel que  $\text{ClO}_4^-$  va-t-elle gêner l'action du periodate ?
- La présence du Cr VI jaune va-t-elle gêner la colorimétrie du Mn VII violet ?

Essai de colorimétrie en présence de Cr VI

C'est la première vérification à faire, pour s'assurer si une Colorimétrie est possible malgré le chrome.

On prépare à partir du  $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$  une solution mère à 1000 mg/l Cr et à partir de  $\text{MnO}_4\text{K}$  une solution-mère à 100 mg/l Mn.

On va faire une gamme étalon de Mn contenant 0 - 1 - 2 - 4 - 10 - 20 mg/l Mn, chaque échantillon de cette gamme étant fait en cinq exemplaires, renfermant des quantités croissantes de Cr : 0 - 10 - 20 - 50 et 100 mg/l Cr.

On étudie d'abord les courbes d'absorption du Cr et du Mn, pris isolément, par rapport à l'eau distillée, en fonction de la longueur d'onde, ceci à l'aide des gammes étalons :

de Cr contenant 0 ppm Mn  
de Mn contenant 0 ppm Cr.

Absorption du Cr en fonction  $\lambda$  /  $\text{H}_2\text{O}$  distillée : (cuves de 1 cm).

Cr \ $\lambda$	4300Å	4700	5200	5600	5900	6200	6700	7200
10 ppm	13	8	3	1	1	1	1,5	1
20	25	15	4	1	1	1	1,5	1
50	67	39	8	2	1	1,5	2	1
100	139	77	14	3	1	2	2	1

Absorption Mn en fonction  $\lambda$  /  $\text{H}_2\text{O}$  distillée (cuves de 1 cm)

Mn \ $\lambda$	4300Å	4700	5200	5600	5900	6200	6700
1 ppm	5	12	16	13	4	4	4
2	7	17	29	23	5	5	4
4	8	28	56	43	7	7	6
10	12	57	132	100	15	14	10
20	24	107	254	171	29	25	16

Ce qui se résume sur les courbes 12 et 13.

Le cas idéal serait celui de la coïncidence du maximum d'absorption du Mn VII et du minimum d'absorption pour Cr VI. En fait on voit que le maximum pour Mn est à 5200 Å, alors que l'absorption du Cr est encore sensible, cette absorption devenant négligeable à 5600 Å, mais la sensibilité du dosage du Mn étant alors amoindrie. On va d'abord vérifier si, à 5600 Å, les courbes d'absorption du Mn ne varient réellement pas en présence de doses variables de Cr :

Absorption du Mn VII à 5600 Å / H<sub>2</sub>O distillée, en présence Cr.

Mn Cr ppm	ppm	1	2	5	10	20
10		14	24	54	100	172
20		15	25	55	101	171
50		15	24	55	100	170

Les variations ne sont effectivement pas importantes, mais augmentent lorsque les teneurs grandissent, ce qui est malheureusement le cas dans les échantillons à étudier.

Deux solutions sont possibles :

- Colorimétrer à 5600 Å, sans se préoccuper du Cr, mais, pour les fortes teneurs la méthode manquera de précision.
- Colorimétrer à 5200 Å, en faisant la correction du Cr =

Absorption Mn VII + Cr VI

Absorption Cr VI seul (par exemple après décoloration du Mn VII).

On pourrait alors songer à mesurer, sur cette dernière solution, à 4300 Å, l'absorption du Cr VI, de manière à doser simultanément Cr et Mn. Mais nous avons vu au chapitre précédent l'influence de l'acidité sur la valeur de l'absorption du Cr. Il faudrait alors pouvoir effectuer l'oxydation du Mn en Mn VII en milieu perchlorique, pour rester dans les conditions de milieu fixes. Ceci nous ramène au second problème : L'effet du ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> sur l'action du IO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

#### Etude de l'oxydation du Mn II en Mn VII

Cette fois-ci on va partir d'une solution de Mn II de titre connu, l'oxyder en présence de divers acides, et colorimétrer les solutions obtenues.

La méthode classique (CHARLOT 3 et 4) est l'oxydation par le periodate en milieu sulfurique concentré, et en présence d'acide phosphorique qui décolore le fer présent.

# Courbe 14

Absorption du Mn VII à 5200 Å  
en présence de 0-1-2 ml HCl O<sub>4</sub>

20

10

0

0

0

1

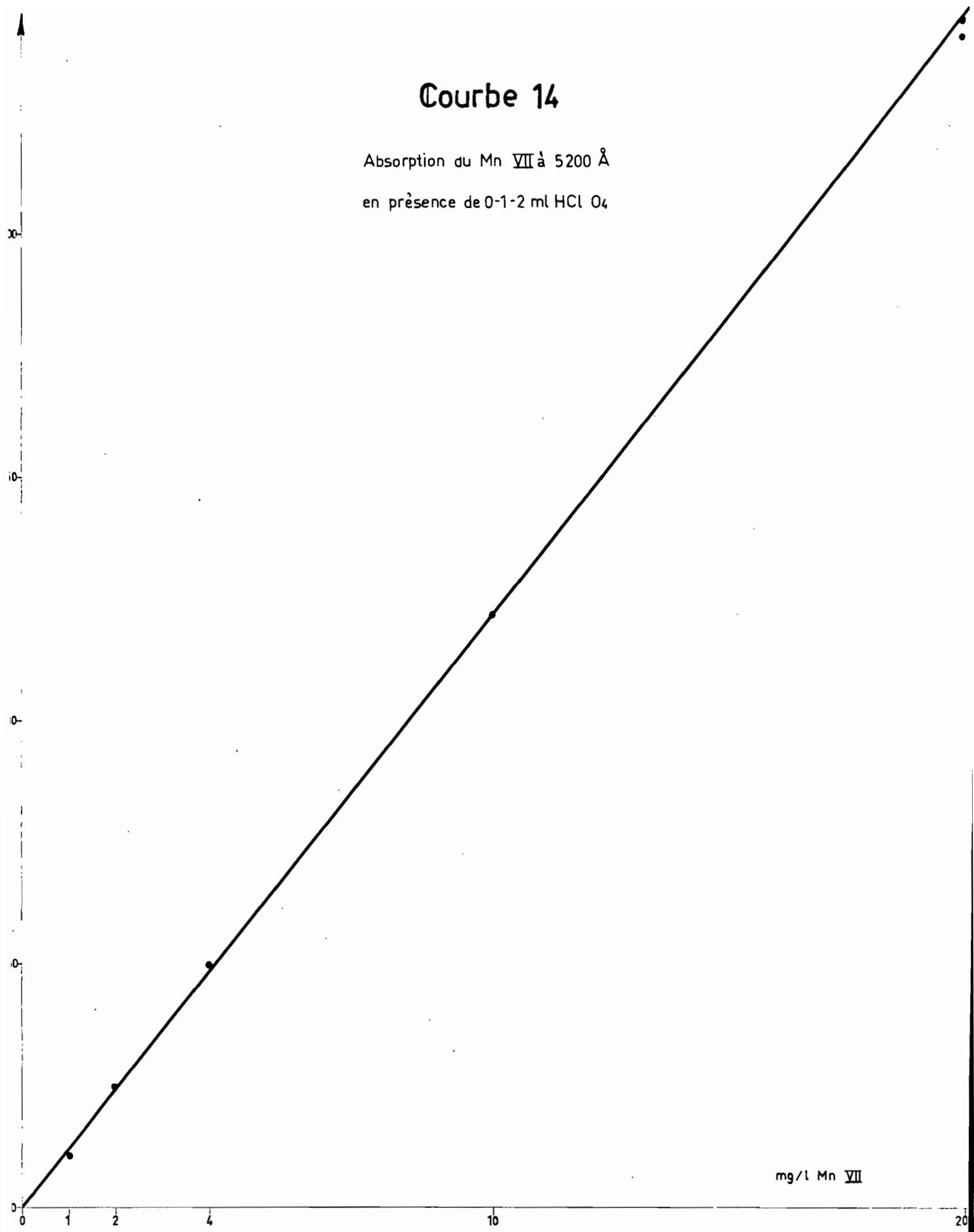
2

4

10

20

mg/l Mn VII



Partant d'une solution de Mn Cl<sub>2</sub>, on en pipette 10 ml dans 4 béchers identiques :

Dans 1 et 3 on ajoute	25 ml	HClO <sub>4</sub>	Concentré
Dans 2 et 4 on "	10 ml	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Concentré
	+ 5 ml	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Concentré

Puis, dans tous, 400 mg de Na IO<sub>4</sub>.

Porte à ébullition sur bec Bunsen, et laisse refroidir lentement dès que l'ébullition a commencé :

Dans les béchers 1 et 3	la coloration est	jaune
" " " 2 et 4	" "	" violette.

Le ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> ne convient donc pas pour l'oxydation du Mn.

- En conséquence : Il devient impossible d'opérer à 5600 Å en négligeant l'influence des colorations parasites, le Fer, le Titane risquant de gêner.

Il devient inutile de vouloir doser le Cr dans la solution où l'on dose le Mn, toujours à cause des éventuelles colorations parasites. La décoloration du Mn VII sera réalisé uniquement pour faire la correction de jaune, sans chercher à savoir ce que représente ce jaune.

Le ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> ne convient pas pour l'oxydation du Mn, il est toutefois présent dans la solution à oxyder. Va-t-il gêner le développement du Violet ? Dans la prise traitée on aura de 1 à 2 ml de HClO<sub>4</sub>, on va donc faire l'oxydation de la solution de Mn Cl<sub>2</sub>, par NaIO<sub>4</sub> en milieu sulfo-phosphorique, et en présence de 0 - 1 - 2 ml de HClO<sub>4</sub>. Les colorations obtenues sont très irrégulières, mais on note un dégagement de chlore dû au mélange ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> + Cl<sup>-</sup> en présence d'un autre peroxydant.

La solution étalon de Mn II sera donc préparée de façon différente. On part d'une solution étalon de KMn O<sub>4</sub> que l'on décolore par le sel de Mohr, on oxyde l'excès de Fe II par H NO<sub>3</sub>. On se rapproche ainsi des conditions naturelles puisque le Fer sera présent dans le milieu.

On réalise alors trois séries de 1 - 2 - 4 - 10 - 20 ng/l Mn avec respectivement 0 - 1 - 2 ml de ClO<sub>4</sub> H.

On traite tous les échantillons par 5 ml H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> + 5ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + 5 ml Na IO<sub>4</sub> (40 g/l), porte immédiatement à l'ébullition sur bec et laisse refroidir dès que l'ébullition est démarrée, porte à 50 ml, colorimètre 5200 Å (cuve 1 cm). (Courbe n° 14).

Mn ClO <sub>4</sub> ml ppm	0	1	2	4	10	20
0	0	11	25	49	121	243
1 ml	0	12	25	49	122	244
2 ml	0	12,5	24	50	122	240

L'influence du  $\text{ClO}_4^-$  est négligeable, la méthode est donc utilisable et va être testée.

### Mode opératoire

Pipeter 20 ml de la solution perchlorique en bécher de 100 ml. + 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 5 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  + 5 ml  $\text{NaIO}_4$ .

Porter immédiatement à l'ébullition sur bec Bunsen, et arrêter de chauffer dès que l'ébullition a commencé.

Porter à 50 ml en fioles jaugées. Colorimétrer à 5200 Å, en cuves de 1 cm par rapport à  $\text{H}_2\text{O}$  distillée.

La solution étalon est réalisée à partir d'une solution de Mn II, obtenue à partir de Mn VII décolorée par Fe II (Mn II est la forme stable de conservation).

Pipeter ensuite 25 ml de la solution colorimétrée, en béchers de 50 ml, faire bouillir 5 minutes, ajouter de l'acide oxalique 0,1 M goutte à goutte jusqu'à décoloration du Mn VII + 1 goutte. Refroidir. Ramener à 25 ml en fioles jaugées. Colorimétrer à 5200 Å en cuves de 1 cm par rapport à l'eau distillée.

### Réactifs

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré
- $\text{H}_3\text{PO}_4$  concentré
- $\text{NaIO}_4$  40 g/l dans l'eau distillée
- Solution étalon de Mn II à 100 mg/l : dans une fiole jaugée de 1l.
  - K  $\text{MnO}_4$  R.P. sec ..... 288 mg
  - $\text{H}_2\text{O}$  distillée q.s.p. dissoudre ..... (1000 ml)
  - Décolorer par sels de Mohr (goutte à goutte, à la burette).
  - Oxyder excès Fe II par  $\text{KNO}_3$  concentré.
  - Porter à 1 litre.
- Acide oxalique 0,1 M.
  - Acide oxalique, 2  $\text{H}_2\text{O}$  ..... 12,6g
  - $\text{H}_2\text{O}$  distillée q.s.p. .... 1000 ml

### Résultats

Certains échantillons, trop concentrés, ont dû être dilués pour être colorimétrés, la loi de Beer s'appliquant jusqu'à 20 ppm Mn seulement.

	T	OUE/10	OUE	PC11	PC13	PC20	$\frac{PC23}{5}$	PC42	$\frac{PC42}{5}$	$\frac{PC52}{5}$	$\frac{BLX3}{5}$
V+J	240	26	250	63	135	213	122	265	56	72	83
J	0	0	12	15	27	23	4	25	7	4	5
V	240	26	238	48	108	190	118	240	49	68	78
Mn ppm	20	2,2	19,7	4	9	15,6	9,8	20	4	5,6	6,5
Mn mg	13,7	12,3	2,5	5,6	9,7	30,6	12,5	12,5	12,5	17,5	20,3
Mn %	-	0,66	0,59	0,10	0,22	0,35	1,22	0,50	0,50	0,70	0,80
MnO <sub>2</sub> %	-	1,00		0,16	0,35	0,55	1,93	0,79		1,11	1,26

### Matériel nécessaire

- Pipette de précision, un trait : 5 - 10 - 20 - 25 ml
- Béchers 50 ml - 100 ml - 250 ml
- Burette 10 ml ordinaire
- Fioles jaugées : 25 ml - 50 ml-1 l
- Bec Bunsen

### 8 - Nickel

#### Principe

Le nickel est dosé dans la solution où l'on a précipité le magnésium : les ions gênant pour le nickel sont complexés. Le nickel est alors séparé par précipitation de son composé avec la diméthylglyoxime, le précipité redissous. La solution de Ni, convenablement étendue, est oxydée par l'eau de brome, et Ni IV complexé par la diméthylglyoxime colorimétrée.

#### Réactifs

- HCl 1/2
- Diméthylglyoxime 10 g/l dans alcool éthylique
- NH<sub>4</sub> OH 1/2
- HNO<sub>3</sub> 1/3
- Na OH diluée
- Eau de Brome saturée
- NH<sub>4</sub> OH
- Solution étalon de Nickel.

La solution étalon de Nickel peut être préparée à partir d'un sel de Nickel. N'en disposant pas au Centre ORSTOM, du moins pour l'instant, elle a été faite à partir d'un minerai de Nickel (10% Ni), attaqué une heure à l'acide nitrique, puis une heure à l'acide chlorhydrique. Après filtration, la liqueur est étendue à 250 ml, et le nickel dosé (et isolé) par gravimétre : On fait 5 prises de 50ml, et les précipite toutes par la diméthylglyoxime après complexation par l'acide tartrique, comme décrit ensuite pour les échantillons. 2 précipités sont filtrés sur un creuset filtrants à verre fritté (porosité 3), pour être séchés à l'étuve à 105° et pesés, et les 3 restants, filtrés sur papier, sont redissous dans  $\text{HNO}_3$ . On trouve pour les précipités : 122 mg, soit 24,7 mg de Ni, par précipité. Les trois précipités dissous, donc la solution nitrique, contient 74 mg de Ni. On porte cette solution à 250 ml et ajoute 500 ml d'eau : On a alors une solution Ni 100 mg/l.

### Mode opératoire

La solution contenant le Ni, en bécher de 250 ml, est étendue par  $\text{H}_2\text{O}$  à 100 ml, portée à ébullition et amenée à pH 4,5 par  $\text{HCl}$  1/2 (virage du bleu de bromophémol). Ajouter 20 ml de diméthylglyoxime 10 g/l en solution alcoolique, puis  $\text{NH}_4\text{OH}$  1/2 jusqu'à faible odeur ammoniacale. Laisser refroidir et reposer, jusqu'à 12 h pour les faibles teneurs.

Filtrer (filtre blanc  $\varnothing$  90 mm), laver 5 - 6 fois à l'eau froide, dissoudre par  $\text{HNO}_3$  1/3 et porter à 250 ml en fiole jaugée.

Pipeter 5 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 100ml, neutraliser par  $\text{NaOH}$  (vérifier sur une autre prise la quantité de soude à ajouter), et ajouter de l'eau de Brome, goutte à goutte, jusqu'à teinte jaune (opérer sous hotte). Attendre 10 minutes, ajouter  $\text{NH}_4\text{OH}$  goutte à goutte pour décolorer le brome puis encore 10 ml  $\text{NH}_4\text{OH}$ , enfin ajouter 10 ml de diméthylglyoxime. Porter à 100 ml - attendre 1/4 d'heure. Traiter en même temps les solutions filles étalons de Ni, selon une gamme contenant : 0 - 0,01 - 0,05 - 0,10 - 0,20 - 0,50 - 1 - 1,25 ppm de Ni (S 1 à S 7).

Colorimétriser à 4650 Å - cuves de 4 cm.

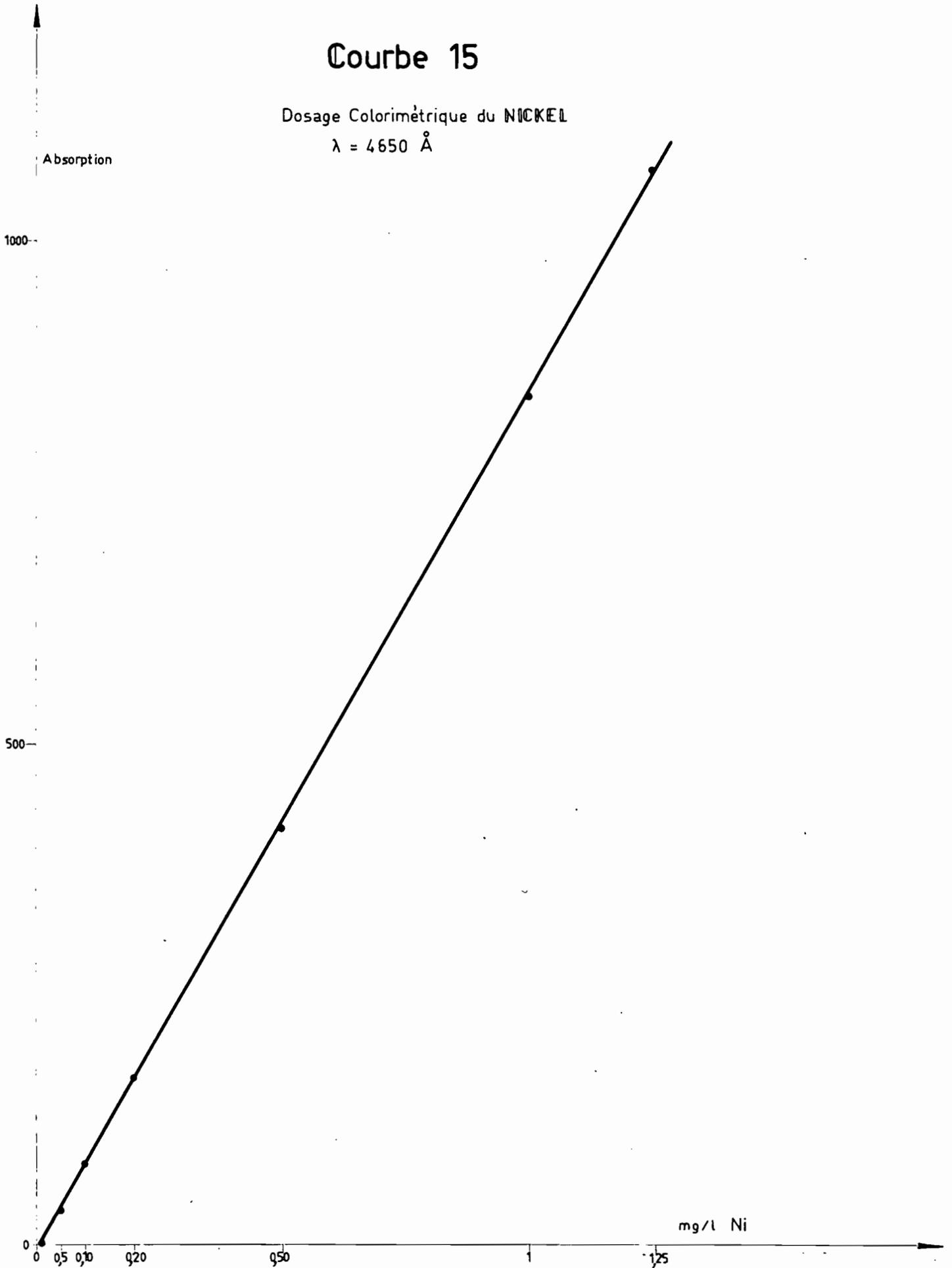
### Remarque

Le magnésium n'a été précipité que sur les échantillons OUE, PC 42 et PC 52, seuls par conséquent ceux-ci ont été traités strictement selon le processus d'écrit. Pour les autres, c'est dans la solution perchlorique que l'on a directement précipité le composé Nickel-diméthylglyoxime. On a alors constaté que, si la méthode semblait convenir pour les solutions débarrassées du Mg, il n'en était pas de même pour la solution perchlorique : l'ion  $\text{ClO}_4^-$  oxyde en effet Ni et l'on obtient prématurément la coloration rouge brune du complexe avec le diméthylglyoxime, ce qui soustrait une petite quantité de Nickel au précipité ( de l'ordre de 150 µ de Ni soit en valeur relative une erreur de 2 % environ).

# Courbe 15

Dosage Colorimétrique du NICKEL

$\lambda = 4650 \text{ \AA}$



Cette coloration se superpose évidemment à celle du Cr VI ainsi qu'à celle du Fer en présence de la diméthylglyoxime, et il n'est pas possible de procéder directement. La technique décrite permet d'éviter cet inconvénient, le Ni semblant réduit en Ni II lors de la précipitation du Mg.

Résultats

(Colorimètre Bukmann D B - 4650 Å - Cuves de 4 cm).

Courbe n° 15

	lecture	(fiOLE) Ni ppm	Ni mg (sol)	Ni %	Ni O %
T	0	0			
S1	1	0,01			
S2	35	0,05			
S3	81	0,10			
S4	167	0,20			
S5	416	0,50			
S6	846	1			
S7	1068	1,25			
QUE	647	0,76	19,00	0,91	1,16
PC 11	349	0,41	10,25	0,40	0,51
PC 13	387	0,46	11,50	0,46	0,59
PC 20	436	0,51	12,75	0,46	0,59
PC 23	1015	1,19	29,75	1,19	1,51
PC 42	878	1,03	25,75	1,03	1,31
PC 52	1032	1,21	30,25	1,22	1,55
BL X 3	1316	1,50	37	1,45	1,85

Corrections :

Nous avons vu qu'il y avait eu une légère perte de Ni dans les précipités : 0,15 mg environ. Or ce précipité contenait 2 mg de Ni pour PC 11 - 13 et 20 soit une erreur de :

$$\frac{150}{2000} \neq 6 \%$$

et 6 mg de Ni pour PC 23 et BL X 3, soit une erreur de

$$\frac{150}{6000} \neq 2 \%$$

On peut donc corriger les résultats trouvés pour les teneurs en Ni et NiO, puisque ces chiffres sont obtenus en multipliant les poids de Ni (trouvés par colorimétrie, et entachés de l'erreur calculée ci-dessus), par des constantes.

Les teneurs "corrigées" en NiO seront donc :

PC 11	0,54 %
PC 13	0,62 %
PC 20	0,62 %
PC 23	1,54 %
BL X 3	1,88 %

#### Matériel nécessaire

- Bêchers 50 ml - 250 ml et verres de montre
- Entonnoirs  $\phi$  55 mm - Filtres rouges  $\phi$  90 mm
- Fioles jaugées 100 ml - 250 ml
- Pipette de précision, un trait, 5 - 10 - 20 - 25 - 50 ml
- Pipette baton de 10 ml
- Burette ordinaire de 10 ml.

#### 9 - Co balt

Deux voies sont possibles pour le doser :

- Voie spectrographique
- Voie colorimétrique

Par voie spectrographique il serait dosé avec les oligo-éléments. On constate en général que les teneurs en Co sont 10 % de celles en Ni, ce qui donnerait des teneurs en Co de l'ordre de 1000 ppm, la précision serait alors assez médiocre. Par voie colorimétrique on colorimètre le complexe formé avec le sel Nitroso R (CHARLOT 3 et 4). Ce réactif n'existant pas au Centre ORSTOM, la technique n'a pas encore pu être expérimentée.

IV - R E S U L T A T S -

NOU

Origine de l'eau : Réseau de distribution urbaine de NOUMEA (eau captée sur la branche Est de la Dumbéa).

Couleur ..... nulle  
Odeur ..... nulle

Mesures rapides

pH ..... 7,5  
TE (magnésien) ..... 5  
TA ..... 0  
TAC (bleu de bromophénol) ..... 4,6

Analyse chimique (solution)

Cations	mg/l	milli équiv.	degrés	Anions	mg/l	milli équiv.	degrés
Ca	0	0	0	Cl <sup>-</sup>	6,8	0,2	1
Mg	11,4	0,95	4,8	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	56	0,9	4,6
Fe	0,15	0	0	CO <sub>3</sub> <sup>==</sup>	0	0	0
Na	?	?	?	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,5	0	0
				SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0	0	0
				SiO <sub>2</sub>	14	0,2	1
Total	≈ 12	≈ 1	≈ 5	Total	77,3	1,3	6,6

OUE

Origine de l'eau : Ouénarou (Bassin de la Yaté), prélevée le 25 Février 1965 lors du cyclone OLGA.

Couleur : Rouge  
après décantation : Opalescente

Odeur : nulle

Mesures rapides :

pH ..... 5,8  
TE ..... 0,24  
TA ..... 0  
TAC ..... 0

Analyses chimiques

Solution

Cations	mg/l	milli équiv.	degrès	Anions	mg/l	milli équiv.	degrès
Ca	0	0	0	Cl <sup>-</sup>	2,4	0,06	0,3
Mg	0,6	0,05	0,24	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0	0	0
Fe	0,12	0	0	CO <sub>3</sub> <sup>--</sup>	0	0	0
Na	?	?	?	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0	0	0
				SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0	0	0
				SiO <sub>2</sub>	1	0	0
Total	≤ 1	0	0,24	Total	< 3	0	0,3

Suspension (226 mg/l)

	Oxyde %	Métal %
Insolubles HClO <sub>4</sub> .....	1,61	-
SiO <sub>2</sub> .....	2,90	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	56,96	39,83
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	9,03	4,69
MgO .....	0,80	0,47
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	2,10	1,44
MnO <sub>2</sub> .....	1,00	0,60
NiO .....	1,16	0,91

Soit pour l'eau, au total.

	mg/l		mg/l
Ca	0	Cl <sup>-</sup>	2,4
Mg	1,66 { 0,6 Sol 1,06 Insol	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0
		CO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0
Fe	90,14 { 0,12 Sol 90,02 Insol	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0
		SO <sub>4</sub> <sup>--</sup>	0
Al	10,60 (Insol)	SiO <sub>2</sub>	6,56
Cr	3,25 (Insol)		(E sol)
Mn	1,36 (Insol)		
Ni	2,06 (Insol)		

V - QUANTITES DE PRODUITS NECESSAIRES -

L'un des objectifs de cette étude était l'évaluation quantitative des besoins du laboratoire en matériel et en produits. La liste du matériel nécessaire pour chaque analyse a été établie. On a regroupé ici la liste des produits, les quantités étant calculées sur une base annuelle de 1000 analyses d'eau et de 150 analyses de charge solide.

Acide chlorhydrique	R.P.	d	1,19	.....	15 kg
Acide sulfurique	R.P.	d	1,83	.....	15 kg
Acide nitrique	R.P.	d	1,33	.....	35 kg
Acide Orthophosphorique	R.P.	d	1,71	.....	15 kg
Acide perchlorique	R.P.	d	1,61	.....	10 kg
Ammoniaque	R.P.	d	0,92	.....	50 kg
Soude caustique	R.P.			.....	8 kg
Sodium carbonate	R.P.			.....	100 kg
Sodium chlorure	R.P.			.....	100 kg
Sodium acétate	R.P.			.....	1 kg
Sodium phosphate (disodique	R.P.)			.....	2 kg
Potassium Chromate	R.P.			.....	200 g
Potassium bichromate	R.P.			.....	250 g
Potassium cyanure	R.P.			.....	50 g
Potassium Nitrate	R.P.			.....	100 g
Potassium périodate	R.P.			.....	200 g
Potassium permanganate	R.P.			.....	100 g
Ammonium chlorure	R.P.			.....	2 kg
Ammonium molybdate	R.P.			.....	500 g
Ammonium Nitrate	R.P.			.....	1 kg
Ammonium Phosphate (biammonique)	R.P.			.....	500 g
Fer ferreux et ammonium sulfate	R.P.			.....	1 kg
Baryum chlorure	R.P.			.....	100 g
Ammonium oxalate	R.P.			.....	100 g
Argent Nitrate	R.P.			.....	50 g
Magnésie calcinée	R.P.			.....	50 g
Silice pure en poudre				.....	500 g
Sodium borate	R.P.			.....	250 g
Acide sulfurique de Nordhausen à 25 % d'anhydride				...	2 kg
Acide citrique	R.P.			.....	1 kg
Acide salicylique	R.P.			.....	25 g
Acide oxalique	R.P.			.....	200 g
Fer en fil				.....	50 g
Brome	R.P.			.....	100 g
Etain (stanneux) chlorure	R.P.			.....	100 g
Mercure (Mercurique) chlorure	R.P.			.....	500 g
Nickel Nitrate	R.P.			.....	50 g
Alcool éthylique absolu	R.P.			.....	15 kg
Acide éthylène diamine tétra acétique sel disodique				.....	100 g
Noir ériochrome T				.....	5 g

Hydroxylamine chlorhydrate R.P. ....	200 g
O. Phénanthroline P.A. ....	15 g
Diméthylglyoxime R.P. ....	100 g
Bromophénol Bleu .....	2 g
Bromocrésol .....	2 g
Acide thioglycolique P.A. ....	5 g
Ericchrome cyanine P.A. ....	10 g
Nitroso R .....	10 g
Acide acétique E.F. ....	100 g
Ammonium acétate R.P. ....	1 kg
Cobalt Nitrate R.F. ....	25 g

-----

VI - B IBLIOGRAPHIE -

- 1 - J. BEGUINOT - M. BOUCETTA - H. GRILLOT - C. ROUQUETTE - A. SIMA - 1964.

Méthodes d'analyse quantitative appliquées aux roches et aux prélèvements de la prospection géochimique.  
Mémoire du B R G M - N° 30 - Paris.

- 2 - S. CAILLÈRE et S. KENIN - 1963 -

Minéralogie des argiles. Masson - Paris.

- 3 - G. CHARLOT - 1964 -

Les méthodes de la chimie analytique. Analyse quantitative minérale - Masson - Paris.

- 4 - G. CHARLOT - 1964 -

Colorimétrie - Masson - Paris.

- 5 - M. DALL'AGLIO et F. TONANI - 1960 -

L'analisi chimice delle acque come ausilio nelle prospezione idrogeochimice.  
Studi e ricerche delle divisione geomineraria - 1960 - CNEN - Roma.

- 6 - R. DANET - 1936 -

Le dosage colorimétrique des nitrates dans les eaux.  
Journal de pharmacie et de chimie - Janvier 1936 - 8<sup>e</sup> s.t.XXIII.

- 7 - DEGREMONT - 1963 -

Mémento technique de l'eau.  
Technique et documentation - Paris -

- 8 - J. DUPONT - 1964 -

Etude des éléments traces dans les eaux : Eaux de pluies, eaux de ruissellement, eaux du fleuve Bandama.  
rapport ORSTOM inédit - Paris.

- 9 - L. CORDON et H. TEICHER - 1951 -

Séparation du Fe III de l'aluminium  
An. Chem. 23 pp. 930-931.

- 10 - G. GRANDIN - 1964 -

Etude du fer dans les eaux  
Rapport ORSTOM inédit - Paris.













ANALYSE DE LA CHARGE SOLIDE DES EAUX

Echantillon :

Date :

Exécutant :

C			$100^{PF}/SS=PF\%$	
C + SS		C + SS		
C + SC		C		
P F		A		
C + RT		C + I		
C		C		
R T		I	$100^{I}/A = I\%$	
SiO <sub>2</sub> = RT-I			$100^{SiO_2}/A = SiO_2\%$	
ml Cr VI		Prise 20/250		
X69,81=Fe mg		$100^{Fe}/A = Fe\%$	X1,43=Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	
C + P		Prise 100/250		
C		Px552,5=Al mg		
P		$100^{Al}/A=Al\%$	X1,926=Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	
L ml NaOH		Prise 50/250		
" TNa		xTNa =		
" T 1		x6,08=Mgmg		
T1-L =		$100^{Mg}/A = Mg\%$	X1,658=MgO%	
Col. 4300Å		Prise 5/250		
Cr mg/l				
X2,5=Cr mg		$100^{Cr}/A = Cr\%$	X = Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	
V+J 5200 Å		Prise 20/250		
- J 5200 Å				
V		Mnx0,625=Mnmg		
Mn mg/l		$100^{Mn}/A = Mn\%$	x = MnO <sub>2</sub> %	
Col. 4650Å		Prise 5/50/250		
Ni mg/l				
X25=Ni mg		$100^{Ni}/A = Ni\%$	x = NiO%	
Col.				
Co mg/l				
x = Co mg		$100^{Co}/A = Co\%$	x = CoO%	

Observations :

Lieu de Prélèvement : . . . . .

Date du Prélèvement : . . . . .

Conditions atmosphériques : . . . . .

Date du début des analyses au laboratoire : . . . . .

Date de la fin des analyses au laboratoire: . . . . .

Couleur				Odeur			
pH	Eh	Température	résistivité	TH	TA	TAC	O <sub>2</sub> dissous

Solution :

Cations	mg/l	milliéquiv	degrès	Anions	mg/l	milliéquiv	degrès
Ca				SiO <sub>2</sub>			
Na				Cl <sup>-</sup>			
Mg				CO <sub>3</sub> <sup>-</sup>			
Fe				HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>			
				NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>			
				SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>			
Total				Total			

Suspension :                      mg/l

	Insoluble HClO <sub>4</sub>	SiO <sub>2</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn O <sub>2</sub>	Ni O	Co O
Métal%									
Oxyde%									

Total (mg/l)

Ca	Na	Mg	Fe	Al	Cr	Ni	Co	Mn	
SiO <sub>2</sub>	Cl <sup>-</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>				

Observations :