

---

Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

## **TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)**

### **PROJET DE FIN D'ETUDES**

<p><b>ETUDE ET OPTIMISATION DU PHENOMENE DE LA DECARBONATATION DE L'EAU MINERALE AIN SAISS</b></p>
--

**Présenté par :**

- Mr.MECHROUT Monir

**Encadré par :**

- Mme EL AMRANI Jamila à Sotherma

- Pr.CHAOUQI Mohammed à FST-Fès

**Soutenu le 09 Juin 2016 devant le jury composé de :**

-Pr.J.ASSOUIK

-Pr.M.K.SKALLI

-Pr.M.CHAOUQI

**Stage effectué à Sotherma**

**Année universitaire 2015 /2016**

## DÉDICACE

*C'est avec profonde gratitude et sincères mots, que je dédie ce modeste travail de fin d'étude à **mes chers parents**, qui ont sacrifié leur vie pour notre réussite et nous ont éclairé le chemin par leurs conseils judicieux.*

*J'espère qu'un jour, je pourrai leur rendre un peu de ce qu'ils ont fait pour moi, que dieu leur prête bonheur et longue vie.*

*Je dédie aussi ce travail à **mes sœurs, ma cousine, ma famille, mes amis**, à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

---

## REMERCIEMENTS

Mon premier remerciement va à **Allah soubhanou Wa ta hala**.

Je tiens à exprimer ici mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire et au bon déroulement de ce stage de projet de fin d'études :

**Mr. EL MIMOUNI Mourad** directeur d'exploitation de la société de Thermalisme Marocain, pour m'avoir permis réaliser ce stage au sein de SOTHERMA.

**Mme. EL AMRANI Jamila** responsable du management qualité, pour la confiance qu'elle m'a accordé en acceptant d'encadrer ce travail, sa disponibilité et ses précieux conseils tout au long de stage, qui ont grandement contribué à la qualité du travail accompli et du retour d'expérience.

**Mr. CHAOUQI Mohammed** mon encadrant de stage, pour avoir été à mon écoute, son soutien, sa gentillesse et les efforts qu'il a déployé.

**Mr. J.ASSOUIK** et **Mr.M.K.SKALLI** d'avoir accepté de juger ce travail.

**Mr. O.BENTATA**, **Mr.Y.EL KHOUJA** ainsi tous les membres de Sotherma, pour leur aides et pour m'avoir permis de réaliser ce stage dans un cadre agréable.

Pour finir, je n'oublie pas **Mr.A.BOUKIR** ainsi que tous les enseignants de la faculté des sciences et techniques FSTF, je les remercie pour leur patience, leur bonne volonté et leur gentillesse et amabilités.

## SOMMAIRE

INTRODUCTION .....	1
--------------------	---

### **PARTIE I : PRESENTATION DE L'ORGANISME D'ACCUEIL ET DU PROCESSUS DE FABRICATION DE L'EAU MINERALE**

#### **A-Présentation**

<b>I- Aperçu sur SOTHERMA</b> .....	2
I-1. Identité .....	2
I-2. Activités .....	3
I-3. Organigramme de SOTHERMA .....	3
I-4. Exploitation des eaux .....	3
I-5. Certifications de la société .....	4

#### **B-Description de processus de production**

<b>I- Processus de traitement de l'eau</b> .....	6
<b>II- Processus d'embouteillage</b> .....	7
II-1. Etapes de fabrication de la bouteille en PET .....	7
II- 2. Etapes du remplissage .....	7
II- 3. Etapes d'emballage.....	8

### **PARTIE II : Revue bibliographique**

<b>I-Définition et caractéristiques de l'eau minérale naturelle</b> .....	9
<b>II-Origine et composition chimique de l'eau minérale naturelle</b> .....	9
II-1. Origine de l'eau minérale naturelle.....	9
II-2.Composition chimique de l'eau minérale naturelle.....	10
<b>III-Paramètres de la qualité de l'eau minérale naturelle</b> .....	10

III-1. Paramètres organoleptiques.....	10
III-2. Paramètres microbiologiques.....	10
III-3. Paramètres physico-chimiques.....	11

## PARTIE III : Etude expérimentale

### PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE .....12

#### A- Identification de la nature chimique du sel formé

<b>I-Analyses qualitatives.....</b>	<b>13</b>
I-1. Préparation de la solution.....	14
I-2. Test de calcium $Ca^{2+}$ .....	14
I-3. Test de magnésium $Mg^{2+}$ .....	14
I-4. Test de carbonate $CO_3^{2-}$ .....	15
<b>II-Analyses quantitatives.....</b>	<b>16</b>
II-1. Détermination du titre hydrotimétrique TH : .....	16
II-2. Dosage des ions calcium et magnésium.....	18
II-3. Détermination de titre alcalimétrique simple et complet .....	19
II-4. Dosage des ions chlorure $Cl^-$ .....	20
<b>III- Résultats et interprétation .....</b>	<b>21</b>

#### B- Etude et optimisation des facteurs influent sur le phénomène de décarbonatation

<b>I-Détermination des facteurs qui influent sur le phénomène de décarbonatation...23</b>	<b>23</b>
I-1. Diagnostic par la méthode de brainstorming.....	23
II-2. Diagramme d'ISHIKAWA .....	24
<b>II-Etude des facteurs influents par le diagramme de Pareto .....</b>	<b>25</b>

---

II-1. Description des facteurs.....	25
II-2. Domaines expérimentales.....	26
II-3. Plan d'expérimentation.....	26
II-4. Réalisation des essais.....	27
II-5. Description de la réponse .....	27
II-6. Résultats des essais .....	27
II-7. Proposition du réglage nécessaire .....	29
<b>Conclusion.....</b>	<b>31</b>

---

## Liste des figures

**Figure 1:** schéma du processus de production de l'eau minérale Ain Saiss

**Figure 2:** Stérilisateur UV

**Figure 3:** le phénomène de la décarbonatation.

**Figure 4:** Test de carbonate  $\text{CO}_3^{2-}$ .

**Figure 5:** Echantillons à analyser.

**Figure 6 :** Evolution de la composition minéralogique.

**Figure 7 :** Evolution de TH, TA et TAC.

**Figure 8 :** les seize essais réalisés sur les bouteilles de ½ L

**Figure 9 :** Effets Pareto individuels

**Figure 10 :** Effets Pareto cumulés

---

*Liste des tableaux*

**Tableau 1:** Identité de SOTHERMA:

**Tableau 2:** Composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Harazem

**Tableau 3:** Composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saïss

**Tableau 4 :** solubilité ses sels de l'eau minérale Ain Saïss.

**Tableau 5:** Evolution de la composition minéralogique.

**Tableau 6 :** Domaines expérimentales

**Tableau 7 :** Plan d'expérimentation

**Tableau 8 :** Plan d'expérimentation avec les réponses

---

## Liste d'abréviation

**SOTHERMA** : Société du thermalisme Marocain.

**SNI** : Société nationale d'investissement.

**DAS** : DANONE Ain Saiss.

**SH** : Sidi Harazem.

**ISO** : Organisation internationale de normalisation.

**AFAQ** : Association française pour l'assurance de la qualité.

**PET** : Polyéthylène téréphtalate.

**pH** : Potentiel hydrogène.

**TH** : Titre hydrotimétrique.

**TA** : Titre alcalimétrique simple.

**TAC** : Titre alcalimétrique complet.

**VMA** : Valeur maximale admissible

**NET** : Noir d'Eriochrome

**EDTA** : Ethylène Diamine tetra-Acétique.

---

## *INTRODUCTION*

Une eau minérale naturelle correspond à une eau d'origine souterraine, faisant en général l'objet d'une exploitation commerciale, elle est produite à l'abri de tout risque de pollution, microbiologiquement saine dès l'origine, elle n'est perturbée par aucune contamination d'origine humaine. La principale caractéristique de l'eau minérale naturelle réside dans sa composition minéralogique stable qui est une exigence de la réglementation, elle présente des minéraux (calcium, magnésium, bicarbonates, chlorures...) qui lui confèrent des propriétés bénéfiques.

En particulier des sels de calcium et de magnésium, ces ions sont en équilibre à une température de 18° C et à un pH neutre, le changement de ces conditions provoquerait le dépôt de ces sels sous forme de cristaux insolubles, ce problème est connu sous le nom de la décarbonatation qui présente l'objectif de notre travail qui se déroule sur l'étude et l'optimisation du phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale naturelle Ain Saiss qui est considéré parmi les produits de la société du thermalisme marocain (sotherma).

C'est dans ce cadre, ce rapport a été rédigé sur le plan suivant :

- ✚ **La première partie :** Présentation de l'organisme d'accueil et du processus de fabrication de l'eau minérale
- ✚ **La deuxième partie :** Revue bibliographique
- ✚ **La troisième partie :** Etude expérimentale, cette partie est le vif de ce travail qui est chargée de :
  - Etudier le phénomène de la décarbonatation, en déterminant la nature chimique du sel formé.
  - Cibler les facteurs essentiels qui influencent sur ce phénomène.
  - Etudier l'effet de chaque facteur pour pouvoir l'optimiser.

## A- Présentation

### I- Aperçu sur SOTHERMA

**SOTHERMA**: filiale du Groupe SNI est la première Société de Thermalisme Marocain à avoir commercialisé l'eau minérale naturelle au Maroc sous la marque Sidi Harazem en 1968. Depuis 2002, la société a signé un accord de partenariat avec la société DANONE, et a étendu son activité avec une nouvelle marque Ain Saïss.

En 2003 SOTHERMA a obtenu l'homologation d'Ain Saïss en tant qu'eau minérale naturelle, et a lancé en 2005 le nouveau produit Danone Ain Saïss aromatisé fraise, et Danone Ain Saïss citron, qui confirme la volonté d'apporter toujours aux consommateurs de nouvelles offres correspondant mieux à leurs attentes.

En 2010 SOTHERMA a complété sa gamme par la mise en bouteille d'une Eau Minérale Naturelle Gazéifiée, Ain Saïss Pétilante.

#### I-1. Identité :

<b>Raison sociale</b>	<b>Société du Thermalisme Marocain (SOTHERMA)</b>
<b>Date de mise en service</b>	1968
<b>Adresse</b>	Km 15 ; Route de TAZA Sidi Harazem
<b>Statut juridique</b>	Société Anonyme (S.A)
<b>Capital Social</b>	3.000.000 DH
<b>Actionnariat</b>	SNI Partenariat avec le Groupe DANONE
<b>Effectif du personnel</b>	172 personnes
<b>Capacité de production installée</b>	24.500 bouteilles / heure
<b>Surface totale</b>	16.355 m <sup>2</sup>
<b>Surface couverte</b>	5672 m <sup>2</sup>
<b>Produits</b>	Eau Sidi Harazem + Eau Danone Ain Saïss
<b>Moyen de distribution</b>	108 camions / ONCF

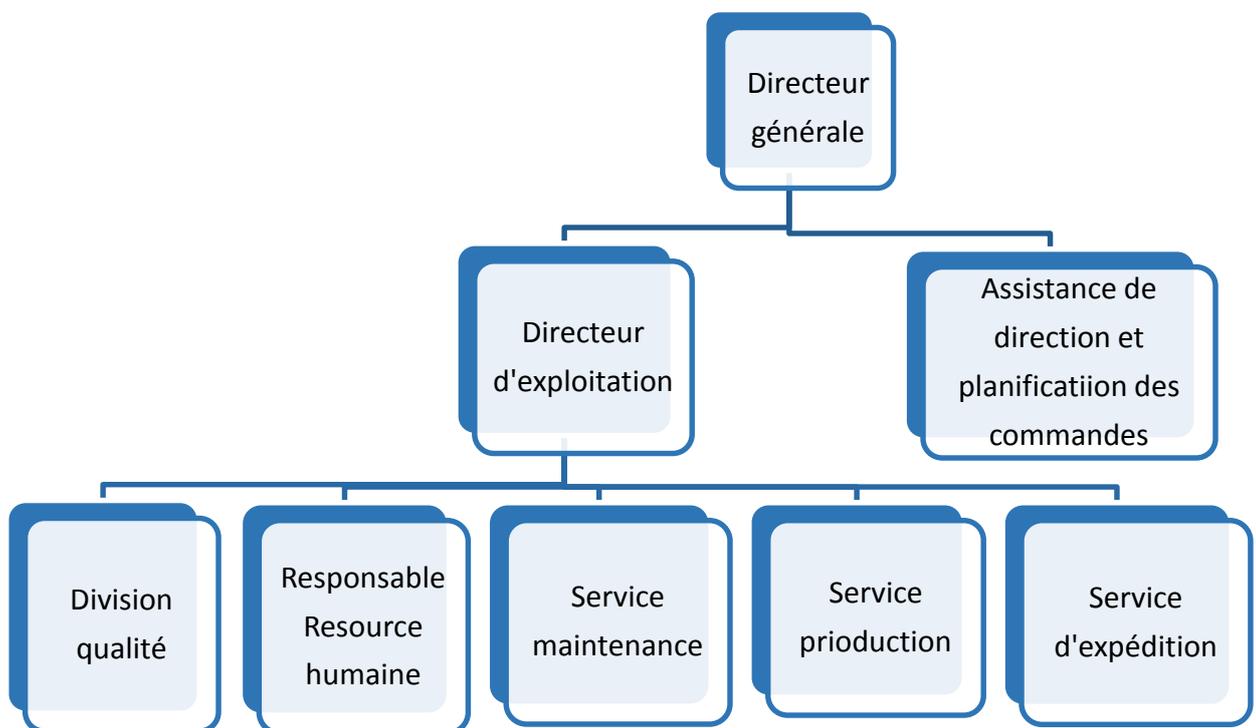
Tableau 1 : Identité de sotherma.

## I-2. Activités :

L'activité de SOTHERMA consiste en :

- ✓ Captage des eaux de source et de leur acheminement jusqu'à l'usine d'embouteillage.
- ✓ Fabrication des bouteilles, leur remplissage et leur conditionnement.
- ✓ Production des boissons à base d'eau minérale.
- ✓ Distribution des produits à travers tout le Maroc et commercialisation à l'export

## I-3. Organigramme :



## I-4. Exploitation des eaux :

Les sources de Sidi Harazem prennent naissance dans un massif de travertin. La principale est dite source de « Sidi Harazem », elle émerge à une température entre 32°C à 33°C. Aujourd'hui comme autrefois, les gens viennent à Sidi Harazem, attirés non seulement par le tourisme mais aussi et surtout pour boire directement gratuitement l'eau à la source publique. Le site de Sidi Harazem et ses eaux constituent donc des valeurs qu'il convient de sauvegarder et valoriser.

Pour exploiter les eaux de Sidi Harazem à l'échelle industrielle, SOTHERMA a été créé et mise en service en 1968. Le forage artésien est exécuté sur une profondeur de 90m dans une zone de verdure protégée par une clôture et ayant 2,5 hectares de superficie. C'est une zone qui est interdit au public.

L'eau de Sidi Harazem est recommandée pour les affections rénales, biliaires, la goutte, hépatiques ; l'uricémie et l'hypercholestérolémie. De plus, Sidi Harazem peut servir à la consommation courante comme eau de table.

Minéraux	Calcium	Magnésium	sodium	potassium	bicarbonate	Nitrate	Sulfate	chlorures
<b>Quantité en mg/l</b>	70	40	120	8	355	4	20	220

**Tableau 2 :** Composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Harazem.

Réputée pour son eau Sidi Harazem , SOTHERMA a lancé une Nouvelle Eau : Danone Ain Saïss, qui est une eau minérale naturelle captée par un forage de 750 m de profondeur rocheuse calcique, abritée par les montagnes du Moyen Atlas et du Rif au cœur de la plaine de Saïss. Il s'agit d'une eau plate bicarbonatée magnésienne, non gazeuse, peu minéralisée. L'usine se trouve en contrebas par rapport au point de forage avec une distance de 14 km, ce qui donne une pression d'eau à l'arrivée de 4 bars. Le débit exploité est de 11 à 12 litre / seconde.

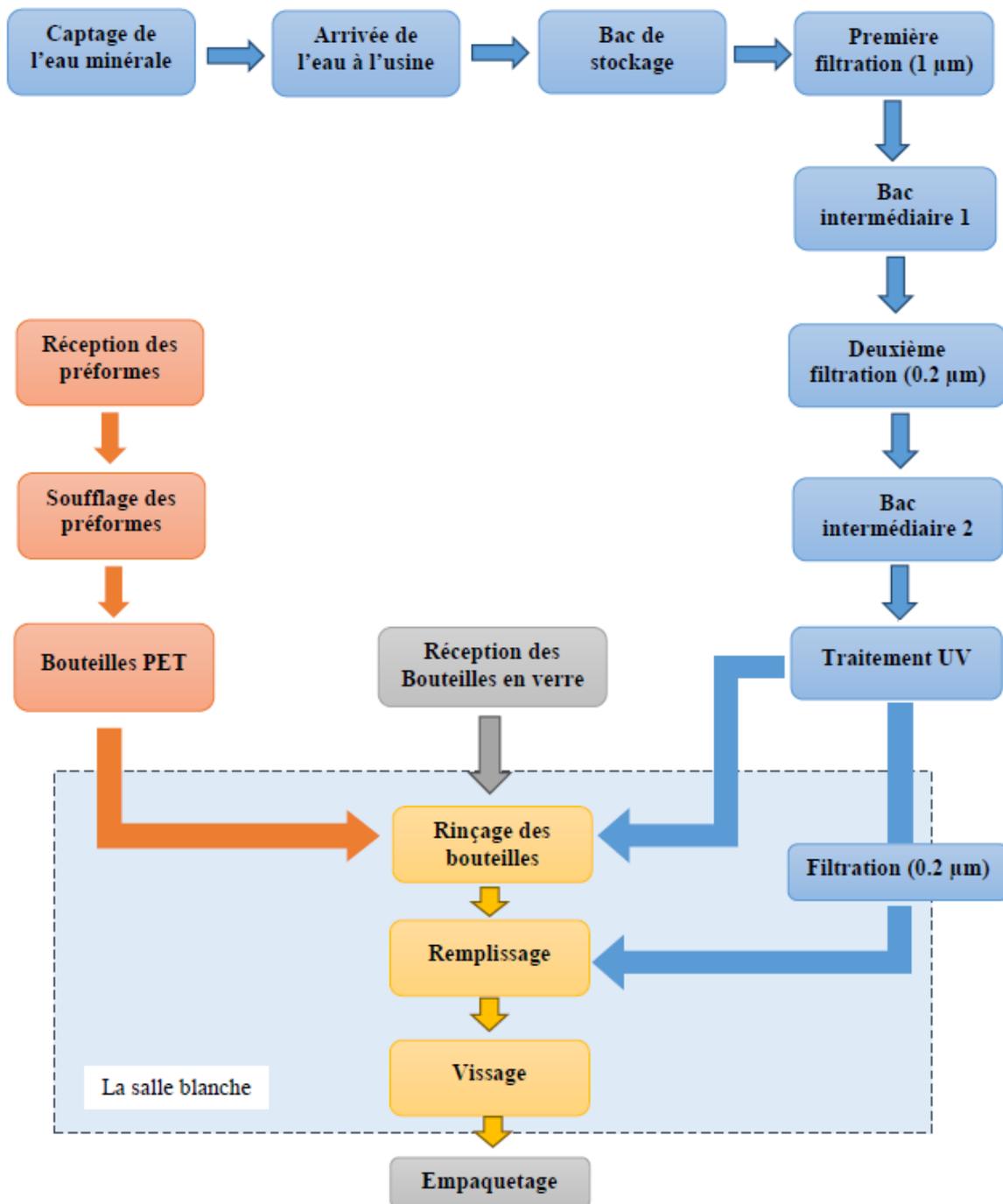
Minéraux	Calcium	Magnésium	Sodium	Potassium	Bicarbonate	Nitrate	Sulfate	Chlorures
<b>Quantité en mg/l</b>	63,5	35,5	8	1	372	7	3,8	19 ;8

**Tableau 3 :** Composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saïss

### **I-5. Les certifications de la société :**

- La certification ISO 9002, version 94 décerné par le ministre de l'industrie et de commerce.
- Le 1er renouvellement du certificat selon les exigences de la norme iso 9001, version 2000 en juin 2002 par l'AFAQ.
- La mise en place et l'évaluation par l'AFAQ du système HACCP en juillet 2003.
- Le 2eme renouvellement du certificat « avec zéro écart » selon les exigences de la norme ISO 9001 version 2000 en juillet 2005 par l'AFAQ.

## B- Description de processus de production



**Figure 1:** Schéma du processus de production de l'eau minérale Ain Saïss.

## I- Processus de traitement de l'eau :

Le traitement de l'eau constitue l'ensemble des opérations nécessaires pour produire une eau purifiée, hygiénique, douce et agréable à consommer.

### I-1. Filtration :

C'est une opération primordiale, elle s'effectue en 2 étapes, en utilisant différents types de filtres.

- **Première filtration:** est réalisée par un filtre qui a un seuil de coupure de  $1\ \mu\text{m}$ , le but de cette filtration est de retenir les particules en suspension (sable, bous...) contenues dans l'eau, afin d'éviter le colmatage de l'entrée des fibres des modules de la deuxième filtration.
- **Deuxième filtration:** est une microfiltration sur des fibres creuses microporeuses. Les membranes ont un seuil de coupure de  $0,2\ \mu\text{m}$ , et éliminent de ce fait l'ensemble des bactéries et virus contenus éventuellement dans l'eau.

### I-2. Stérilisation UV :

Le stérilisateur par ultra-violet est situé juste après la deuxième filtration. Le stérilisateur UV est un appareil ayant la particularité de détruire toute matière vivante et agissant contre les micro-organismes contenus accidentellement dans l'eau potable comme les bactéries, les virus, les champignons, les moisissures...

L'eau à stériliser circule entre la paroi interne de la chambre et la gaine en quartz de protection de la lampe UV qui n'est pas en contact direct avec l'eau. La géométrie de la chambre permet à l'eau de décrire un mouvement en spirale, ce qui a pour conséquence d'augmenter le temps d'exposition des micro-organismes aux UV, rendant l'action encore plus efficace.



**Figure 2 : Stérilisateur UV**

---

## II. Processus d'embouteillage :

### II-1. Etapes de fabrication de la bouteille en PET:

#### a-Réception préforme :

Les Préformes sont chargées dans une trémie qui alimente la souffleuse à l'aide d'un convoyeur à préformes.

#### b- Chauffage :

Afin de réaliser le soufflage et de stériliser en même temps les préformes, un dispositif complet constitué de lampes et de ventilateur permet un chauffage de la préforme sur toutes ses zones, Le jet d'air du ventilateur favorise le transfert de chaleur vers la préforme.

#### c- Soufflage :

La préforme chauffée passe directement dans le moule où il sera étirée à basse pression 11 bars par la tige d'étirage, après étirage la préforme par l'air désinfecté à pression 40 bars contre les parois de moule pour prendre la forme de la bouteille. La souffleuse comporte 8 moules de cadence 2800/h bouteilles chacun.

#### d-Convois des bouteilles :

Le Convoi des bouteilles vers la salle blanche est effectué par de l'air circulant à une certaine vitesse par des convoyeurs.

### II-2. Etapes de remplissage : (la salle blanche)

C'est une salle hermétique bien entretenue du point de vue hygiénique car elle constitue un point critique dans le processus d'embouteillage.

#### a-Rinçage :

Une fois les bouteilles arrivent à la salle blanche elles subissent un rinçage avec de l'eau traitée pour éliminer les germes qui peuvent se trouver à l'intérieur des bouteilles.

#### b-Remplissage :

L'eau Ain Saïss ou Sidi Harazem filtrée est stérile passe à l'étape de mise en bouteilles dite de remplissage. La machine de remplissage appelée Souttireuse.

#### c-Vissage :

Après le remplissage des bouteilles, il y a passage de ces dernières dans une bouchonneuse afin qu'un bouchon leur soit mis et serré d'une façon à ce qu'elle soit étanche.

---

### **II-3. Etapes d'emballage :**

Les bouteilles en PET étiquetées et datées, sont emballées en pack de six bouteilles par les films en plastique. Les bouteilles en verre étiquetées et datées sont mises dans des cartons de 20 bouteilles.

#### **a-Palettisation:**

Après emballage les packs vont être placés dans des palettes et sont emballés par un film thermo rétractable à l'aide d'une fardeleuse.

#### **b-Stockage:**

Le produit fini est stocké dans un endroit aéré pendant une durée de 5 jours, pour donner les résultats des analyses microbiologiques.

#### **c-Expédition:**

Après autorisation d'expédition par le laboratoire, le produit fini est libéré pour la distribution et la vente.

### **I-Définition et caractéristiques de l'eau minérale naturelle :**

L'eau minérale naturelle est une appellation qui désigne une catégorie d'eau vendue en bouteille. Elle est définie par un certain nombre de caractéristiques selon les réglementations. L'eau minérale naturelle est une eau qui se distingue nettement de l'eau de boisson ordinaire du fait que:

- Elle est caractérisée par sa teneur en certains sels minéraux et la présence d'oligo-éléments;
- Elle provient directement de nappes souterraines par des émergences naturelles ou forcées pour lesquelles toutes les précautions devraient être prises afin d'éviter toute pollution ou influence extérieure sur les propriétés physiques et chimiques de l'eau minérale naturelle;
- Elle est constante dans sa composition et stable dans son débit et sa température.
- Elle est captée dans des conditions qui garantissent la pureté microbiologique et la composition chimique de ses constituants essentiels;
- Elle est conditionnée à proximité de l'émergence de la source avec des précautions d'hygiène particulières;
- Elle n'est soumise à aucun traitement autre que ceux autorisés par la norme CODEX STAN 108-1981, à savoir la séparation de constituants instables, tels que les composés contenant du fer, du manganèse, du soufre ou de l'arsenic, par décantation et/ou filtration.

### **II- L'origine et la composition chimique de l'eau minérale naturelle**

#### **II-1. L'origine de l'eau minérale naturelle**

La quasi- totalité des eaux minérales naturelles a une origine météorique : l'eau de pluie traverse l'atmosphère chargée en dioxyde de carbone. Au cours de son infiltration dans les sous-sols, elle va solubiliser des sels minéraux des roches qui misent en contact avec cette eau par l'action de l'eau chargée en CO<sub>2</sub>. Après dissolution les sels perdent leur individualité et mise en équilibre cation-anion.

Les eaux minérales naturelles séjournent très longtemps (parfois près de 10 000 ans) au contact de roches dans des couches profondes avant de revenir vers la surface par l'émergence

## II-2. Composition chimique de l'eau minérale naturelle

Les eaux minérales naturelles ne sont pas des eaux pures. Elles contiennent des espèces dissoutes nommées des sels minéraux qui se retrouvent dans l'eau sous forme d'ions. Ces ions sont :

- Les ions constitutifs ou originaux :  $\text{H}_3\text{O}^+$  et  $\text{OH}^-$
- Les ions principaux :  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$
- Les ions secondaires :  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  et,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  etc.

Plus ces ions certaines eaux minérales naturelles contiennent des gaz dissous tels :  $\text{CO}_2$  exemple Oulmès et  $\text{H}_2\text{S}$  exemple Moulay Yakoub.

## III- Paramètres de la qualité de l'eau minérale naturelle :

L'eau minérale naturelle ne doit contenir en quantités dangereuses ni microorganismes, ni substances chimiques nocifs pour la santé, en outre elle doit être aussi agréable à boire que les circonstances le permettent.

La qualité des eaux minérales naturelles au Maroc est définie par la norme NM 03.7.001, qui précise les références de qualité à respecter pour un certain nombre de paramètres. Les valeurs mesurées pour ces paramètres ne devraient pas être supérieures aux "valeur maximale admissible" (VMA). (Annexes 1; 2)

Ces paramètres de qualité sont regroupés en trois catégories :

### III-1. Paramètres organoleptiques :

L'eau doit être agréable à boire, claire, fraîche et sans odeur. C'est principalement par ces aspects que le consommateur apprécie la qualité d'une eau.

### III-2. Paramètres microbiologiques :

L'eau ne doit pas contenir des germes (bactéries, virus, parasites...) qui provoqueraient des maladies chez les consommateurs, tel que :

- Les germes totaux,
- Les coliformes totaux,
- Les coliformes fécaux,

- Les streptocoques fécaux,
- Les levures et moisissures,
- Les anaérobies Sulfito Réducteurs.

#### III-4. Paramètres physico-chimiques :

Au contact prolongé du sol, les eaux se chargent de certains éléments minéraux tels que : les chlorures, les sulfates, le magnésium, le sodium et le potassium, dont les limites de concentration fixées correspondent à des préoccupations sanitaires. La température, la conductivité, le pH, la turbidité, TAC, TH, TA,  $[Ca^{2+}]$ ,  $[HCO_3^-]$  et  $[Cl^-]$  sont également prisent compte.

- **La température:** La température de l'eau est un paramètre de confort pour les consommateurs, elle permet de corriger les paramètres d'analyse dont les valeurs sont liées à la température. Elle agit aussi comme un facteur physiologique agissant sur le métabolisme de croissance des micro-organismes vivant dans l'eau.
- **Le pH : (potentiel Hydrogène)** est l'un des caractéristiques fondamentales de l'eau. Celui-ci est représentatif de la concentration en ions  $H^+$  dans l'eau.
- **La Conductivité:** La conductivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes, la mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la quantité des sels dissous dans l'eau, elle est exprimée en micro-siemens par centimètre ( $\mu S/cm$ ).
- **La turbidité:** La turbidité est la représentative de la transparence d'une eau. Cette transparence peut être affectée par la présence de particules en suspension et de matières colloïdales dans l'eau (argiles, micro-organismes...).
- **Le titre hydrotimétrique (TH) :** Plus communément désigné par le terme "dureté", est un indicateur de la minéralisation de l'eau. Il correspond à la somme des concentrations en calcium ( $Ca^{2+}$ ) et magnésium ( $Mg^{2+}$ ).
- **Le titre alcalimétrique (TA) :** Le titre alcalimétrique d'une eau permet de connaître sa concentration en carbonates ( $CO_3^{2-}$ ) et en bases fortes, autrement dit son alcalinité.
- **Le titre alcalimétrique complet (TAC):** Le titre alcalimétrique complet d'une eau correspond à la présence d'espèces basiques telles que les ions hydroxyde ( $OH^-$ ), les ions carbonates ( $CO_3^{2-}$ ), les ions hydrogénocarbonates ( $HCO_3^-$ ).

### ✚ Présentation de la problématique :

Le produit eau minérale plate Ain Saïss conditionné en verre est un produit de haute qualité, sa production est destinée vers les hôtels et les restaurants de luxe, ce produit prestigieux connaît un problème persistant exprimé par une instabilité chimique des minéraux au cours du stockage, ce problème est connu sous le nom de la décarbonatation, qui est un processus physico-chimique lié à la minéralisation de l'eau minérale qui aboutit à un changement d'état physique, exprimé par l'apparition des petits cristaux blanchâtres à la surface intérieure de la paroi de quelques bouteilles d'eau plate Ain Saïss conditionnées en verre. (Figure 3)

Des cristaux de sel blanchâtre



**Figure 3:** Le phénomène de la décarbonatation

Donc afin de maîtriser la qualité du produit pendant le stockage, il est nécessaire de déterminer et d'étudier l'effet de certains facteurs qui déclenche certaines réactions de précipitation et par la suite l'instabilité des sels minéraux qui entraînent une perte de la qualité sensorielle du produit Ain Saïss et l'image de la société chez les clients, et surtout que la société est certifiée par ISO 9001 version 2008.

## A- Identification de la nature chimique du sel formé :

L'eau minérale contient de nombreux ions ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  ...), et selon les conditions physico-chimiques (Température, pression...) dans lesquelles cette eau est conditionnée, ces minéraux peuvent précipiter et donnent naissance à des sels insolubles de différente nature, d'où la nécessité d'identifier la composition chimique des cristaux formés par le phénomène de décarbonatation.

## I-Analyses qualitatives:

L'eau minérale Ain Saïss contient beaucoup de sels dissous sous forme d'ions, en particulier des sels de calcium et de magnésium, ces ions sont en équilibre à une température de  $18^\circ \text{C}$  et à un pH neutre, le changement de ces conditions provoquerait le dépôt de ces sels sous forme de cristaux insolubles.

Parmi ces sels le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) et le carbonate de magnésium ( $\text{MgCO}_3$ ) sont les éléments qui ont plus tendance à se déposer, par ce qu'ils possèdent la solubilité la plus faible. (Tableau 4)

Composé	Solubilité g/l
$\text{CaCO}_3$	0.0061
$\text{MgCO}_3$	0.39
$\text{CaSO}_4$	2.65
$\text{MgSO}_4$	337
$\text{MgCl}_2$	542

**Tableau 4** : Solubilité des sels de l'eau minérale Ain Saïss à  $25^\circ \text{C}$ .

D'après ce tableau, on remarque que le sel le plus probable de se déposer est le  $\text{CaCO}_3$ , à cet effet, on a décidé de procéder à des analyses qualitatives et quantitatives des ions :  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  et  $\text{Mg}^{2+}$

### I-1- Préparation de la solution :

- Récupérer le sel blanchâtre formé sur la paroi du cône de la bouteille
- Solubiliser ce dernier par quelques gouttes d'un acide concentré (HCl)
- Ajouter une quantité suffisante de l'eau distillée afin de diluer la solution

**NB :** on a préparé une solution pour chaque test.

### I-2- Test de calcium $\text{Ca}^{2+}$ :

#### a-Principe :

Quand une solution d'oxalate d'ammonium  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  est ajoutée à une solution contenant des ions de calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ), un précipité blanc d'oxalate de calcium  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  est formé. L'équation de la réaction est la suivante :



#### b-Mode opératoire :

- Ajouter à la solution préparée, 2 ml d'oxalate d'ammonium concentré.

#### c-Résultat :

La formation d'un précipité blanc, ce qui montre la présence des ions de calcium  $\text{Ca}^{2+}$ .

### I-3- Test de magnésium $\text{Mg}^{2+}$ :

#### a-Principe :

L'ajout d'une solution de jaune de thiazole et NaOH à une solution contenant des ions  $\text{Mg}^{2+}$  provoque la formation d'un précipité rouge rosé.

#### b-Mode opératoire :

- Ajouter à la solution préparée, environ 1 ml de la solution de jaune thiazole (1g de poudre de jaune thiazole pour 1 litre d'eau distillée) et 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (1M).

#### c-Résultat :

Il n'y a pas une formation du précipité rouge rosé, donc la solution ne contient pas des ions  $\text{Mg}^{2+}$ .

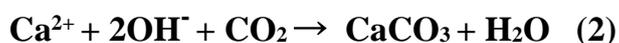
#### I-4-Test de carbonate $\text{CO}_3^{2-}$ :

##### a-Principe :

L'addition d'acide chlorhydrique à une solution contenant des ions carbonate  $\text{CO}_3^{2-}$  provoque la production du gaz carbonique  $\text{CO}_2$  selon la réaction (1).



Le gaz carbonique est mis en évidence par barbotage dans l'eau de la chaux qui se trouble selon la réaction (2) :



##### b-Mode opératoire :

- Dans un erlenmeyer, placer la solution préparée.
- Ajouter 2 ml de l'acide chlorhydrique concentré.
- Placer le tube à dégagement sur l'erlenmeyer qui contient la solution, plonger l'autre extrémité du tube dans l'eau de chaux contenue dans un autre erlenmeyer.



Figure 4 : Test de carbonate  $\text{CO}_3^{2-}$

**c-Résultat :**

L'eau de la chaux est devenue trouble ce qui montre le dégagement du gaz carbonique et par la suite l'existence des ions  $\text{CO}_3^{2-}$ .

**II- Analyses quantitatives :**

Pour confirmer les résultats des analyses qualitatives, nous avons procédé à des analyses quantitatives de tous les éléments chimiques présents dans l'eau minérale Ain Saïss.

Il s'agit d'une comparaison de la composition minéralogique d'un échantillon décarbonaté et d'un autre sain (Témoin). (Figure 5)



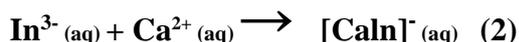
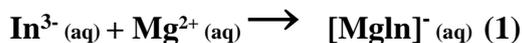
Figure 5 : Echantillons à analyser

**II-1- Détermination du titre hydrotimétrique TH :****a-Mode opératoire :**

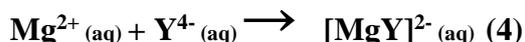
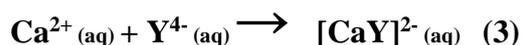
- Introduire dans un erlenmeyer de 250 ml, 100 ml de l'eau minérale naturelle DAS mesurée à l'aide d'une éprouvette.
- Ajouter 5 ml de la solution tampon de pH=10.
- Ajouter un peu de l'indicateur coloré noir d'Eriochrome T (NET).
- Titrer à la burette à l'aide de la solution EDTA, au terme de la réaction la solution passe du rouge-violet au bleu.
- Noter le volume d'EDTA utilisé.

### b-Réactions :

À pH = 10, le noir d'Eriochrome T est bleu, on le note  $\text{In}^{3-}(\text{aq})$ . En présence d'ions calcium  $\text{Ca}^{2+}(\text{aq})$  et magnésium  $\text{Mg}^{2+}(\text{aq})$ , le NET forme deux ions complexes, notés  $[\text{Caln}]^{-}(\text{aq})$  et  $[\text{Mgln}]^{-}(\text{aq})$  de couleur rouge violet selon les réactions (1) et (2).



En milieu basique, les ions calcium  $\text{Ca}^{2+}(\text{aq})$  et magnésium  $\text{Mg}^{2+}(\text{aq})$ , contenus dans l'eau minérale DAS réagissent avec les ions éthylène diamine tétra acétate, ou EDTA, notés  $\text{Y}^{4-}(\text{aq})$ , pour former des ions complexes très stables et incolores selon les réactions totales (3) et (4).



Ensuite l'EDTA détruit les complexes  $[\text{Mgln}]^{-}(\text{aq})$  et  $[\text{Caln}]^{-}(\text{aq})$ , libérant ainsi le NET ce qui se traduit par le virage de la couleur du rouge violet au bleu (réaction 5)



### c-Expression des résultats :

La dureté de l'eau est exprimée par le degré français ( $^{\circ}\text{F}$ ).

$\text{TH} (^{\circ}\text{F}) = 2 * V_{\text{EDTA}} (\text{ml})$
--

## II-3- Dosage des ions Calcium et Magnésium :

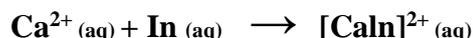
### a-Principe de dosage : complexométrie

Dans ce dosage on dose seulement les ions  $\text{Ca}^{2+}$ , contenus dans l'eau minérale naturelle par une solution de l'EDTA, la dureté calcique peut être évaluée à un pH au moins égal à 12, en présence de Murexide. En effet, à ce pH, les ions  $\text{Mg}^{2+}$  sont précipités sous forme de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , et ne sont pas dosés. La dureté magnésienne s'obtient par la différence entre la dureté totale et la dureté calcique.

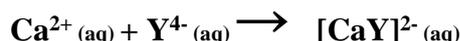
### b-Réactions :

À pH environ 12 l'indicateur coloré NET n'est plus utilisable, on choisit alors un autre indicateur coloré : Murexide noté In.

En présence de  $\text{Ca}^{2+}$ , le murexide forme un ion complexe, noté  $[\text{CaIn}]^{2+}$ , de couleur rose selon la réaction suivante :



En milieu basique, les ions calcium  $\text{Ca}^{2+}(\text{aq})$ , contenus dans l'eau minérale DAS réagissent avec les ions éthylène diamine tétra acétate (EDTA), noté  $\text{Y}^{4-}(\text{aq})$ , pour former des ions complexes très stables et incolores selon la réaction suivante :



Ensuite l'EDTA détruit les complexes  $[\text{CaIn}]^{2+}(\text{aq})$ , libérant ainsi le Murexide ce qui se traduit par le virage de la couleur du rose au bleu, la réaction est la suivante :



### c-Mode opératoire :

- Pipeter 20 ml de l'eau minérale naturelle à l'aide de pipette
- Introduire dans un erlenmeyer de 250 ml
- Ajouter 3 à 4 ml de la solution de KOH
- Ajouter l'indicateur coloré Murexide
- Titrer par l'EDTA jusqu'à au point du virage rose au violet

#### d-Expression des résultats :

$$\begin{aligned} [\text{Ca}^{2+}] &= V_1 * 2 * 20 \\ [\text{Mg}^{2+}] &= (V_i / 5 - V_2) * 2 * 12.15 \end{aligned}$$

$V_1$  : Le volume d'EDTA versé (mg).

$V_i$  : Le volume d'EDTA versé dans le dosage du TH (mg)

$[\text{Ca}^{2+}]$  et  $[\text{Mg}^{2+}]$  exprimés en mg/l

## II-2- Détermination de titre alcalimétrique simple et complet TA & TAC :

### a-Principe de dosage : réaction acide-base :

Les titres alcalimétriques simple et complet d'une solution sont déterminés à partir de la neutralisation de cette solution par l'acide chlorhydrique. Ce dosage correspond à la formation de  $\text{H}_2\text{CO}_3$ .



**NB** : Le T.A. et le T.A.C s'expriment en degré français.

### b-Mode opératoire :

- Introduire dans un erlenmeyer de 250 ml, 100 ml de l'eau minérale naturelle DAS mesurée à l'aide d'une éprouvette.
- Ajouter quelques gouttes de la phénolphtaléine.
- Faire le titrage par une solution de l'acide chlorhydrique 0.1 N, jusqu'au virage du rose à la l'incolor.
- Noter le volume de HCl versé  $V_1$ .
- Ajouter quelques gouttes de méthyle orange.
- Compléter le dosage jusqu'au virage rouge brique, noter le volume  $V_2$

### C-Expression es résultats :

$$\begin{aligned} \text{TAC } (^{\circ}\text{F}) &= V_2 \text{ (ml)} * 5 \\ \text{TA } (^{\circ}\text{F}) &= V_1 \text{ (ml)} * 5 \\ [\text{HCO}_3^-] \text{ (mg/l)} &= \text{TAC} * 12.2 \end{aligned}$$

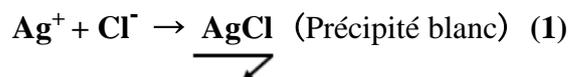
### II-4- Dosage des ions Chlorure Cl<sup>-</sup> :

L'ion chlorure constitue l'anion le plus important après l'hydrogencarbonate et sulfate, la teneur en Cl<sup>-</sup> dépend fortement de l'origine de l'eau et de la nature du terrain.

#### a-Principe de dosage :

Le chlorure est titré par nitrate d'argent en présence de chromate de potassium comme indicateur de fin de réaction, le terme de la réaction mise en évidence par la formation de chromate d'argent (orange).

Avant l'équivalence, les ions argent Ag<sup>+</sup> réagissent avec les ions chlorure Cl<sup>-</sup>, au fur et à mesure que l'on verse des ions Ag<sup>+</sup>, il se forme le précipité blanc AgCl selon la réaction (1).



Après l'équivalence, il ne reste plus d'ions Cl<sup>-</sup> en solution, les ions argent Ag<sup>+</sup> versés en excès, réagissent avec les ions chromate CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> et donnent un précipité orange Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. (Réaction 2).



#### b-Mode opératoire :

- Prélever 100 ml de l'eau minérale naturelle à l'aide de l'éprouvette et introduire dans un erlenmeyer de 250 ml.
- Ajouter quelques gouttes de chromate de potassium K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.
- Titrer par une solution de nitrate d'argent AgNO<sub>3</sub> jusqu'au virage orange.

#### c-Expression des résultats :

$$[\text{Cl}^-] \text{ (mg/l)} = V_{\text{AgNO}_3} \text{ (ml)} * M$$

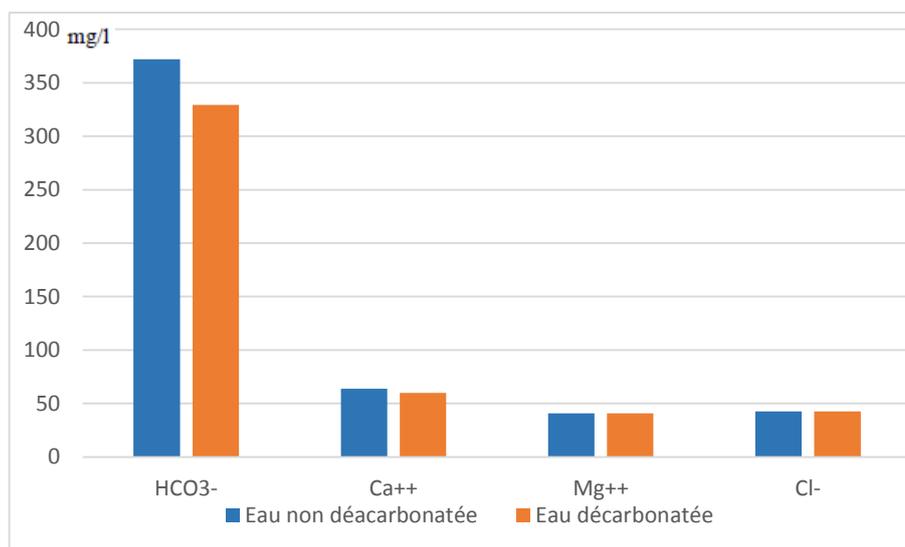
- **M** : est la masse molaire de Chlorure (Cl<sup>-</sup>) égale 35.5 g/mol

### III-Résultats :

Une comparaison des caractéristiques de l'eau minérale naturelle Ain Saiss entre une bouteille normale ( non décarbonatée) et une bouteille présente le problème du sel blanchâtre donne les résultats présentés dans le tableau suivant :

	TH (°f)	TA (°f)	TAC (°f)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/l)	Ca <sub>2</sub> <sup>+</sup> (mg/l)	Mg <sub>2</sub> <sup>+</sup> (mg/l)	Cl <sup>-</sup> (mg/l)
<b>Eau non décarbonatée</b>	32.8	0	30.5	372.1	64	40.82	42.60
<b>Eau décarbonatée</b>	26.80	0	27	329.4	40	40.82	42.60

**Tableau 5** : Evolution de la composition minéralogique



**Figure 6** : Evolution de la composition minéralogique.

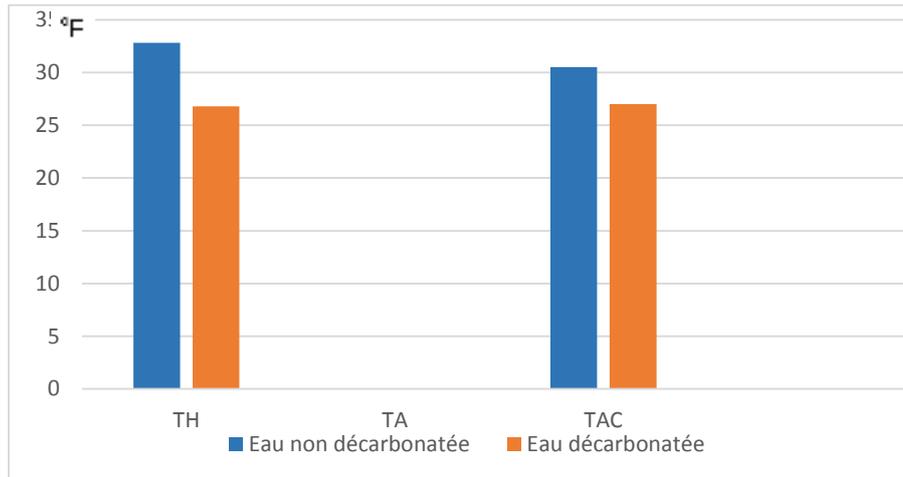


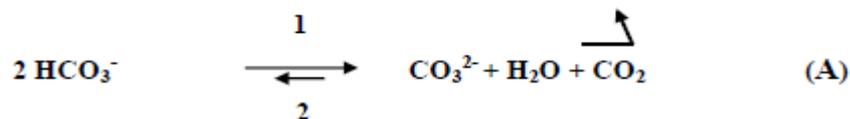
Figure 7 : Evolution de TH, TA et TAC.

#### ❖ Interprétation des résultats :

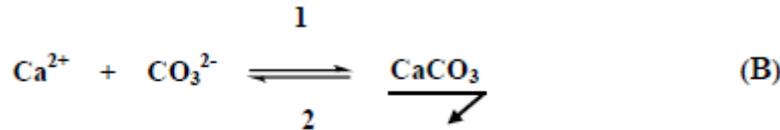
D'après les résultats obtenus dans les graphiques ci-dessus, on peut tirer les remarques suivantes :

- ✓ Diminution importante du taux du calcium et de bicarbonate en passant de l'eau non décarbonatée à l'eau décarbonatée.
- ✓ Le taux de magnésium et de chlorure ne change pas.
- ✓ Diminution importante du TH et du TAC.

L'eau contient les bicarbonates de calcium  $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$  sous une forme soluble, à chaud ces derniers se décomposent avec dégagement de  $\text{CO}_2$  suivant la réaction (A), ce qui explique la diminution importante de la concentration des bicarbonates ( $\text{HCO}_3^-$ ) :



Les ions calcium et les ions carbonate précipitent car les carbonates de calcium sont peu solubles dans l'eau, ce qui explique la diminution du taux de calcium, la réaction de précipitation est la suivante :



Le dégagement de CO<sub>2</sub> et la disparition des ions carbonates contribue à rendre la réaction (A) quasi-totale (sens 1).

En se basant sur les résultats des analyses qualitatives et des analyses quantitatives, on peut conclure que le sel précipité s'agit du carbonate de calcium **CaCO<sub>3</sub>**, qui se forme selon les réactions (A) et (B), ce qui aboutit à l'apparition des cristaux blanchâtres à la surface intérieure des parois des bouteilles avec un dégagement de CO<sub>2</sub>, C'est le phénomène de la **décarbonatation**.

## **B- Etude et optimisation des facteurs influent sur le phénomène de décarbonatation :**

L'apparition des petits cristaux, consécutive à la décarbonatation, ne se fait pas à un moment précis ce qui explique que certaines bouteilles décarbonatées peuvent présenter des cristaux plus ou moins gros ou nombreux et d'autres pas.

Donc on peut dire que la décarbonatation est un phénomène naturel est causé par l'augmentation de la température. Ce dernier facteur est difficilement contrôlable surtout à l'échelle industrielle. Mais :

- Est-ce que ce problème est causé juste par le facteur de la température ?
- Est-ce qu'il n'y a pas d'autres facteurs qui influent sur la décarbonatation de l'eau Ain Saiss ?
- Qu'est-il la nature de cet effet ?
- Comment régler ces facteurs afin de résoudre le problème de décarbonatation ?

## I- Détermination des facteurs qui influent sur le phénomène de Décarbonatation :

### I-1. Diagnostic par la méthode de brainstorming:

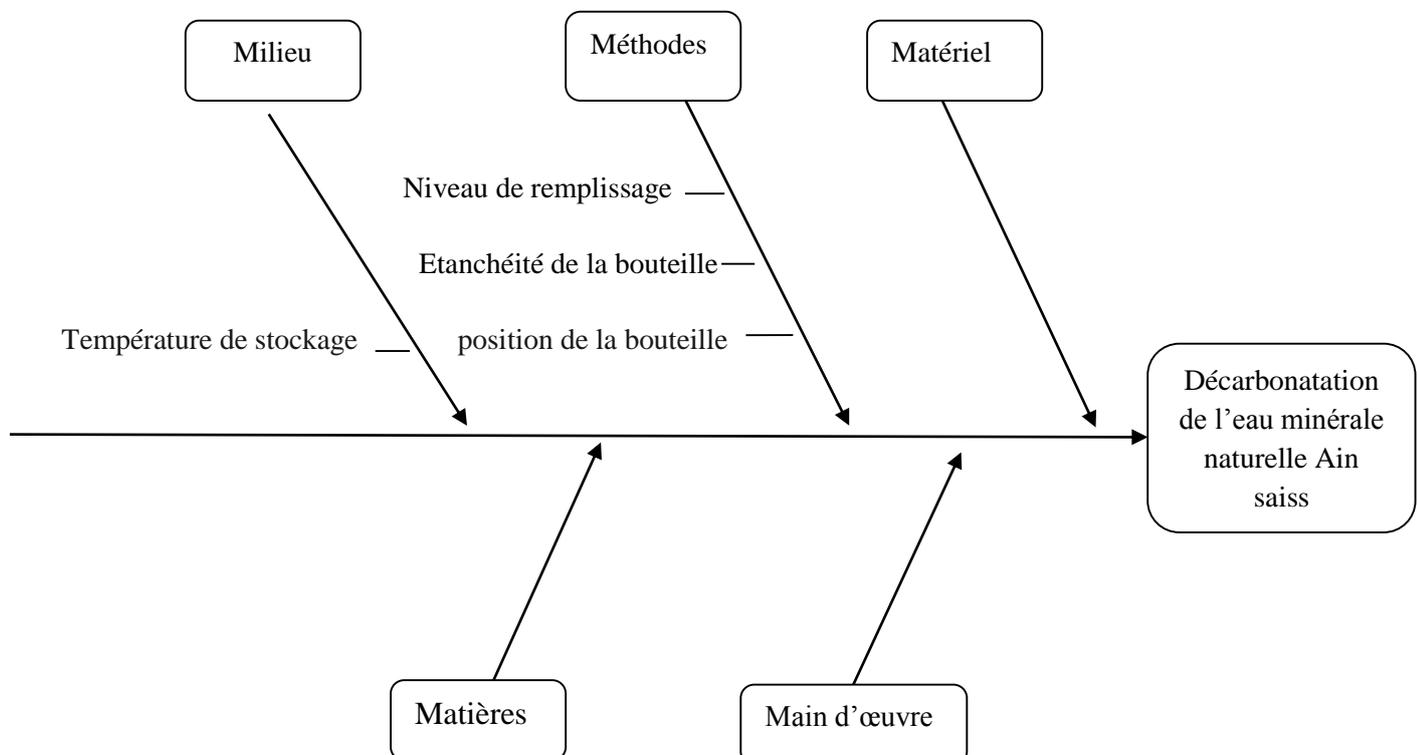
Pour le diagnostic, on a choisi la technique de brainstorming afin de faire sortir les différentes causes qui peuvent être à l'origine de ce problème, et des solutions qui peuvent nous aider pour le résoudre. (**Annexe 3**).

On a procédé par présenter le problème et le formuler sous formes des questions simples, qu'on a posées aux différents opérateurs et intervenants dans la chaîne de production de l'eau minérale Ain Saïss, et on a pu relever les causes suivantes:

1. Température de stockage
2. Position de la bouteille
3. Etanchéité de la bouteille
4. Niveau de remplissage

### I-2. Diagramme d'ISHIKAWA :

Après la détermination des facteurs potentiels, il faut les classer selon les domaines expérimentaux, pour cela on a choisi le diagramme d'Ishikawa (**Annexe 4**).



Ce diagramme nous informe sur les causes possibles de défaillance constatée, cependant il ne nous renseigne pas sur la gravité de ces causes, d'où la nécessité d'avoir recours à une autre méthode qui est le diagramme de Pareto, qui nous permet de savoir 80% des causes principales sur lesquels on va faire des traitements (**Annexe 5**).

## **II- Etude des facteurs influents par le diagramme de Pareto :**

Pour cette étude, on a choisis de travailler par le logiciel NEMRODW, ce dernier nous a permis de faire une interprétation pertinente des effets des facteurs étudiés. Mais avant, on doit décrire les différents facteurs relevés par le brainstorming :

### **II-1. Description des facteurs :**

- **Température de stockage :**

Elle représente la température du stockage dans lequel le produit Ain Saïss est stocké avant l'expédition, elle est mesurée en degré Celsius. Nous avons choisi 20 °C comme limite inférieure de la température parce qu'elle représente la température moyenne pendant l'hiver, et 45 °C comme limite supérieure est la température maximale dans le stock de la société.

- **Position de stockage :**

Parmi les techniques utilisées par la société pour remédier au problème de la décarbonatation, le changement de la position du stockage des bouteilles, les bouteilles sont stockées à l'envers dans le carton. À cet effet nous avons décidé d'étudier l'influence de cette méthode sur le phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss.

- **Étanchéité de la bouteille :**

L'étanchéité traduit l'efficacité du bouchage de la bouteille, elle est mesurée par un torque mètre et exprimée en Nm. La limite inférieure de l'étanchéité de la bouteille Ain Saïss, ainsi que la limite supérieure sont fixées par le centre expertise eau de développement industriel et ingénierie du groupe DANONE partenaire de SOTHERMA.

- **Niveau de remplissage :**

Le niveau de remplissage, indique la hauteur du liquide à partir du plan d'arasement, il est mesuré en millimètre à l'aide d'une petite règlette, On mesure alors, le nombre de centimètres qui séparent le haut du goulot et le début du liquide dans la bouteille. Le niveau maximal de remplissage et le niveau minimal sont définis par le centre expertise eau du groupe DANONE.

## II-2. Domaines expérimentales :

Facteurs	Niveau Min	Niveau max
Température de stockage	20 °C	45 °C
Position de stockage	1	2
Etanchéité de la bouteille	1.0 Nm	1.6 Nm
Niveau de remplissage	14 mm	53 mm

**Tableau 6** : Domaines expérimentales

## II-3. Plan d'expérimentation :

Puisqu'on a quatre facteurs, et pour qu'on ait toutes les combinaisons possibles, il nous faut seize essais.

Le **tableau 7** (ci-dessous) représente le plan d'expérimentation qui classe les seize expériences à effectuer. Nous allons réaliser les expériences proposées par ce plan une par une, en respectant les valeurs de chaque paramètre.

N° Exp	Température de stockage	position de stockage	Etanchéité de la bouteille	Niveau de remplissage
1	45	1	1.6	53
2	20	1	1.6	53
3	45	2	1.6	53
4	20	2	1.6	53
5	45	1	1.0	53
6	20	1	1.0	53
7	45	2	1.0	53
8	20	2	1.0	53
9	45	1	1.6	14
10	20	1	1.6	14
11	45	2	1.6	14
12	20	2	1.6	14
13	45	1	1.0	14
14	20	1	1.0	14
15	45	2	1.0	14
16	20	2	1.0	14

**Tableau 7** : Plan d'expérimentation

#### II-4. Réalisation des essais :



Figure 8 : les seize essais réalisés sur les bouteilles de ½ L

- La réalisation des essais doit se faire en respectant les conditions expérimentales.
- Chaque bouteille doit rester au minimum une période de deux semaines dans les conditions de stockage définies par le plan d'expériences avant le dosage du calcium, cette période représente la durée de stockage du produit dans la société avant l'expédition.
- Le dosage de calcium se fait selon le mode opératoire décrit dans la page (18).

#### II-5. Description de la réponse :

La réponse représente la teneur en calcium en mg/l, cette valeur doit être égale ou proche de 64 mg/l, qui est la teneur en calcium dans l'eau minérale Ain Saïss à l'arrivée d'usine. La diminution de la teneur en calcium dans l'eau montre sa précipitation sur les parois de la bouteille sous forme de  $\text{CaCO}_3$ .

#### II-6. Résultats des essais :

Après 15 jours de stockage, nous avons dosé le calcium dans les 16 bouteilles selon le mode opératoire cité précédemment. Les résultats sont présentés dans le tableau. Il faut noter que la teneur du calcium avant les essais a été 64mg/L

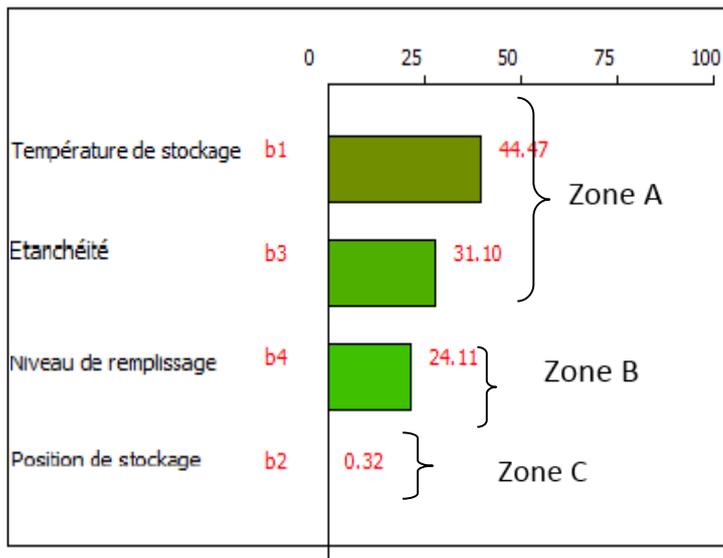
Après avoir effectué les 16 expériences et avoir pris soigneusement leurs réponses, on fait entrer ces dernières au plan d'expérimentation.

N°Exp	Température de stockage °C	position de stockage	Etanchéité de la bouteille Nm	Niveau de remplissage mm	Teneur en Calcium mg/l
1	45	1	1.6	53	61.66
2	20	1	1.6	53	63.33
3	45	2	1.6	53	62.00
4	20	2	1.6	53	63.66
5	45	1	1.0	53	57.00
6	20	1	1.0	53	62.00
7	45	2	1.0	53	57.33
8	20	2	1.0	53	62.20
9	45	1	1.6	14	58.60
10	20	1	1.6	14	61.33
11	45	2	1.6	14	59.00
12	20	2	1.6	14	61.70
13	45	1	1.0	14	48.00
14	20	1	1.0	14	60.00
15	45	2	1.0	14	49.10
16	20	2	1.0	14	60.50

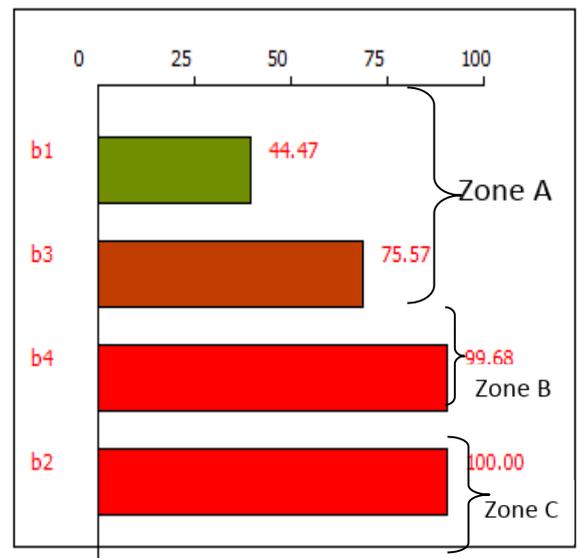
**Tableau 8** : Plan d'expérimentation avec les réponses.

Après les résultats, on passe à l'analyse graphique des effets des facteurs par le diagramme de Pareto qui va nous permet de déterminer les facteurs influents par ordre de contribution

décroissante. Il est également possible de tracer la fonction cumulée de ces contributions : les valeurs sont alors reprises et additionnées au fur et à mesure.



**Figure 10** : Effets Pareto individuels



**Figure 11** : Effets Pareto cumulés

On peut classer ce diagramme en trois zones :

- Zone A  $\Rightarrow$  70% - 76%
- Zone B  $\Rightarrow$  20% - 23%
- Zone C  $\Rightarrow$  0.1% - 0.3%

D'après Le diagramme des effets cumulés (**figure 11**), nous pouvons voir qu'à eux seuls, les deux premiers facteurs : (Température de stockage, et étanchéité) expliquent plus de 76 % de la variation de la réponse.

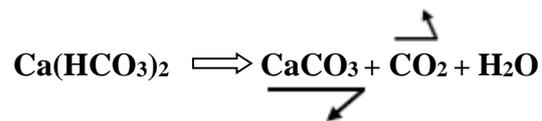
En se basant sur la loi de Pareto, on peut dire que la température de stockage et l'étanchéité de la bouteille s'avèrent être les facteurs qui influent les plus la teneur en calcium qui aboutit à la précipitation du calcium sous forme de  $\text{CaCO}_3$

## II-7. Proposition du réglage nécessaire :

Ces différentes méthodes utilisées pour résoudre le problème de décarbonatation de l'eau minérale naturelle Ain Saiss conditionnée en verre, nous a permis de savoir les facteurs qui ont plus d'influence sur le problème de décarbonatation pour pouvoir les régler, dans le but d'avoir une teneur en calcium constante.

À cet effet on a proposé le réglage suivant :

- La température de stockage doit être au niveau (18°C), cela s'explique par le fait que l'augmentation de la température favorise la décomposition de  $\text{HCO}_3^-$  en  $\text{CO}_3^{2-}$  et  $\text{CO}_2$ , favorisant ainsi la formation de  $\text{CaCO}_3$  (réaction ci-dessous).



- L'étanchéité doit être au niveau haut (1.6 Nm), pour une interdiction efficace du dégagement de  $\text{CO}_2$ , qui rend totale la réaction de la décarbonatation.

---

## CONCLUSION

Le stage ainsi réalisé au sein de la Société de Thermalisme Marocaine SOTHERMA, était une expérience enrichissante pour connaître le processus de mise en bouteille de l'eau minérale naturelle surtout que cette société est l'une de plus grande société produisant l'eau minérale naturelle au Maroc.

D'après le travail qu'on a effectué, on a constaté que la décarbonatation n'est donc pas une pollution, mais correspond à la formation d'un dépôt d'une partie des sels minéraux contenus naturellement dans l'eau minérale.

L'application des différentes méthodes de résolution des problèmes, nous a permis de traiter et de déterminer les facteurs qui ont plus d'influence sur le problème de la décarbonatation (la température de stockage et l'étanchéité de la bouteille) et donc l'optimisation de ce phénomène.

---

## Références bibliographiques

- Manuel mode opératoire de laboratoire SOTHERMA.
- Manuel de qualité SOTHERMA.
- GHAZALID.ZAID ; 2013 ; Etude de la qualité physico-chimique et bactériologique des eaux de la source AIN SALAMA-JERRI.
- Cours d'outils de la qualité de Pr.M.KSKALLI (Professeur à la faculté des sciences et techniques Fès).
- [ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/booklets/Waters/Waters\\_2007\\_FR.pdf](ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/booklets/Waters/Waters_2007_FR.pdf)
- Codex STAN 108-1981 norme codex pour les eaux minérales naturelles version 2007.

## LISTE DES ANNEXES

### Annexe N° 1 :

**Les spécifications bactériologiques des eaux minérales naturelles selon la norme NM 03.7.001**

<b>Paramètre</b>	<b>VMA</b>
Germes totaux	0 UFC dans 100ml
Coliformes totaux	100 UFC dans 100ml
Streptocoques fécaux	0 UFC dans 100ml
Levures et moisissures	5 UFC dans 100ml
Clostridium sulfito-réducteurs	2 UFC dans 20ml
Entérocoques	0 UFC dans 50ml

**Annexe N° 2 :**

**Les spécifications physico-chimiques des eaux minérales naturelles selon la norme NM 03.7.001**

<b>Paramètre</b>	<b>VMA</b>	<b>Expression des résultats</b>
pH	6,5 < p H < 8,5	-
Conductivité	2700	μS/cm à 20°C
Turbidité	5	NTU
Température	Acceptable	°C
Nitrites NO <sub>2</sub>	0.5	mg/l
Nitrates NO <sub>3</sub>	50	mg/l
Arsenic As	10	μg/l
Baryum Ba	0.7	mg/l
Cadmium Cd	3	μg/l
Manganèse	0.5	mg/l

## Annexe N°3 :

### Méthode de résolution des problèmes : le brainstorming (outil de la qualité)

« Outil de remue-méninges, tempête d'idées, technique formalisée de résolution créative de problème sous la direction d'un animateur, elle a été conçue en 1935 par Alex Osborn, vice-président de l'agence de publicité américaine BBDO. »

L'objectif de cet outil, c'est de résoudre un problème en groupe de progrès en cherchant les causes et les solutions.

C'est un travail de groupe composé d'une dizaine de participants dont un coordonnateur choisit de préférence dans plusieurs disciplines, le max d'idées devrait être exprimé et noté sur un tableau (paper-board) visible de tous.

La durée des séances pourra être de 3 à 4h chacune cela permettant de faire disparaître toutes les inhibitions, soit 1 à 2h pour garder une vivacité d'esprit plus grande.

Quoi qu'il en soit, des pauses seront ménagées entre chaque réunion pour laisser reposer les idées afin de mieux les réexaminer par la suite.

Il est utilisé pour :

- L'identification des problèmes,
- La détermination des causes,
- Recueil des données,
- La suggestion des solutions et la façon de leur mise en œuvre.

Le déroulement du brainstorming peut-être décrit en 3 étapes (chaque phase pouvant se dérouler plusieurs séances)

- ✓ Etape 1 : phase de recherche
- ✓ Etape 2 : phase de regroupement et de combinaison des idées.

✓ Etape 3 : phase de conclusion.

## Compte rendu de la Formation à la méthode de résolution de problèmes

### Brainstorming

<b>Date de la Réunion</b>	<b>13/05/2016</b>
<b>Participants</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• EL KHOUJA Youness</li> <li>• AOUIDAT Rachid</li> <li>• BENTATA Otmane</li> <li>• KABBOUR Mohammed</li> <li>• FEKKARI Abd elhakim</li> <li>• SAFI Farid</li> </ul>
<b>Animateurs</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• MECHROUT Monir et Mme EL AMRANI Jamila</li> </ul>
<b>Rapporteur</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• RAHMOUNI Hamza</li> </ul>

### Etapas de la Séance

➤ **La 1er séance:**

✚ **Introduction sur la méthode de brainstorming.**

✚ **Présentation du problème : la décarbonatation.**

✚ **Application de la brainstorming:**

**1. phase de recherche des idées :**

- Température de stockage.
- Position de la bouteille.
- Etanchéité de la bouteille.
- Niveau de remplissage.
- La forme du cône.

**2. Phase de regroupement et de combinaison des idées :**

➤ **La 2ième séance:**

**3. Phase de conclusion:**

**Les solutions des idées trouvées sont au cours d'étudiées.**

---

## Annexe N°4 :

### Méthode de résolution de problème : diagramme cause-effet

Le diagramme cause-effet est une représentation graphique simple qui pour un effet (un défaut, une caractéristique, un phénomène...) tente d'identifier l'ensemble des causes, des facteurs potentiels pouvant l'affecté.

Construire un diagramme cause-effet, c'est construire une arborescence, qui de l'effet (phénomène à étudier) va remonter dans toutes les causes possibles (branches), dans les causes secondaires (petites branches), et jusqu'aux détails.

Les premiers diagrammes causes-effet ont été développés par le professeur KAORU ISHIKAWA en 1943. Ce type de diagramme est de ce fait également appelé, diagramme d'Ishikawa, ou diagramme en arrête e poisson (fishbone diagram).

Il est utilisé pour :

- ✓ Comprendre un phénomène, un processus.
- ✓ Analyser un défaut ; remonter aux causes probables puis identifier la cause certaine.
- ✓ Identifier l'ensemble des causes d'un problème et sélectionner celle qui fera l'objet d'une analyse poussée, afin de trouver des solutions.
- ✓ Il peut être utilisé comme support de communication, de formation.
- ✓ Il peut être vu comme une base de connaissances.

✚ Méthode de construction de diagramme causes-effet :

\* Définir clairement le problème en termes d'effet, par une flèche horizontale, pointée vers le problème

\* Inscrire le problème dans un cadre. C'est la flèche principale.

\* Regrouper les causes potentielles en familles, appelées communément les cinq M :

**Matière** : M1. Recense les causes ayant pour origine les supports techniques et les produits utilisés.

**Main d'œuvre** : M2. Problème de compétence, d'organisation, de management.

**Matériel** : M3. Causes relatives aux machines, aux équipements et Moyens concernés.

**Méthode** : M4. Procédures ou modes opératoires utilisés.

**Milieu** : M5. Environnement physique : lumière, bruit, poussière, localisation signalétique etc.

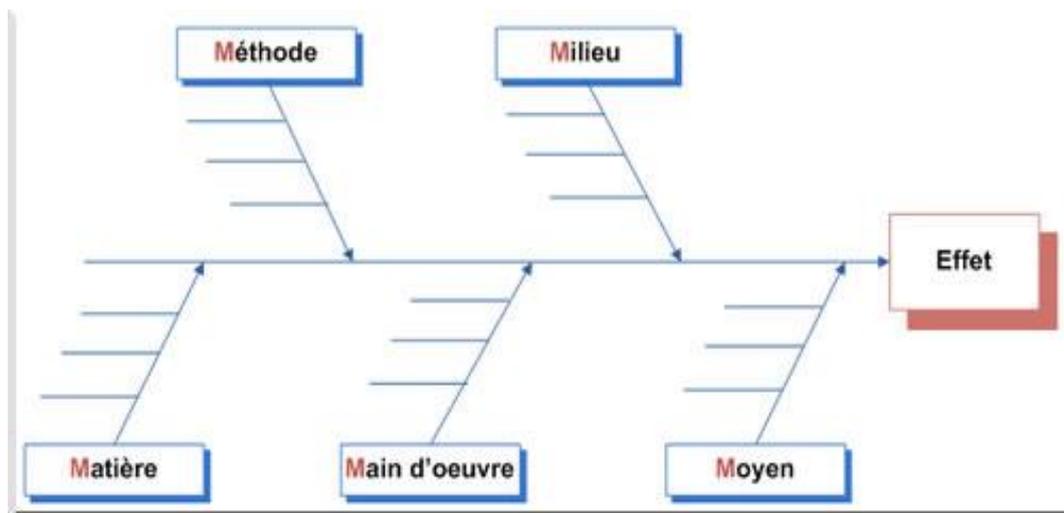
\* Tracer les flèches secondaires correspondant au nombre de familles de causes potentielles identifiées et les raccorder à la flèche principale.

\* Identifier chaque flèche secondaire par le nom d'une des familles de causes potentielles.

\* Inscrire sur les mini-flèches les causes rattachées à chacune des familles. Toutes les causes doivent être retenues, et cela sans exception.

\* Vérifier que toutes les causes potentielles apparaissent sur le diagramme.

\* Le diagramme est réalisé. Il faut maintenant rechercher les causes réelles du problème identifié.



---

**Compte rendu de la Formation à la méthode de résolution de problèmes****Diagramme d'ISHIKAWA**

<b>Date de la Réunion</b>	20/05/2016
<b>Participants</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• EL KHOUJA Youness</li><li>• AOUIDAT Rachid</li><li>• BENTATA Otmane</li><li>• KABBOUR Mohammed</li><li>• FEKKARI Abd elhakim</li><li>• SAFI Farid</li></ul>
<b>Animateurs</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• MECHROUT Monir et EL AMRANI Jamila</li></ul>
<b>Rapporteur</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• RAHMOUNI Hamza</li></ul>

**Etapes de la Séance**

- Introduction générale sur le diagramme d'ISHIKAWA (objectif, utilité, Pré-requis a sa mise en œuvre...)
- Méthode de construction de diagramme causes-effet
- Conseils pratiques
- Et en fin, le classement des aidées (relevés par le Brainstorming) dans le diagramme selon leur relation avec les 5M.

## Annexe N°5 :

### Méthode de résolution des problèmes : diagramme de Pareto

Wilferdo Pareto (1848-1923) économiste et sociologue italien avait observé que 80% de la richesse des pays qu'il avait étudiés était détenue par 20% de sa population. La relation sous-jacente, appelée **principe de Pareto** ou **règle du 80/20**, a par la suite été étendue a plusieurs situations. Par exemple, on dira que **20% des facteurs expliquent 80% des problèmes d'une entreprise**.

Le diagramme de Pareto est la représentation graphique de ce phénomène. Il s'agit d'un histogramme (graphique a colonnes) illustrant l'importance décroissante des facteurs contribuant à un problème et permettant ainsi de distinguer **ses causes majeurs** (vital few) de **ses causes mineures** (trivial many).

Le diagramme de Pareto est un outil simple permettant de :

- Déterminer rationnellement les **priorités d'intervention**,
- D'évaluer l'impact **d'améliorations**
- De communiquer l'importance relative **des causes et des problèmes**.

Il s'agit donc à la fois d'un outil :

- D'**analyse** d'une situation actuelle
- Et d'**évaluation** de changement.

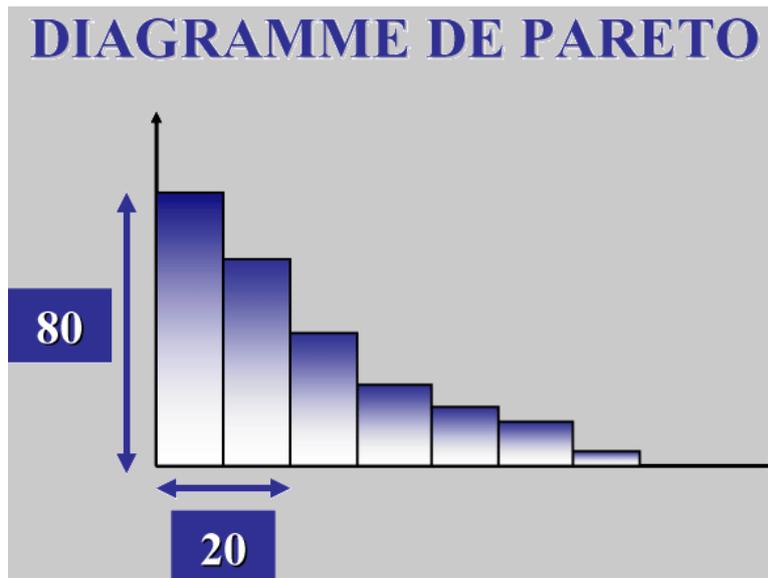
Il fait partie des outils de base du **contrôle de la qualité** (CQ).

#### Construction d'un diagramme de Pareto :

A partir des données recueillies, on définit les catégories, puis :

- On repartit les données dans les catégories,
- Les catégories sont classées dans l'ordre décroissant,
- Faire le total des données,
- Calculer le pourcentage pour chaque catégorie : fréquence/total

- Calculer le pourcentage cumulé,
- Déterminer une échelle adaptée pour tracer le graphique,
- Placer les colonnes (les barres) sur le graphique, en commençant par le plus grande à gauche,
- Lorsque les barres y sont toutes, tracer la courbe des pourcentages cumulés.



**Compte rendu de la Formation à la méthode de résolution de problèmes****Diagramme de Pareto**

<b>Date de la Réunion</b>	<b>27/05/2016</b>
<b>Participants</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• EL KHOUJA Youness</li><li>• AOUIDAT Rachid</li><li>• BENTATA Otmane</li><li>• KABBOUR Mohammed</li><li>• FEKKARI Abd elhakim</li><li>• SAFI Farid</li></ul>
<b>Animateurs</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• MECHROUT Monir et EL AMRANI Jamila</li></ul>
<b>Rapporteur</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• RAHMOUNI Hamza</li></ul>

**Etapes de la Séance**

- Introduction générale sur le diagramme de Pareto ( objectif, utilité, ...)
- Champs d'application
- Méthode de construction de diagramme de Pareto
- Loi des 80/20 : exemple concrets