



**HAL**  
open science

## Etalonnage de l'analyseur de carbone soluble (TOC-5050A)

M. Thimonier

► **To cite this version:**

M. Thimonier. Etalonnage de l'analyseur de carbone soluble (TOC-5050A). [Stage] IUT de Chimie. Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL), Villeurbanne, FRA. 1997, 22 p. hal-02842210

**HAL Id: hal-02842210**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02842210>**

Submitted on 7 Jun 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Unité de Science du Sol  
Domaine Saint Paul  
Site Agroparc  
84 914 Avignon

**Maître de stage**

**Anne-Marie de COCKBORNE**

**Institut National de  
la Recherche Agronomique**

**Étalonnage de l'analyseur de carbone soluble  
(TOC-5050A)**

**Marie THIMONIER**

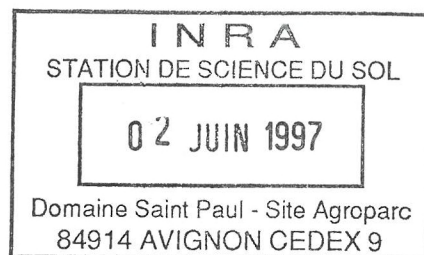
**I.U.T. de Chimie**

**LYON 1**

*10 Février - 7 Mars 1997*

**TH - BD15**

Unité de Science du Sol  
Domaine Saint Paul  
Site Agroparc  
84 914 Avignon  
Maître de stage  
Anne-Marie de COCKBORNE



**Institut National de  
la Recherche Agronomique**

## **Etalonnage de l'analyseur de carbone soluble (TOC-5050A)**

**Marie THIMONIER**  
I.U.T. de Chimie  
LYON 1  
*10 Février - 7 Mars 1997*



# SOMMAIRE

REMERCIEMENTS .....	3
INTRODUCTION.....	4
CHAPITRE I .....	5
PRESENTATION.....	5
L'INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHE AGRONOMIQUE .....	5
1. L'INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHE AGRONOMIQUE.....	5
2. LE CENTRE D'AVIGNON .....	5
3. L'UNITE SCIENCE DU SOL.....	6
CHAPITRE II.....	8
EXPERIMENTATION.....	8
I. PRINCIPE GENERAL DE L'APPAREIL .....	8
1. <i>Injection</i> .....	8
2. <i>Détection</i> .....	8
3. <i>Principe de mesure</i> .....	8
II. FONCTIONNEMENT DE L'APPAREIL .....	10
1. <i>Mise en marche de l'appareil</i> .....	10
2. <i>Arrêt de l'appareil</i> .....	10
3. <i>Mesure des étalons</i> .....	10
4. <i>Mesure d'un échantillon de concentration inconnue pour le carbone inorganique ou le carbone total</i> ...	11
5. <i>Mesure d'un échantillon de concentration inconnu pour le non-purgeable</i> .....	11
III. PRESENTATION DE L'EXPERIMENTATION .....	11
1. <i>Préparation des gammes-étalons</i> .....	11
6. <i>Mélanges de carbone organique et de carbone inorganique</i> .....	12
IV. PRESENTATION DES RESULTATS .....	13
1. <i>Etalonnage</i> .....	13
2. <i>Reproductibilité</i> .....	16
3. <i>Mélanges : carbone organique + carbone inorganique</i> .....	18
CHAPITRE III.....	19
ENVIRONNEMENT PROFESSIONNEL ET RELATIONS HUMAINES.....	19
I. RELATIONS HUMAINES .....	19
1. <i>Horaires</i> .....	19
2. <i>Sécurité</i> .....	19
3. <i>Environnement</i> .....	19
4. <i>Responsabilité</i> .....	19
II. LES AGENTS DE L'INRA .....	20
1. <i>Recrutement</i> .....	20
2. <i>Suivi de carrière</i> .....	20
3. <i>Evaluation</i> .....	20
4. <i>Formation</i> .....	20
III. RELATION ENTRE LES DIFFERENTS AGENTS .....	20
CONCLUSION .....	21



# REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont permis de faire ce stage et qui l'ont rendu le plus agréable possible.

Je remercie en premier lieu Laurent BRUKLER, Directeur de l'Unité Science du Sol, pour m'avoir permis de réaliser ce stage à Montfavet.

Je remercie Anne-Marie de COCKBORNE, mon maître de stage, qui a su m'offrir un travail à ma portée et me consacrer du temps.

Je remercie Ghislain SEVENIER, Technicien de l'unité, qui a essayé de me faire part d'une partie de son savoir.

Je remercie David BIDAL, militaire et ancien élève de l'IUT de chimie de Lyon, pour m'avoir épaulée au cours de ces quatre semaines.

Je remercie également tous ceux que j'ai côtoyés de près ou de loin, au sein de l'Unité ou à l'extérieur. Un grand merci, donc à Laurent, Stéphanie, Véronique, François, Cécile...

# INTRODUCTION

Au cours de ma première année d'IUT de chimie, j'ai eu la chance d'avoir la possibilité d'effectuer, du 10 Février au 7 Mars, mon stage à l'unité de Science du Sol de l'INRA d'Avignon.

Ainsi, j'ai pu découvrir le monde de la recherche scientifique et voir des applications concrètes de la chimie intégrées à des programmes de recherche.

Le travail qui m'a été proposé durant ces quatre semaines a été d'étalonner un analyseur de carbone total de marque SHIMADZU.

# **Chapitre I**

## **Présentation**

### **L'Institut National de Recherche Agronomique**

#### **1. L'Institut National de Recherche Agronomique**

L'INRA a été créé en 1946, il était alors dirigé par le ministère chargé de l'agriculture ; l'INRA a fêté l'année dernière au mois de juin, dans toute la France, son 50ème anniversaire.

En 1984, l'institut devient un Etablissement Public à caractère Scientifique et Technique (E.P.S.T.), et se trouve placé sous la double tutelle du ministère de l'Agriculture et de la Pêche et du ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche.

L'Institut dispose d'un budget de 3 milliards de francs. 80% proviennent de l'état et 20% de ses propres ressources (brevets...).

Sa mission (décret du 14-12-1984) consiste à :

- organiser et exécuter toutes les recherches intéressant l'agriculture et les industries qui lui sont liées ;

- contribuer à l'élaboration de la politique nationale de recherche ;

- publier et diffuser les résultats de ses travaux ;

- apporter son concours à la formation ;

- effectuer des expériences scientifiques.

L'effectif du personnel permanent est de 8600 agents dont 3700 chercheurs et ingénieurs. Ces agents sont répartis sur 300 sites d'activité, soit 1100 hectares exploités dans le cadre d'un travail expérimental.

#### **2. Le centre d'Avignon**

C'est l'un des plus importants parmi les 22 centres de l'INRA. Il a été créé en 1953 sur le Domaine Saint-Paul et a étendu ses implantations au Domaine Saint-Maurice en 1957, aux recherches forestières en 1965 et au Domaine des Vignères en 1976.

Son effectif total comprend 24 unités ou services avec 510 personnes répartis en 10 lieux (soit 240 hectares) :

-le Domaine Saint-Paul à Montfavet;

- le Domaine Saint-Maurice à Montfavet;

- un site avenue Vivaldi en Avignon;

- le site des Vignères à Cavaillon;

- le Domaine de Gotheron à Saint-Marcel-lès-Valence;

- le Domaine du Mas Blanc à Alénya;



- le Domaine de Ruscas à Bornes-lès-Mimosas;
- le Domaine de Manduel-Bellegarde à Bellegarde;
- un site à Luminy;
- un site à l'université des sciences sociales de Grenoble.

Le Centre a un rayonnement international : il y a environ 230 missions par an de chercheurs à travers le monde, organisation de congrès internationaux, accueil de scientifiques étrangers, relation avec des universités et instituts étrangers, contrats de recherche communautaires.

L'INRA d'Avignon étant situé au sein d'une région agricole, ses recherches visent à améliorer les facteurs de production maraîchère et fruitière, la gestion des forêts méditerranéennes, l'aménagement de l'espace rural, la télédétection et les biomathématiques.

### **3. L'Unité Science du Sol**

Cette Unité appartient au secteur Milieu Physique. Le thème général est le transfert de gaz, chaleur, eau, soluté. Elle mène des recherches visant à améliorer les connaissances relatives à la physique du sol et aux processus de transport de masse et d'énergie dans les sols. Ces phénomènes de transport concernent l'eau, les solutés, les gaz et la chaleur. Les applications de ces travaux concernent les problèmes d'environnement et l'optimisation des facteurs du milieu pour le développement et la croissance des couverts végétaux.

L'unité comprend 25 agents permanents : 12 scientifiques, 4 ingénieurs, 8 techniciens, un administratif et une dizaine d'intérimaires : stagiaires, thésards, militaires...

## **Chapitre II**

### **Expérimentation**

L'Unité de Science du Sol a fait l'acquisition pour son laboratoire de chimie d'un appareil pour l'analyse du carbone organique soluble : TOC-5050A (Total Organic Carbon Analyser) de marque SHIMADZU. Avant d'effectuer l'analyse des échantillons, il a été indispensable de faire un certain nombre de contrôles au niveau de l'appareil. Pour cela on prépare des solutions étalons qui servent de références lors de l'analyse d'échantillons, on vérifie la sensibilité de l'appareil en effectuant les reproductibilités par l'analyse d'échantillons de concentration connue et on estime l'adéquation des résultats par référence à un autre appareil (DORMAN dont le principe est la catalyse chimique).

#### **I. Principe général de l'appareil**

L'appareil se compose dans ses grandes lignes d'un système d'injection de la solution échantillon, d'un four de combustion (catalyseur de platine : catalyse physique) et d'un détecteur infrarouge.

##### **1. Injection**

Elle se fait à partir d'une seringue d'un volume total de 250  $\mu\text{L}$ . Cependant, le volume d'injection peut-être programmé à notre convenance.

##### **2. Détection**

Elle se fait grâce à une cellule de détection à infrarouge non dispersif (NDIR). Le signal analogique correspond à la concentration en  $\text{CO}_2$  transportée par le gaz. Les molécules monoatomiques comme  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$  et  $\text{H}_2$  n'absorbent pas les radiations infrarouges. En revanche, les molécules polyatomiques comme  $\text{CO}_2$  et  $\text{CH}_4$  absorbent par les radiations infrarouges à différentes longueurs d'onde dépendant des conditions de lieu et de genre des atomes constituant chaque molécules. La quantité de rayons absorbés est proportionnelle à la densité de gaz suivant la loi de Lambert-Beer. Cependant, la densité de gaz peut-être mesurée par la quantité de rayons absorbés. L'analyse mesure une absorption en employant une méthode non-dispersive.

##### **3 Principe de mesure**

Le TOC-5050A permet de mesurer le carbone total (TC), le carbone inorganique (IC) , le carbone organique total (TOC) et le carbone organique non purgeable (NPOC).

#### a. Mesure du Carbone Total (TC)

Le tube à combustion du carbone total est rempli de catalyseur d'oxydation et chauffé à 680 °C. Le gaz vecteur (air ultra pur : 80% azote + 20% oxygène) est introduit dans ce tube après humidification par un humidificateur et régulation du débit à 150 ml/mn.

Une fois l'échantillon introduit par un injecteur dans le tube à combustion, tout le carbone de l'échantillon est brûlé et décomposé en CO<sub>2</sub>. Le gaz vecteur contenant le produit de la combustion issu du tube à combustion passe à travers le récipient contenant le réactif IC, puis est refroidi et asséché par un déshumidificateur. Il passe ensuite à travers un piègeur halogène, puis dans la cavité échantillon de la cellule de détection à infrarouge non dispersif (NDIR) où a lieu la détection du CO<sub>2</sub>. La cellule NDIR génère un signal de détection qui représente un pic dont la surface est calculée par unité de traitement de données. Cette aire est proportionnelle à la concentration de carbone total dans l'échantillon.

Remarque : le carbone total est composé de carbone organique total et de carbone inorganique.

#### b. Mesure du Carbone Inorganique (IC)

L'échantillon est introduit par injection dans un récipient IC, où le gaz vecteur passe sous forme de fines bulles dans la solution acidifiée par le réactif IC. Seul le carbone inorganique de l'échantillon est transformé en CO<sub>2</sub>, qui est détecté par la cellule NDIR. Seuls les carbones sous formes de carbonates et de bicarbonates peuvent être quantifiés comme des carbones inorganiques.

#### c. Mesure du Carbone Organique Total (TOC)

La concentration en carbone organique s'obtient en soustrayant la concentration en carbone inorganique à la concentration de carbone total.

#### d. Mesure du Carbone Organique Non Purgeable (NPOC)

La concentration du carbone organique total s'obtient de façon différente si l'échantillon a été acidifié avant d'être quantifié par l'appareil. Ce dernier fait barboter automatiquement l'échantillon acidifié avec de l'air ultra pur de façon à éliminer la composante inorganique avant de mesurer la concentration en carbone total.

Le carbone organique non purgeable (NPOC) est du carbone organique non volatil. Les carbones chassés au barbotage sont appelés carbones organiques purgeables (POC).

Le carbone organique non purgeable est identique au carbone organique total obtenu par barbotage acide décrit dans les méthodes normales d'analyse du carbone organique total et auquel se réfèrent les méthodes de test de la qualité de l'eau.



## II. Fonctionnement de l'appareil

### 1. Mise en marche de l'appareil

- Mettre l'appareil sous tension grâce à l'interrupteur.
- Ouvrir l'arrivée de gaz vecteur (80% d'azote et 20% d'oxygène).
- Mettre le four en marche.
- Choisir le menu "**monitor**".
- Attendre que le four soit à 680°C et que la ligne de base soit en place.
- Aller dans le menu "**maintenance**".
- Choisir la fonction "**residue removal**".
- Effectuer un ou plusieurs lavages de 6 minutes 10 à l'eau ultra pure.
- Commencer les mesures.

Remarque : Toutes les solutions sont conservées au froid à 8°C et sont sorties au moins 20 minutes avant la mesure pour leur permettre de revenir à température ambiante.

### 2. Arrêt de l'appareil

- Faire un lavage à l'eau ultra pure.
- Choisir le menu "**standby options**".
- Faire refroidir le four.
- Eteindre l'appareil avec l'interrupteur.

Remarque : En semaine, on programme la remise en route automatique de l'appareil grâce au menu '**standby options**'.

### 3. Mesure des étalons

Pour effectuer l'étalonnage de l'appareil, on procède comme suit :

- Choisir le menu "**calibration**".
- Donner le numéro de la gamme.
- Déterminer le type de la gamme : "**TC**" ou "**IC**".
- Donner les concentrations des différents échantillons de la gamme dans l'ordre croissant.
- Confirmer le "**range**" (facteur d'amplitude) et le volume d'injection.
- Déterminer le nombre d'injections (présentement 3 avec un maximum de 5).
- Déterminer le nombre maximal d'injections car il faut que le coefficient de variation soit inférieur à 2%.
- Après avoir passé tous les étalons d'une gamme, l'appareil possède un logiciel qui permet d'ajuster et de tracer les droites d'étalonnages.

#### **4. Mesure d'un échantillon de concentration inconnue pour le carbone inorganique ou le carbone total**

- Choisir le menu "**sample measurement**".
- Choisir 3 gammes susceptibles d'encadrer l'échantillon, dans l'ordre de concentrations croissantes.
- Confirmer le "**range**" et le volume d'injection.
- Déterminer le nombre d'injections (présentement 3 avec un maximum de 5).
- Lancer la mesure de l'échantillon.

#### **5. Mesure d'un échantillon de concentration inconnu pour le non-purgeable**

- Acidifier l'échantillon à analyser pour oxyder le carbone inorganique.
- Choisir le menu "**sample-measurement**".
- Choisir 3 gammes de carbone total susceptibles d'encadrer l'échantillon, dans l'ordre de concentrations croissantes.
- Confirmer le "**range**" et le volume d'injection.
- Déterminer le temps de barbotage avant la mesure.
- Déterminer le nombre d'injections (présentement 3 avec un maximum de 5).
- Lancer la mesure de l'échantillon.

### **III. Présentation de l'expérimentation**

#### **1. Préparation des gammes-étalons**

On fabrique les solutions-mères de carbone inorganique et organique à partir desquelles nous préparerons des échantillons de concentrations connues.

##### *a. Préparation de la solution-mère de $\text{NaHCO}_3$ et de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ à 5 gC/L (IC)*

- Peser environ exactement 875,3 mg de  $\text{NaHCO}_3$  et 1,101 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
- Les verser dans une fiole certifiée de 50 cm<sup>3</sup>.
- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau ultra pure.

Remarque : gC/L : gramme de carbone par litre.

##### *b. Préparation de la solution-mère de phtalate de potassium à 10 gC/L (TOC)*

- Peser environ exactement 1,0603 g de phtalate de potassium.
- Les verser dans une fiole certifiée de 50 cm<sup>3</sup>.
- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau ultra pure.

*c. Préparation des gammes de carbone inorganique*

Les étalons sont préparés dans des fioles certifiées de 25 mL. On complète avec de l'eau ultra pure.

Etalons	IC <sub>1</sub> mg/l	IC <sub>2</sub> mg/l	IC <sub>3</sub> mg/l	IC <sub>4</sub> mg/l
Gamme 1	0	5	10	20
Gamme 2		20	50	100
Gamme 3		100	200	500
Gamme 4		500	800	1000

Tableau 1 : Concentrations des gammes IC

*d. Préparation des gammes de carbone organique total*

Les étalons sont préparés dans des fioles certifiées de 25 mL. On complète avec de l'eau ultra pure.

Etalons	TC <sub>1</sub> mg/L	TC <sub>2</sub> mg/L	TC <sub>3</sub> mg/L	TC <sub>4</sub> mg/L
Gamme 10	0	4	10	20
Gamme 11		20	40	100
Gamme 12		100	240	400
Gamme 13		400	800	1000

Tableau 2 : Concentrations des gammes TC

**6. Mélanges de carbone organique et de carbone inorganique**

A partir des solutions-mères de NaHCO<sub>3</sub> et Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> et de phtalate de potassium, on prépare les mélanges suivants :

type de C	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	M <sub>4</sub>	M <sub>5</sub>	M <sub>6</sub>	M <sub>7</sub>	M <sub>8</sub>	M <sub>9</sub>	M <sub>10</sub>	M <sub>11</sub>	M <sub>12</sub>
IC	10	10	5	50	80	10	200	400	100	400	800	200
TOC	10	4	10	40	10	80	200	100	400	400	200	800

Tableau 3 : Concentrations en TC et en IC dans les mélanges

Dans le tableau, les concentrations sont en mg/L.

- Sélectionner dans "**sample measurement**" les gammes TC et IC correspondant aux concentrations présentes dans l'échantillon.
- Passer la solution en TC puis en IC.



- Déduire la concentration en carbone organique total  

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC}$$

#### **IV. Présentation des résultats**

##### **1. Etalonnage**

Après avoir passé toutes les solutions-étalons, le constructeur préconise de faire passer la droite d'étalonnage par zéro. Cependant, le logiciel n'effectue pas une régression passant par zéro, mais réalise une translation de la droite, ce qui peut occasionner des résultats de moindre qualité. Par ailleurs, il préconise pour une meilleure précision d'effectuer un étalonnage par portion de droite (tableaux 1 et 2). Pour vérifier, la continuité de l'étalonnage entre 0 et 1000 mg/L, nous avons recalculé l'aire des pics comme suit :

$$\text{Aire}_{\text{cal}} = \frac{\text{Aire}_{\text{mes}} \cdot \text{Range} \cdot 250\mu\text{l}}{V_{\text{inj}}} \quad (1)$$

L'ajustement des relations : Concentration mg/L en fonction de l'aire recalculée du pic, donne une droite de la forme  $Y = aX + b$ , dont l'ajustement aux données est fait par la méthode des moindres carrés, où X est la variable indépendante et Y la variable dépendante de X.

*Pente de la droite (a) :*

$$a = \frac{\text{SPE}}{\text{SCE}_X} \quad (2)$$

*Ordonnée à l'origine (b) :*

$$b = \bar{Y} - a\bar{X} \quad (3)$$

*Coefficient de corrélation (r) :*

$$r = \frac{\text{SPE}_{XY}}{\sqrt{\text{SCE}_X \cdot \text{SCE}_Y}} \quad (4)$$

*Variance expliquée :*

$$V\% = r^2 \cdot 100$$

SPE = somme des produits des écarts des X  
 SCE\_X = somme des carrés des écarts de X  
 SCE\_Y = somme des carrés des écarts des Y  
 SPE\_XY = somme des produits des écarts des X et des Y  
 $\bar{X}$  = X moyen  
 $\bar{Y}$  = Y moyen  
 N = nombre de données

Nous avons étudié la continuité des solutions-étalons pour l'étalonnage 0-1000 mg/L. Les résultats sont dans le tableau suivant :

	<i>Carbone total</i>	<i>Carbone inorganique</i>
Pente	6.77E-05	6.67E-05
Ordonnée à l'origine	-1.811	-8.073
Coefficient de corrélation	0.9999	0.9995

Tableau 4 : Estimation des paramètres de la droite d'étalonnage

On observe que l'on a une très bonne relation (figure 1), la variance expliquée est proche de 100 % et l'ordonnée à l'origine voisine de zéro. Cependant, si l'on estime à partir de ces relations des concentrations de faibles valeurs, nous avons une mauvaise estimation. Il est donc préférable d'effectuer des portions de droite par classe de concentrations. Nous avons effectué ces ajustements suivant la méthode des moindres carrés et les classes indiquées aux tableaux 1 et 2. Les résultats sont donnés ci-dessous :

	<i>Carbone inorganique</i>	<i>Carbone total</i>	<i>Gamme</i>
Pente	4.64E-05	6.82E-05	IC⇒0-20 mg/L
Ordonnée à l'origine	-0.313	-0.653	TC⇒0-20 mg/L
Coefficient de corrélation	0.9999	0.9994	
Pente	6.94E-05	6.92E-05	IC⇒20-100 mg/L
Ordonnée à l'origine	-8.862	-0.904	TC⇒20-100 mg/L
Coefficient de corrélation	0.9983	0.9999	
Pente	6.36E-05	6.45E-05	IC⇒100-500 mg/L
Ordonnée à l'origine	-2.583	4.101	TC⇒100-400 mg/L
Coefficient de corrélation	0.9999	0.9999	
Pente	7.20E-05	6.81E-05	IC⇒500-1000 mg/L
Ordonnée à l'origine	-68.712	-3.703	TC⇒400-1000 mg/L
Coefficient de corrélation	0.9994	0.9999	

Tableau 5 : Estimation des paramètres des portions de droite par gamme

## 2. Reproductibilité

On a estimé la reproductibilité à partir de 10 mesures par échantillon sur des solutions de concentrations connues.

Après mesures, on calcule pour chaque échantillon, la moyenne des concentrations, l'écart-type.

*Moyenne :*

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{N} \quad (5)$$

*Ecart-type :*

$$ET = \sqrt{\frac{SCE\_X}{N-1}} \quad (6)$$

*Coefficient de variation C.V. % :*

$$C.V.\% = \frac{ET}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (7)$$

Les résultats sont donnés dans le tableau ci-dessous. On note que pour des concentrations faibles, le coefficient de variation est supérieur à 2 %.

<i>Concentrations</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Coefficient de variation</i> %
IC 10 mg/L	10.55	0.18	1.76
IC 50 mg/L	53.39	1.05	1.96
IC 200 mg/L	207	1	0.70
IC 800 mg/L	815	5	0.60
TC 5 mg/L	4.54	0.21	4.67
TC 10 mg/L	11.03	0.39	3.50
TC 40 mg/L	39.76	0.96	2.42
TC 240 mg/L	236	2	0.95
TC 800 mg/L	809	21	2.56
TC 1000 mg/L	1012	21	2.05

Tableau 6 : Estimation des paramètres de dispersion



### 3. Mélanges : carbone organique + carbone inorganique

On a mesuré sur ces mélanges, le carbone total (TC), le carbone inorganique (IC) et le carbone organique (TOC). Ce dernier a été déterminé d'une part par différence (TC-IC=TOC) et d'autre part par la mesure du carbone non-purgeable (NPOC).

On calcule pour chaque type de carbone la relation :  $C_{calculée} = f(C_{théorique})$ . Pour cela, nous utilisons la régression par la méthode des moindres rectangles, les variables X et Y étant indépendantes.

L'équation générale est de la forme :  $Y = aX + b$ .

Pente de la droite :

$$a = \frac{ET\_Y}{ET\_X} \quad (8)$$

Ordonnée à l'origine (3), et coefficient de corrélation (4)

Les résultats obtenus sont donnés au tableau 7, leur représentation graphique à la figure 2.

	TC	IC	TC - IC = TOC	NPOC
Pente de la droite	0.99	1.01	1.00	0.97
Ordonnée à l'origine	1.518	-5.25	2.191	0.537
Coefficient de corrélation	0.9997	0.9998	0.9988	0.9999

Tableau 7 : Estimation des paramètres d'ajustement

Les résultats de tests statistiques auxquels je n'ai pas participé, montrent que la pente est peu différente de 1 et l'ordonnée à l'origine peu différente de 0. Donc, il y a parfaite adéquation entre les mesures et les valeurs théoriques, mais pour le carbone organique il est préférable d'utiliser la méthode du non purgeable (NPOC).

Nous avons également comparé nos résultats avec un autre appareil, uniquement pour le carbone organique.

Treize solutions échantillons (solutions du sol) ont été mesurées avec l'appareil SHIMADZU (principe : catalyse physique) et le DORMAN (principe : catalyse chimique). Comme dans le cas des mélanges nous avons calculé la régression linéaire par la méthode des moindres rectangles entre les mesures faites avec le SHIMADZU et celles faites avec le DORMAN :

$$SHIMADZU = 0.977.Dorman - 15.02.$$

L'étude statistique montre qu'il y a parfaite adéquation entre les deux appareils.

## **Chapitre III**

### **Environnement professionnel et relations humaines**

#### **I. Relations humaines**

##### **1. Horaires**

De façon générale, les agents du centre d'Avignon sont tenus de travailler 38 heures par semaine et doivent être présents de 9H à 12H et de 14H à 16H. Cependant, il y a des exceptions :

- Certains agents ne travaillent qu'à 80% et généralement sont absents de le mercredi après-midi,
- les agents en cessation progressive d'activité (à partir de 55 ans) ne travaillent qu'à 50%.

##### **2.Sécurité**

Comme tout laboratoire chimique, il y a des précautions à prendre vis-à-vis des produits chimiques et du matériel. En plus de cela, la station possède des sources radioactives :

- sources scellées (sondes à neutrons, à rayons gamma) permettant de mesurer l'humidité et la densité du sol. Elles sont employées à l'extérieur ce qui nécessite une autorisation spéciale, des véhicules équipés.
- sources non scellées (solutions). Elles nécessitent également des équipements spéciaux.

Au sein de chaque laboratoire, il y a des agents secouristes du travail qui font partie du Comité d'hygiène et de sécurité. Ils sont aptent à apporter les premiers secours.

##### **3. Environnement**

Dans les laboratoires, il y a une absence totale de pollution. En effet, toutes les solutions inutilisées ou déchets sont récupérées et une fois par an, une entreprise de récupération vient les chercher pour les recycler.

##### **4. Responsabilité**

Chaque personne est entièrement responsable des résultats qu'elle fournit pour n'importe quelle expérience.

## **II. Les agents de l'INRA**

### **1. Recrutement**

Les agents sont recrutés sur concours selon leur niveau d'étude. Après admission au concours, ils doivent faire un stage d'environ un an ayant comme finalité la titularisation du nouvel employé. L'agent a alors des garanties d'emploi, d'avancement.

Cependant, à l'heure actuelle, le recrutement tend vers zéro. En effet, pour trois départs, il n'y a plus qu'un remplacement. Au niveau scientifique, il y a toutefois plus de recrutement.

### **2. Suivi de carrière**

Le changement d'échelon est automatique en fonction de l'ancienneté au sein d'une classe. Le changement de grade se fait sur concours. Celui-ci est d'autant plus difficile s'il occasionne un changement de catégorie.

### **3. Evaluation**

Les chargés de recherche et les directeurs de recherche sont évalués tous les deux ans en fonction des missions qu'ils ont effectuées, des publications qu'ils ont faites...

Les ingénieurs, techniciens et administratifs ont un entretien annuel avec leur responsable direct.

### **4. Formation**

Les agents ont la possibilité de suivre une formation au sein même de l'INRA. Elle a pour objet de maintenir et développer les qualifications et de soutenir les projets personnels. Elle constitue l'un des axes prioritaires de la politique des ressources humaines. Elle permet aux agents d'acquérir des connaissances plus approfondies sur leur métier et des compétences complémentaires mais également de se préparer aux concours internes.

Il existe également une formation à la prévention.

## **III. Relation entre les différents agents**

Au sein de l'Unité, il y a deux pôles de recherche :

- transfert hydrique et physique du sol ;
- chimie, géochimie, environnement.

Chacun intervient au sein de ces deux pôles en fonction de ses compétences personnelles.

Les relations sont particulières à chaque type d'administration. Au sein de l'Unité, j'ai ressenti une ambiance détendue aussi bien entre les agents, qu'entre les agents et les stagiaires. D'ailleurs, personne n'hésite à aider les autres. Il est vrai que les personnes présentes dans la station sont en majorité assez jeunes. Cet ensemble m'a permis de m'intégrer rapidement et de me sentir tout à fait à mon aise.



## CONCLUSION

Au cours de ce stage, j'ai eu un aperçu vraiment concret des applications de la chimie dans le monde de la recherche. De plus, j'ai pu constater que la présence d'un technicien est indispensable dans ce milieu pour "superviser" les laboratoires. J'ai également pu remarquer que la rigueur est indispensable pour contribuer de façon rentable à l'avance d'une étude.

Je pense que même si je n'ai pas eu une réelle approche de l'univers de l'entreprise, j'ai pu me familiariser avec le travail en équipe d'autant plus que l'ambiance était fort sympathique ce qui m'a permis de trouver ma place très facilement. Je me suis vraiment sentie à mon aise et j'espère que dans l'avenir, je pourrais à nouveau vivre des expériences aussi intéressantes dans la chimie.



## BIBLIOGRAPHIE

SHIMADZU - Instruction manual, total organic carbon analyzer - Model TOC-5050A.

SHIMADZU, 1995 - Analyseur carbone organique total - Modèle TOC-5050A.

(Touzart et Matignon).

89-90 Regard sur l'INRA, 1991