

Sujet zéro



Inspection de l'Enseignement Agricole

Diplôme: BTSA
Spécialité : ANABIOTEC

Epreuve :
E7.1 - ÉPREUVE INTÉGRATIVE À CARACTÈRE TECHNIQUE,
SCIENTIFIQUE ET PROFESSIONNEL

Définition de l'épreuve

(référence : Note de service DGER/SDESR/N2011-2143 du 26 octobre 2011)

Cette partie de l'épreuve permet de vérifier l'acquisition de la sous-capacité « Raisonner la mise en place d'analyses et de contrôle dans le cadre d'une situation professionnelle ».

Nature de la situation d'évaluation

Cette épreuve est basée sur une étude de cas.

Le candidat est évalué sur sa capacité d'analyse d'une problématique technique, intégrant si possible des aspects environnementaux dans un des secteurs du contexte de ce BTSA. Le mot «problématique» doit être compris dans un sens large. L'objectif est d'étudier une situation professionnelle contextualisée.

Cette étude fait appel à une analyse statistique, ainsi qu'à l'ensemble des connaissances techniques et professionnelles.

Evaluation

Elle est réalisée par les enseignants des disciplines suivantes : physique-chimie, biochimie, microbiologie et biotechnologie et mathématiques.

Indications complémentaires

Ce sujet n'est pas un modèle, ce n'est qu'un exemple qui doit permettre aux étudiants de s'entraîner pour l'examen écrit. Le sujet doit se situer dans un contexte professionnel réel et cohérent pour que les étudiants puissent s'approprier les problématiques. Les questions doivent faire appel aux capacités d'analyse et de réflexion des candidats. Les questions de connaissances directes sont à proscrire, il faut ainsi éviter les verbes d'action tels que « citer », « donner », « lister »...

L'ensemble du sujet peut demander plus de 3h pour une rédaction complète par les étudiants, ce n'est pas important, les différentes questions pourront leur être posées indépendamment les unes des autres pour les préparer efficacement.

Sous capacités concernées :

10.1 - Raisonner la mise en place d'analyses et de contrôle dans le cadre d'une situation professionnelle

10.11 - Identifier les objectifs et les problématiques des analyses en lien avec une situation professionnelle

professionnelle

10.12 - Justifier le choix d'analyse et des contrôles dans le cadre d'une situation professionnelle

Sujet

Analyse de l'eau sur une base nautique

Dans une région touristique avec une activité agricole de grandes cultures, une collectivité souhaite installer une base nautique au bord de la rivière traversant son territoire. Cependant, la réglementation sur les eaux de baignade impose des normes strictes, des contrôles préalables et de vérification.

La commune fait appel au laboratoire départemental ayant en charge le secteur eau. L'objectif est de vérifier l'état sanitaire de l'eau de la rivière. Le laboratoire missionne un technicien pour réaliser les prélèvements d'échantillons nécessaires pour effectuer les analyses, microbiologiques et physico-chimiques.

1 – Prévoir un plan de contrôle permettant au laboratoire d'organiser son travail, depuis les prélèvements jusqu'à la présentation des résultats, en ne prenant en compte que les analyses de la question 4.

2 - Proposer une mise en œuvre pratique d'un prélèvement d'eau de la rivière jusqu'à l'analyse au laboratoire.

3 - La directive n° 76-160, fournie dans le document 1 précise les analyses à effectuer pour apprécier la qualité de l'eau.

Présenter l'intérêt de chacune de ces analyses, en liaison avec l'origine éventuelle des paramètres recherchés.

Les résultats des analyses réalisées sur une année sont répertoriés dans le tableau suivant :

MOIS	pH		Azote NTK (en mg/L)		<i>E. Coli</i> UFC/100 mL		Coliformes totaux UFC/100 mL	
Janvier	6.5		0.56		20		150	
Février	6.6		0.55		30		155	
Mars	6.6		0.6		40		200	
Avril	6.7		0.61		34		300	
Mai	6.5		0.67		20		370	
Juin	6.7		0.72		34		2 000	
Juillet	6.8		0.91		600		11 000	
Août	6.8		1,03		2500		22 000	
Septembre	6.9		1.01		3000		25 000	
Octobre	6.9		0.65		120		1500	
Novembre	6.7		0.54		30		440	
Décembre	6.5		0.54		20		220	

4- Analyser les résultats obtenus en utilisant la méthode de votre choix (graphique, calculs, étude de corrélation....).

Expliquer la présence d'*Escherichia coli* et les variations de la concentration de cette espèce dans l'eau.

Présenter les conséquences de ces contrôles pour la base nautique.

On s'intéresse à deux paramètres : les coliformes totaux et l'azote total.

5 - En s'appuyant sur le **document 2** issu de la norme NF EN ISO 9308-1 de septembre 2000,

- justifier le choix du milieu utilisé dans l'étape 8-3 du mode opératoire
- justifier la technique utilisée à l'étape 8-4.

6 - Présenter l'intérêt du dosage NTK (dosage de l'azote total Kjeldhal).

7 – Présenter le principe général de ce dosage et justifier les trois étapes de l'opération (document 4).

8 - La méthode Kjeldhal ne permet pas le dosage des nitrates, justifier cette affirmation et proposer une méthode adaptée.

Le technicien a répété pendant 10 jours le dosage de NTK, exprimé en mg/L N, sur des prélèvements d'eau au même point de prélèvement, à la même heure et selon la même technique.

On considère que la teneur en Azote de la source est constante sur la période. Les fluctuations ne sont dues qu'aux manipulations.

On souhaite étudier la reproductibilité de la méthode de dosage.

La reproductibilité est considérée comme suffisante si la variance de la variable aléatoire X prenant pour valeur le dosage de NTK est inférieure à 0,02.

Les résultats obtenus pendant les dix jours consécutifs (exprimés en mg / L N) sont consignés dans le tableau suivant :

1,32	0,78	0,83	1,00	0,94	0,97	0,83	1,00	0,99	0,88
------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

9- A l'aide des données précédentes, tester la reproductibilité de la méthode.

On effectuera un test statistique unilatéral au seuil de risque 0,05 en supposant que les conditions de réalisation du test sont remplies.

DOCUMENT N°1

Directive du conseil européen n°76-160 du 8 décembre 1975 concernant la qualité des eaux de baignade

Ensemble des critères de qualité des eaux de baignade

- Directive du conseil n°76-160 du 8 décembre 1975 concernant la qualité des eaux de baignade ;
- Code de la santé publique : articles L.1332-1 à 4 et articles D.1332-1 à D.1332-19 ;
- Arrêté du 29 novembre 1991 pris pour l'application du décret n°91-980 du 20 septembre 1991 modifiant le décret n°81-324 du 7 avril 1981 fixant les règles d'hygiène et de sécurité applicables aux piscines et aux baignades aménagées ;
- Arrêté du 29 novembre 1991 pris pour l'application du décret n°91-980 du 20 septembre 1991 modifiant le décret n°81-324 du 7 avril 1981 fixant les règles d'hygiène et de sécurité applicables aux piscines et aux baignades aménagées, modifié par arrêté du 11 septembre 1995.

Paramètres microbiologiques (5) :

paramètre	valeur guide	valeur impérative	FQ. échantillonnage minimal	Méthode d'analyse ou d'inspection
Coliforme totaux	500 (100ml)	10 000 (100ml)	2/mois (a)	norme NF EN ISO 9308-1 ou NF T 90-413 Filtration sur membrane et culture sur milieu approprié (gélose lactosée au tergitol, gélose d'endo, bouillon au teepol 0,4 %) ; repiquage et identification des colonies suspectes. Température d'incubation adaptée à la recherche des coliformes totaux.
<i>E. coli</i>	100 (100ml)	2000 (100ml)	2/mois (a)	Norme Afnor T 90-433. NF EN ISO 9308-3
Entérocoques intestinaux	100 (100ml)	-	(b)	Norme Afnor T 90-432. NF EN ISO 7899-1
Salmonelles	-	0 (1l)	(b)	Concentration par filtration sur membrane; inoculation sur milieu type; enrichissement et repiquage sur gélose d'isolement; identification.
Entérovirus	-	0 (10l)	(b)	Concentration par filtration, par floculation ou par centrifugation ; confirmation.

- (a) Lorsque l'échantillonnage effectué au cours des années précédentes a donné des résultats sensiblement plus favorables que ceux prévus à la présente annexe et lorsqu'aucune condition susceptible d'avoir diminué la qualité des eaux n'est intervenue, la fréquence d'échantillonnage peut être réduite d'un facteur 2 par les autorités compétentes.
 (b) Teneur à vérifier par les autorités compétentes lorsqu'une enquête effectuée dans la zone de baignade en révèle la présence possible ou une détérioration de la qualité des eaux.

Paramètres physico-chimiques (14) :

paramètre	valeur guide	valeur impérative	FQ. échantillonnage minimal	Méthode d'analyse ou d'inspection
pH	-	6-9 (0)	(c)	Electrométrie avec calibrage aux pH 7 et 9
Coloration	-	Pas de changement anormal de la couleur	2/mois (c)	Photométrie aux étalons de l'échelle Pt/Co.
Huile minérales	-	Pas de film visible sur la surface de l'eau et absence d'odeur	2/mois (a)	Inspection visuelle et olfactive.
	<0.3 mg/l	-	(b)	Extraction sur un volume suffisant et pesée du résidu sec.
Tensio-actifs réagissant au bleu de méthylène	-	Pas de mousse persistante	2/mois (a)	Inspection visuelle.
	<0.3 mg/l	-	(b)	Spectrophotométrie d'absorption au bleu de méthylène.

Phénols (indice phénols)	-	Aucune odeur spécifique	2/mois (a)	Vérification de l'absence d'odeur spécifique due au phénol.
Transparence	<2,005	1,005	2/mois (a)	Spectrophotométrie d'absorption. Méthode à la 4-aminoantipyrine (4-A.A.P.).
Résidus goudronneux et matières flottantes (e)	Absence	-	2/mois (a)	Inspection visuelle.
O ₂ dissous	80-120	-	(b)	Méthode de Winkler ou méthode électrométrique (oxygénomètre).
Ammoniaque NH ₄ ⁺	-	-	(d)	Spectrophotométrie d'absorption, réactif de Nessler, ou méthode au bleu indophénol.
Azote Kjeldhal	-	-	(d)	Méthode de Kjeldahl.
Pesticides (f)	-	-	(b)	Extraction par solvants appropriés et détermination chromatographique.
Métaux lourds (As, Cd, Pb, Hg, Cr VI)	-	-	(b)	Absorption atomique éventuellement précédée d'une extraction.
Nitrates et phosphates	-	-	(d)	Spectrophotométrie d'absorption à l'aide d'un réactif spécifique.

(a) Lorsque l'échantillonnage effectué au cours des années précédentes a donné des résultats sensiblement plus favorables que ceux prévus à la présente annexe et lorsqu'aucune condition susceptible d'avoir diminué la qualité des eaux n'est intervenue, la fréquence d'échantillonnage peut être réduite d'un facteur 2 par les autorités compétentes.

(b) Teneur à vérifier par les autorités compétentes lorsqu'une enquête effectuée dans la zone de baignade en révèle la présence possible ou une détérioration de la qualité des eaux.

(c) Ces paramètres doivent être vérifiés par les autorités compétentes lorsqu'il y a tendance à l'eutrophisation des eaux.

(d) Dépassement des limites prévues en cas de conditions géographiques ou météorologiques exceptionnelles.

(e) bois, plastiques, bouteilles, récipients en verre, en plastique, en caoutchouc et en toute autre matière).

(f) parathion, HCH, dieldrine

Interprétation des résultats en microbiologie

Chaque résultat d'analyse est comparé aux seuils de qualité des critères microbiologiques figurant dans le tableau ci-après :

- l'eau est de bonne qualité lorsque les résultats sont inférieurs aux valeurs guides,
- l'eau est de qualité moyenne lorsque les résultats obtenus sont supérieurs aux valeurs guides mais restent inférieurs aux valeurs impératives,
- l'eau est de mauvaise qualité lorsque les résultats sont supérieurs aux valeurs impératives.

Résultats des analyses de coliformes totaux en UFC/100mL

valeur guide = 500			
valeur impérative = 10 000			
RESULTAT BON		RESULTAT MOYEN	RESULTAT MAUVAIS
0	500		10000

Résultats des analyses d'*Escherichia coli* en UFC/100mL

valeur guide = 100			
valeur impérative = 2000			
RESULTAT BON		RESULTAT MOYEN	RESULTAT MAUVAIS
0	100		2000

Résultats des analyses d'entérocoques intestinaux en UFC/100mL

valeur guide = 100			
Pas de valeur impérative			
RESULTAT BON		RESULTAT MOYEN	
0	100		

En cas de dépassement des valeurs impératives, la baignade peut être interdite par arrêté municipal ou préfectoral. Une enquête est dès lors menée pour rechercher les causes de pollution de la zone de baignade.

A l'issue de la saison balnéaire

A l'issue de la saison, un classement de chaque site de baignade est établi à partir de l'ensemble des résultats des prélèvements effectués au cours de la saison. Ce classement tient compte des 6 paramètres suivants:

- 3 paramètres microbiologiques : coliformes totaux, *Escherichia coli* et entérocoques intestinaux.

- 3 paramètres physico-chimiques : huiles minérales, substances tensioactives (mousses) et phénols.

Critères de classement de la qualité des eaux de baignade en France			
A	Eau de bonne qualité	B	Eau de qualité moyenne
	Au moins 80% des résultats en <i>Escherichia coli</i> sont inférieurs ou égaux au nombre guide Au moins 95% des résultats en <i>Escherichia coli</i> sont inférieurs ou égaux au nombre impératif Au moins 90% des résultats en Streptocoques fécaux sont inférieurs ou égaux au nombre guide Au moins 95% des résultats en Coliformes totaux sont inférieurs ou égaux au nombre impératif Au moins 80% des résultats en Coliformes totaux sont inférieurs ou égaux au nombre guide Au moins 95% des résultats en sont inférieurs ou égaux aux seuils impératifs pour les huiles minérales, les phénols et les mousses.		Au moins 95% des prélèvements respectent le nombre impératif pour les <i>Escherichia coli</i> , et les Coliformes totaux ; Au moins 95% des résultats sont inférieurs ou égaux aux seuils impératifs pour les huiles minérales, les phénols et les mousses. Les conditions relatives aux nombres guides ne sont pas, en tout ou en partie, vérifiées.
Les eaux classées en catégories A ou B sont conformes à la réglementation européenne			
C	Eau pouvant être momentanément polluée	D	Eau de mauvaise qualité
	La fréquence de dépassement des limites impératives est comprise entre 5% et 33,3%.		Les conditions relatives aux limites impératives sont dépassées au moins une fois sur trois Toutes les zones classées en catégorie D une année, doivent être interdites à la baignade l'année suivante.
Les eaux classées en catégorie C ou D ne sont pas conformes à la réglementation européenne			

Il est à noter que si moins de 20 prélèvements sont effectués sur un site pendant la saison balnéaire, un seul dépassement de la valeur impérative pour un paramètre de qualité suffit pour entraîner le classement de la plage en catégorie C.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon

Pour la préparation de l'échantillon, la filtration et l'ensemencement des milieux d'isolement, suivre les instructions données dans l'ISO 8199 et l'ISO 6887-1. Commencer l'examen des échantillons de préférence immédiatement après les avoir prélevés. Si les échantillons sont conservés à température ambiante (à l'abri de la lumière, ne dépassant pas 25 °C), leur examen doit commencer dans les 6 h suivant leur prélèvement. Dans certaines circonstances exceptionnelles, les échantillons peuvent être conservés à (5 +/-3) °C pendant une durée maximale de 24 h avant d'être examinés.

8.2 Filtration

Filtrer 100 ml (ou plus, par exemple 250 ml pour l'eau embouteillée) de l'échantillon à analyser sur une membrane filtrante (5.6). Placer la membrane sur le milieu gélosé choisi (8.3 et 8.4), en veillant à ne pas emprisonner de bulles d'air dessous.

8.3 Incubation et différenciation, essai standard

Après filtration (8.2), placer la membrane sur la boîte de Petri contenant la gélose lactosée au TTC (B.1) et incuber à (36 +/-2) °C pendant (21 +/-3) h.

NOTE 1 Une extension de la durée d'incubation jusqu'à (44 +/-4) h peut augmenter la sensibilité de l'essai et peut être particulièrement utile pour les boîtes ne présentant pas de colonies typiques après (21 +/-3) h.

NOTE 2 L'utilisation d'une membrane filtrante supplémentaire pour incubation à 44 °C peut permettre d'éviter le problème de la flore interférente.

Examiner les membranes et considérer comme bactéries lactose-positives toutes les colonies typiques, quelle que soit leur taille, si le milieu sous la membrane présente une coloration jaune. Pour les essais de l'oxydase et de l'indole, repiquer de préférence toutes les colonies typiques obtenues ou un nombre représentatif (au moins 10), respectivement sur gélose non sélective (B.3) et dans un bouillon au tryptophane

8.4 Incubation et différenciation, essai rapide

Après filtration (8.2), placer la membrane sur le milieu TSA (B.3) et incuber à 36+/-2°C pendant 4 h à 5 h. Placer ensuite la membrane sur le milieu TBA (B.4) et incuber à 44+/-0,5°C pendant 19 h à 20 h.

Après la période d'incubation, placer la membrane sur un disque en papier-filtre imbibé à saturation de réactif pour la recherche d'indole et l'irradier sous une lampe à ultraviolets pendant 10 min à 30 min en fonction de l'apparition d'une coloration. Compter toutes les colonies rouges sur la membrane comme étant des *E. coli*.

Annexe A (informative)

Informations microbiologiques complémentaires sur les coliformes

Les coliformes sont des bactéries à Gram négatif, en forme de bâtonnets, ne formant pas de spores, présentant une réaction négative à l'oxydase, pouvant croître en aérobiose et éventuellement en anaérobiose en présence de sels biliaires (ou autre dérivé tensioactif présentant des propriétés d'inhibition de croissance similaires), et normalement capables de faire fermenter le lactose avec production d'acide et d'aldéhyde en 48 h lorsqu'on les fait incuber à une température de (36 +/-2) °C. Ils possèdent également l'enzyme -galactosidase.

Les *E. coli* sont des bactéries coliformes qui sont capables de produire de l'indole à partir du tryptophane dans les (21 +/-3) h à (44 +/-0,5) °C. Ils possèdent également l'enzyme -glucuronidase, réagissent positivement à l'essai au rouge de méthyle et peuvent décarboxyler l'acide L-glutamique, mais ne sont pas capables de produire de l'acétylméthylcarbinol, d'utiliser le citrate comme seule source de carbone ou de croître dans un bouillon au cyanure de potassium (KCN).

Annexe B (normative)

Milieux de culture et réactifs

B.1 Gélose lactosée au TTC et à l'heptadécylsulfate de sodium

B.1.1 Milieu de base

Lactose 20 g

Peptone 10 g

Extrait de levure 6 g

Extrait de viande 5 g

Bleu de bromothymol 0,05 g

Agar-agar (en poudre ou en flocons) 15 g à 25 g¹⁾

Eau distillée 1 000 ml

Dissoudre les ingrédients dans de l'eau par chauffage. Si nécessaire, ajuster le pH de façon à obtenir 7,2 +/- 0,1 à 25 °C après stérilisation. Répartir le milieu dans des flacons, par volumes n'excédant pas 250 ml, et stériliser à l'autoclave à (121 +/-3) °C pendant 15 min.

B.1.2 Solution de TTC

Chlorure de 2,3,5-triphényltétrazolium (TTC) 0,05 g

Eau distillée 100 ml

Dissoudre le TTC dans un peu d'eau et compléter pour obtenir 100 ml. Stériliser par filtration sur membrane à porosité nominale de 0,2 µm.

B.1.3 Solution d'heptadécylsulfate de sodium

Heptadécylsulfate de sodium (Tergitol 7 2) 0,2g

Eau distillée 100 ml

Dissoudre l'heptadécylsulfate de sodium dans un peu d'eau et compléter pour obtenir 100 ml. Stériliser à l'autoclave à (121 3) °C pendant 15 min.

1) Selon le pouvoir gélifiant de l'agar-agar.

2) Tergitol 7 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 9308 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

B.3 Gélose tryptonée au soja (TSA)

Digestat tryptique de caséine 15 g

Peptone de soja 5 g

Chlorure de sodium 5 g

Agar-agar (en poudre ou en flocons) 15 g à 25 g¹⁾

Eau distillée 1 000 ml

Dissoudre les ingrédients dans de l'eau par chauffage. Si nécessaire, ajuster le pH de façon à obtenir 7,2 +/- 0,1 à 25 °C après stérilisation. Répartir le milieu dans des flacons ou des tubes, par volumes n'excédant pas 250 ml, et stériliser pendant 15 min à (121 3) °C. Laisser le milieu refroidir à (50 5) °C et répartir dans des boîtes de Petri en couche d'au moins 5 mm.

B.4 Gélose tryptonée contenant des sels biliaires (TBA)

Tryptone 20 g

Sels biliaires 1,5 g

Agar-agar (en poudre ou en flocons) 15 g à 25 g¹⁾

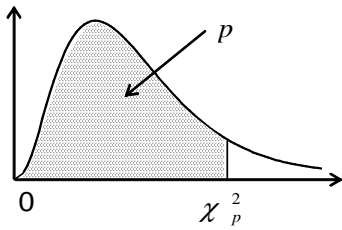
Eau distillée 1 000 ml

Dissoudre les ingrédients dans de l'eau par chauffage. Si nécessaire, ajuster le pH de façon à obtenir 7,2 0,1 à 25 °C après stérilisation. Répartir le milieu dans des flacons ou des tubes, par volumes n'excédant pas 250 ml, et stériliser pendant 15 min à (121 +/-3) °C. Laisser le milieu refroidir à (50 +/-5) °C et répartir dans des boîtes de Petri en couche d'au moins 5 mm.

DOCUMENT N°3

Fonction de répartition d'une variable du Khi² à k degrés de liberté

Valeurs χ_p^2 telles que $\text{Prob}(\chi^2 \leq \chi_p^2) = p$



k \ p	0,005	0,010	0,025	0,050	0,100	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995
1	0,000	0,000	0,001	0,004	0,02	2,71	3,84	5,02	6,63	7,88
2	0,01	0,02	0,05	0,10	0,21	4,61	5,99	7,38	9,21	10,60
3	0,07	0,11	0,22	0,35	0,58	6,25	7,81	9,35	11,34	12,84
4	0,21	0,30	0,48	0,71	1,06	7,78	9,49	11,14	13,28	14,86
5	0,41	0,55	0,83	1,15	1,61	9,24	11,07	12,83	15,09	16,75
6	0,68	0,87	1,24	1,64	2,20	10,64	12,59	14,45	16,81	18,55
7	0,99	1,24	1,69	2,17	2,83	12,02	14,07	16,01	18,48	20,28
8	1,34	1,65	2,18	2,73	3,49	13,36	15,51	17,53	20,09	21,95
9	1,73	2,09	2,70	3,33	4,17	14,68	16,92	19,02	21,67	23,59
10	2,16	2,56	3,25	3,94	4,87	15,99	18,31	20,48	23,21	25,19
11	2,60	3,05	3,82	4,57	5,58	17,28	19,68	21,92	24,73	26,76
12	3,07	3,57	4,40	5,23	6,30	18,55	21,03	23,34	26,22	28,30
13	3,57	4,11	5,01	5,89	7,04	19,81	22,36	24,74	27,69	29,82
14	4,07	4,66	5,63	6,57	7,79	21,06	23,68	26,12	29,14	31,32
15	4,60	5,23	6,26	7,26	8,55	22,31	25,00	27,49	30,58	32,80
16	5,14	5,81	6,91	7,96	9,31	23,54	26,30	28,85	32,00	34,27
17	5,70	6,41	7,56	8,67	10,09	24,77	27,59	30,19	33,41	35,72
18	6,26	7,01	8,23	9,39	10,86	25,99	28,87	31,53	34,81	37,16
19	6,84	7,63	8,91	10,12	11,65	27,20	30,14	32,85	36,19	38,58
20	7,43	8,26	9,59	10,85	12,44	28,41	31,41	34,17	37,57	40,00
21	8,03	8,90	10,28	11,59	13,24	29,62	32,67	35,48	38,93	41,40
22	8,64	9,54	10,98	12,34	14,04	30,81	33,92	36,78	40,29	42,80
23	9,26	10,20	11,69	13,09	14,85	32,01	35,17	38,08	41,64	44,18
24	9,89	10,86	12,40	13,85	15,66	33,20	36,42	39,36	42,98	45,56
25	10,52	11,52	13,12	14,61	16,47	34,38	37,65	40,65	44,31	46,93
26	11,16	12,20	13,84	15,38	17,29	35,56	38,89	41,92	45,64	48,29
27	11,81	12,88	14,57	16,15	18,11	36,74	40,11	43,19	46,96	49,65
28	12,46	13,56	15,31	16,93	18,94	37,92	41,34	44,46	48,28	50,99
29	13,12	14,26	16,05	17,71	19,77	39,09	42,56	45,72	49,59	52,34
30	13,79	14,95	16,79	18,49	20,60	40,26	43,77	46,98	50,89	53,67
35	17,19	18,51	20,57	22,47	24,80	46,06	49,80	53,20	57,34	60,27
40	20,71	22,16	24,43	26,51	29,05	51,81	55,76	59,34	63,69	66,77
45	24,31	25,90	28,37	30,61	33,35	57,51	61,66	65,41	69,96	73,17
50	27,99	29,71	32,36	34,76	37,69	63,17	67,50	71,42	76,15	79,49
60	35,53	37,48	40,48	43,19	46,46	74,40	79,08	83,30	88,38	91,95
70	43,28	45,44	48,76	51,74	55,33	85,53	90,53	95,02	100,43	104,21
80	51,17	53,54	57,15	60,39	64,28	96,58	101,88	106,63	112,33	116,32
90	59,20	61,75	65,65	69,13	73,29	107,57	113,15	118,14	124,12	128,30
100	67,33	70,06	74,22	77,93	82,36	118,50	124,34	129,56	135,81	140,17

Dosage de l'Azote Kjeldahl dans l'eau norme ISO 5663-1984 (F)

Protocole :

1) Minéralisation :

Dans un matras, placer l'échantillon à doser (50 ml)

ajouter : 10 ml de H₂SO₄ conc (d=1,84)

 1 pastille de catalyseur (à base de Sélénium) pour NTK

Porter à ébullition sous la hotte, dans le bloc chauffant raccordé à l'extracteur de fumées. (trompe à eau). Le volume diminue au cours de l'ébullition jusqu'à apparition de fumées blanches. Par paliers successifs augmenter le chauffage pour atteindre 400 à 420 °C en fin de minéralisation (entre 2 h et 3 h selon les échantillons). Le minéralisât doit alors être incolore ou translucide. Laisser refroidir hors du bloc de minéralisation.

Faire un blanc (50 mL eau distillée), ajouter les réactifs et le traiter en parallèle. (un blanc par rampe de minéralisation)

2) Distillation :

Verser dans un erlenmeyer de 200 ml, 50 ml d'acide borique. L'indicateur coloré est déjà présent dans l'acide borique. Placer cet erlenmeyer sur le distillateur pour recueillir les condensats, en veillant à y faire plonger l'extrémité du réfrigérant.

Ajouter avec précaution au matras refroidi environ 50 ml d'eau distillée.

Placer ensuite ce matras à gauche du distillateur. Lancer la minuterie (7 à 8 minutes) qui démarre l'entraînement à la vapeur et aussitôt ajouter environ 50 ml de NaOH concentrée en actionnant la vanne. Quand la minuterie sonne, éteindre l'appareil et retirer le matras et l'erlenmeyer. Soutirer le matras rempli et le vider dans le récipient adéquat.

3) Dosage :

Remplir une burette à l'aide du réactif titrant : HCl à 0,1 M

Titrer le distillat présent dans l'erien avec cette solution d'acide chlorhydrique jusqu'au virage de l'indicateur du vert au rose violet.

Grille d'évaluation - Indications de correction

Capacité : Raisonner la mise en place d'analyses et de contrôles dans le cadre d'une situation professionnelle

Capacités intermédiaires	Questions	Réponses	Points
Identifier les objectifs et les problématique des analyses en lien avec une situation professionnelle	1	Plan : QQQCCP Réalisation du tableau (voir plan de contrôle), cohérence de la réponse.	4
	4	Analyse des résultats Lien entre l'augmentation de la valeur des paramètres et la saison. E.coli est d'origine fécale, cette bactérie provient probablement de déversements d'égouts et leur concentration augmente en été à cause de la fréquentation de la plage (apport de contamination) et de l'augmentation de la teneur en azote de l'eau qui entraîne un développement. La température plus élevée en été favorise ce développement et n'empêche plus leur destruction. Conséquences : les résultats obtenus obligent à un classement des eaux en D donc impropres à la baignade. Des mesures devront être prises pour réduire la contamination en coliformes et en <i>E.coli</i> .	2
Justifier le choix des analyses et des contrôles dans le cadre d'une situation professionnelle	2	Prélever dans la zone de baignade. 1 flacon stérile d'au moins 200mL pour les analyses microbiologiques et 1 flacon propre pour les analyses chimiques et physicochimiques. Identifier les flacons et conserver en glacière puis au réfrigérateur jusqu'à l'analyse qui doit être réalisée le plus rapidement possible.	1
	3	Cohérence des réponses	3
	5	Gélose lactosée au TTC et tergitol 7 : comptage simultané des coliformes et des <i>E.coli</i> . Du fait de son action tensioactive, le tergitol 7 élimine les bactéries Gram+, le TTC est réduit par toutes les bactéries en triphényl formazan, mais très lentement par <i>E.coli</i> et <i>E. aerogenes</i> qui apparaissent jaune dorées et le bleu de bromothymol permet la révélation d' <i>E.coli</i> et des coliformes (halo jaune sous les colonies) La gélose TSA permet une revivification des bactéries qui sont ensuite placées sur un milieu sélectif (avec sels biliaires). Cette technique permet une meilleure récupération des microorganismes et un dénombrement plus objectif.	2
	6	Indicateur de la qualité de l'eau. Problèmes pour l'environnement. Pollution. Eutrophisation. Azote total = azote minéral + azote organique	1
	7	Principe du dosage : minéralisation à haute température en milieu acide et en présence de catalyseur, pour transformer tout l'azote présent en NH_4^+ . Distillation : transformation des NH_4^+ en NH_3 par ajout de NaOH car l'acide sulfurique est en excès Déplacement à la vapeur (réaction entre NH_3 et l'acide borique) et dosage titrimétrique par HCl en présence d'indicateur coloré.	2
	8	L'azote total K représente aussi bien l'azote organique que minéral dont font partie les nitrates. On ne peut donc pas connaître leur concentration. Méthodes proposées : spectrophotométrie d'absorption moléculaire (directe ou après réduction en nitrites), chromatographie ionique, chromatographie en phase gazeuse, électrophorèse capillaire...	2
	9	Hypothèses, variable de décision, règles de décision $\chi^2_{0,95}=16,92$, $\chi^2_{\text{obs}}=16,128$, conclusion : on accepte la reproductibilité de la méthode	3