



Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

*Suivie chronologique des paramètres pH et conductivité par
établissement des cartes de contrôle*

Présenté par :

- ◆ Mlle Laskad Zaina

Encadré par :

- ◆ Pr. BOUAYAD ABDELOUAHED (FST)
- ◆ Mme R.OUZZANI

Soutenu Le 10 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Pr. Bouayad Abdelouahed
- Pr. Mesbahi Khalid
- Pr. Y.kandri Rodi

Stage effectué à la RADEEF.....

Année Universitaire 2015/ 2016

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

Site web : <http://www.fst-usmba.ac.ma>

REMERCIEMENT

Au terme de ce travail j'aimerais rendre hommage à tous ceux qui de loin ou de près m'ont apporté leurs encouragements.

Premièrement je tiens à exprimer mes vifs remerciements envers mon professeur à la FST Monsieur BOUAYAD ABDELOUAHED pour son encadrement, ses remarques et ses directives.

Je remercie tout les membres de jury : Mr Y. KANDRI RODI et Mr KH. MESSBAHI d'avoir accepté de juger ce travail.

Un grand merci pour ma tutrice de stage Madame R. OUAZZANI_à la RADEEF qui m'a encadré toute la duré de stage pour sa disponibilité, son aide, ses conseils précieux et sa gentillesse.

J'aimerais remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet, notamment, tous les membres de ma famille ainsi que tous mes amis.

SOMMAIRE

Introduction	1
Présentation général de la RADEE	2
I. Présentation de laboratoire de la RADEEF.....	2
1. Historique.....	2
2. Activité	2
3. Organigramme.....	3
CHAPITRE I : contrôle de qualité de l'eau potable.....	4
• Introduction.....	5
I. Test organoleptique.....	6
a. Goût	6
b. Couleur.....	6
c. Odeur	7
II. Analyses bactériologiques	8
III. Analyse physico -chimiques.....	11
1. Les analyses physiques.....
➤ Température.....
➤ Potentiel hydrogène pH.....
➤ Conductivité.....	12
➤ Turbidité.....
2. Les analyses chimiques.....	13
2.1 Notion de demande en chlore.....	13
2.2 Détermination de degrés chlorométrique de l'eau de javel.....	14
2.3 Dosage des ions.....	15
a) Chlorures.....	15
b) Nitrite.....	16
c) Nitrate.....	17
d) Ammonium.....	18
e) Sulfate	19

CHAPITRE II : les cartes de contrôles pH et conductivité	20
I. Généralité	21
1. Définition	22
2. Objectif
3. Processus sous contrôle ou hors contrôle.....
4. Nature des cartes de contrôle
5. Construction d'une carte de contrôle	23
5.1 Principe
5.2 Modalité de prélèvement des échantillons.....	24
5.4 Calcul des moyennes et étendu.....	24
5.4 Calcul des limites de contrôle	25
II. Etablissement des cartes de contrôle des paramètres pH et conductivité	
1. Etude expérimentale	26
1.1 Potentiel d'hydrogène pH.	26
1.2 Conductivité.....	30
Conclusion	33

INTRODUCTION

L'eau c'est la vie ;

Elle représente un élément vital sans lequel la vie serait impossible, donc il faut le préserver.

L'alimentation en eau potable de la ville de Fès est assurée par l'ONEE comme producteur où l'eau subit plusieurs traitements rigoureux en passant par plusieurs étapes, a la fin de l'opération de traitement l'eau est stocké dans des réservoirs qui vont alimenter les réservoirs de la RADEEF qui joue le rôle de confirmer la qualité de l'eau selon les normes en vigueur pour alimenter la population.

Pour la préservation de la qualité d'eau distribuée et la poursuite du programme d'amélioration de la qualité d'eau, dans ce cadre des analyses physico-chimique et bactériologique sont effectués au sein de laboratoire de contrôle de la qualité d'eau potable.

Le but de ce rapport n'est pas de faire uniquement une représentation exhaustive de toutes les analyses qui caractérise la qualité des eaux potable mais aussi d'établir les cartes de contrôles des paramètres pH et conductivité dans le but de vérifier si les procédés d'analyse utilisés est sous contrôle statistique.

Ce rapport traite les points suivants :

- ▶ Représentation de la RADEEF
- ▶ Les analyses de contrôle de qualité de l'eau potable
- ▶ Le suivie chronologique de pH et conductivité et établissement des cartes de contrôles
- ▶ conclusion

Présentation général de la RADEEF

La RADEEF est un établissement public à caractère commercial et industriel, c'est la régie autonome intercommunale de distribution d'Eau et d'Electricité de la wilaya de Fès (RADEEF) .Elle a été créée en 1969 par le conseil principal pour succéder une compagnie française du temps de protectorat pour la distribution d'électricité et d'eau potable en 1970 à partir de OUED SBOU.




I. Présentation de laboratoire de la RADEEF


1. Historique:

Créé en 1976 au siège de la RADEEF puis il fut transféré près du réservoir sud West en janvier 1993. Il a pour but d'assurer que l'eau du robinet ne présente aucun risque pour la santé.

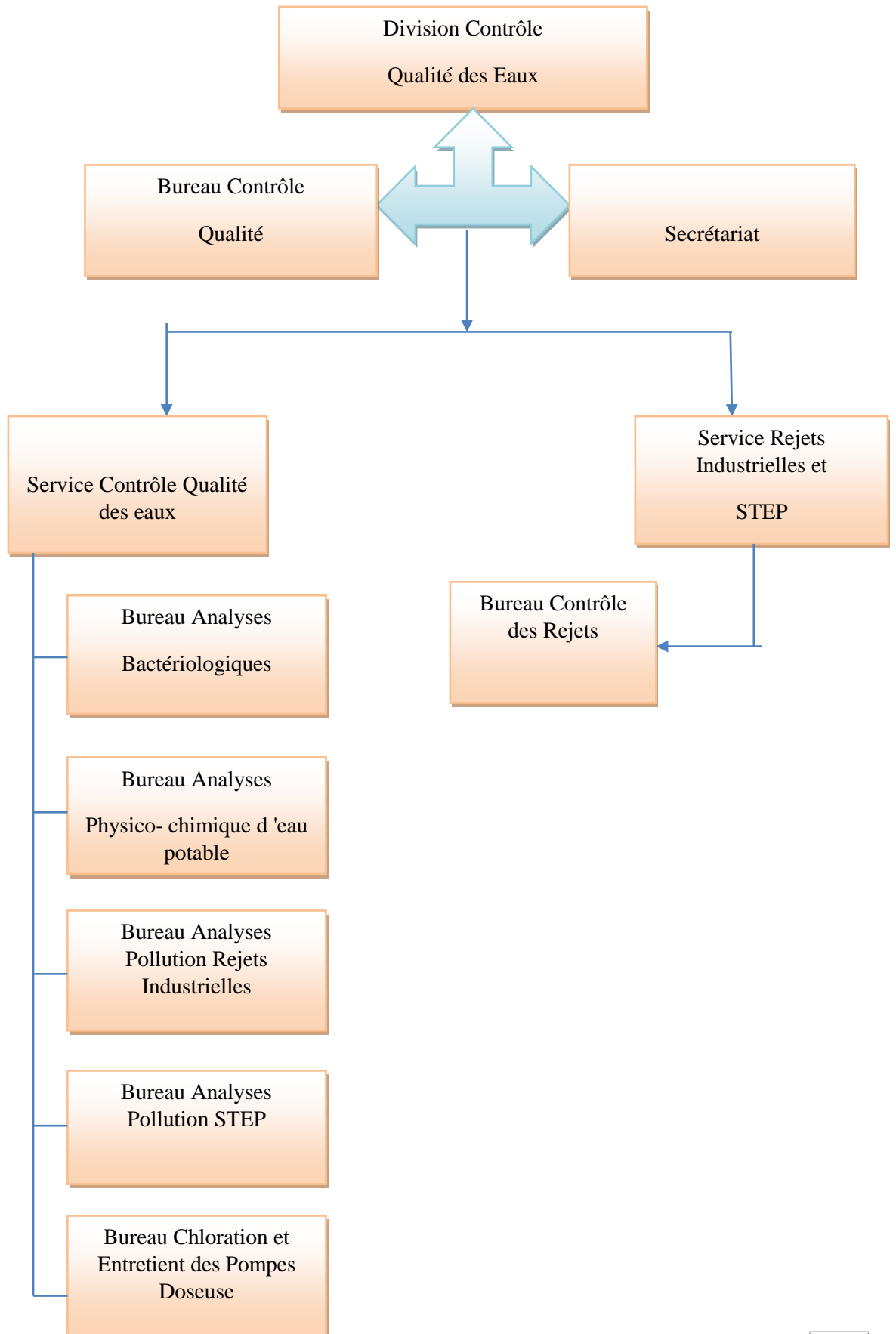
2. .Activité:

Le laboratoire de la RADEEF est responsable de la qualité de l'eau de distribution, il se charge de :

-  Contrôler le chlore résiduel sur l'ensemble du réseau.
-  Réaliser les enquêtes de qualité d'eau, suite aux réclamations des abonnés.
-  Contrôler les opérations de nettoyage des réservoirs effectuées par les services d'exploitation du réseau.

-  La préparation de réactif chimiques et des milieux de culture bactériologiques.

3. Organigramme :



CHAPITRE I

Contrôle de qualité de l'eau potable

• Introduction :

Une eau est dite potable quand elle satisfait à un certain nombre de caractéristique la rendant propre à la consommation humaine ; la qualité des eaux distribuées est définie par des normes. Ces normes précisent les références de qualité à respecter pour un certain nombre de paramètre. Ces paramètres de qualité sont regroupés en 3 catégories :

- ✓ Paramètres Organoleptiques
- ✓ Paramètres microbiologiques
- ✓ Paramètres physico-chimique

-Échantillonnage :

Les échantillons sont prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre, les analyses doivent être faite dès que possible au maximum 24 après la prise d'échantillon et conservés entre 2 et 5 °C jusqu'à analyse.

Paramètres physico-chimiques	Paramètres microbiologiques
<ul style="list-style-type: none">▪ Les échantillons d'eau doivent être prélevés dans des récipients propres, rincés plusieurs fois avec l'eau à analyser, et fermés hermétiquement sans laisser de bulles d'air dans le flacon.▪ les paramètres physiques (pH et conductivité) sont mesurées à des températures entre 20°C ET 25°C	<ul style="list-style-type: none">▪ Les échantillons pour les analyses bactériologiques sont conservés dans un flacon stérile.▪ Une fois les prélèvements effectués, les flacons sont étiquetés et placés dans une glacière à l'abri de la lumière et à une température de 4°C▪ L'objectif est d'obtenir un échantillon aussi représentatif que possible de l'eau à examiner, sans contaminer ni modifier l'échantillon.

I. Test organoleptiques :

Les paramètres organoleptiques sont les propriétés de l'eau telles que couleur, odeur, et goût qui sont perceptibles par les organes sensoriels. Ces critères n'ont pas de valeur sanitaire directe.

1. Le goût :

▶ Définition :

Le goût peut être défini :

- Comme l'ensemble des sensations gustatives, olfactives et sensibilité chimique commune.
- Perçues par les organes gustatifs lorsqu'ils sont en contact avec l'eau à tester.

▶ Principe :

L'eau à examiner est diluée par une eau sans goût « dite eau de référence » jusqu'à ce qu'elle ne présente plus de goût perceptibles.

▶ Réactif :

Eau de référence : eau préparée en faisant passer de l'eau potable ou de minéralisation voisine de celle à tester, sur une colonne de charbon actif en grain (cône d'Imhof) non saturé à un débit maximum de 10 l/h, Cette eau doit être préparée quotidiennement.

2. La couleur :

▶ Définition :

➤ Couleur réelle :

C'est la couleur due aux substances en solution dans l'eau.

➤ Couleur apparente :

C'est la couleur due aux substances en solution et aux substances en suspension dans l'eau.

▶ Principe :

Comparaison visuelle de la coloration d'un échantillon à celle de témoins, et expression des résultats en unités de coloration Hazen .

3. L'odeur :

▶ Définition :

L'odeur peut être définie comme :

- L'ensemble des sensations perçues par l'organe olfactif en flairant certaines substances volatiles.
- La qualité de cette sensation particulière provoquée par chacune de ces substances.

▶ Principe :

L'eau à examiner est diluée jusqu'à ce qu'elle ne présente plus d'odeur perceptible.

▶ Réactif :

Eau désodorisée : préparée en faisant passer de l'eau potable sur une colonne de charbon actif en grains, non saturé à un débit maximum de 10l/h, cette eau doit être préparé quotidiennement.

II. Analyses bactériologiques :

L'analyse bactériologique est une phase extrêmement importante sur le plan sanitaire, son but est de s'assurer de l'absence de germes pathogènes susceptibles de porter atteinte à la santé du consommateur.

Les principaux germes indicateurs de contamination qu'on doit détecter en analysant une eau sont :

- ✓ Coliforme
- ✓ Escherichia Coli
- ✓ Entérocoques intestinaux
- ✓ Micro organismes revivifiables
- ✓ Micro organismes anaérobie (clostridia)

☞ Définition :

✓ Coliformes :

Les coliformes totaux sont omniprésents dans la nature et sont associés à la matière organique en décomposition (pelouse, foin, bois, matières fécales, etc.). Pour qu'une eau soit considérée potable, le résultat doit être de moins de 10 UFC (Unité Formant Colonie) par 100 ml.

✓ (Escherichia. Coli) :

Les coliformes fécaux et en particulier E. Coli proviennent d'une pollution fécale animale ou humaine et démontrent la présence potentielle d'organismes pathogènes capables de causer des maladies entériques. Aucun de ceux-ci ne doit être présent par 100 ml d'eau potable pour que l'eau soit propre à la consommation.

✓ Les entérocoque intestinaux:

Les entérocoques fécaux sont en grande partie d'origine humaine. Cependant, certaines bactéries classées dans ce groupe peuvent être trouvées également dans les fèces animales, ou se rencontrent sur les végétaux. Ils sont néanmoins considérés comme indicateurs d'une pollution fécale, et leur principal intérêt réside dans le fait qu'ils sont résistants à la dessiccation. Ils apportent donc une information supplémentaire sur une pollution. L'identification des entérocoques fécaux donnera une confirmation importante du caractère fécal de pollution (OMS, 1994).

✓ Microorganismes revivifiables aérobie :

La recherche des microorganismes aérobie non pathogènes dit « revivifiables » permet de dénombrer les bactéries se développant dans des conditions habituelles de culture. Ces germes n'ont pas d'effet direct 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 entérocoques peuvent être détectés sur gélose lors d'une filtration sur membrane.

Remarque : le matériel utilisé pour ces analyses doit être stérilisé afin d'éliminer les divers micro-organismes présente, la méthode qu'on utilise souvent au laboratoire est la stérilisation par la chaleur humide, par filtration puis par la chaleur sèche, l'appareil utilisé est l'autoclave ensuite le matériel est mis dans un étuve.

□ Dénombrement des bactéries :

– Dénombrements des coliformes : (méthode de filtration sur membrane)

C'est une technique qui permet de dénombrer les bactéries présentes dans l'eau.

Principe : cette méthode consiste à filtrer un volume d'eau de l'échantillon à analyser à travers une membrane filtrante en ester de cellulose de porosité (**0,45 µm**) dont les pores ne laissent pas passer les bactéries. La membrane est ensuite placée sur un milieu gélosé. Durant l'incubation à température convenable pendant 24 Heures, des colonies se forment à la surface de la membrane.



Photo : Méthode de filtration sur membrane

NB : Avant de commencer à manipuler, le milieu de travail doit être désinfecté par l'alcool.



Photo :Les milieux de culture endo C et tergitol

➤ **Expression des résultats :**

✚ Les coliformes fécaux(E.Coli) présentent des colonies de coloration jaune ou orangée, à l'intérieur d'un halo jaune visible sur le milieu **Tergitol** à **44 °C**.

✚ Les coliformes présentent des colonies de coloration rouge sur le milieu **Endo C** à **37 °C**.

– **Dénombrement des entérocoques intestinaux:**

Le dénombrement des entérocoques se fait par la même méthode des membranes filtrantes dans un milieu **Slanetz** avec incubation à **37°C** pendant 48 Heures.

➤ **Expression des résultats ;**

Les entérocoques se manifestent en milieu **Slanetz** sous forme de colonies de couleur rouge ou marron.

– **Dénombrement des microorganismes revivifiables :aérobie**

La méthode qui est fréquemment utilisée pour la recherche des bactéries aérobies revivifiables est une technique de comptage des colonies par ensemencement sur milieu de culture gélosé.

Principe : Elle consiste à préparer pour chaque échantillon d'eau potables deux boites de pétri contenant 1ml d'échantillon d'eau potable et un volume de 15 ml de gélose nutritive. L'une des boites sera mise à l'étuve a une température de **22°C** pour détecter la présence des **saprophytes**, et la deuxième est déposée dans une étuve à **37°C** pour les microorganismes **pathogène**.

➤ **Expression des résultats :**

Comptage des colonies de couleur blanc après incubation à 37 °C et 22 °C pendant 48h

III. Analyses physico-chimiques :

L'examen physico- chimique de l'eau destinée à la consommation humaine est d'une importance capitale, car elle mesure l'absence ou non de produits chimiques présent dans l'eau, ce qui peut être nocif pour la santé des gents.

1. Analyses physiques :

➤ *Température :*

La température influe sur la solubilité et l'ionisation des substances coagulantes, sur le changement du pH et de conductivité, et permet aussi la connaissance de l'origine des eaux, après le prélèvement de l'eau la mesure de la température s'effectue sur le terrain à l'aide d'un thermomètre.

Les paramètres physiques étudiés au laboratoire sont : le pH, la conductivité et la turbidité.

↳ **Le pH et la conductivité** sont généralement mesurés à des températures entre 20°C et 25°C.

➤ *Potentiel hydrogène pH:*

Le terme pH est la concentration d'ions hydrogène dans une solution, c'est un facteur d'investigation de l'acidité ou de l'alcalinité d'une eau.

La mesure de pH se fait par pH mètre étalonner, cette mesure basée sur la détermination de l'activité des ions hydrogène en utilisant deux électrodes ; une électrode hydrogène et une électrode de référence.

↳ La valeur du pH doit être acceptable et comprise entre **6,5 < pH < 8,5**



Photo : pH mètre

➤ *conductivité :*

La conductivité électrique de l'eau représente la propriété d'une solution de conduire le courant électrique, en fonction de la quantité des ions présents dans l'eau.

La conductivité de l'eau est un test facile à réaliser, qui informe sur la qualité de l'eau; ce test est utilisé comme une manière de suivre les changements de la composition d'ions dans une eau potable, en utilisant un conductimètre. Les valeurs de la conductivité sont mesurées en Micro Siemens par cm ($\mu\text{S/cm}$).

↪ En générale la conductivité ne faut pas dépasser 2700 $\mu\text{S/cm}$



Photo : conductimètre

➤ *Turbidité :*

Principe : Méthode néphélométrique, le faisceau lumineux traverse horizontalement la cuvette contenant l'échantillon, une partie de cette lumière est diffusé par effet Tyndall grâce aux particules en suspension.

La turbidité indique la présence de matières en suspension dans l'eau, qui peuvent véhiculer des substances indésirables adsorbées sur les particules. Des événements comme les orages ou la fonte des neiges peuvent fortement augmenter la turbidité de l'eau brute. Son taux normal est fixé à 5 NTU selon OMS (organisation mondial de santé).



Photo :turbidimètre

2. Analyses chimiques :

2.1) Notion de demande en chlore :

Lorsque le chlore est introduit dans l'eau, une première réaction instantanée se produit entre l'acide hypochloreux HOCl et la matière organique présent dans l'eau pour donner des chloramine :



□ Break point ou point de rupture :

C'est le "point bas" de la courbe (figure 1) obtenue en portant en ordonnées les teneurs résiduelles de chlore total et en abscisses les quantités de chlore ajouté, point à partir duquel apparaît une teneur résiduelle en "chlore libre"

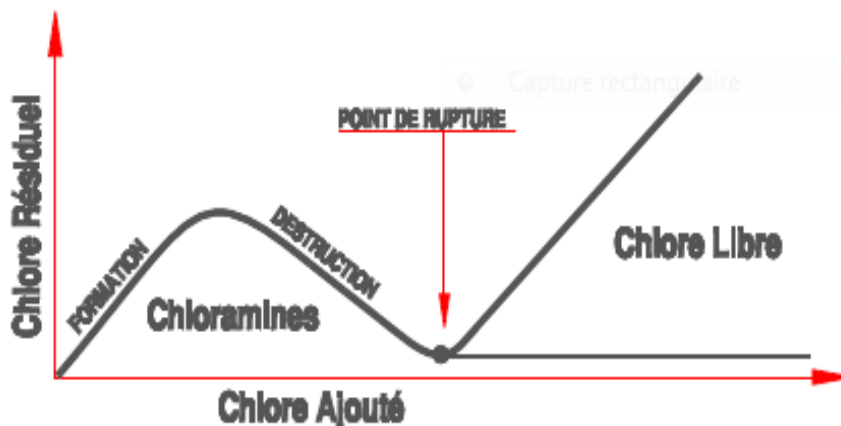


Figure 1 : demande en chlore

Interprétation de la courbe:

La première partie de la courbe correspond à la formation de mono, di et Trichloramine. Leur destruction par le chlore ajouté apporte un affaiblissement de la teneur en chlore total, d'où diminution de la pente jusqu'au point de rupture, à partir duquel tout chlore ajouté se transforme en chlore libre, disponible pour la désinfection. L'écart entre la droite des abscisses et le point de rupture correspond à la présence de Trichloramine non réductibles par le chlore. Un excès témoigne d'une très mauvaise qualité de l'eau brute. Le point de rupture est donc d'autant plus bas que les impuretés de l'eau ont été oxydées par le chlore. Cette courbe montre qu'il faut bien ajouter du chlore pour faire baisser la teneur en chloramine.

2.2) Détermination du degré chlorométrique d'eau de javel:

Pour la désinfection de la matière organique présente dans un réservoir on détermine la quantité nécessaire d'eau de Javel qu'il faut ajouter c'est dans ce but qu'on doit connaître tout d'abord son degré chlorométrique.

❖ Définitions :

- Le degré chlorométrique est la quantité de **chlore actif** présent dans 1l d'eau de javel.
- L'eau de javel : est une solution aqueuse et alcaline d'hypochlorite de sodium NaClO .
- chlore actif : c'est le chlore qui a donné naissance à l'hypochlorite NaClO , à raison d'une molécule de chlore pour une molécule de NaClO .

Remarque : En milieu acide l'eau de Javel subit une transformation complète représentée par

la réaction suivante :
$$\text{Cl}^- + \text{ClO}^- + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Cl}_2(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$$

❖ Principe :

En milieu carbonaté (pH=8) et en présence d'hypochlorite ClO^- , l'iodure de potassium KI se transforme en iodate I^- lorsque tout le chlore est combiné, une goutte de KI en excès réagit sur l'iodate avec libération d'iode I_2 .

❖ Réactifs :

- **Solution de KI (2,787g /l)
- **Bicarbonate de sodium NaHCO_3 3g
- **Empois d'amidon comme indicateur coloré

❖ Protocole :

- 1) dilution de 1/10 d'une eau de Javel concentrée
 - 2) prélèvement **10 ml** de la solution diluée d'eau de Javel, à la quelle on ajoute **3g** de bicarbonate de sodium.
 - 3) dosage de l'eau de javel dilué avec une solution KI en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré jusqu'à apparition d'une coloration bleu.
 - 4) Degré chlorométrique est égal au **volume versé de KI** multiplié par **1,12**
- ↔ Degré chlorométrique= $V \cdot 1,12$

Remarque : on a

$M = 3,17\text{g}$ c'est la quantité de chlore actif contenue dans un litre de chlore gazeux à 0°C et sous pression de 1bar

$$3,55 = \frac{M(\text{Cl})}{10} \text{ alors le facteur } 1,12 = \frac{3,55}{3,17}$$

2.3) Dosage des ions :

a) Chlorures (Méthode de Mohr)

* Principe :

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium K_2CrO_4 , la fin de la réaction est indiquée par l'apparition du teint rouge caractéristique du chromate d'argent (Ag_2CrO_4).

* Réactif :

- Solution de chromate de potassium à 10%
- Solution de nitrate d'argent N /10

* Mode opératoire :

- ✓ Introduire 50ml d'eau à analyser dans une fiole conique ;
- ✓ Ajouter quelque gouttes de chromates de potassium ;
- ✓ Verser au moyen d'une burette la solution de nitrate d'argent jusqu'à l'apparition d'une teinte rouge brique.

▶ Réaction de dosage :

Les ions Cl^- présent dans l'échantillon forment un précipité d' AgCl (les ions Ag^+ sont issus d'une solution d' AgNO_3)



Lorsque le milieu est épuisé en Cl^- , les ions Ag^+ réagissent avec CrO_4^{2-} pour donner un complexe coloré (rouge brique) qui caractérise la formation de chromate d'argent qui nous indique le point d'équivalence, selon la réaction :



*** Expression des résultats :**

Soit V la tombé de burette en ml de Nitrate d'Argent pour une prise d'essai 50 ml d'échantillon.

➤ $V \cdot 35,5 =$ teneur en chlorure exprimée en **mgcl · l**

b) Nitrites (NO_2^-):

*** Définition :**

Les nitrites (NO_2^-) représentent une forme oxygénée de l'azote .Cet anion est instable et s'insère dans le cycle de l'azote entre l'ion ammonium (NH_4^+) et l'ion nitrate (NO_3^-). On peut trouver des nitrites par défaut d'oxygène dissous dans le milieu.

La présence de nitrites d'origine naturelle est rare.

*** Principe :**

La diazotation de l' amino-4-benzène sulfonamide par les nitrites en milieu acide et sa copulation avec le dichlorure de N-(naphtyl-1) diamino -1,2 éthane donne un complexe coloré susceptible d'un dosage colorimétrique.

*** Réactifs :**

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnus, et de l'eau distillée ou de pureté équivalente

- Acide ortho phosphorique H_3PO_4
- Réactif coloré :
 - * 40g d' amino-4benzene sulfonamide
 - * 100ml d'acide ortho phosphorique
 - * 500 ml d'eau dans un bécher
 - * 2 g de dichlorhydrate de N-(naphtyl-1)diamino -1.2éthane

Transférer dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter avec de l'eau distillée.



Spéctrophotomètre

* Expression des résultats :

Pour une prise d'essai de 40 ml la courbe donne directement la teneur en azote nitreux.

c) Nitrates NO_3^- (Méthode au salicylate de sodium) :

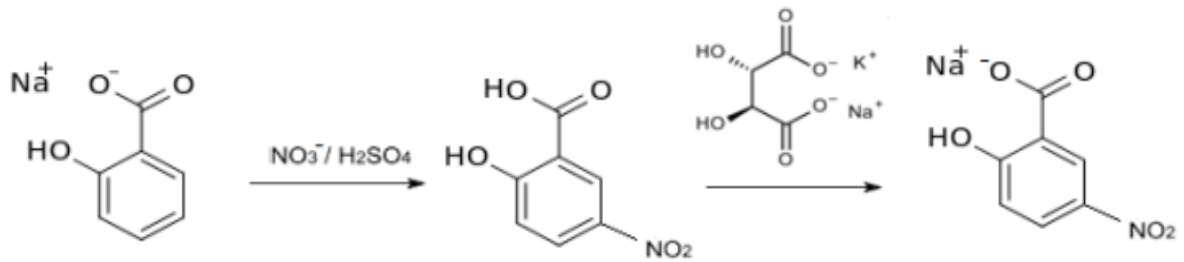
* Principe :

En présence de salicylate de sodium, les nitrates NO_3^- donnent de paranitrosalicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique .

* Réactif :

- Salicylate de sodium à 0,5% $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$ (solution renouveler chaque 24h)
- L'acide sulfurique H_2SO_4 concentré
- tartrate double de sodium et de potassium $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6, 4\text{H}_2\text{O}$
- eau distillé

Réaction mise en jeu :



* Expression des résultats :

Pour une prise d'essai de 10ml la teneur en azote nitrique NNO_3 est exprimée en mg/l , et pour obtenir la teneur en nitrate NO_3^- on multiplie les résultats par 4,43.

d) Ammonium NH_4^+ :

☞ C'est un bon indice de contamination organique et bactériologique.

*Principe :

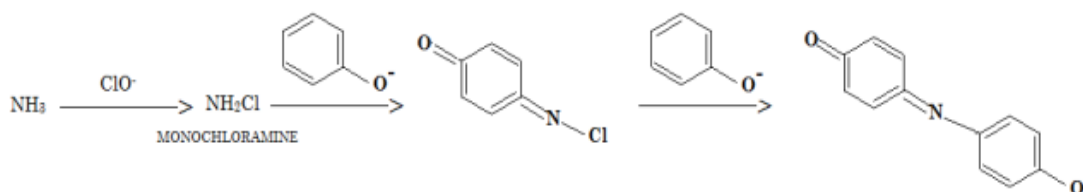
En milieu alcalin et en présence de nitroprusiate qui agit comme catalyseur, les ions NH_4^+ traités par une solution du chlore et de phénol donnent du bleu d'indophénol susceptible d'un dosage colorimétrique à 630nm.

* Réactif :

- Solution chlorée :
 - * Hydroxyde de sodium NaOH
 - * Citrate tri sodique $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
 - * Acide dichlorocyanurique $\text{C}_3\text{HCl}_2\text{N}_3\text{O}_3$
 - * Eau distillée
- Solution de nitroprusiate de sodium et de phénol :
 - * Phénol
 - * Nitroprusiate de sodium
 - * eau distillée

- les solutions sont transvasées dans des flacons bruns.

Les réactions mises en jeu :



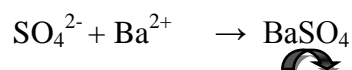
* Expression des résultats :

Pour une prise d'essai de 20ml, la courbe donne directement la teneur en ion NH_4^+ exprimé en mg/l.

e) Les sulfates :

* Principe :

Les sulfates sont précipités en milieu chlorhydrique à l'état de sulfate de baryum (BaSO_4)



Le précipité ainsi obtenu est stabilisé à l'aide d'une solution de TWEN 20.

* Réactifs :

- Solution d'acide chlorhydrique à 10%
- Agent stabilisant : solution TWEN20 à 25%
- Solution de chlorure de baryum stabilisé :
 - * Chlorure de baryum ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ;
 - * TWEN ;
 - * Eau distillé .

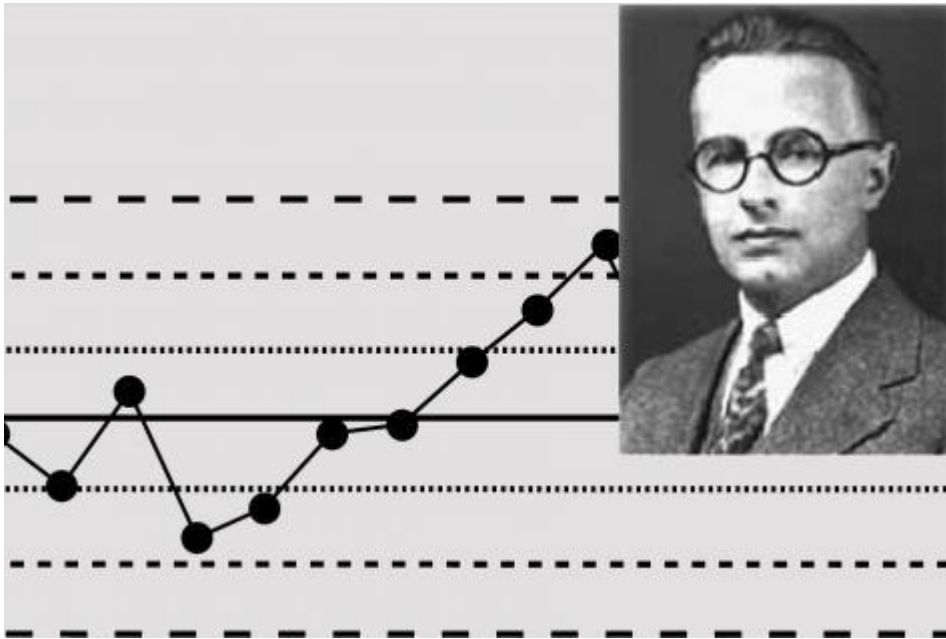
* Expression des résultats :

Pour une prise d'essai de 39 ml la courbe donne directement la teneur en sulfates exprimée en milligrammes SO_4 par litre d'eau .mg/l

CHAPITRE II

Carte de contrôle des paramètres Potentiel d'Hydrogène et conductivité

I. Généralité :



Walter Shewhart (Bell Lab. Chicago, circa 1930)

C'est l'ingénieur shewhart qui a développé en 1925 le principe des cartes de contrôle appliqué à des caractéristiques mesurable

Il est très important que tous les processus de mesure soient sous contrôle statistique. Ceci permet à l'analyste d'avoir une certaine assurance sur la fiabilité des résultats. Une méthode simple et rapide permet de vérifier si un procédé est sous contrôle statistique. Elle consiste à reproduire ce qu'on appelle **la carte de contrôle**. Cette méthode est souvent utilisées par les laboratoires pour effectuer quotidiennement et soigneusement le contrôle statistique des analyses, leur utilisation ne se limite pas au suivi des résultats des analyses tel que la mesure du pH et de la conductivité ou de la concentration d'un produit chimique dans l'eau. Mais elle peut s'étendre pour surveiller l'étalonnage des appareils de mesures.

1. Définition

Les cartes de contrôle : c'est une méthode graphique qui permet de visualiser les variations du procédé dans le temps et de juger si statistiquement un dérèglement s'est produit.

Elles visent à :

- Évaluer et assurer la stabilité du procédé
- limiter la proportion des produits non conforme
- Signaler les causes spéciales

2. Objectif

L'objectif de cet outil est de surveiller le réglage d'un appareil et d'intervenir dans le cas de Dysfonctionnement provoquant une diminution de la qualité. L'outil est utilisé principalement pour démontrer qu'un processus est sous contrôle ou hors contrôle statistique.

3. Processus sous contrôle et hors contrôle :

- ✚ Un processus qui varie uniquement de façon aléatoire (fluctuations d'échantillonnage) est dit **sous contrôle statistique**.
- ✚ Un processus qui varie pour des causes identifiable (non aléatoires) est dit **hors contrôle statistique**

4. Nature des cartes de contrôles :

Il existe deux grands types de carte de contrôle :

- ☞ **Les cartes de contrôle aux mesures** : Cartes aux valeurs (les échantillons comportent des mesures numériques) .
- ☞ **Les cartes de contrôles aux attributs** : (les jugements se limitent à Bon/Mauvais par des contrôles souvent visuels) .

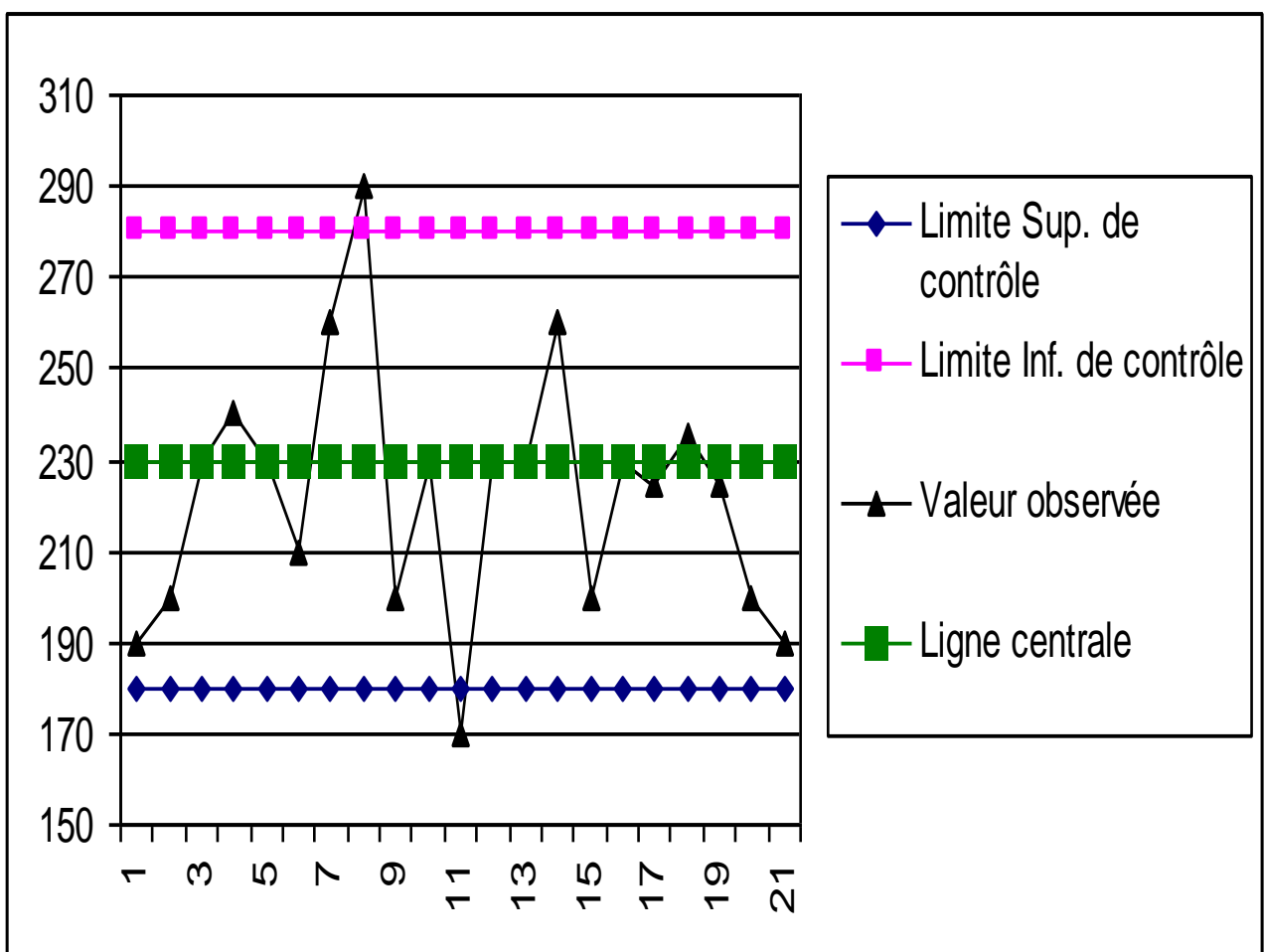
Remarque : la suite traite seulement les cartes de contrôles aux mesures moyenne et étendu

Les cartes de contrôle sont établies à partir de données recueillies par échantillonnage. La visualisation de l'évolution du procédé nécessite de prélevé consécutivement et à intervalles réguliers des échantillons.

5. Construction d'une carte de contrôle \bar{x} et R :

5.1 Principe :

- La carte montre le graphique des valeurs au fil du temps (échantillon par échantillon)
- Pour chaque carte, on calcule des limites supérieures et inférieures (à l'intérieur des tolérances) .
- On analyse le comportement des valeurs (la manière dont elles évoluent)
 - On en tire des conclusions sur l'efficacité du procédé d'analyse utilisé s'il est sous contrôle ou non



5.2 Modalité de prélèvements des échantillons :

*Taille de l'échantillon(n) : 5 unités par prélèvement

*Fréquence de contrôle : 30 jours consécutifs.

5.3 Calcul des moyennes et étendues :

- **La moyenne** : dans le cas où une analyse sur un échantillon est répétée un certain nombre de fois (n fois), la valeur moyenne de ces mesures est un nombre important. Elle se calcule en faisant la somme des valeurs trouvées par les mesures et en divisant cette somme par le nombre de mesures :

$$\bar{X} = \frac{\sum xi}{n} \quad \text{avec } n = \text{nombre d'échantillon}$$

- **La moyenne des moyennes** : représente la sommation des moyennes des échantillons divisés par le nombre de moyenne, sa formule est exprimée comme suit :

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n}$$

- **L'étendue** : représente la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale de l'échantillon .

$$R = X_{\max} - X_{\min}$$

\bar{R} est l'étendue moyenne de l'échantillon ; elle est égale à la moyenne des étendues :

$$\bar{R} = \frac{\sum R}{n}$$

5.4 Calcul des limites de contrôle :



De la moyenne :

$$\text{❖ LSC}_X = \bar{X} + A_2 \times \bar{R}$$

$$\text{❖ LIC}_X = \bar{X} - A_2 \times \bar{R}$$

$$\text{❖ LC} = \bar{X}$$



De l'étendue:

$$\text{LSC}_R = D_4 \times \bar{R}$$

$$\text{LIC}_R = D_3 \times \bar{R}$$

$$\text{LC} = \bar{R}$$

↪ les valeurs de A_2 , D_3 et D_4 sont des paramètres pré calculés qui dépend de la taille de l'échantillon (n). Pour obtenir ses valeurs, Il suffit de se reporter à la table suivante :

Taille de l'échantillon	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A_2	1,880	1,023	0,729	0,577	0,483	0,419	0,373	0,337	0,308
D_3	0	0	0	0	0	0,076	0,136	0,184	0,223
D_4	3,267	2,575	2,282	2,115	2,004	1,924	1,864	1,816	1,777

Tableau : 1

II. Etablissement des cartes de contrôle des paramètres pH et conductivité :

1. Etude expérimentale :

Au cours de 30 jours consécutifs j'ai suivi les mesures quotidiennes des paramètres pH et conductivité au sein de laboratoire de contrôle de qualité de l'eau potable et pour s'assurer de la qualité des mesures il faut vérifier que les procédés d'analyse utilisé est sous contrôle statistique. et dans ce but le traçage des cartes de contrôle est important.

1.1 Potentiel d'hydrogène pH :



Le tableau ci-dessous représente les résultats des mesures de pH pendant un mois avec les moyennes et moyennes des moyennes ainsi que les limites de contrôle supérieur et inférieur.

les jours	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech5	\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	R
18/04/2016	7,86	8,06	7,94	7,91	7,77	7,908	7,723867	0,29
19/04/2016	7,92	7,93	7,91	7,92	7,99	7,934	7,723867	0,07
20/04/2016	7,5	7,59	7,77	7,85	7,79	7,7	7,723867	0,35
21/04/2016	7,73	7,55	7,5	7,71	7,72	7,642	7,723867	0,23
22/04/2016	7,82	7,72	7,55	7,68	7,75	7,704	7,723867	0,27
25/04/2016	7,82	7,81	7,64	7,84	8,02	7,826	7,723867	0,38
26/04/2016	7,81	8,1	8,04	8,1	8,21	8,052	7,723867	0,4
27/04/2016	7,65	7,76	7,79	7,79	7,48	7,694	7,723867	0,31
28/04/2016	7,74	7,85	8,08	7,74	7,95	7,872	7,723867	0,34
29/04/2016	7,68	7,83	7,84	7,81	7,85	7,802	7,723867	0,17
02/05/2016	7,74	7,82	7,98	7,34	7,75	7,726	7,723867	0,64
03/05/2016	7,99	8	7,93	8,03	8,22	8,034	7,723867	0,29
04/05/2016	7,97	7,89	7,84	8,08	7,72	7,9	7,723867	0,36
05/05/2016	7,71	7,59	7,73	7,83	7,93	7,758	7,723867	0,34
06/05/2016	7,69	7,68	7,72	7,8	7,74	7,726	7,723867	0,12
09/05/2016	7,83	7,28	7,37	7,32	7,72	7,504	7,723867	0,55
10/05/2016	7,53	7,67	7,63	7,26	7,64	7,546	7,723867	0,41
11/05/2016	8,01	8,05	7,95	7,84	7,88	7,946	7,723867	0,21
12/05/2016	7,84	7,92	7,18	7,7	7,61	7,65	7,723867	0,74

13/05/2016	7,56	7,74	7,53	7,62	7,59	7,608	7,723867	0,21
16/05/2016	7,81	8,1	7,57	7,92	7,86	7,852	7,723867	0,53
17/05/2016	7,94	8,06	8,16	8,14	8,17	8,094	7,723867	0,23
18/05/2016	7,67	7,66	7,42	7,44	7,48	7,534	7,723867	0,25
19/05/2016	7,21	7,36	7,18	7,7	7,57	7,404	7,723867	0,52
20/05/2016	7,51	7,41	7,18	7,52	7,31	7,386	7,723867	0,34
23/05/2016	7,12	7,23	7,53	7,51	7,25	7,328	7,723867	0,41
24/05/2016	7,57	7,43	7,37	7,83	7,71	7,582	7,723867	0,46
25/05/2016	7,67	7,7	7,72	7,6	7,4	7,618	7,723867	0,32
26/05/2016	7,6	7,55	7,63	7,57	7,37	7,544	7,723867	0,26
27/05/2016	7,85	7,75	7,78	7,93	7,9	7,842	7,723867	0,18

Table des données de paramètre pH

A. Carte de contrôle des moyennes :

Limite centrale : $LC = \bar{\bar{X}} = 7,723867$

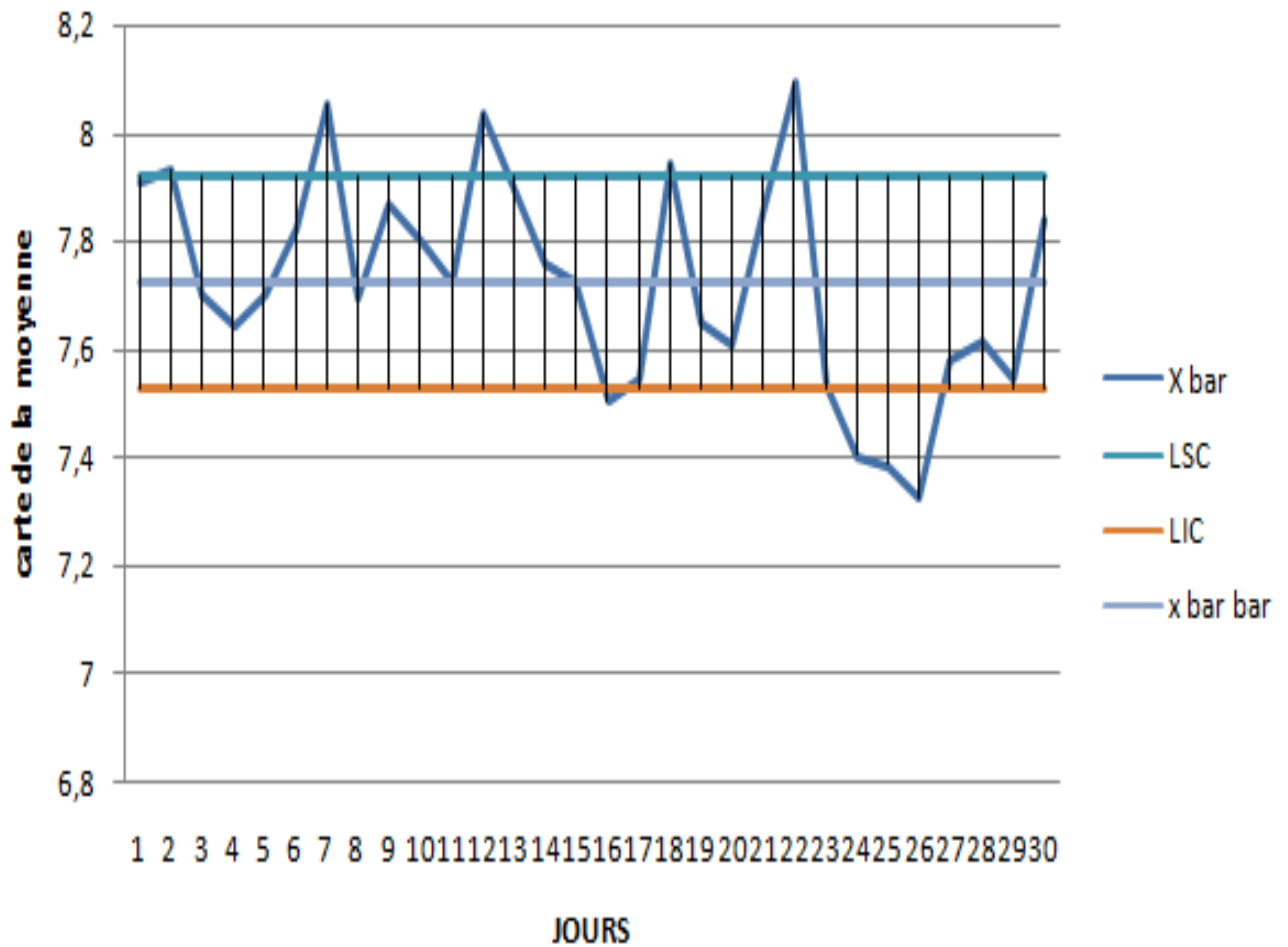


Pour n=5 voir les valeurs des paramètres A2 ,D3 et D4 « table 1 » page 25

Limite supérieur de contrôle : $LSC = \bar{\bar{X}} + A_2 \times \bar{R} = 7,723867 + (0,577 \times 0,339333)$
 $= 7,919854$

Limite inférieure de contrôle : $LIC = \bar{\bar{X}} - A_2 \times \bar{R} = 7,723867 - (0,577 \times 0,339333)$
 $= 7,52788$

carte de controle de l'appareil pH



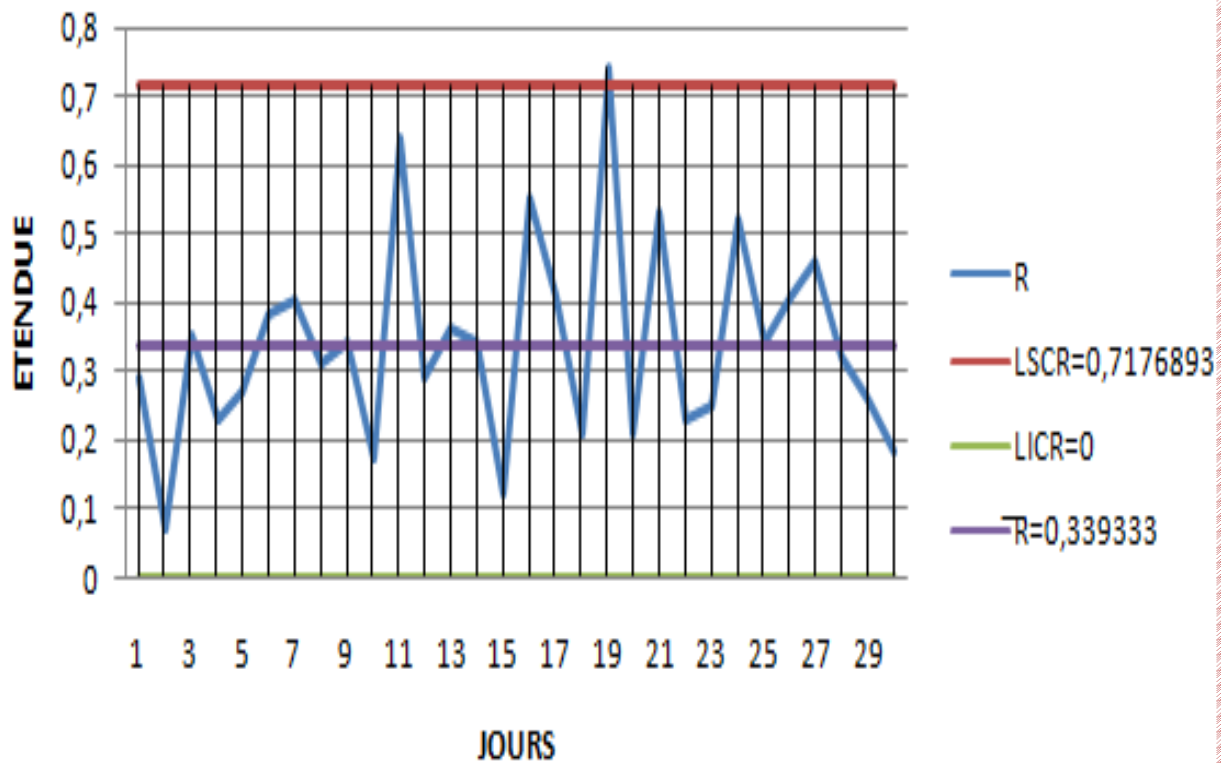
B. Carte de contrôle des étendues :

Limite centrale : $LC = \bar{R} = 0,339333$

Limite supérieur de contrôle LSC = $D_4 \times \bar{R}$
 $= 2,115 \times 0,339333$
 $= 0,7176893$

Limite inférieure de contrôle : LIC = $D_3 \times \bar{R}$
 $= 0 \times 0,339333 = 0$

CARTE DE CONTROLE DE L'APPAREIL pH



Interprétation des cartes moyenne-étendue :

- ▶ 6 points sont situés hors limite de contrôle et il y a une succession des points qui pourrait indiquer la présence de causes assignables (carte moyenne), avec une dispersion variable des points donc on ne peut pas dire que le procédé est maîtrisé. Il faut identifier les erreurs et les éliminer.

1.2 La conductivité :

Les résultats sont reportés sur le tableau suivant :

les jours	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech5	\bar{X}	R
18/04/2016	1165	1083	1125	1050	901	1064,8	264
19/04/2016	1129	1139	1083	1055	981	1077,4	158
20/04/2016	875	611	615	620	695	683,2	264
21/04/2016	618	1173	1179	1152	1146	1053,6	561
22/04/2016	704	592	596	613	664	633,8	112
25/04/2016	658	660	686	648	589	648,2	97
26/04/2016	980	1134	1120	1004	1071	1061,8	154
27/04/2016	773	802	728	905	926	826,8	198
28/04/2016	832	692	1089	591	698	780,4	498
29/04/2016	776	897	880	778	873	840,8	121
02/05/2016	1154	1131	1081	735	590	938,2	564
03/05/2016	964	1111	1095	1036	1026	1046,4	147
04/05/2016	1173	1106	979	1041	1034	1066,6	194
05/05/2016	612	646	690	716	1094	751,6	482
06/05/2016	669	606	608	656	665	640,8	63
09/05/2016	690	625	625	632	1123	739	498
10/05/2016	968	1169	1142	1119	1163	1112,2	201
11/05/2016	1076	1072	1061	1161	1133	1100,6	100
12/05/2016	913	1121	699	706	711	830	422
13/05/2016	629	814	581	699	695	683,6	233
16/05/2016	924	1022	792	618	654	802	404
17/05/2016	932	1109	1146	1102	1095	1076,8	214
18/05/2016	620	652	663	665	680	656	60
19/05/2016	595	659	597	1082	1119	810,4	524

20/05/2016	1176	1123	951	1073	956	1055,8	225
23/05/2016	937	990	730	907	701	853	289
24/05/2016	1053	1077	1125	1003	983	1048,2	142
25/05/2016	793	761	874	918	854	840	157
26/05/2016	1144	1138	1151	889	966	1057,6	262
27/05/2016	858	1149	1134	1118	925	1036,8	291

Table des données de paramètre conductivité

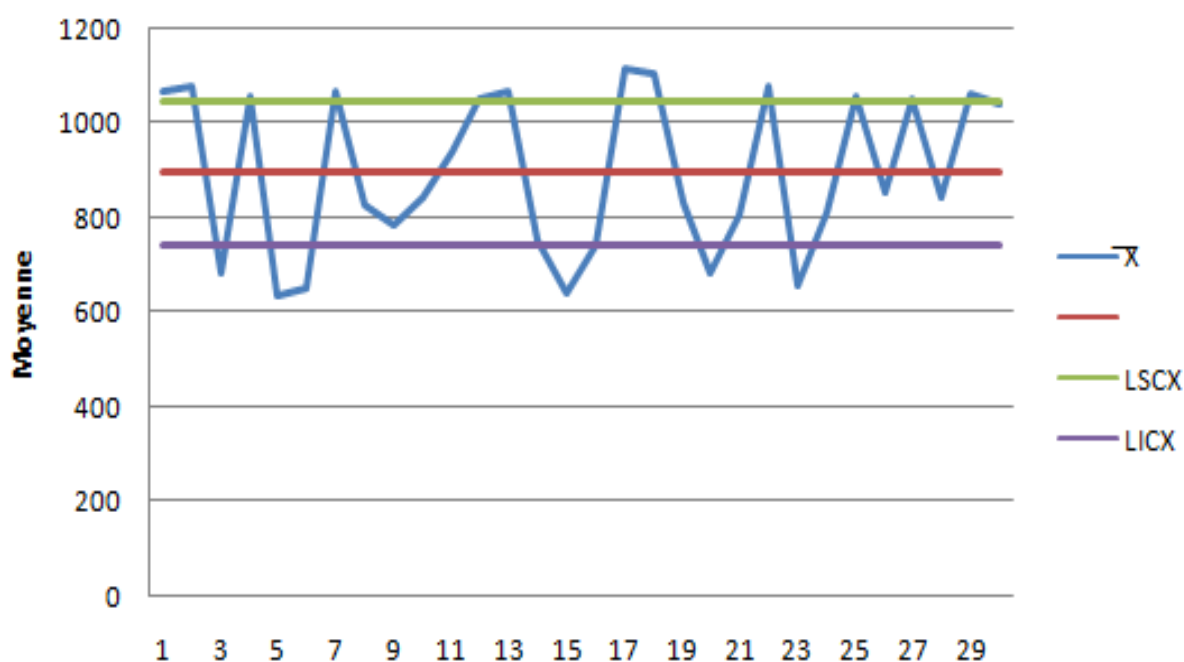
A. Carte de contrôle des moyennes :

$$LC = \bar{x} = 893,83$$

$$LSC = \bar{X} + A_2 \times \bar{R} = 893,83 + 0,577 \times 263,3 = 1045,75$$

$$LIC = \bar{X} - A_2 \times \bar{R} = 741,906$$

Carte de contrôle de l'appareil conductimètre

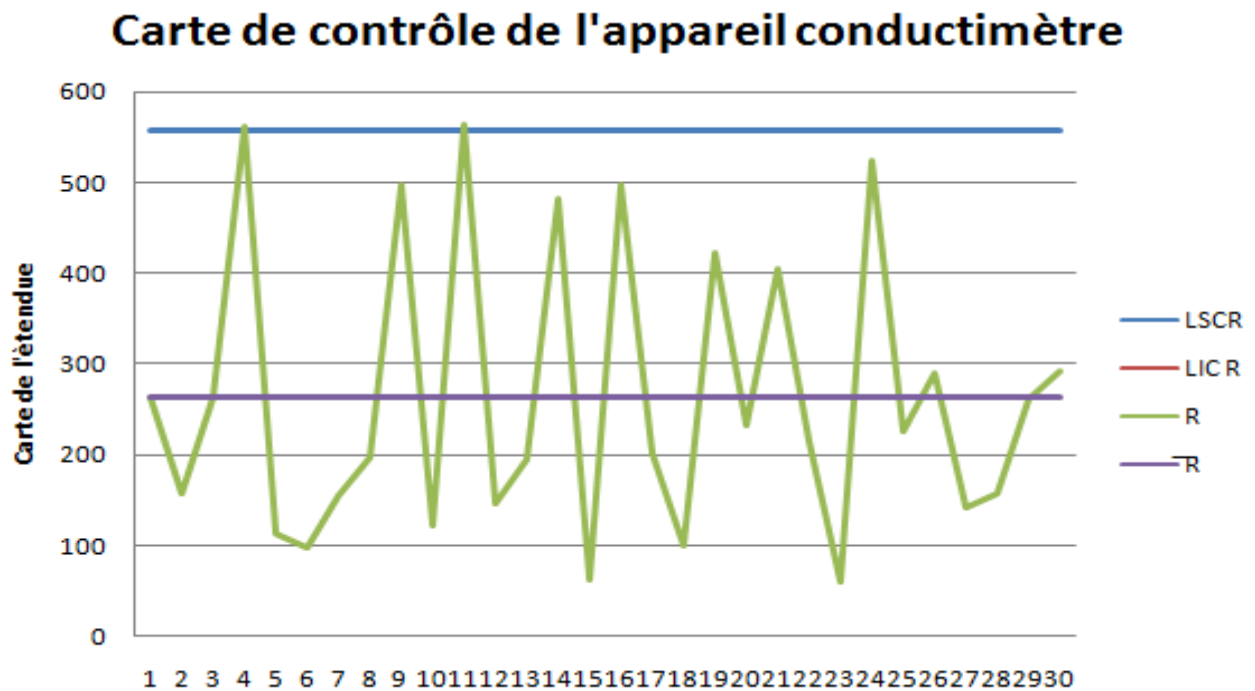


B. Carte de contrôle des étendues :

$$LC = \bar{R} = 263,3$$

$$LSC = D_4 \times \bar{R} = 2,115 \times 263,3 = 556,8795$$

$$LIC = D_3 \times \bar{R} = 0 \times 263,3 = 0$$



👉 Interprétation des cartes

Généralement, on observe que la tendance et la dispersion des points autour de la valeur centrale sont statistiquement variable dans le temps et cela peut être due à l'utilisation des échantillons de différents points, mais ne dépasse pas les limites donc on peut dire que le procédé est stable.

- il y a quelque point en dehors des limites et d'après les causes qui peuvent nous conduire à ce cas une mauvaise manipulation ou un problème d'étalonnage, en générale il y a des succession de points qui pourraient indiquer la présence des causes assignables.

- en général la carte de contrôle montre qu'il y a des erreurs qu'il faut corriger

CONCLUSION GENERALE

Le contrôle de qualité des eaux est devenu une nécessité primordiale pour alimenter les populations en eau potable. Pour cela, il faut disposer d'un effectif humain important et du matériel nécessaire pour la réalisation de cette tâche. Ce projet de fin d'étude vise à mener une étude sur le contrôle de la qualité de l'eau potable en effectuant des analyses physico-chimiques tenant compte à contrôler : La température, le potentiel d'Hydrogène pH, la conductivité et la turbidité de l'eau à traiter. Ainsi que des analyses bactériologiques.

Mon travail au sein de laboratoire de contrôle de qualité de l'eau potable a porté sur le suivi chronologique des paramètres pH et conductivité et la réalisation des cartes de contrôle de ses deux paramètres dans le but de savoir si le procédé est maîtrisé ou non.

– Le résultat trouvé se résume comme suit :

- Pour la conductivité : présent des anomalies. et cela peut être dues à des erreurs d'étalonnage.
- Pour le potentiel hydrogène pH : plusieurs points hors limite et il y a une succession des points donc le système doit être arrêté et analysé pour déterminer la cause.
- ▶ En générale après l'identification des causes les deux appareils doivent être mise sous surveillance car le derniers étalonnage est effectué depuis long période alors c'est normale d'avoir ces anomalies.

Durant mon stage, j'ai pu appliquer les connaissances dans le domaine de contrôle de qualité que j'ai acquises durant mes études à la Faculté des Sciences et Techniques ainsi qu'une ouverture sur le monde professionnel,