

# MÉTHODES D'ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

## Plan

Introduction

I. Composition des aliments

II. Méthodes de dosage de l'eau et des solides totaux

III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

IV. Méthodes de dosage des glucides

V. Analyses organoleptiques des denrées alimentaires

VI. Méthodes de dosage des arômes

VII. Méthodes de Dosage des facteurs anti-nutritionnels

VIII. Méthodes de Dosage des protéines

VIV. Méthodes de dosage des lipides

X. Méthodes de dosage des vitamines

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Dosage colorimétrique.

Un dosage colorimétrique est un type de dosage possible lorsqu'une réaction chimique donne des produits colorés et si l'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration de l'élément à doser.

Un dosage colorimétrique est également possible en utilisant des indicateurs colorés tels que l'hélianthine, la phénolphtaléine, le vert de bromocrésol qui vont se colorer par exemple à pH différents et de ce fait, vont pouvoir indiquer quand on atteint le point d'équivalence. On parle alors aussi de titrage colorimétrique.

Les dosages colorimétriques sont perturbés par la présence de matières en suspension dans l'eau. Il est donc préférable de filtrer les échantillons d'eau avant les mesures, si possible sur entonnoir de Büchner avec un filtre en microfibres de verre si des matières en suspension sont visibles.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Dureté d'une eau

Dureté de l'eau, ou titre hydrotimétrique (T.H.), est l'indicateur de la minéralisation de l'eau. Elle est surtout due aux ions calcium et magnésium.

La dureté de l'eau s'exprime en ppm (ou mg/L) de  $\text{CaCO}_3$  ou en degrés français (symbole °f ou °fH) à ne pas confondre avec le symbole °F, degré Fahrenheit. Un degré français correspond à  $10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , soit 4 mg de calcium ou 2,4 mg de magnésium par litre d'eau.

##### Plage de valeurs du titre hydrotimétrique :

| TH (°f) | 0 à 7      | 7 à 15    | 15 à 30     | 30 à 40 | + 40      |
|---------|------------|-----------|-------------|---------|-----------|
| Eau     | très douce | eau douce | plutôt dure | dure    | très dure |

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

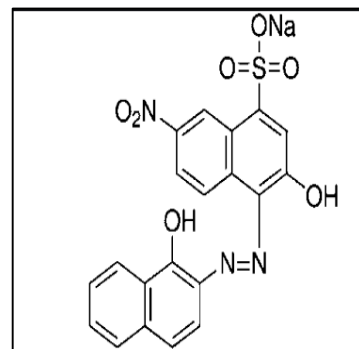
##### Principe de la méthode

Le calcium et le magnésium présents dans les eaux minérales ou les jus sont complexés par l'**éthylène diamine tétra-acétate disodique (EDTA)** en milieu tamponné. Le **noir ériochrome T (NET)**, qui donne une couleur rouge foncée ou violette en présence des ions  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$  est utilisé comme indicateur coloré pour la détermination de la dureté totale.

##### NET:

Le Noir ériochrome T (NET) est un indicateur coloré utilisé lors des titrages d'ions métalliques (ions calcium et magnésium) en solution par complexation. Le NET (noté  $\text{H}_3\text{In}$ ) est une espèce chimique, qui en fonction du pH, change de forme. En milieu basique ( $\text{pH} > 10$ ) le NET sera sous sa forme  $\text{In}^{3-}$  et forme une espèce chimique rose violet (appelée complexe) avec les ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$

| $\text{H}_3\text{In}$ rouge | $\text{H}_2\text{In}^-$ rouge | $\text{HIn}^{2-}$ Orangé | $\text{In}^{3-}$ Bleu |
|-----------------------------|-------------------------------|--------------------------|-----------------------|
|                             | 3,9                           | 6,4                      | 11,5                  |
|                             |                               |                          | pH                    |



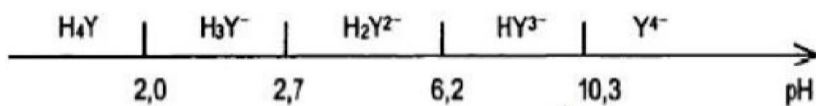
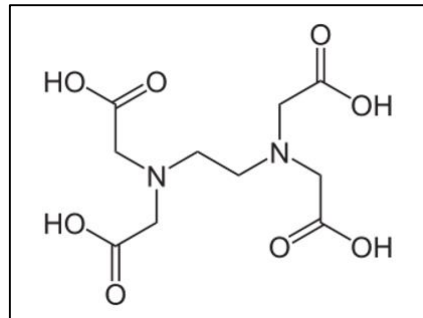
### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Principe de la méthode

##### EDTA:

L'EDTA ou l'éthylène diamine tétra-acétate disodique (noté  $\text{H}_4\text{Y}$ ) est une espèce chimique qui change de forme en fonction du pH. En milieu basique ( $\text{pH} > 10$ ) l'EDTA sera sous sa forme  $\text{Y}^{4-}$  et forme une espèce chimique incolore (appelée complexe) avec les ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$ .



### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Principe de la méthode

L'ion calcium (ou magnésium) donne avec l'EDTA (noté  $\text{Y}^{4-}$ ) un ion complexe incolore, très stable noté  $[\text{CaY}]^{2-}$  (ou bien  $[\text{MgY}]^{2-}$  dans le cas de l'ion  $\text{Mg}^{2+}$ ). Compte tenu de l'absence de teinte des ions calcium (magnésium) et de l'ion complexe formé, le repérage de l'équivalence nécessite l'utilisation d'un indicateur coloré : le noir ériochromeT.

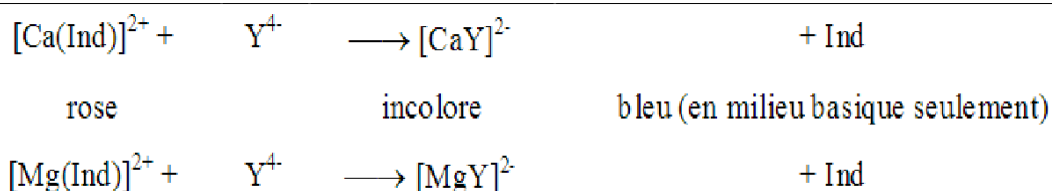
Les ions  $\text{Ca}^{2+}$  qui n'ont pas pu s'associer avec le NET pour former le complexe coloré rose violet, sont appelés "ions libres".

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Principe de la méthode


A l'équivalence, lorsque tous les ions calcium et magnésium ont été consommés, l'EDTA réagit avec les complexes  $[\text{Ca}(\text{Ind})]^{2+}$  et  $[\text{Mg}(\text{Ind})]^{2+}$  selon les réactions d'équation :



### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Mode opératoire de la méthode: exemple (calcul de la dureté de l'une eau minérale)



Témoin

Burette contenant une solution d'EDTA à  $C_2 = 0,010 \text{ mol/L}$

Potence

Turbulent

Agitateur

Burette graduée  
Solution EDTA  
 $C_1 = 1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$

Feuille blanche

$V_1 = 10,0 \text{ mL}$  d'eau minérale  
+ 20 mL de solution tampon à  $\text{pH} = 12$   
+ 10 gouttes de NET (rose avant l'équivalence)

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Le calcul de la dureté de l'eau:

Le volume à l'équivalence est  $V_E = 13,6 \text{ mL}$

A l'équivalence au titrage, on a réalisé un mélange stœchiométrique des réactifs titrant et titrés. Ainsi, la quantité d'EDTA versée est égale à la somme des quantités initiales d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  :

$$n(\text{Ca}^{2+}) + n(\text{Mg}^{2+}) = n \text{ versé équivalence } (Y^{4-})$$

En notant  $V_I$  le volume de l'échantillon d'eau minérale, il vient :

$$[\text{Ca}^{2+}(\text{aq})] \times V_I + [\text{Mg}^{2+}(\text{aq})] \times V_I = [Y^{4-}] \times V_E$$

$$[\text{Ca}^{2+}(\text{aq})] + [\text{Mg}^{2+}(\text{aq})] = [Y^{4-}] \times V_E / V_I = 0,010 \times 13,6 / 10,0 = 14 \text{ mmol/L}$$

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Le calcul de la dureté de l'eau:

$$D(^{\circ}\text{TH}) = 10 \times ([\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}]) \text{ avec les concentrations en mmol.L}^{-1}$$

Donc:

$$D(^{\circ}\text{TH}) = 10 \times ([\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}]) = 10 \times 14 = 140 ^{\circ}\text{f}$$

Les eaux de consommation courantes ont des  $D(^{\circ}\text{TH})$  compris entre  $0 ^{\circ}\text{f}$  et  $50 ^{\circ}\text{f}$ .



Cette eau analysée n'est donc pas une eau de consommation quotidienne.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Mg}^{2+}$ par colorimétrie - Dosage de la Dureté d'une eau

##### Remarques :

Pratiquement, Les ions  $\text{Ca}^{2+}$  sont dosés par l'EDTA en milieu alcalin ( $\text{pH} = 12$ ) et en présence d'indicateur coloré.

Les ions  $\text{Mg}^{2+}$  sont précipités puis déterminés par différence entre la dureté totale et le calcium.

En cas de solution colorée, la couleur est gênante pour observer le virage, il faut la diluer pour l'éclaircir avant de la titrer.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions Chlorures $\text{Cl}^-$ (AFNOR T-90-014), (1983) la méthode de Mohr

##### Principe de la méthode:

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent et en présence du chromate de potassium.

La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge brique caractéristique du chromate d'argent.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions Chlorures $\text{Cl}^-$ (AFNOR T-90-014), (1983) la méthode de Mohr

##### Principe de la méthode:

La réaction globale de la précipitation du chlorure d'argent ( $\text{AgCl}$ ) est donnée selon la réaction :



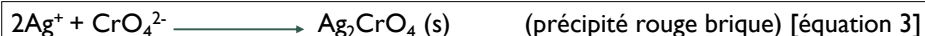
Lors du titrage, afin de repérer la fin de la réaction de précipitation de  $\text{AgCl}$ , on introduit dans la solution des ions Chromate  $\text{CrO}_4^{2-}$  obtenus par ajout à la solution à titrer du sel de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ).

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions Chlorures $\text{Cl}^-$ (AFNOR T-90-014), (1983) la méthode de Mohr

##### Principe de la méthode:

Quand il existe simultanément dans une solution les ions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$  et  $\text{Ag}^+$ , les réactions susceptibles de se produire sont les suivantes:



La solubilité de  $\text{AgCl}$  est de  $1,2 \cdot 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$ , et celle de  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  est de  $5,4 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ . Cela veut dire que l' $\text{AgCl}$  est moins soluble que l' $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ , ou bien que  $\text{AgCl}$  précipite avant  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  (phénomène de précipitation préférentielle).

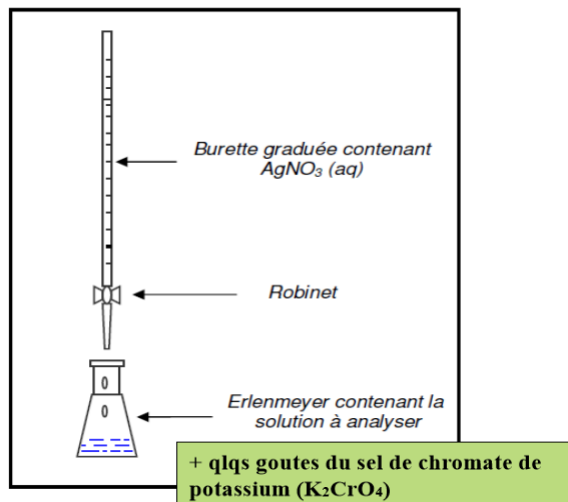
### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions Chlorures $\text{Cl}^-$ (AFNOR T-90-014), (1983) la méthode de Mohr

##### Le titrage:

Le dispositif de titrage est constitué d'une burette graduée munie d'un robinet permettant l'ajout progressif de la solution de nitrate d'argent ( $\text{N}/10 \text{ AgNO}_3$ ) contenue dans la burette.

Un erlenmeyer est placé dans la partie inférieure du dispositif et contenant 25 ml de la solution issue de l'extraction et sensée contenir les ions chlorures à doser.



Montage expérimental utilisé pour la titration des chlorures

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des ions Chlorures $\text{Cl}^-$ (AFNOR T-90-014), (1983) la méthode de Mohr

##### Expression des résultats:

Afin de déterminer la concentration des ions chlorures, vous devez déterminer la quantité de nitrate d'argent ajoutée à la solution contenant les chlorures. Connaissant cette quantité, et en connaissant la relation stœchiométrique entre la quantité de nitrate d'argent utilisée et la quantité de chlorures présents dans la solution, vous pouvez déterminer la concentration en  $\text{Cl}^-$  de la solution.

$$[\text{Cl}^-] \text{ en (mg/l)} = (V_{\text{éch}} - V_{\text{tém}}) \times 0,1 \times 1000 \times 35,5/25$$

$$[\text{Cl}^-] \text{ en (mg/l)} = 142 * (V_{\text{éch}} - V_{\text{tém}})$$



### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des Orthophosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) (AFNOR T 90-022), (1983)

##### Définition:

Les **orthophosphates** sont les formes chimiques les plus fréquentes du phosphate dans l'environnement ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ), tous dérivés de l'acide phosphorique. Ils sont utilisés dans certains engrais, produits lessiviels, additifs alimentaires, ou comme inhibiteurs de corrosion. Sa présence en excès dans l'eau, représente une source d'eutrophisation

##### Principe:

Le dosage des orthophosphates se fait par la formation en milieu acide d'un complexe (phosphomolybdique) avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine (réactif combiné) puis la réduction ascorbique en un complexe coloré en bleu.

La méthode utilisée pour évaluer ces concentrations est celle de la spectrophotométrie à une longueur d'onde  $\lambda = 700 \text{ nm}$ .

A l'aide de la droite d'étalonnage, on arrive à exprimer la concentration en Orthophosphate de la solution.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des Orthophosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) (AFNOR T 90-022), (1983)

##### Mode opératoire :

1. Prise d'essai : 10 ml
2. Acide Ascorbique : 0.5 ml
3. Réactif combiné : 2 ml
4. Agiter et attendre 30 min puis lire la densité optique à 700 nm.

##### Expression des résultats :

$$C = k.d.(A_E - A_B)$$

k : pente de courbe d'étalonnage

d : facteur de dilution

$A_E$  : Absorbance de la solution (échantillon)

$A_B$  : Absorbance d'essai à Blanc

##### Résultats:

1. Tracer la courbe d'étalonnage  $A = f(c)$
2. Reporter sur la courbe d'étalonnage la densité optique de l'échantillon,
3. Déduire la concentration en Orthophosphates.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des Phosphore total (PT) (AFNOR T 90-023), (1983)

##### Principe:

Les échantillons ont été minéralisées par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur de minéralisation  $K_2S_2O_8$ .

##### Mode Opératoire :

Dosage des orthophosphates

1. Prise d'essai : 5 ml
2. Acide Sulfurique : 0.5 ml
3. Persulfate de Potassium : une pincée
4. Agiter les tube à visser et les mettre dans le Réacteur
5. Chauffé à 200 °C pendant 2 h puis laissé refroidir
6. Régler le pH de l'échantillon à 1.5 – 2.5 avec NaOH (3N) et complété le volume à 50 ml
7. Prise d'essai : 10 ml
8. Acide Ascorbique : 0.5 ml
9. Réactif Combiné : 2 ml et agiter les tubes.
10. Attendre 30 min et lire la Densité Optique à 700 nm

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

##### Définitions:

Un certain nombre de termes doivent être précisés :

- Azote total: L'azote total comprend l'ensemble des formes azotées, aussi bien minérales qu'organiques.
- Azote KJELDAHL: L'azote KJELDAHL correspond à celui qui se trouve sous la forme de composés azotés organiques et d'ammonium. Il ne comprend donc pas des composés oxydés de l'azote tels les nitrates et nitrites, ni certaines autres formes, oximes, hydrazine, hétérocycles. L'expression « azote KJELDAHL » trouve son origine dans le nom de celui qui a mis au point la méthode universelle utilisée pour doser les fractions azotées concernées.
- Azote minéral: L'azote minéral est constitué par l'ammoniaque, les nitrites, les nitrates.
- Azote organique: L'azote organique est essentiellement formé par des protéines, des polypeptides, de l'urée, des acides aminés.
- Azote ammoniacal: L'azote ammoniacal représente l'azote sous la forme  $NH_4^+$

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

#### Relation entre les diverses fractions azotées:

Compte tenu des définitions ci dessus, il existe les relations suivantes entre les différentes fractions azotées :

$$N \text{ total} = N \text{ organique} + N \text{ minéral} \quad (1)$$

$$N \text{ KJELDAHL} = N \text{ organique} + N \text{ NH}_4^+ \quad (2)$$

$$N \text{ minéral} = N \text{ NH}_4^+ + N \text{ NO}_2^- + N \text{ NO}_3^- \quad (3)$$

La relation (2) permet ainsi de déterminer l'azote organique à partir de la mesure de l'azote KJELDAHL et de l'azote ammoniacal.

On a en effet :

$$N \text{ organique} = N \text{ KJELDAHL} - N \text{ NH}_4^+ \quad (4)$$

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

Le dosage des nitrates et/ou des nitrites s'effectue essentiellement par des méthodes spectrométriques ou électrochimiques. Ces dernières sont encore mal adaptées aux produits complexes. Les techniques spectrométriques, bien que couramment employées et comparées entre elles, ne donnent pas entière satisfaction, car dans les milieux complexes, il est difficile de savoir quels NOx, libres ou liés ont été dosés.

La Commission Générale d'Unification des méthodes d'analyse a adopté la méthode spectrométrique à 540 nm en présence de sulfanilamide et de naphtyléthylènediamine (N.E.D.) après réduction des nitrates sur une colonne de cadmium. Les teneurs limites de divers produits laitiers sont rappelées.

Des expériences ont montré l'importance des équilibres NOx libres  $\rightleftharpoons$  NOx liés ; équilibres qui sont perturbés par les traitements technologiques mais aussi par certaines étapes analytiques. Ainsi tout résultat d'analyse devrait être accompagné de l'historique de l'échantillon et des conditions de réalisation du dosage.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

#### Dosage d'azote Kjeldahl (NTK) (AFNOR T90-110), (1983):

##### Principe:

L'azote organique est minéralisé sous forme de sulfate d'ammonium par l'action conjuguée de l'acide sulfurique et de catalyseurs de minéralisation.

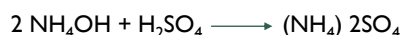
Le schéma de la réaction est le suivant :



Les ions  $\text{NH}_4^+$  qui résultent de cette minéralisation, ainsi que ceux qui préexistaient dans l'eau, sont transformés ensuite en ammoniac par une lessive de soude.



L'ammoniac est alors entraîné par un courant de vapeur vers une solution de piégeage où il pourra être dosé par simple acidimétrie.



### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

#### Dosage d'azote Kjeldahl (NTK) (AFNOR T90-110), (1983):

##### Mode Opérateur :

##### A. Minéralisation :

1. Prise d'essai : 10 ml
2. Acide Sulfurique : 5 ml.
3. Catalyseur de minéralisation 1 g. (Sulfate de Potassium 99.5 g et Sélénium 0.5 g).
4. Minéralisation jusqu'à limpidité de l'échantillon.

##### B. Distillation :

1. Compléter le volume de l'échantillon à 100 ml.
2. Ajouter quelques gouttes de Phénolphtalène.
3. Ajouter 10 ml d'acide Borique dans une erlen de 250 ml
4. Et Récupéré 250 ml du distillat.
5. Ajouter quelques gouttes de Tachiro au distillat et titrer avec l'Acide Sulfurique N/50.



Distillateur kjeldahl automatique

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

Azote Kjeldahl (NTK) (AFNOR T90-I 10), (1983):

#### Expression des résultats:

L'ammoniac dégagé est recueilli dans une solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  N/10 et le dosage s'effectue en retour en présence d'indicateur de Tashiro. Un blanc est fait dans les mêmes conditions. L'azote total Kjeldahl (NTK) exprimé en mg/l est donné par la formule suivante :

$$\text{NTK (mg/l)} = \frac{N(V_e - V_t) \times 14 \times 1000}{V}$$

$V_e$  : volume de titration de l'échantillon.

$V_t$  : volume de titration de témoin.

N : normalité de l'acide sulfurique.

V : volume en ml de la prise d'essai.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

Dosage d'azote ammoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ), AFNOR (T90-015), (1983)

#### Réactifs :

##### I. Solution de Phénol et de Nitroprussiate.

1. Phénol : 35g
2. Nitroprussiate de Sodium : 0.4g
3. Complété le volume à 1 litre avec l'eau distillée.
4. A conserver au frais à 4 °c.

##### II. Solution Alcaline.

1. Eau distillée : 800 ml.
2. Hydroxyde de sodium : 20 ml.
3. Citrate trie Sodique : 380 g.
4. Porter à l'ébullition pendant 20 min et refroidir.
5. Complété le volume à 1000 ml.

##### III. Hypochlorite de Sodium ou Eau de javel.

1. Si l'eau de javel est de 12° ajouter 40 ml.
  2. Si l'eau de javel est de 24° ajouter 20 ml.
- (l'effet d'eau de javel diminue avec le temps)

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

[Dosage d'azote ammoniacal \( \$\text{NH}\_4^+\$ \), AFNOR \(T90-015\), \(1983\)](#)

#### Mode Opératoire :

1. Prise d'Essai : 10 ml d'échantillon.
2. Solution Alcaline : 0.5 ml.
3. Solution de Phénol et de Nitroprussiate : 0.5 ml
4. Eau de javel quelques gouttes et agiter.
5. Mettre à l'obscurité pendant 6 heures et lire la DO à 630 nm.

#### Résultats:

1. Tracer la courbe d'étalonnage  $A = f(c)$
2. Reporter sur la courbe d'étalonnage la densité optique de l'échantillon,
3. Déduire la concentration en azote ammoniacal.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

[Nitrites \( \$\text{NO}\_2^-\$ \), AFNOR \(T90-013\), \(1983\) Méthode à la Diphénylamine](#)

#### Définition:

Les nitrites sont les sels de l'acide nitreux. L'acide nitreux est un acide instable de formule  $\text{HNO}_2$ . La formule de l'ion nitrite est  $\text{NO}_2^-$ . La contamination des eaux souterraines et superficielles par les nitrates est un problème rencontré de plus en plus fréquemment. Les nitrates se transforment en nitrites et éventuellement en nitrosamines au niveau du tube digestif. La présence de nitrites dans le sang empêche l'hémoglobine de fixer convenablement l'oxygène et entraîne ainsi des risques de méthémoglobinémie aiguë.

En outre, les nitrites sont très toxiques pour les poissons et souvent mortels. C'est la raison pour laquelle la teneur en nitrites dans l'eau potable est réglementée et, indirectement, celle des nitrates en raison de leur capacité à se transformer en nitrites. Les concentrations guide et maximale admissibles dans les eaux destinées à la consommation humaine sont respectivement de 0,1 mg/l et 1 mg/l en nitrites. Une concentration à 1 mg/l est signe de pollution. Il convient alors de réaliser une analyse microbiologique.

Compte tenu de la réutilisation des eaux usées en agriculture et/ou en pisciculture, il est aussi important de déterminer la teneur en nitrites dans les eaux usées. Les nitrites sont dosés par spectrophotométrie à 520 nm après avoir formé un complexe coloré avec la N-[naphtyl-1] éthylène diamine.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

Nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ), AFNOR (T90-013), (1983) Méthode à la Diphénylamine

#### Principe:

On réalise la diazotation de la sulfanilamide par  $\text{NO}_2^-$  en milieu acide et en présence de la N-naphtyl éthylène diamine. Il se produit alors une réaction de copulation conduisant à la formation d'un complexe coloré pourpre permettant un dosage colorimétrique.

#### Réactifs :

- Réactif diazotation :
  1. Acide Orthophosphorique : 100 ml
  2. Sulfanilamide : 40g.
  3. Dichlorure N-1 Naphtaléthylène Diamine : 2g.
  4. Compléter le volume à 1000 ml avec l'eau distillée.
  5. Conserver au frais 4°C

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

Nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ), AFNOR (T90-013), (1983) Méthode à la Diphénylamine

#### Mode Opératoire :

1. Prise d'essai 25 ml d'échantillon filtrée.
2. Réactif de diazotation 0.5 ml et agiter.
3. Attendre 30 min et lire la densité Optique à 537 nm.

#### Résultats:

1. Tracer la courbe d'étalonnage  $A = f(c)$
2. Reporter sur la courbe d'étalonnage la densité optique de l'échantillon,
3. Déduire la concentration en nitrites.

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

#### Nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), par (Colonne de Cadmium) Rodier, (2009)

##### Principe:

Les nitrates sont réduits en nitrites par passage sur une colonne cadmium cuivre. Les nitrites sont déterminés par spectrométrie d'absorption moléculaire après diazotation du 4-benzènesulfonamide et copulation avec le dichlorure de N-diamino 1,2-éthane.

##### Réactifs :

- A. Solutions de traitement du Cadmium
  1. Acide chlorhydrique (12N) : 100 ml dilué au  $\frac{1}{2}$
  2. Sulfate de cuivre à 20 gramme pour 1000 ml.
- B. Solution Tampon :
  1. Chlorure d'Ammonium : 100g.
  2. Tetraborate de Sodium : 20g.
  3. (EDTA) Tetracétique : 1g. Et Compléter à 1 litre.
- C. Réactif de Diazotation :
  1. Acide Orthophosphorique : 100 ml
  2. Sulfanilamide : 40g.
  3. Dichlorure N-1 Naphtaléthylène Diamine : 2g.
  4. Complété le volume à 1000 ml avec l'eau distillée. À Conserver au frais 4°C

### III. Méthodes de dosage des métaux lourds et des éléments minéraux

#### Dosage des composés N- nitrosés:

#### Nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), par (Colonne de Cadmium) Rodier, (2009)

##### Mode Opératoire :

1. Prise d'essai : 5ml d'échantillon.
2. Solution Tampon : 5ml.
3. Ajuster le volume à 50 ml.
4. Couler les premiers 25 ml et récupérer les 25 ml.
5. Ajouter 0.5 ml du Réactif de diazotation et agiter.
6. Attendre 30 min et lire la Densité Optique à 537 nm.

##### Résultats:

1. Tracer la courbe d'étalonnage  $A = f(c)$
2. Reporter sur la courbe d'étalonnage la densité optique de l'échantillon,
3. Déduire la concentration en nitrates.