Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma

Année Universitaire : 2014-2015

Filière ingénieurs d'état

Industries Agricoles et Alimentaires

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état

Optimisation du phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss par la méthodologie des plans d'expériences

Réalisé par:

- **BENTATA Otmane**

Encadré par:

- **Mme. EL AMRANI Jamila SOTHERMA**
- **Mr. KANDRI RODI Youssef FST Fès**

Présenté le 29 Juin 2015 devant le jury composé de:

- **Pr. SQALLI Ouafae**
- **Pr. BENCHEIKH Rachid**
- **Pr. KANDRI RODI Youssef**

Stage effectué à la société du thermalisme marocain (SOTHERMA).

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

À mes parents

Source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice. Vos prières et Vos bénédictions m'ont été d'un grand secours tout au long de ma vie. Que dieu vous accorde une longue vie.

À ma sœur

Pour son encouragement et son affection.

À tous mes amis et collègues

Pour les moments forts et agréables que nous avons passé ensemble.

À Madame Jamila EL AMRANI

Ce travail est une occasion pour moi d'apprécier vos qualités humaines et professionnelles. Qu'il me soit permis de vous remercier et de vous exprimer mon estime et profond respect.

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Remerciements

Au terme de ce travail, je saisis l'occasion pour présenter mes vifs remerciements au directeur de la société du thermalisme marocain Mr MIMOUNI Mourad pour son accueil et sa confiance.

Mes sincères remerciements s'adressent à madame Jamila EL AMRANI pour la confiance qu'elle m'a accordé en acceptant d'encadrer ce travail, ses multiples conseils judicieux et son soutien à toute épreuve malgré la charge du travail.

Je tiens à exprimer également mes profonds remerciements au professeur KENDRI RODI Youssef pour son soutien, sa gentillesse et les efforts qu'il a déployé.

Hommages respectueux et sincères aux membres de jury, le professeur SQALLI Ouafae, et le professeur BENCHEIKH Rachid de m'avoir fait l'honneur d'examiner ce travail.

Finalement j'attire une grande attention sur un grand génie des plans d'expériences, le professeur Mohammed EL ASRI, pour ses explications sa pédagogie et sa gentillesse.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Harazem ……..4

Tableau 2 : Composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saïss ……4

Tableau 3 : Programme des contrôles d'emballage …….....…...…….....6

Tableau 4 : Programme des analyses physico-chimiques ……...……..…7

Tableau 5 : Programme des analyses microbiologiques ……...8

Tableau 6 : Solubilités des sels de l'eau minérale Ain Saïss à 25 °C ……....……24

Tableau 7 : Evolution de la composition minéralogique 32

Tableau 8 : Matrice d'Hadamard ……37

Tableau 9 : Domaines Expérimentales …….....……...…….38

Tableau 10 : Plan d'expérimentation ……..39

Tableau 11 : Plan d'expérimentation avec les réponses……..41

Tableau 12 : Etude statistique des coefficients 44

Liste des abréviations

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.

HACCP : Hazard Analysis Critical Control Point.

PET : Polyéthylène téréphtalate.

pH : Potentiel hydrogène.

TH : Titre hydrotimétrique.

TA : Titre alcalimétrique.

TAC : Titre alcalimétrique complet.

OGA : Gélose glucosée à l'oxytétracycline.

PCA : Plate Count Agar.

ASR : anaérobies sulfito-réducteurs.

VMA : valeur maximale admissible.

EDTA : Éthylène Diamine Tétra-Acétique.

NET : Noir d'ériochrome T.

UFC : unité formant colonie.

Liste des figures

Figure 1: Schéma du processus de production de l'eau minérale Ain Saïss ……12

Figure 2: Le phénomène de la décarbonatation……22

Figure 3: Echantillons à analyser ……27

Figure 4: Evolution de la composition minéralogique ……32

Figure 5: Evolution de TH, TA et TAC.……32

Figure 6 : Diagramme de causes-effets de la décarbonatation de Ain Saïss 36

Figure 7 : Essais à réaliser 40

Figure 8 : Diagramme en bâton des effets moyens ……42

Figure 9: Effets Pareto individuels……43

Figure 10 : Effets Pareto cumulés ……43

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE……...……1

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

CHAPITRE I : PRESENTATION

I. Présentation de la société SOTHERMA…….……...……..…2

1) Historique.....2
2) Identité 2
3) Organigramme 3
4) Activités 3
5) Eaux exploitées 4

II. Présentation du service qualité de SOTHERMA ……..…....6

CHAPITRE II : DESCRIPTION DE PROCESSUS DE PRODUCTION

I. Processus de traitement de l'eau ……...……..…9

II. Processus d'embouteillage …….……...……...10

6) Etapes de fabrication de la bouteille en PET ……...……..…10
7) Etapes du remplissage ……...…..…..……10
8) Etapes d'emballage …….....…....11

PARTIE II : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR L'EAU MINERALE NATURELLE

I. Définition de l'eau minérale naturelle ……..…..……13

II. Paramètres de la qualité de l'eau minérale naturelle……..…….....…..……13

1) Paramètres organoleptiques 14
2) Paramètres bactériologiques……..……..14
3) Paramètres concernant des substances indésirables ……..…15

4) Paramètres physico-chimiques……..…….15

CHAPITRE II : RAPPEL THEORIQUE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

I. Généralités sur les plans d'expériences ……..…..……17

1) Introduction 17

2) Définition des plans d'expériences 17

3) Historique 18

4) Objectifs d'un plan d'expériences 18

II. Méthodologie des plans d'expériences ……19

1) Formalisation le problème …….....……19

2) Sélection des facteurs influents …....……..….19

3) Construction du plan d'expérience ……20

4) Réalisation des essais ……...……...……...….20

5) Analyse de résultats ……...20

6) Conclusion ……..……...……..……21

PARTIE III : ETUDE EXPERIMENTALE

Présentation de la problématique.……22

Méthodologie de travail ……23

CHAPITRE I : IDENTIFICATION DE LA NATURE CHIMIQUE DU SEL FORME

I. Analyses qualitatives ……..……24

1) Test de calcium Ca^{2+} ……..…....25

2) Test de magnésium Mg^{2+} ……..……..25

3) Test de carbonate CO_3^{2-}……..….26

II. Analyses quantitatives ……....……..…..27

1) Détermination du titre hydrotimétrique TH ……...…...27

2) Détermination de titre alcalimétrique simple et titre alcalimétrique complet ….. 29

3) Dosage des ions Calcium et Magnésium ……...……30

4) Dosage des ions Chlorure Cl^- ……....…….31

III. Interprétation des résultats ……....……33

IV. Conclusion ……33

CHAPITRE II : ETUDE ET OPTIMISATION DU PHENOMENE DE DECARBONATATION

I. Introduction …….....……..…….…….…....34

II. Détermination des facteurs qui influent sur le phénomène de décarbonatation ……..34

1) Diagnostic par la méthode de brainstorming 34

2) Diagramme d'ISHIKAWA 35

III. Etude des facteurs influents par un plan de criblage …….……...…..….36

1) Matrice d'Hadamard …….....……..37

2) Description et détermination des niveaux des facteurs ……...…..37

3) Description de la réponse ……...…….....39

4) Plan d'expérimentation ……...……...…..39

5) Réalisation des essais …….....……...…40

6) Résultats des essais ……....……..41

7) Traitement des résultats obtenus …….....……..…41

a) Analyse graphique des effets des facteurs 41

b) Analyse statistique des effets des facteurs 44

8) Proposition du réglage nécessaire 45

CONCLUSION GENERALE.....46

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....47

LISTE DES ANNEXES.....48

Introduction générale :

Le marché marocain des eaux minérales est un marché en pleine expansion, il est évalué à 1.5 milliard de dirhames avec la présence de 11 marques concurrentes et une consommation annuelle de 450 millions de litres.

Entre 2006 et 2011 la consommation des eaux minérales a triplé pour atteindre 450 millions litres par an, soit 15 litres par habitant et par an [1]. En effet, ces raisons ont permis aux grands groupes des eaux minérales de créer de nouveaux modèles et des standards de qualité afin de s'imposer sur le marché national, voire international.

C'est dans la perspective d'intégrer cet essor du secteur des eaux minérale que j'ai effectué un stage de fin d'étude d'une durée de quatre mois au sein de la société SOTHERMA qui est un des pionniers de la production des eaux minérale naturelle au Maroc. Ce stage, effectué au sein du service qualité, m'a amené à acquérir le pouvoir de travail en équipe, il m'a permis également d'approfondir mes connaissances théoriques par des applications expérimentales et ceci en abordant un sujet ou une problématique d'intérêt pour cet établissement.

Notre travail repose sur l'optimisation du phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss. À cet effet, Les tâches qui m'ont été confiées sont:

- ✓ Etudier le phénomène de la décarbonatation.
- ✓ Cibler les facteurs essentiels qui influencent sur ce phénomène.
- ✓ Mesurer l'effet de chaque facteur pour pouvoir l'optimiser.

Afin de développer avec clarté les démarches mises en œuvre pour atteindre cet objectif, notre plan se subdivisera en trois axes principaux.

En premier lieu, je présenterai la société SOTHERMA, et je procéderai à une brève présentation du processus de fabrication de l'eau minérale Ain Saïss.

La deuxième partie sera consacrée à la revue bibliographique ou je présenterai des généralités sur l'eau minérale naturelle, et un rappel théorique sur les plans d'expériences.

Enfin et après la réalisation d'une étude par la méthodologie des plans d'expériences, je développerai un plan d'action pour optimiser le phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss.

Partie I :

Présentation de l’organisme d’accueil et du processus de fabrication

Chapitre I : Présentation

I. Présentation de la société SOTHERMA :

1. Historique :

SOTHERMA Filiale de SNI est un acteur majeur sur le marché des eaux minérales embouteillées au Maroc, elle est la première société à avoir commercialisée l'eau minérale naturelle au Maroc sous la marque Sidi Harazem en 1968.

Depuis 2002, la société a signé un accord de partenariat avec le groupe DANONE, leader mondial des eaux embouteillées, et a étendu son activité avec une nouvelle marque Ain Saïss.

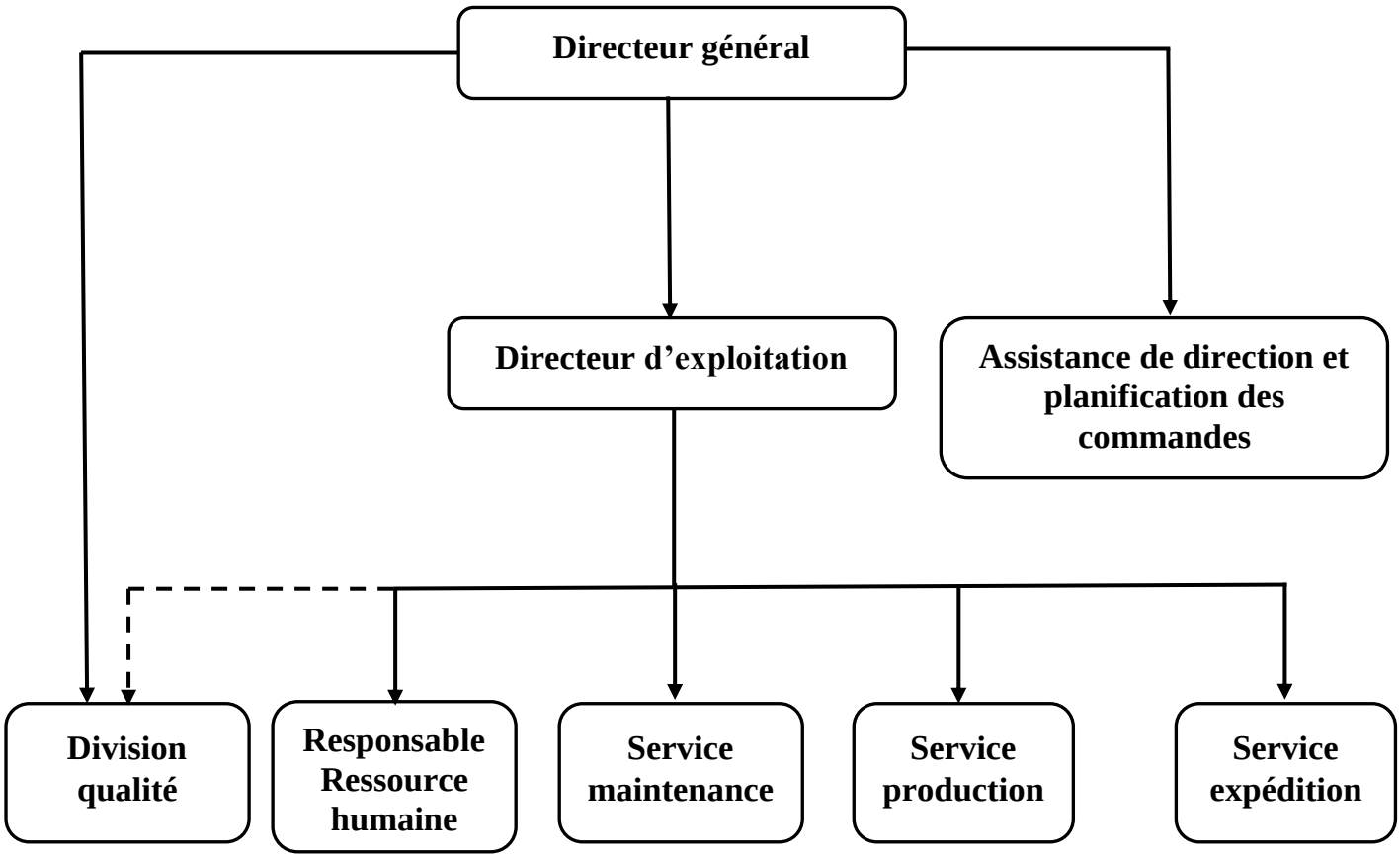
En 2003 SOTHERMA a obtenu l'homologation d'Ain Saïss en tant qu'eau minérale naturelle, et a lancé en 2005 le nouveau produit Danone Ain Saïss aromatisé fraise, et Danone Ain Saïss citron, qui confirme la volonté d'apporter toujours aux consommateurs de nouvelles offres correspondant mieux à leurs attentes.

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

2. Identité :

- Raison sociale : Société du Thermalisme Marocain (SOTHERMA)
- Date de mise en service : 1968
- Adresse : Km 15 ; Route de TAZA Sidi Harazem
- Statut juridique : Société Anonyme (S.A)
- Capital Social : 3.000.000 DH
- Actionnariat : Partenariat avec le Groupe DANONE
- Effectif du personnel : 110 à 120 personnes
- Capacité de production installée : 24.500 bouteilles / heure
- Surface totale : 16.355 m²
- Surface couverte : 5672 m²

3. Organigramme :



4. Activités :

L'activité de SOTHERMA tourne autour de:

- 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.

5. Eaux exploitées :

Source de SIDI HARAZEM :

Située à 15 Km de la ville de Fès, au milieu d'une vallée incluse dans l'angle délimité par la route de Taza et Oued Sebou. Il s'agit d'une eau plate bicarbonatée magnésienne, non gazeuse, peu minéralisée (Tableau 1) dont le forage artésien est exécuté sur une profondeur de 90 m.

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.

Tableau 1 : Composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Harazem

Minéraux	Calcium	Magnésium	Sodium	Potassium	Bicarbonate	Nitrate	Sulfate	Chlorures
Quantité mg/l	70	40	120	8	335	4	20	220

DANONE Ain Saïss :

DANONE Ain Saïss (DAS), 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 à12 litre / seconde.

Tableau 2 : Composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saïss

Minéraux	Calcium	Magnésium	Sodium	Potassium	Bicarbonate	Nitrate	Sulfate	Chlorures
Quantité en mg/l	63.5	35.5	8	1	372	7	3.8	19.8

6. Profil de la société en termes de certifications :

1999: Certification ISO 9002 version 94 par l'organisme AFAQ, couronnée par le prix d'encouragement national de la qualité auprès du ministère de l'industrie du commerce.

2002: Renouvellement de la certification ISO 9001 version 2000, et obtention d'un trophée qualité délivrée par l'organisme certificateur (AFAQ).

2003: Mise en place et l'évaluation par AFAQ du système HACCP pour la sécurité des aliments.

2007: Lancement de la mise en place du Système de Management environnemental selon les exigences des Normes ISO 14001.

2008: Mise en place d'un système de management intégré (hygiène, qualité, sécurité, et environnement).

II. Présentation du service qualité de SOTHERMA :

Il est très important qu'un produit donne régulièrement au consommateur le même degré de satisfaction. Cette régularité est souvent le résultat d'un contrôle qualité efficace depuis la réception des matières premières, jusqu'à la production du produit fini.

La société SOTHERMA est dotée d'un laboratoire de contrôle qualité qui veille à la conformité des produits aux normes internationales, en effectuant un contrôle d'emballages, des analyses physico-chimiques et microbiologiques.

1. Contrôle d'emballages:

Tableau3 : Programme des contrôles d'emballage

Etape	Produit analysé	Fréquence
Réception	Préformes	Chaque réception
	Bouchons	
	Etiquettes	
	Cartons	
	Films rétractables	
Au cours de production	Bouteilles PET vide Bouteilles verre	Chaque démarrage de Production.
Produit fini	Bouteille pleine	Chaque démarrage de Production.

2. Analyses physico-chimiques :

Tableau 4 : Programme des analyses physico-chimiques

	Produits analysés	Paramètres déterminés	Fréquence
Produit fini	Eau minérale naturelle	➢ pH ➢ TH en °F ➢ TA, TAC en °F ➢ Conductivité en µS/cm ➢ Teneur en calcium en mg/l ➢ Teneur en magnésium en mg/l ➢ Chlorures en mg/l	Chaque démarrage de production
	Eau gazéifiée	➢ Teneur en O_2 en mg/l ➢ Teneur en CO_2 en mg/l ➢ Température en ° C ➢ pH	
	Les eaux aromatisées	➢ Degré Brix ➢ Teneur en O_2 en mg/l	
Eaux des égouts	Le rejet	➢ pH ➢ Conductivité ➢ Chlorures	1 fois par jour
Produits de nettoyage	➢ P_3 Oxonia ➢ Acide Diffon ➢ La soude	➢ Concentration	Chaque réception
Eau de captage	L'eau de la source	➢ pH ➢ TH en °f ➢ TA, TAC en °f ➢ Conductivité (µS/cm) ➢ Teneur en Calcium (mg/l) ➢ Teneur en magnésium (mg/l) ➢ Chlorures (mg/l)	1 fois par semaine

3. Analyses microbiologiques :

Tableau 5 : Programme des analyses microbiologiques

	Produits à analyser	Milieu de culture utilisé	Micro-organismes recherchés	Fréquence
A la réception	Préformes	➢ OGA	Levures et moisissures	Chaque réception
	Bouchons	➢ OGA		
Au cours de production	Eau à l'arrivée	➢ PCA ➢ CHAPMAN ➢ SLANETZ ➢ Certmide ➢ Gélose alun de fer	➢ Germes banaux ➢ Coliformes ➢ streptocoques ➢ Pseudomenas ➢ A.S.R	1 fois par jour
	Entrée et sortie des filtres millipores.			
	Entrée et sortie des micro-filtres			
	Sortie UV			
	Air convoyeur	➢ PCA	Germes banaux	1 fois par semaine
	Environnement salle blanche			
Produit fini	Eaux naturelles Eaux gazéifiées	➢ PCA ➢ CHAPMAN ➢ SLANETZ ➢ Certmide ➢ Gélose alun de fer	➢ Germes banaux ➢ Coliformes ➢ streptocoques ➢ Pseudomenas ➢ A.S.R	Chaque heure
	Eaux aromatisées	OGA additionné d'acide tartrique	Levures et moisissures	

Chapitre II : Description de processus de production

Extraite de son gisement hydrominéral, l'eau minérale naturelle ne doit pas être exposée à des risques susceptibles de dégrader sa qualité originelle. Ceci implique une mise en bouteille obéissant aux règles fondamentales d'hygiène de la profession.

L'atelier de production est constitué de deux parties : le traitement de l'eau et l'embouteillage.

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.

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 µm, 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 µm, et éliminent de ce fait l'ensemble des bactéries et virus contenus éventuellement dans l'eau.

2) Stérilisation :

La stérilisation par ultra-violet vient juste après la deuxième filtration. Le stérilisateur UV est un appareil ayant la particularité de détruire toute matière vivante contenu éventuellement dans l'eau comme les bactéries, les virus, les champignons et 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 l'augmentation du temps d'exposition des micro-organismes aux rayons UV, rendant l'action encore plus efficace.

II. Processus d'embouteillage :

1) Etapes de fabrication de la bouteille en PET:

a) Réception des préformes :

Les préformes sont chargées dans une trémie qui alimente la souffleuse à l'aide d'un convoyeur à préformes, un système d'alarme se déclenche à chaque fois que la trémie est vide.

b) Chauffage des préformes :

Afin de réaliser le soufflage et de stériliser en même temps la préforme, un dispositif complet constitué de lampes IR et de ventilateur, permet un chauffage de la préforme sur toutes les zones.

c) Soufflage :

La préforme chauffée passe directement dans le moule où elle sera étirée à basse pression (10 bars) par la tige d'étirage.

Après étirage, la préforme est soufflée par de l'air à haute pression (40 bars), contre les parois du moule pour prendre la forme de la bouteille Ain Saïss.

d) Convoi des bouteilles :

Le convoi des bouteilles vers la salle blanche est effectué par l'air circulant à une certaine vitesse et traité par des filtres.

2) Etapes de remplissage :

Le remplissage des bouteilles en verre et en PET s'effectue à 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 :

À la salle blanche les bouteilles subissent un rinçage par l'eau traitée.

b) Remplissage :

Après rinçage, les bouteilles passent à la soutireuse pour être remplies par l'eau traitée, avant le remplissage l'eau passe à travers un filtre millipore qui se trouve à la salle blanche.

c) Bouchage ou capsulage :

Les bouteilles ainsi remplies sont fermées par des bouchons ou capsules selon la nature de la bouteille. Si la fermeture n'est pas optimale, la bouteille est mise au rebut.

d) Codage :

Grâce à une cellule photoélectrique, l'encre est injectée automatiquement sur la bouteille en indiquant les dates de production et d'expiration.

e) Etiquetage :

Les bouteilles sont emmenées à étiqueteuse où elles subissent une simple étape automatisée de collage d'étiquette. Une machine distribue les étiquettes prises sur des rouleaux, les coupe et les place sur les bouteilles.

3) Les étapes d'emballage:

Les bouteilles en PET étiquetées et datées, sont empaquetées 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 empaquetage 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 3 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.

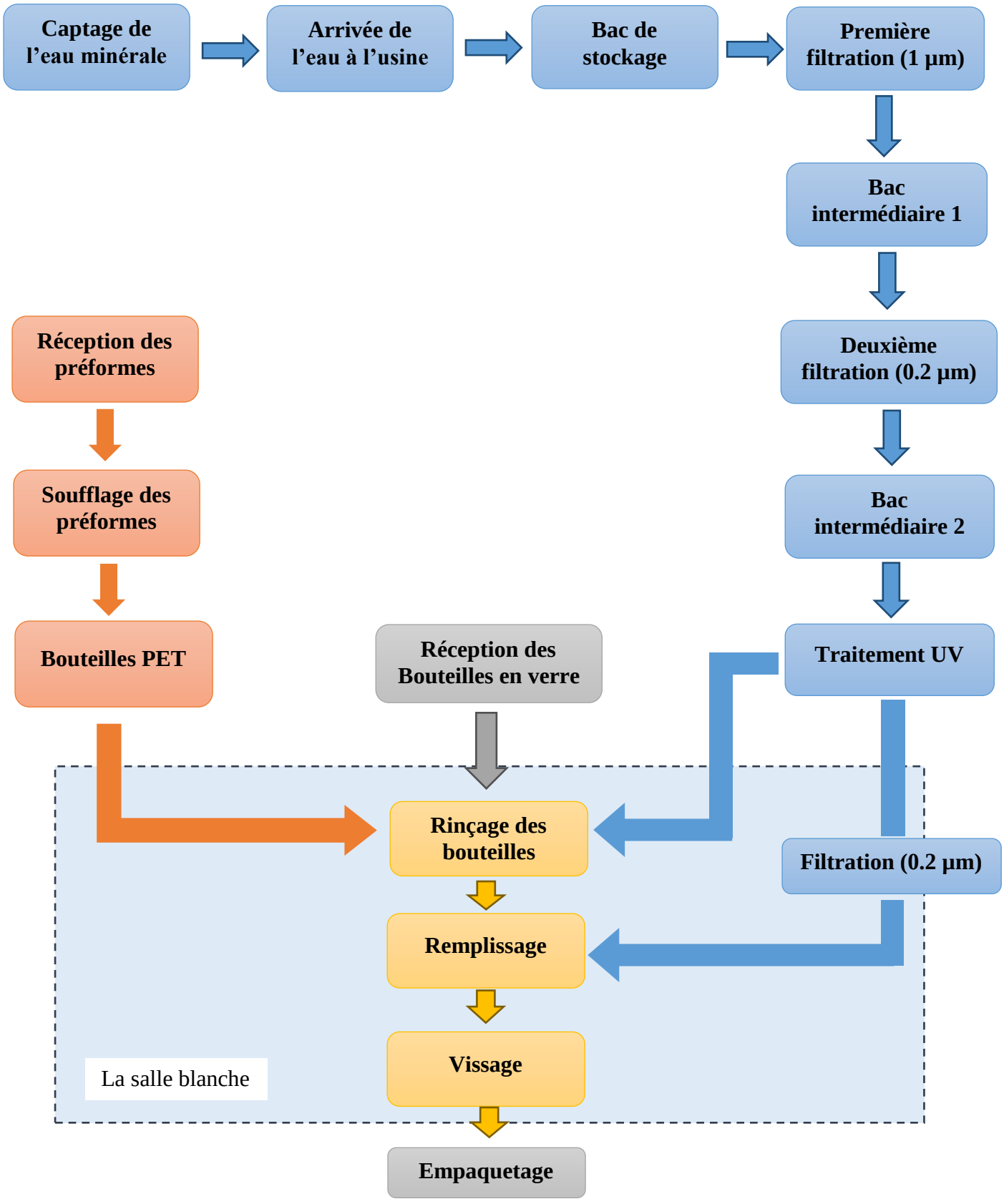


Figure 1: Schéma du processus de production de l'eau minérale Ain Saïss.

Partie II :
Revue bibliographique

Chapitre I : Généralités sur l’eau minérale naturelle

I. Définition de l'eau minérale naturelle [2] :

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. De manière générale, 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, les proportions relatives de ces sels et la présence d'oligo-éléments ou d'autres constituants ;
- Elle provient directement de nappes souterraines par des émergences naturelles ou forées 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, compte dûment tenu des cycles de fluctuations naturelles mineures;
- 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. Paramètres de la qualité de l'eau minérale naturelle [3] :

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 quatre catégories :

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.

2) Paramètres bactériologiques :

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

• **Les germes totaux** : qui sont des micro-organismes aérobies, représentant la teneur moyenne en bactéries d'une source naturelle. Ces germes n'ont pas d'effets directs sur la santé, mais sous certaines conditions, ils peuvent générer des problèmes. Ce sont des indicateurs qui révèlent la présence possible d'une contamination bactériologique.

• **Les coliformes totaux** : ce sont des bactéries capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz à la température de 37°C. Ils peuvent exister dans les matières fécales et dans certains milieux naturels (sol et végétation).

• **Les coliformes fécaux** : appelés aussi « coliformes thermo-tolérants », ils sont des bactéries capables de fermenter le lactose à une température de 44°C. L'espèce la plus fréquemment associée à ce groupe bactérien est l'*Escherichia Coli*.

• **Les streptocoques fécaux** : C'est un groupe de streptocoques qui ne sont pas tous d'origine fécale. Toutefois, leur recherche associée à celle des coliformes fécaux constitue un bon indice de contamination fécale.

• **Les levures et moisissures** : On compte actuellement plusieurs dizaines de milliers d'espèces connues de moisissures et de levures, les deux groupes appartenant à la famille des champignons. Omniprésents dans l'environnement, les champignons sont des saprophytes primaires, c'est-à-dire qu'ils utilisent la matière organique morte comme source nutritive pour leur croissance et leur reproduction.

• **Les anaérobies Sulfito Réducteurs** : Le groupe des anaérobies sulfito-réducteurs regroupe différentes bactéries se multipliant en l'absence d'air. Certaines bactéries anaérobies strictes se retrouvent dans l'environnement. D'autres ont pour habitat les cavités naturelles de l'homme et des animaux. Elles deviennent pathogènes quand elles pénètrent accidentellement dans l'organisme par voie cutanée ou intestinale et y produisent leur toxine qui va ensuite altérer les fonctions de défense de l'organisme [4].

3) Paramètres concernant des substances indésirables :

Ce sont des substances dont la présence est tolérée, tant qu'elle reste inférieure à un certain seuil (fluor, nitrates...).

4) Paramètres physico-chimiques [5]:

Au contact prolongé du sol, les eaux se chargent de certains éléments minéraux tels 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 pris en 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 (µS/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^-).

Chapitre II : Rappel théorique sur les plans d’expériences

I. Généralités sur les plans d'expériences :

1) Introduction :

À l'époque actuelle, les procédés industriels de fabrication ou d'expériences en laboratoire deviennent de plus en plus complexes, car ils dépendent d'un grand nombre de variables difficiles à régler intuitivement.

Seule la réalisation des expériences va permettre d'appréhender et de modéliser de tels phénomènes complexes. Si ces expériences sont effectuées sans une méthodologie rigoureuse, il est fortement probable qu'elles vont soit conduire à des impasses (modèle impossible à ajuster, résultats incohérents, etc), soit à des résultats de qualité décevante. C'est pourquoi la méthode des plans d'expériences est préconisée afin d'optimiser ce type de démarche.

Les plans d'expériences permettent de conduire de façon rigoureuse, les essais en vue d'un objectif parfaitement défini. Ils permettront, en outre, une diminution considérable du nombre d'essais par rapport aux techniques traditionnelles, ce qui fait que les plans d'expériences font partie de l'ensemble des outils de la qualité qui permettent aux entreprises de progresser dans la maîtrise de la conception de produits nouveaux et dans la maîtrise des procédés de fabrication. Ils forment avec d'autres outils statistiques un ensemble cohérent d'une redoutable efficacité pour résoudre de nombreux problèmes de qualité.

Une autre vision du problème, les plans d'expériences permettent la recherche de variations simultanées, pour toutes les variables contrôlées afin, une nouvelle fois, d'extraire un maximum d'informations en un minimum d'essais. Une telle problématique est primordiale dans le milieu industriel ou minimiser le nombre d'expériences à réaliser est synonyme de gain de temps et de productivité.

2) Définition des plans d'expériences [6]:

C'est une série d'essais déterminée à partir d'une approche statistique, employée pour déterminer le meilleur ensemble de données à prélever, afin de concevoir un plan avec le minimum d'essais, le maximum de facteurs et un minimum d'erreur, sur la base d'un modèle postulé.

3) Historique [7] :

La méthode des plans d'expériences n'est pas une technique nouvelle. Elle date en fait du début du siècle avec les travaux de FISHER (1925).

Les premiers utilisateurs de ces méthodes sont des agronomes, qui ont vite compris l'intérêt des plans d'expériences et notamment, dans la réduction du nombre d'essais en étudiant de nombreux paramètres.

Il était donc indispensable de réduire le nombre d'essais sans perdre la précision, et d'être capable de planifier d'une façon formelle la campagne d'essais. Mais cette technique est restée relativement confidentielle et n'a pas réussi à pénétrer de façon significative le secteur industriel occidental avant les années soixante-dix.

- ✓ Années 1960 : Le docteur TAGUCHI, avec le pragmatisme qui caractérise les japonais, a su simplifier et clarifier l'utilisation des plans d'expériences. Son apport est considérable et la diffusion à grande échelle de ses travaux aux Etats-Unis date de la fin des années soixante-dix.
- ✓ Années 1980: introduction des méthodes TAGUCHI dans les compagnies occidentales, développement d'informatique et gestion de la qualité.

Au cours de ces dernières années, la méthode des plans d'expériences s'est imposée à l'ensemble des industriels. La précision des résultats obtenus, la pertinence des informations apportées par cette méthode contribuent à son développement actuel dans tous les secteurs d'activités.

4) Objectifs d'un plan d'expériences [7] :

- ✓ Le criblage des facteurs : classement hiérarchisé des facteurs.
- ✓ Les études quantitatives des facteurs : quantification des influences principales et des synergies éventuelles.
- ✓ Les études quantitatives des réponses : modélisation prévisionnelle du phénomène étudié.
- ✓ L'optimisation : déterminer un ou plusieurs points de fonctionnement optimaux.

II. Méthodologie des plans d'expériences [7] :

Les plans d'expériences constituent essentiellement une stratégie de planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

La méthodologie des plans d'expériences se base sur le fait qu'une expérience convenablement organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statistique relativement simple des résultats.

La mise en œuvre d'un plan d'expérience pour l'étude d'un système expérimental peut se résumer selon la procédure suivante:

1) Formaliser le problème.
2) Sélectionner les paramètres, fixer leurs modalités (niveau de variations des paramètres).
3) Construire le plan.
4) Réaliser les essais.
5) Analyser les résultats.
6) Conclure après choix du réglage des paramètres qui peuvent être maitrisés.

1) Formalisation du problème :

Cette étape permet de définir le problème et de quantifier l'objectif à atteindre, en définissant une ou plusieurs réponses.

2) Sélection des facteurs influents :

On qualifie de facteur toute variable, obligatoirement contrôlable, susceptible d'influer sur la réponse observée. Tout facteur doit pouvoir être modifié sans difficulté. Cette hypothèse est obligatoire pour les plans d'expériences, puisque nous allons par la suite proposer une liste des expériences à réaliser. Il est donc impératif que l'expérimentateur puisse s'y tenir en adaptant les facteurs aux diverses valeurs données.

Cette étape consiste à identifier les paramètres, qualitatifs ou quantitatifs, à priori responsables des variations des réponses. La manière de procéder est la suivante :

- Recenser tous les paramètres possibles en utilisant des techniques de recherche d'idées en groupe (Remue-méninges, diagramme causes-effet…).
- Choisir le nombre de modalités et leurs valeurs pour chacun des facteurs retenus.

- Déterminer les conditions d'essais : les paramètres listés mais non retenus seront maintenus constants au cours des essais.

3) Construction du plan d'expériences :

Les plans d'expériences ont pour but d'apporter le maximum d'informations avec un minimum d'expériences. La méthodologie des plans d'expériences consiste à fabriquer un modèle approximatif, qui apportera des éléments d'informations à l'expérimentateur encore appelé « modèle empirique ». Pour cela le choix du plan d'expériences à mettre en œuvre dépend du problème posé.

Les plans les plus courants sont les plans de criblage et les plans d'optimisation.

- Les **plans de criblage** : permettent de déterminer le poids des facteurs sur les réponses d'un système à partir d'un modèle.
- Les **plans d'optimisation** ou **plans à surface de réponse :** permettent à partir d'un modèle mathématique polynomial, de déterminer les valeurs des facteurs influents correspondant à une réponse particulière de système.

Dans le cas de notre étude seul le plan de criblage sera abordé car notre objectif est porté sur l'étude des facteurs influents et la quantification de leur influence.

4) Réalisation des essais :

Il s'agit de reproduire sur le produit ou le processus chaque combinaison du plan d'expériences et pour chacune d'entre elles de consigner la ou les réponses dans un tableau. Un soin particulier doit être apporté à la réalisation de ces essais (grande rigueur, respect de la gamme d'essais, relevé des conditions expérimentales.)

5) Analyse des résultats :

Il existe deux analyses complémentaires :

- L'analyse graphique :

Elle donne une représentation simple des résultats et Elle permet de visualiser l'influence des paramètres et de leurs interactions.

- L'analyse statistique :

L'analyse de la variance vise à distinguer, dans les variations globales de la réponse, la part due à l'influence réelle des paramètres de la part due au hasard.

6) Conclusion :

L'objectif de cette dernière étape est de faire la synthèse des résultats obtenus et de décider des actions à entreprendre (réglages des paramètres qui peuvent être maitrisés).

Partie III :
Etude expérimentale

Présentation de la problématique :

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 minéralités particulières (calcium, magnésium, bicarbonates, chlorures…) qui lui confèrent des propriétés bénéfiques.

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 connait un problème persistant exprimé par une instabilité chimique des minéraux au cours du stockage, ce problème est connu sous le nom de la décarbonatation, 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 2)**

Figure 2: Le phénomène de la décarbonatation.

La décarbonatation est un processus physico-chimique lié à la minéralisation (teneur naturelle en éléments minéraux) de l'eau minérale qui aboutit à un changement d'état physique et ainsi le dépôt d'une partie des sels minéraux contenus naturellement dans l'eau minérale, sous forme des cristaux blanchâtres.

Face à ces soucis, on m'a proposé de faire une étude sur le plan production et stockage du produit eau plate Ain Saïss afin d'examiner les facteurs agissants sur le phénomène de décarbonatation et de proposer des alternatives permettant à SOTHERMA de contrôler ces facteurs et de résoudre le problème de la décarbonatation.

Méthodologie de travail

Afin d'effectuer le présent travail, nous avons procédé de la façon suivante :

I. Identification de la nature chimique du sel formé.
II. Recherche des facteurs qui influent le problème de la décarbonatation.
III. Etude des facteurs par un plan de criblage.
IV. Conclusion.

Chapitre I : Identification de la nature chimique du sel formé

L’eau minérale contient de nombreux ions (Ca^{2+}, Mg^{2+}, HCO_3^-,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:

Analyse qualitative est l’ensemble des méthodes d’analyse chimique, qui permettent d’identifier les substances chimiques présentes dans un échantillon. Elle est en cela complémentaire de l'analyse quantitative où l'on cherche à déterminer la concentration des différents composés recherchés.

Elle porte sur la détection d'éléments chimiques, des composés ou des groupes fonctionnels sans tenir compte de leurs proportions.

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° 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 (**$CaCO_3$**) et le carbonate de magnésium (**$MgCO_3$**) sont les éléments qui ont plus tendance à se déposer, par ce qu’ils possèdent la solubilité la plus faible. (Tableau 6)

Tableau 6 : Solubilité des sels de l’eau minérale Ain Saïss à 25 °C.

Composé	Solubilité g/l
$CaCO_3$	0.0061
$MgCO_3$	0.39
$CaSO_4$	2.65
$NaHCO_3$	111
$MgSO_4$	337
NaCl	360
KCl	372
$MgCl_2$	542

A cet effet, nous avons décidé de faire des analyses qualitatives des ions $\mathbf{Ca^{2+}}$, $\mathbf{CO_3^-}$ et $\mathbf{Mg^{2+}}$

1) Test de calcium Ca^{2+} :

- **Principe :**

Quand une solution d'oxalate d'ammonium $\mathbf{(NH_4)_2C_2O_4}$ est ajoutée à une solution contenant des ions de calcium ($\mathbf{Ca^{2+}}$), un précipité blanc d'oxalate de calcium $\mathbf{CaC_2O_4}$ est formé. L'équation de la réaction est la suivante :

$$\mathbf{Ca^{2+}_{(aq)} + C_2O_4^{2-}{}_{(aq)} \rightarrow \underline{CaC_2O_{4(s)}} \swarrow}$$

- **Mode opératoire :**
- Récupérer le sel et le solubiliser dans l'eau distillée.
- Ajouter 2 ml d'oxalate d'ammonium concentré.

- **Résultat :**

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

2) Test de magnésium Mg^{2+} :

- **Principe :**

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

- **Mode opératoire :**
- Récupérer le sel blanchâtre et le solubiliser dans l'eau distillée.
- Ajouter 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).

- **Résultat :**

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

3) Test de carbonate CO_3^{2-} :

- **Principe :**

L'addition d'acide chlorhydrique à une solution contenant des ions carbonate CO_3^{2-} provoque la production du gaz carbonique CO_2 selon la réaction (1).

$$CO_3^{2-} + 2H^+ \rightarrow CO_2 + H_2O \quad (1)$$

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

$$Ca^{2+} + 2OH^- + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O \quad (2)$$

- **Mode opératoire :**

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

- **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 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 (Témoins). **(Figure 3)**

Figure 3 : Echantillons à analyser

1) Détermination du titre hydrotimétrique TH :

- **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.

- **Réactions de dosage :**

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

$$\mathbf{In^{3-}_{(aq)} + Mg^{2+}_{(aq)} \longrightarrow [Mgln]^{-}_{(aq)} \quad (1)}$$

$$\mathbf{In^{3-}_{(aq)} + Ca^{2+}_{(aq)} \longrightarrow [Caln]^{-}_{(aq)} \quad (2)}$$

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

$$\mathbf{Ca^{2+}_{(aq)} + Y^{4-}_{(aq)} \longrightarrow [CaY]^{2-}_{(aq)} \quad (3)}$$

$$\mathbf{Mg^{2+}_{(aq)} + Y^{4-}_{(aq)} \longrightarrow [MgY]^{2-}_{(aq)} \quad (4)}$$

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

$$\mathbf{[Caln]^{-}_{(aq)} + Y^{4-}_{(aq)} \longrightarrow [CaY]^{3-}_{(aq)} + In_{(aq)} \quad (5)}$$

- **Expression des résultats [12] :**

La dureté de l'eau est exprimée par le degré français (°F).

$$\mathbf{TH\ (°F) = 2 * V_{EDTA}\ (ml)}$$

2) Détermination de titre alcalimétrique simple et titre alcalimétrique complet TA & TAC :

- **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 H_2CO_3.

$$CO_3^{2-} + H^+ \rightleftharpoons HCO_3^- \quad \text{(premier point équivalent)}$$

$$HCO_3^- + H^+ \rightleftharpoons H_2CO_3 \quad \text{(deuxième point équivalent)}$$

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

- **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 rose à l'incolore de la phénolphtaléine.
- Noter le volume de HCl versé $\mathbf{V_1}$.
- Ajouter quelques gouttes de méthyle orange.
- Compléter le dosage jusqu'au virage rouge brique, noter le volume $\mathbf{V_2}$.

- **Expression es résultats [12] :**

- **TAC (°F) = V_2 (ml)* 5**
- **TA (°F) = V_1 (ml)* 5**
- **[HCO_3^-] (mg/l) = TAC* 12.2**

3) Dosage des ions Calcium et Magnésium :

- **Principe de dosage : compléxométrie**

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

- **Réactions de dosage :**

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

$$\mathbf{Ca^{2+}_{(aq)} + In_{(aq)} \longrightarrow [Caln]^{2+}_{(aq)}}$$

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

$$\mathbf{Ca^{2+}_{(aq)} + Y^{4-}_{(aq)} \longrightarrow [CaY]^{2-}_{(aq)}}$$

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

$$\mathbf{[Caln]^{2+}_{(aq)} + Y^{4-}_{(aq)} \longrightarrow [CaY]^{2-}_{(aq)} + In_{(aq)}}$$

- **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

➢ **Expression des résultats [12] :**

- **$[Ca^{2+}]$ (mg/l) = V_1 (ml) * 2* 20**
- **$[Mg^{2+}]$ (mg/l) = (V_i (ml) /5 – V_2 (ml))* 2* 12.15**

V_1 : Le volume d'EDTA versé.

V_i : Le volume d'EDTA versé dans le dosage du TH.

4) Dosage des ions Chlorure Cl^- :

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

➢ **Principe de dosage : titrage précipitimétrique**

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

$$\mathbf{Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl\ (blanc)} \quad \mathbf{(1)}$$

Après l'équivalence, il ne reste plus d'ions Cl^- en solution, les ions argent Ag^+ versés en excès, réagissent avec les ions chromate CrO_4^{2-} et donnent un précipité orange Ag_2CrO_4. (Réaction 2).

$$\mathbf{CrO_4^{2-} + 2Ag^+ \rightarrow Ag_2CrO_4\ (orange)} \quad \mathbf{(2)}$$

➢ **Mode opératoire :**

- Prélever 100 ml de l'eau minérale naturelle à l'aide de l'éprouvette et introduire dans un erlnmeyer de 250 ml.
- Ajouter quelques gouttes de chromate de potassium K_2CrO_4.
- Titrer par une solution de nitrate d'argent $AgNO_3$ jusqu'au virage orange.

➢ **Expression des résultats [12] :**

$[Cl^-]$ (mg/l) = V_{AgNO3} (ml)

III. Résultats :

Tableau 7: Evolution de la composition minéralogique

	Ca^{2+}	Mg^{2+}	HCO_3^-	Cl^-	TH	TA	TAC
Eau normale	**60 mg**	**47.14 mg**	**366 mg**	**42,6 mg**	**34.4 °F**	**0 °F**	**30 °F**
Eau décarbonatée	**40 mg**	**46.9 mg**	**329.4 mg**	**40 mg**	**29.3 °F**	**0 °F**	**27 °F**

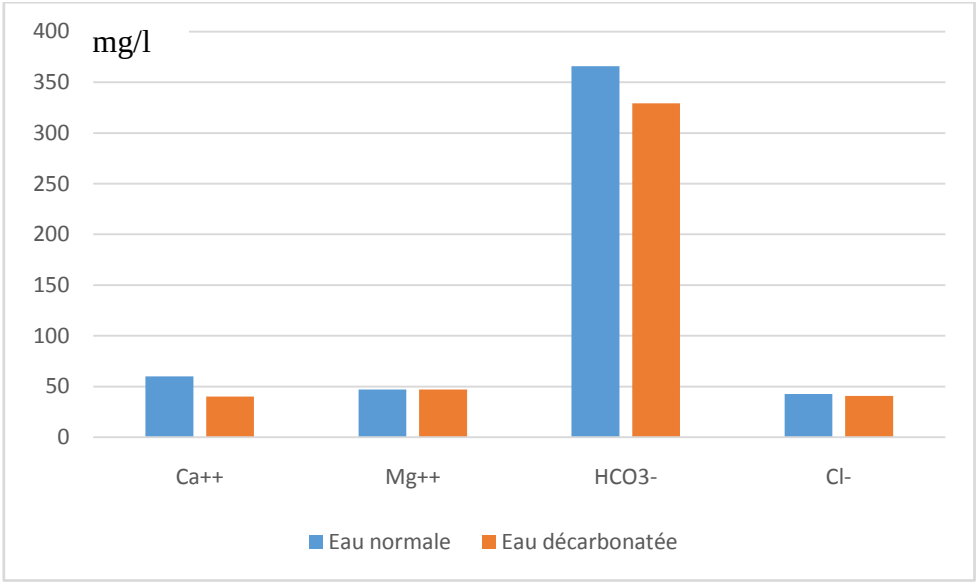


Figure 4 : Evolution de la composition minéralogique.

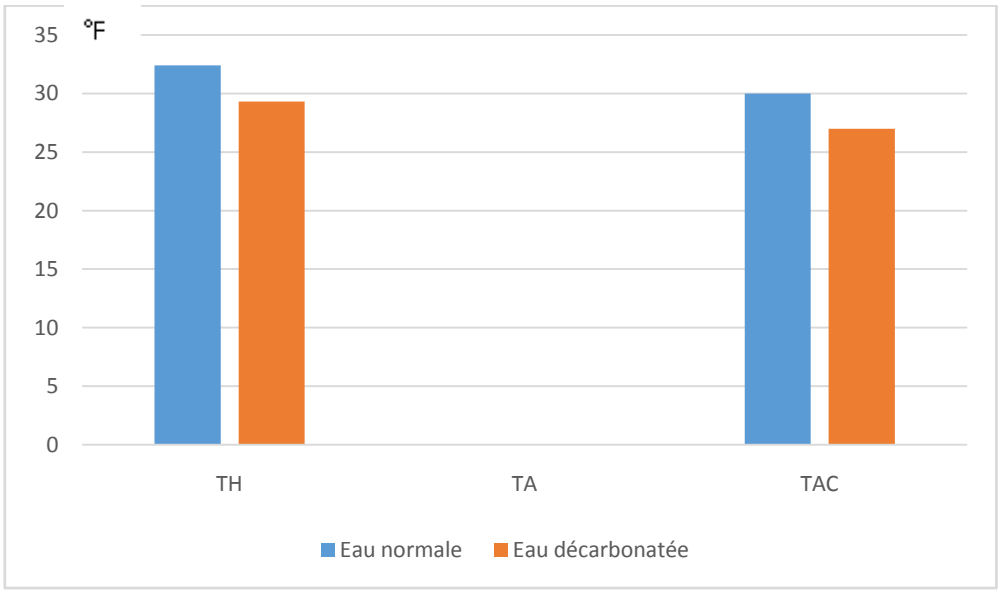


Figure 5: Evolution de TH, TA et TAC.

- **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 normale 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 $\mathbf{Ca(HCO_3)_2}$ sous une forme soluble, à chaud ces derniers se décomposent avec dégagement de $\mathbf{CO_2}$ suivant la réaction (A), ce qui explique la diminution importante de la concentration des bicarbonates ($\mathbf{HCO_3^-}$) :

$$\mathbf{2\ HCO_3^-} \underset{2}{\overset{1}{\rightleftharpoons}} \mathbf{CO_3^{2-} + H_2O + CO_2} \uparrow \qquad \textbf{(A)}$$

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 :

$$\mathbf{Ca^{2+} + CO_3^{2-}} \underset{2}{\overset{1}{\rightleftharpoons}} \mathbf{CaCO_3} \downarrow \qquad \textbf{(B)}$$

Le dégagement de CO_2 et la disparition des ions carbonates contribue à rendre la réaction (A) quasi-totale (sens 1).

IV. Conclusion :

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 $\mathbf{CaCO_3}$, 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 dégazage de CO_2, C'est le phénomène de la **décarbonatation**.

Chapitre II : Etude et optimisation du phénomène de la décarbonatation

Introduction :

Le phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss dépend de plusieurs facteurs, ce qui rend le pilotage de ce phénomène très délicat. De ce fait, il n'est pas simple d'établir des relations entre les causes susceptibles d'avoir une influence sur le système (facteurs) et les effets mesurables (réponses), ni de découvrir s'il existe des interactions entre ces facteurs.

Dans ce contexte, nous avons décidé d'exploiter un volet important de notre formation, qui est les plans d'expériences, dans l'optimisation du phénomène de la décarbonatation.

L'étude a été faite à l'aide du logiciel NEMRODW [8], l'incontournable de la réalisation des plans d'expériences : système boite noire qui a montré son efficacité en tant qu'outil informatique, s'intégrant d'une façon révolutionnaire dans le domaine de l'ingénierie, assurant ainsi une bonne optimisation des méthodes et des procédés de fabrication des produits industrialisés.

I. Détermination des facteurs qui influent sur le phénomène de décarbonatation :

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 l'anomalie.

Le brainstorming ou remue-méninges est une technique de résolution créative de problème sous la direction d'un animateur, un remue-méninge étant plus spécifiquement une réunion informelle de collecte d'idées. Elle a été conçue en 1935 par Alex Osborn, vice-président de l'agence de publicité américaine BBDO. Elle permet de produire un maximum d'idées en un minimum de temps pour un thème donné [9].

Le brainstorming doit être organisé par un animateur qui doit annoncer le but recherché, s'assurer de la représentativité des personnes convoquées, et animer le groupe en favorisant la production d'idées.

Le déroulement d'un brainstorming fait appel aux trois points suivants :

- La présentation et la formulation du problème sous forme d'une question.
- La production d'idées : les membres du groupe énoncent toutes les idées sur le sujet.

- L’exploitation des idées : on reformule les idées peu claires en éliminant celles qui sont hors sujet afin de regrouper les idées similaires puis de hiérarchiser les idées finales. L’objectif est de mettre en évidence les propriétés recherchées qu’ils s’agissent des causes ou des solutions au problème posé [10].

On a procédé par présenter le problème et le formuler sous formes des questions simples, qu’on a posé 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
5. L’épaisseur des parois de la bouteille.

Après la détermination des facteurs potentiels, il faut les classer selon les domaines expérimentaux, pour cela on a choisi le diagramme d’Ishikawa.

2) Diagramme d’ISHIKAWA [11]

Le diagramme d'Ishikawa, ou de causes et effets ou encore de 5M est un outil développé par Kaoru Ishikawa en 1962 et servant dans la gestion de la qualité.

Ce diagramme représente de façon graphique les causes aboutissant à un effet. Il peut être utilisé comme outil de visualisation synthétique et de communication des causes identifiées. Ce diagramme se structure habituellement autour du concept des 5 M.

Kaoru Ishikawa recommande de regarder en effet l'événement sous cinq aspects différents, résumés par le sigle 5M.

1) **Matière** : les matières et matériaux utilisés et entrant en jeu, et plus généralement les entrées du processus.
2) **Matériel** : l'équipement, les machines et les technologies.
3) **Méthode** : le mode opératoire, la logique du processus et la recherche et développement.
4) **Main-d'œuvre** : les interventions humaines.
5) **Milieu** : l'environnement, le positionnement, le contexte.

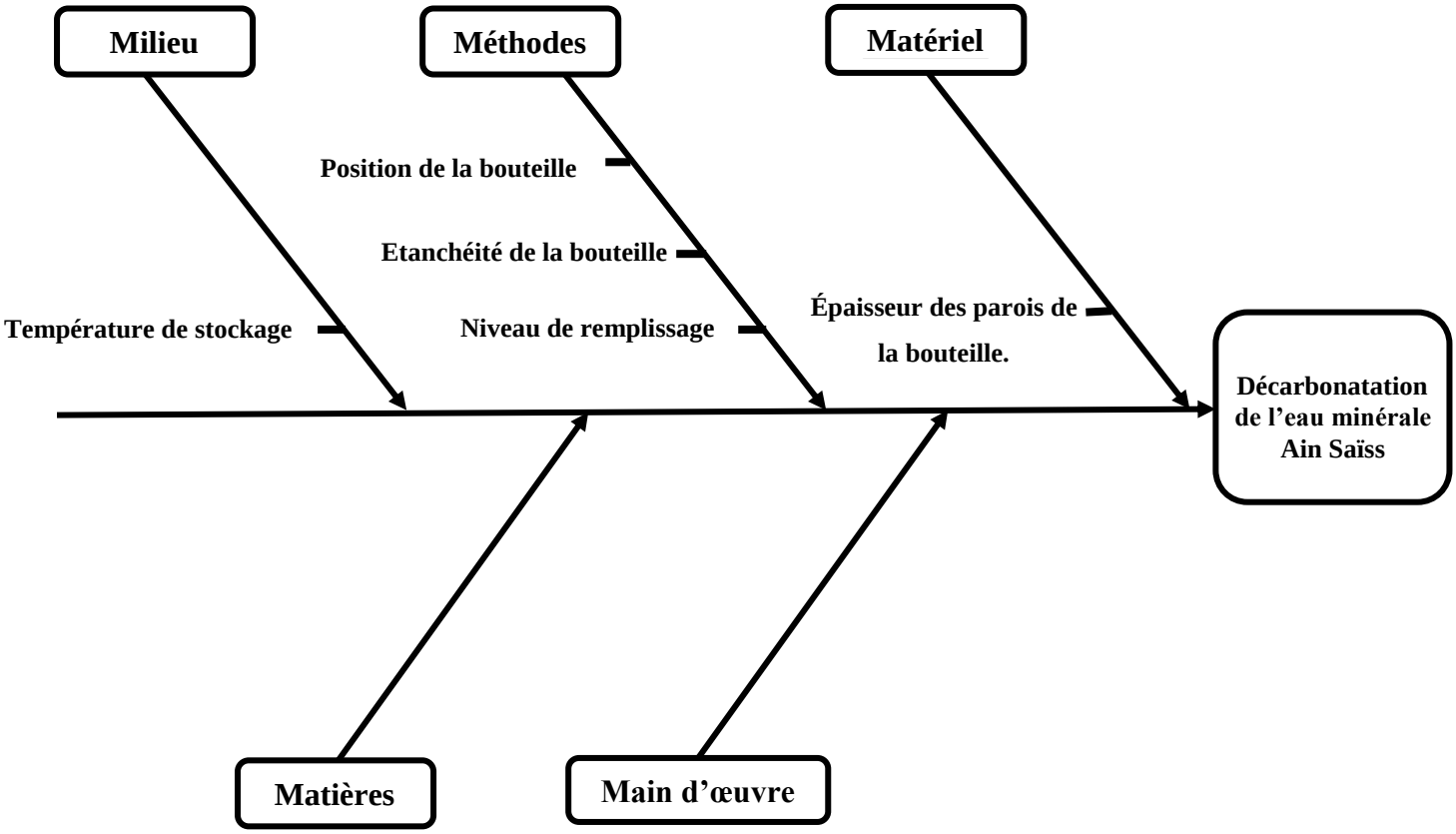


Figure 6 : Diagramme de causes- effets de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss

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 étude par un plan de criblage.

II. Etude des facteurs influents par un plan de criblage:

Dans le cadre d'une optimisation, l'objectif de notre travail est d'étudier les facteurs qui peuvent avoir un effet sur le phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss. À cet effet on va se baser sur un plan de criblage pour déterminer les effets des facteurs importants. Un plan de criblage permettra de confirmer, sans ambiguïté l'influence des paramètres sur le phénomène de la décarbonatation, et de quantifier la valeur de cette influence. On aura donc huit essais, obtenus selon la matrice d'Hadamard représentée dans le tableau 8.

1) Matrice d'Hadamard :

Le plan de criblage choisi pour cette étude est une matrice d'Hadamard, le modèle postulé à priori est un modèle linéaire du premier degré sans interaction. Ce choix est justifié par la rapidité et l'efficacité de la sélection des facteurs influents.

Tableau 8 : Matrice d'Hadamard

N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5
1	1	1	1	-1	1
2	-1	1	1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1
4	1	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	-1
7	1	1	-1	1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1

Ce tableau comporte la matrice d'expérience codée, le -1 c'est le niveau bas et 1 c'est le niveau haut.

2) Description et détermination des niveaux des facteurs :

La détermination des niveaux des facteurs est une opération délicate, qui nécessite une connaissance assez élevée du processus de fabrication ainsi que des différentes caractéristiques du produit.

- **Température de stockage :**

Elle représente la température du stock dans lequel le produit Ain Saïss est stocké avant l'expédition, elle est mesurée en degré Celsius**.** Nous avons choisi 18 °C comme limite inférieure de la température parce qu'elle représente la température moyenne pendant l'hiver, et 40 °C comme limite supérieure est la température maximale dans le stocke 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.

- **Etanchéité 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 réglette, 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 idem définis par le centre expertise eau du groupe DANONE.

- **Epaisseur des parois de la bouteille :**

Après une large discussion avec les opérateurs et les techniciens de qualité, nous avons décidé d'étudier l'influence de l'épaisseur des parois de la bouteille sur le phénomène de la décarbonatation, pour cela nous avons choisi l'épaisseur des parois de la bouteille Ain Saïss comme limite inférieure de ce paramètre (2 mm), et l'épaisseur des parois d'une bouteille du concurrent Sidi Ali comme limite supérieur (3.5 mm).

Tableau 9: Domaines Expérimentales

Facteurs	Niveau -1	Niveau +1
Température de stockage	18 °C	40 °C
Position de stockage	1	2
Etanchéité de la bouteille	1.0 Nm	1.6 Nm
Niveau de remplissage	14 mm	53 mm
Epaisseur des parois de la bouteille	2 mm	3.5 mm

3) Description de la réponse :

On qualifie de réponse la grandeur observée pour chaque expérience réalisée, dans notre cas la réponse « y » représente la teneur en calcium en mg/l, cette valeur doit être égale ou proche de 60 mg/l, qui est la teneur en calcium dans l'eau minérale Ain Saïss à l'arrivée à l'usine.

La diminution de la teneur en calcium dans l'eau montre sa précipitation sur les parois de la bouteille sous forme de $CaCO_3$.

4) Plan d'expérimentation :

Le tableau 10 ci-dessous représente le plan d'expérimentation qui classe les huit expériences à effectuer. Nous allons réaliser les expériences proposées par ce plan une par une, en respectant les valeurs de chaque paramètre.

Tableau 10 : Plan d'expérimentation

N° Exp	Température de stockage	position de stockage	Etanchéité de la bouteille	Niveau de remplissage	Epaisseur des parois
	°C		Nm	mm	mm
1	42	2	1.6	14	3.5
2	18	2	1.6	53	2
3	18	1	1.6	53	3.5
4	42	1	1.0	53	3.5
5	18	2	1.0	14	3.5
6	42	1	1.6	14	2
7	42	2	1.0	53	2
8	18	1	1.0	14	2

5) Réalisation des essais :

Figure 7 : Essais à réaliser

- ✓ La réalisation des essais doit se faire en respectant les conditions expérimentales.
- ✓ Les bouteilles vides de Sidi Ali sont mises dans la chaîne de production, pour subir le remplissage et le bouchage.
- ✓ On règle la soutireuse et la boucheuse, selon les valeurs données par le plan d'expérimentation.
- ✓ Chaque bouteille doit rester au minimum une période d'un mois 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 29.
- ✓ Les dosages doivent être réalisés de préférence par le même expérimentateur en cas de répétitions.

6) Résultats des essais :

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

Tableau 11: Plan d'expérimentation avec les réponses

N° Exp	Température de stockage	position de stockage	Etanchéité de la bouteille	Niveau de remplissage	Epaisseur des parois	Teneur en Calcium
	°C		Nm	mm	mm	mg/l
1	42	2	1.6	14	3.5	57.33
2	18	2	1.6	53	2	58.66
3	18	1	1.6	53	3.5	58.66
4	42	1	1.0	53	3.5	48.00
5	18	2	1.0	14	3.5	58.66
6	42	1	1.6	14	2	56.00
7	42	2	1.0	53	2	49.33
8	18	1	1.0	14	2	57.33

7) Traitement des résultats obtenus :

Après la réalisation des essais prévus, vient l'étape la plus importante, qui consiste à traiter les résultats et tirer le maximum d'informations, qui vont nous faciliter la compréhension du phénomène étudié et par conséquent la mise en place des actions correctives nécessaires pour remédier à la problématique traitée.

L'utilisation du logiciel NEMRODW, nous a permis de faire une interprétation pertinente des effets des facteurs étudiés.

a) Analyse graphique des effets des facteurs :

Une communication des résultats sous forme de graphiques favorise l'échange des idées entre les différents participants d'une réunion de travail, et facilite souvent l'interprétation des informations obtenues.

Il existe différents types de graphiques pour illustrer les effets moyens des facteurs, les plus courants sont le diagramme en bâtons et le diagramme de Pareto.

❖ **diagramme en bâtons des effets moyens :**

La construction du tracé des effets moyens utilise les valeurs des coefficients b_i calculés par le modèle, la surface de chaque bâton est proportionnelle à la valeur de l'effet de ce facteur sur la variation de la réponse.

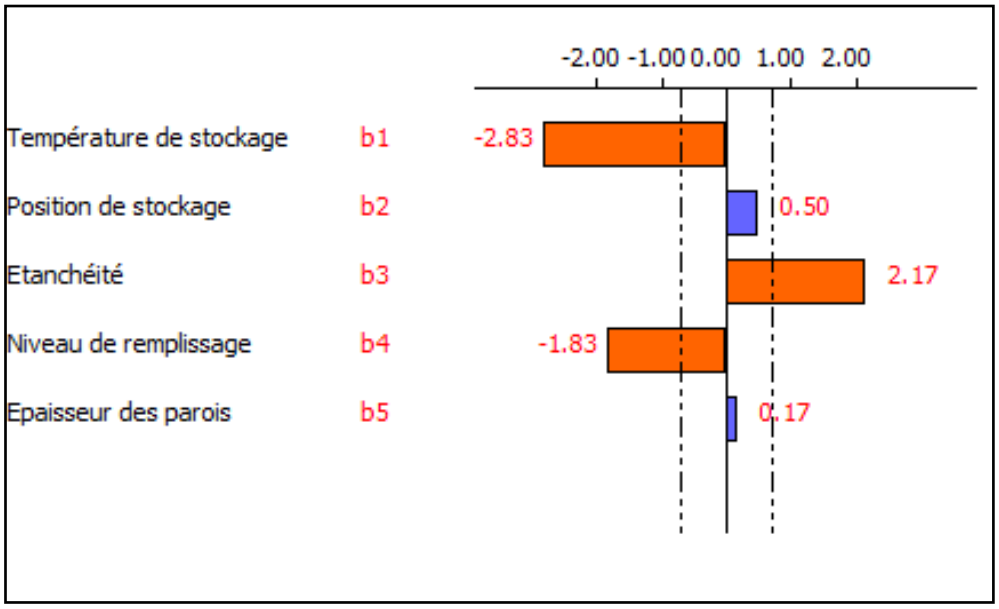


Figure 8:diagramme en bâtons des effets moyens

Le tracé des effets moyens **(Figure 8)** fait ressortir immédiatement les facteurs importants :

La température de stockage a le plus grand effet (négatif) sur la variation de la teneur en calcium, (plus la température augmente, plus la teneur en calcium diminue), suivie de l'étanchéité de la bouteille avec un effet positif (plus l'étanchéité de la bouteille augmente, la teneur en calcium reste constante et ne diminue pas), vient ensuite le niveau de remplissage qui a une influence négative (plus le niveau du remplissage diminue plus la teneur en calcium diminue), la position de stockage et l'épaisseur des parois de la bouteille, apparaissent cependant comme des facteurs ayant une action moins importante sur la variation de la teneur en calcium dans l'eau minérale Ain Saïss.

❖ **Diagramme de PARETO :**

Il est possible de décomposer la variation d'une réponse à partir des contributions par chacun des facteurs dans un modèle.

Les contributions des facteurs sont alors ordonnées par ordre décroissant puis représentées sous forme de diagramme en bâtons. Le diagramme de Pareto est complémentaire au tracé des effets moyens. Il 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.

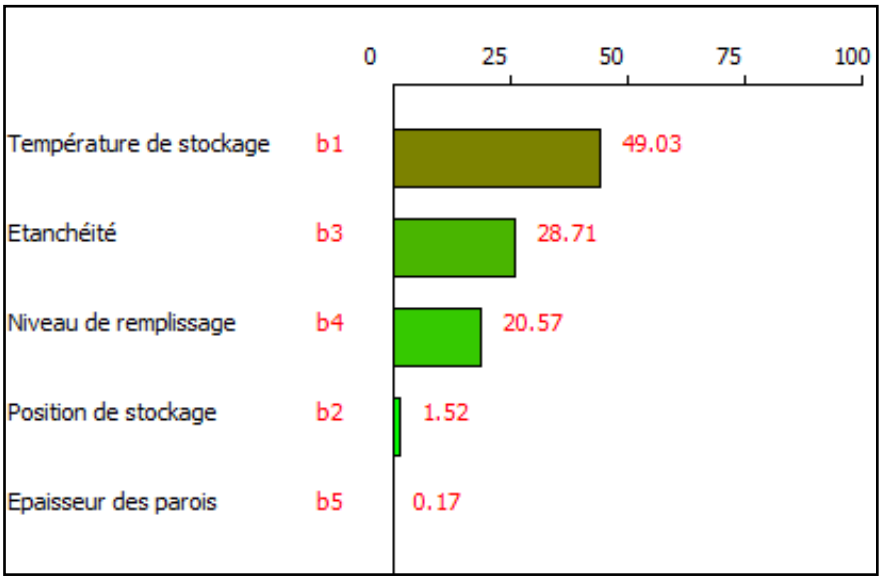


Figure 9: Effets Pareto individuels

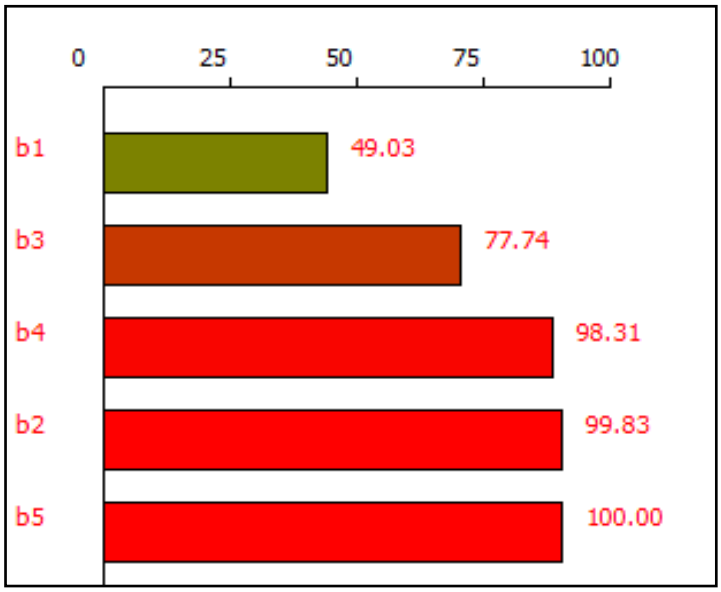


Figure 10 : Effets Pareto cumulés

Le diagramme de Pareto renforce la prédominance du rôle du facteur Température de stockage qui apparait le premier avec un bâton beaucoup plus grand que les autres **(figure 9).**

D'après Le diagramme des effets cumulés **(figure 10)**, nous pouvons voir qu'à eux seuls, les trois premiers facteurs : (Température de stockage, étanchéité et niveau de remplissage**)** expliquent plus de 87 % de la variation de la réponse.

En se basant sur la loi de Pareto :

- La température de stockage
- Etanchéité de la bouteille
- Le niveau de remplissage

S'avèrent être les facteurs qui influent le plus la teneur en calcium et donc la précipitation du calcium sous forme de $CaCO_3$.

b) Analyse statistique des effets des facteurs :

L'analyse statistique représente une aide à l'interprétation des résultats, dans le cas présent, elle permet d'identifier les effets probablement significatifs ou « actifs » des facteurs.

L'analyse statistique fait appel à la mise en œuvre des tests statistiques, procédures bien définies qui permettent de traduire, à partir d'une probabilité, la pertinence d'un modèle et le caractère significatif des effets moyens qu'il permet d'identifier.

Tableau 12 : Etude statistique des coefficients

Nom	Coefficient	$\alpha_{obs\ (\%)}$
b_0	55.496	< 0.01
b_1	-2.831	0.343
b_2	0.499	9.5
b_3	2.166	0.584
b_4	-1.834	0.812
b_5	0.166	42.3

Grâce au **tableau 12,** donné par le logiciel NEMRODW, on peut appliquer un test d'hypothèse pour confirmer la signification des coefficients, avec un risque d'erreur (α= 5%).

On pose deux hypothèses :

H_0 : $b_i = 0$ (Coefficient non significatif)

H_1 : $b_i \neq 0$ (Coefficient significatif)

Si $\alpha_{obs} < \alpha_{crit}$, on rejette H_0 au risque accepté.

Si $\alpha_{obs} > \alpha_{crit}$, on accepte H_0 au risque accepté

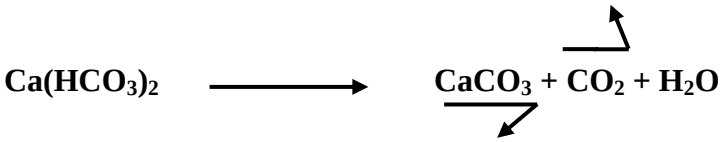
D'après le **tableau 12,** on peut conclure que les coefficients b_1, b_3 et b_4 sont significatif, ce qui est en accord avec les résultats obtenus dans l'analyse graphique des effets des facteurs.

8) Proposition du réglage nécessaire:

Le plan de criblage nous a permis de mettre en évidence les paramètres qui ont peu d'influence sur la variation de la teneur en calcium dans l'eau minérale Ain Saïss, et de choisir au mieux, ceux qui semblent les plus intéressants 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 HCO_3^- en CO_3^{2-} et CO_2, favorisant ainsi la formation de $CaCO_3$ (réaction ci-dessous).



- L'étanchéité doit être au niveau haut (1.6 Nm), pour une interdiction efficace du dégagement de CO_2, qui rend totale la réaction de la décarbonatation.

- Le niveau de remplissage doit être au niveau bas (14 mm), c'est-à-dire la bouteille doit être bien remplie, pour empêcher le dégagement de CO_2, qui pourrait entrainer la précipitation du $CaCO_3$.

Conclusion générale et perspectives :

Le traitement des défaillances en utilisant la méthode des plans d'expériences, est considéré actuellement le moyen le plus efficace disponible dans le domaine de l'industrie agro-alimentaire pour assurer une optimisation de qualité.

Au cours de ce stage, j'ai pu découvrir l'univers de la société, ce qui m'a permis de travailler d'une manière plus méthodique et de se qualifier, pour pouvoir accéder au monde du travail dans les conditions les plus avantageuses.

L'optimisation du phénomène de la décarbonatation a enrichi mon expérience professionnelle et m'a permis également, d'avoir une vision détaillée sur la démarche suivie pour corriger un problème au niveau industriel.

Grâce à notre étude de criblage les recommandations suivantes nous semblent très utiles :

- Il faut maintenir la température la plus basse possible en ventilant le magasin de stockage du produit Ain Saïss.
- Il faut régler la machine du bouchage à la valeur 1.6 Nm, et suivre sa performance, pour assurer une étanchéité optimale.
- Il faut vérifier continuellement le niveau de remplissage des bouteilles, qui doit être au maximum autorisé par les normes internes de la société.

Références bibliographiques

[2] CODEX STAN 108-1981 NORME CODEX POUR LES EAUX MINÉRALES NATURELLES version 2007.

[3] Festy B, Hartemann P, Ledrans M, Levallois P, Payment P, Tricard D ; 2003 ; Qualité de l'eau.

[5] GHAZALI D. ZAID ; 2013 ; Etude de la qualité physico-chimique et bactériologique des eaux de la source AIN SALAMA-JERRI.

[7] Jean-Claude CHAUVEAU, Jean-Paul CHASSAING ; Introduction à la méthode des plans d'expériences par la méthode TAGUCHI.

[10] Sandrine KARAM ; 2004 ; Thèse Pour obtenir le grade de DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES. Thèse N° 39-2004.

[11] Agence Nationale pour la Promotion de l'Innovation et de la Recherche au Luxembourg ; 2008 ; Diagramme d'Ishikawa.

[12] Documents internes de la société du thermalisme marocain ; Route de TAZA Km 15 Sidi Harazem Fès Maroc.

Webographie

[1] http://www.lavieeco.com/news/economie/eaux-minerales-8-marques-locales-et-une-consommation-qui-a-triple-en-5-ans-19384.html.

[9] http://fr.wikipedia.org/wiki/Brainstorming.

[8] http://www.nemrodw.com/telechargements-nemrodw.php

[4] http://www.lavaris-lake.de/fr/parametres-de-qualite-de-l-eau.html

Liste des annexes

Annexe1 :

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

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

Annexe 2 :

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

Paramètre	VMA	Expression des résultats
pH	6,5<p H <8,5	-
Conductivité	2700	µS/cm à 20°C
Turbidité	5	NTU
Température	Acceptable	°C
Nitrites NO2	0.5	mg/l
Nitrates NO3	50	mg/l
Arsenic As	10	µg/l
Baryum Ba	0.7	mg/l
Cadmium Cd	3	µg/l
Manganèse	0.5	mg/l

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques Fès
www.fst-usmba.ac.ma

Filière Ingénieurs
Industries Agricoles et Alimentaires

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat

- **Nom et prénom : BENTATA Otmane**
- **Année Universitaire : 2014-2015**
- **Titre : Amélioration du phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss par la méthodologie des plans d'expériences.**

Résumé

Le présent rapport a été rédigé au terme de quatre mois de stage au sein de la société SOTHERMA, dont L'objectif fondamental est d'optimiser le phénomène de la décarbonatation de l'eau minérale Ain Saïss, par la méthodologie des plans d'expériences.

Comme première étape nous avons déterminé la nature du sel ($CaCO_3$), formé sur les parois de la bouteille par des analyses qualitatives et des analyses quantitatives, puis nous avons ciblé les facteurs qui influencent le phénomène de la décarbonatation à l'aide de la technique du brainstorming.

La deuxième étape, fondée sur un plan de criblage de type matrice d'Hadamard, qui a permis de classer les facteurs en fonction de leur importance depuis les plus influents jusqu'aux moins influents, pour pouvoir les optimiser à la suite en déterminant les conditions optimales qui fournissent les meilleurs résultats.

Mots clés : Décarbonatation, Eau minérale naturelle, Plans d'expériences, Criblage, Teneur en calcium.