



Licence Sciences et Techniques (LST)

**Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité
« TACQ »**

PROJET DE FIN D'ETUDES

**ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'EAU
VALIDATION DE LA CONDUCTIVITE**

Présenté par:

◆ **KAMEL JIHANE**

Encadré par:

- ◆ **Mme F.ANNOUH (ONEE-Branche EAU-Fès)**
- ◆ **Pr A. BOULAHNA (FST-Fès)**

Soutenu Le 06 Juin 2017 devant le jury composé de:

- **Pr A. BOULAHNA (FST-Fès)**
- **Mme F.ANNOUH (ONEE-Branche EAU-Fès)**
- **Pr A. ELGHAZOUALI (FST-Fès)**
- **Pr A. MELIANI (FST-Fès)**

**Stage effectué à ONEE-Branche eau
Année Universitaire 2016 / 2017**

DEDICACES

Mes chers parents,

Aucune dédicace aussi parfaite et douce soit-elle, ne saurait exprimer toute ma reconnaissance et tout l'amour que je vous porte.

En témoignage, je vous offre ce modeste travail qui représente le fruit de votre soutien, vos sacrifices, et vos encouragements.

Que Dieu vous protège et vous accorde une longue vie pleine de santé et de bonheur !

Mes chères sœurs,

Merci pour votre soutien, je vous souhaite une carrière réussie. Je vous aime beaucoup.

Toute ma famille,

Aucun de mes mots ne saurait exprimer mes gratitudee et mes respects.

Mes professeurs,

Je vous remercie pour vos efforts, vos conseils et votre aide précieuse.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier Mr M. Berkia, directeur de l'ONEE de m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage au sein du laboratoire.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à tous le personnel du laboratoire : Mr El Fellah, Melle El Mahdi, Mr Anachat pour leurs conseils.

Je tiens à présenter mon respect, ma gratitude et mes remerciements à mes encadrant de stage, Monsieur Boulahna Ahmed professeur à la FST de Fès, et Madame Annouh Fouzia responsable Technique à l'ONEE, pour toute l'aide qu'ils m'ont apportés pour la réalisation de ce projet. Votre compréhension, votre accueil, vos remarques et vos conseils précieux m'ont beaucoup aidé.

De même, je remercie les membres de jury : Mr A. El Ghazouali et Mr A. Meliani d'avoir accepté de juger et d'évaluer mon travail.

Je présente mes sincères remerciements à Mr. Kandri Rodi, responsable de la filière TACQ et à tous mes enseignants de la FST de Fès pour leurs aides et leurs efforts.

LISTE DES ABREVIATIONS:

ER : Eau du réseau (eau flocculée, eau coagulée, eau décantée, eau filtrée)

SST : Sortie de station

pH_s : pH de saturation

Tb : Tombée de burette

VMA : Valeur maximale admissible

Dév. Std : Déviation standard (écart type) pour un échantillon.

Ratio : La moyenne sur la limite de détection

Int. Conf : Intervalle de confiance

MES : Matières en suspension

HMT : Hauteur manométrique totale

DN : Diamètre nominal

NTU : **Unité de Turbidité Néphélométrique**

SNIMA : Service de Normalisation Industrielle Marocaine

MR : Matériel de référence

Sommaire:

Introduction :	1
Présentation de l'organisme :	2
Chapitre I :	
Etapas du prétraitement et du traitement de l'eau.....	3
Les étapes du prétraitement et du traitement de l'eau :.....	4
1. Prétraitement :	5
a- Le dégrillage :.....	5
b- Station de relevage d'eau brute:	5
c- Déssableur :	6
d- Répartiteur (mélangeur) :.....	6
e- Débourbeur :.....	6
2. Station de pompage d'eau brute :.....	7
3. Station de traitement :	7
a- Ouvrage d'arrivée :.....	7
b- Répartiteur (mélangeur) :.....	7
c- Filtre :	8
d- Réservoirs de stockage :	8
4. Station de pompage Ain Nokbi :.....	8
Chapitre II :	
Analyses physico-chimiques de l'eau et validation de la conductivité.....	9
I- Contrôle qualité de l'eau :	10
A- Analyses bactériologiques :.....	10
B- Analyses physico-chimiques :.....	10
1- La température :.....	10
2- La turbidité :.....	10
3- Détermination du pH :	11
4- Détermination du pH de saturation :.....	11
5- Chlore résiduel :.....	12
6- Demande en chlore :.....	12
7- JAR TEST :	14
8- Détermination du titre alcalimétrique et du titre alcalimétrique complet :.....	15
9- Détermination des fluorures :.....	16
10- Détermination de la dureté totale et du Calcium :.....	17
11- Dosage des sulfates :	17

12- Conductivité :	20
II- Validation de la conductivité :	22
1- Rappel satisqtique:	22
a. Définition de la validation :	22
b. Objectif de la validation :	22
c. Critères de la validation :	22
2- Préparation du matériel de référence (MR) :	23
3- Résultats :	24
4- Discussion et interprétation des résultats :	26
5- Carte de contrôle :	26
6- Discussion et interprétation de la carte de contrôle :	27
Conclusion :	28
Bibliographie :	29

Introduction :

L'eau est un élément essentiel pour la survie de tous les êtres vivants. Sans la présence de cette ressource naturelle précieuse et vitale, la vie serait extrêmement réduite car les êtres vivants sont composés en grande partie d'eau.

L'eau est essentielle pour la vie, cependant elle peut être aussi une source de maladie, c'est pour cela qu'on ne peut jamais consommer une eau brute, on doit procéder à une chaîne d'opérations que nous allons entamer dans cette présentation.

La production d'eau potable se fait par l'exploitation d'une multitude de sources :

- Les eaux souterraines ;
- Les eaux de surfaces ;
- Les eaux de mer.

L'eau est considérée comme potable lorsqu'elle ne présente aucun danger pour la santé, et afin d'assurer cela, des normes ont été établies pour fixer notamment les teneurs limites à ne pas dépasser pour un certain nombre de substances nocives et susceptibles d'être présentes dans l'eau.

Durant mon stage, effectué au sein de l'Office National de l'Électricité et de l'Eau potable (ONEE) – branche eau, nous nous sommes intéressés, dans un premier temps, aux analyses physico-chimiques de l'eau, et dans un deuxième temps, à la validation de l'une des méthodes d'analyses de l'eau qui est la conductivité.

Le présent rapport est présenté ainsi comme suit :

- Présentation de l'ONEE.
- Traitement et analyses physico-chimiques de l'eau.
- Validation de la conductivité.

Présentation de l'organisme :

L'Office National de l'Électricité et de l'Eau potable (ONEE) est le pilier de la stratégie énergétique et bras armé de l'Etat dans le secteur de l'eau et de l'assainissement au Maroc. Depuis le milieu des années 1990, l'Office est sur tous les fronts : généralisation de l'accès à l'électricité et à l'eau potable, épuration des eaux usées et développement du service de l'assainissement liquide, modernisation et élargissement des réseaux de production, de commercialisation et de distribution des ressources électriques et hydrauliques, lutte contre le gaspillage et implémentation de nouveaux instruments et techniques d'économies de l'eau et d'électricité...

L'ONEE, né du regroupement en 2012 de l'Office National de l'Électricité (ONE) créée en 1963 et l'Office National de l'Eau Potable (ONEP) créée en 1972, s'investit pleinement dans de grands projets structurants pour le Maroc, le dotant d'infrastructures de production, transport et de distribution d'électricité et d'eau ainsi que d'épuration des eaux usées indispensables au développement durable du pays.

Description du complexe de traitement des eaux d'oued Sebou :

- Station de prétraitement ;
- Station de pompage d'eau brute ;
- Station de traitement ;
- Station de pompage d'eau traitée.

Le laboratoire régional de Fès dispose de 5 salles :

- Une salle pour les analyses physico-chimiques ;
- Une salle pour les analyses par spectrophotométrie d'absorption moléculaire et les analyses par chromatographie à phase gazeuse ;
- Une salle pour les analyses par spectrométrie d'absorption atomique ;
- Une salle d'analyses bactériologiques ;
- Une salle de laverie.

Organigramme :

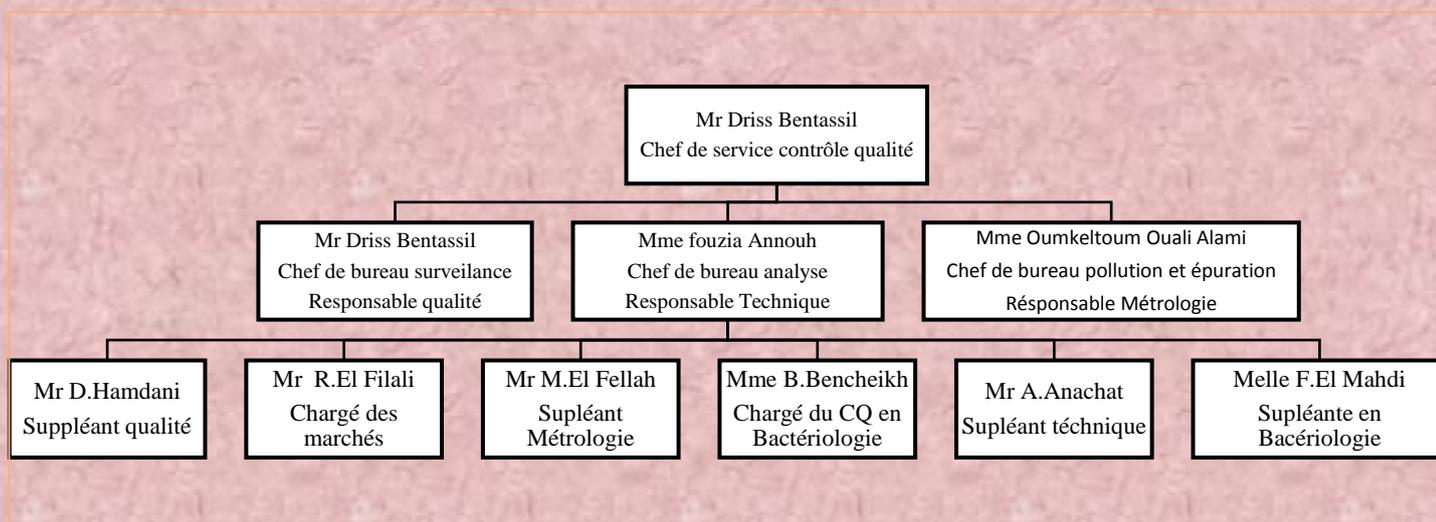


Figure 1 : Organigramme du laboratoire de l'ONEE- Station du traitement

Chapitre I :

Étapes du prétraitement et du traitement de l'eau

Les étapes du prétraitement et du traitement de l'eau :

Les différentes étapes du prétraitement et traitement de l'eau sont présentées comme suit :

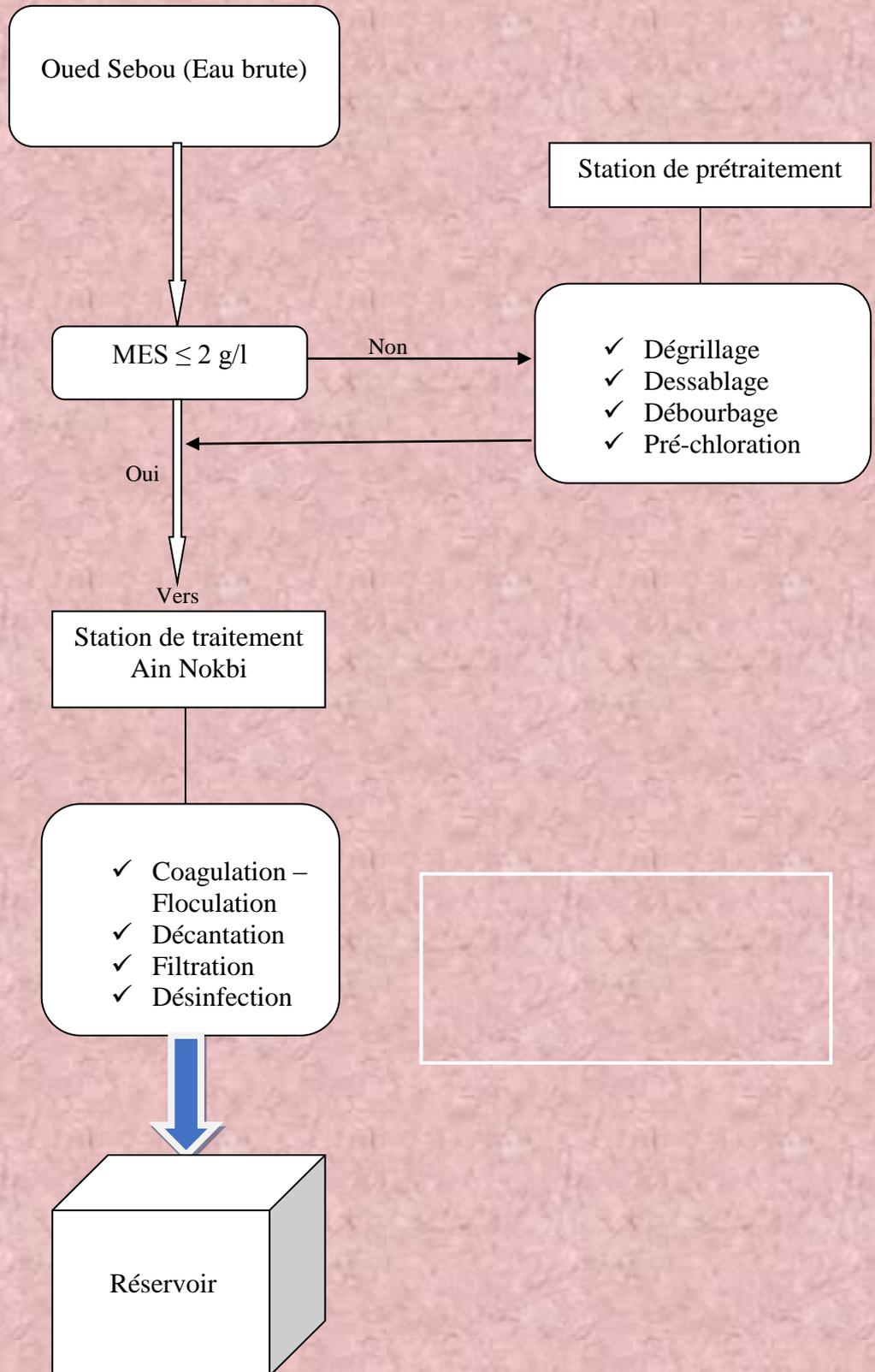


Figure 2 : Les étapes du prétraitement et du traitement des eaux de surface

Au cours de ces étapes il faut noter que :

- + Si on a un problème de gout ou d'odeur on ajoute le charbon actif.
- + La désinfection se fait soit par l'ajout du chlore, soit par l'ajout de l'ozone, soit par les rayons UV.
- + Pour la station d'Oued Sebou la désinfection se fait par le chlore.
- + Si les matières en suspension dépassent 50 g/l ; la station du prétraitement s'arrête.

1. Prétraitement :

a- Le dégrillage :

C'est une grille métallique à commande automatique qui, par un mouvement de va et viens du bas vers le haut, permet, l'élimination des matières petites et volumineuses (branche et tronc d'arbre, herbes morte, algues..).



Figure 3 : le dégrilleur

b- Station de relevage d'eau brute:

Elle comprend 3 vis d'Archimède qui relèvent l'eau de la côte minimale du plan d'eau de l'Oued au niveau du déssableur. Leur débit est de 750 l/s chacune.

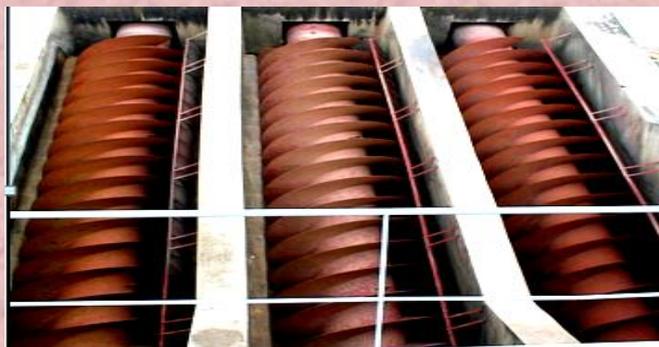


Figure 4 : les vis d'Archimède

c- Déssableur :

C'est un ouvrage qui permet l'élimination des particules denses (sable, gravier..). C'est un premier traitement physique de l'eau brute. Le lavage des déssableurs se fait par ajout du débit d'une vis d'Archimède supplémentaire et ouverture des purges selon un niveau de sable défini.



Figure 5 : Déssableur

d- Répartiteur (mélangeur) :

C'est un ouvrage constitué de quatre bacs équipé d'un mélangeur et de quatre vannes départs. C'est le point où on injecte le polyélectrolite.

e- Débourbeur :

La station de prétraitement est constituée de trois débourbeurs. Le débourbeur est un ouvrage qui permet de décanter les floques formés par action du polyélectrolite. Chaque débourbeur est équipé d'un mélangeur, un racleur de boue et de deux motopompes d'évacuation de boue.



Figure 6 : Débourbeur

2. Station de pompage d'eau brute :

Cette station est constituée de Cinq groupes (500 l/s, 95 mètres de HMT de puissances 700 KW chacun) qui refoulent l'eau vers la station de traitement via une conduite de refoulement DN 1200 de 2,5 Km.

L'aspiration se fait à partir d'une prise directe sur l'oued Sebou ou à partir de la bêche 1600 m³ au cas où la station de prétraitement est en marche.

3. Station de traitement :

a- Ouvrage d'arrivée :

Cet ouvrage permet de transformer l'énergie cinétique de l'eau de la station de prétraitement en une énergie potentielle permettant la circulation de l'eau dans la station de traitement. Cette eau est répartie entre Six décanteurs par l'intermédiaire d'un ouvrage appelé répartiteur. A la sortie de l'ouvrage d'arrivée se fait l'injection du sulfate d'alumine et la pré chloration.

b- Répartiteur (mélangeur) :

C'est un ouvrage qui fait répartir l'eau brute sur les six décanteurs. Chaque départ vers un décanteur est équipé d'une vanne murale. Au niveau du répartiteur est injecté le polymère. L'eau brute arrive aux six décanteurs dont trois sont des décanteurs à recyclage de boue et les trois autres sont des décanteurs à racleur. Ces décanteurs sont conçus pour traiter une eau brute ayant un taux de MES inférieure à 2 g/l.



Figure 7 : Répartiteur

c- Filtre :

Les 12 filtres de la station de traitement sont des filtres à sable d'une hauteur de 1 mètre. Chaque filtre est équipé d'un pupitre de lavage.

Leur lavage se fait en automatique ou en manuel après chaque colmatage en trois phases :

- 1 – phase air pendant 3 min ;
- 2 – phase air+ eau dite de barbotage pendant 10 min ;
- 3 – phase eau dite de rinçage pendant 15 min.

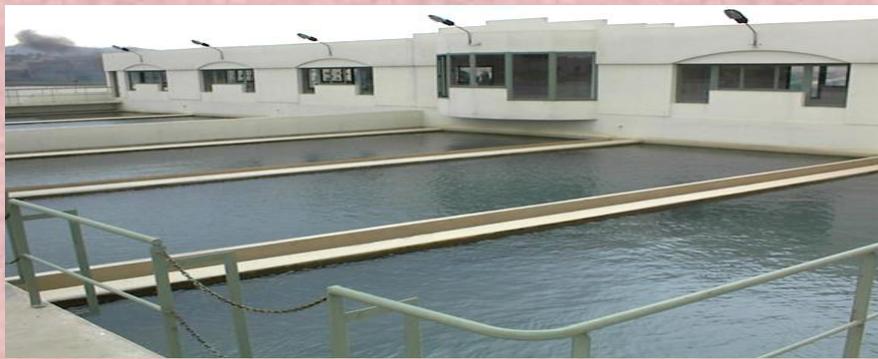


Figure 8 : Filtres

d- Réservoirs de stockage :

Ils sont au nombre de trois : deux citernes de capacité 7.500 m³ chacune et un réservoir de capacité 30.000 m³ équipé d'une station de relevage d'eau traitée vers les deux citernes de 7.500 m³.

L'eau est stérilisée à l'entrée des deux citernes par chloration.

4. Station de pompage Ain Nokbi :

La station de pompage AIN NOKBI est équipée de 6 groupes électropompes (400 l/s, 85mètres de HMT et 500 KW de puissance).

Cette station refoule l'eau potable vers le réservoir de la Régie BAB HAMRA.

Chapitre II :

Analyses physico-chimiques de l'eau et validation de la conductivité

I- Contrôle qualité de l'eau :

A- Analyses bactériologiques :

Les bactéries constituent le groupe le plus important des micro-organismes en raison du nombre et de variété des espèces rencontrées.

L'eau ne doit contenir ni microbes, ni bactéries pathogènes, ni virus qui pourraient entraîner une contamination biologique. Un certain nombre d'analyses doit donc être effectuées afin de s'assurer de la potabilité de l'eau. Ces analyses consistent à réaliser un dénombrement bactérien sur l'eau brute et l'eau traitée pour contrôler la qualité bactériologique de l'eau. Parmi les micro-organismes recherchés on trouve: les bactéries coliformes, Escherichia coli, Entérocoques intestinaux, Clostridium.

B- Analyses physico-chimiques :

1- La température :

La mesure de la température doit se faire sur place au moment du prélèvement à l'aide d'un thermomètre ou d'une sonde. Le Conductivimètre et le pH-mètre possèdent généralement une sonde de température intégrée.

Le changement de la température a une grande influence sur les eaux :

- ✓ Accélère les réactions chimiques et biochimiques ;
- ✓ Accélère la dissolution des métaux lourds ;
- ✓ Agit sur la densité et la viscosité ;
- ✓ Diminue l'effet du chlore résiduel.

2- La turbidité :

La turbidité a pour origine la présence des matières en suspension, telles que l'argile, le limon, les particules organiques, le plancton et d'autres organismes microscopiques.

Une turbidité élevée donne une mauvaise apparence à l'eau traitée et peut nuire aux procédés de désinfection. La turbidité est déterminée par néphélométrie.

Le principe de la néphélométrie consiste à mesurer la lumière dispersée par les particules en suspension présentes dans une cellule en verre 90° par rapport au faisceau de lumière incident.

La VMA ≤ 5 NTU, mais de préférence d'avoir une turbidité : TUB < 0.5 d'après les bons pratiques du laboratoire.

⇒ Mode opératoire :

- Agiter l'échantillon puis remplir la cuvette ;
- Essuyer et placer la cuve dans le puits et fermer le capot ;
- Presser sur ENTRER puis lire la valeur affichée.



Figure 9 : Turbidimètre

3- Détermination du pH :

Le pH représente la concentration des ions hydrogènes dans une solution. Il est mesuré à l'aide d'une électrode de verre dont le potentiel varie en fonction de la concentration des ions hydrogène. Ce potentiel est mesuré par rapport à une électrode de référence à l'aide d'un potentiomètre à haute impédance communément appelé pH-mètre.

$$6,5 < \text{VMA pH} < 8,5$$

Pour que la désinfection de l'eau par le chlore soit efficace, le pH doit être de préférence inférieur à 8.

- ⇒ Mode opératoire :
- Plonger l'électrode dans l'échantillon ;
 - Attendre jusqu'à stabilisation du signal ;
 - Noter la valeur affichée.



Figure 10 : pH-mètre

4- Détermination du pH de saturation :

Le pH de saturation consiste à connaître la nature des eaux.

- ⇒ Mode opératoire :
- Dans un bécher introduire :
 - 250ml d'eau à analyser ;
 - Carbonate de calcium ;
 - Agiter pendant 3h ;
 - Laisser le bécher pour se décanter pendant 24h ;

- Prendre 200ml du surnageant ;
- Mesurer le pH de saturation.

⇒ Expression de résultat :

$$-0.3 < \text{pH} - \text{pH}_s < +0.3$$

Eau entartrante ←

→ Eau agressive

5- Chlore résiduel :

Le test du chlore sert à détecter, par un dosage colorimétrique, la teneur du chlore résiduel de l'échantillon en mg/l. L'ajout du DPD N°1 (di-éthylparaphénylène diamine), sous forme de comprimé donne en présence du chlore résiduel une coloration rose. Des disques colorés étalonnés spécifiques et un comparateur sont utilisés pour la déduction des différentes teneurs en chlore.

⇒ Mode opératoire :

- Placer l'échantillon dans un tube ;
- Ajouter le N°1 broyé ;
- Lire la valeur à l'aide du comparateur.

→ 0.1mg/l < ER < 1mg/l

→ 0.5mg/l < SST < 1mg/l



Figure 11 : Comparateur

6- Demande en chlore :

BUT :

Déterminer la dose optimale du chlore injecté.

Dosage d'eau de javel :

- Introduire successivement dans un erlenmeyer :
 - 1ml d'eau de javel ;
 - 10 ml de solution d'iodure de potassium ;
 - 10 ml d'acide acétique ;
- Titrer l'iode libéré par le thiosulfate de sodium (N/10) jusqu'à coloration jaune.

⇒ Expression des résultats :

$$C_{\text{eau de javel}} = T_b * 3.55$$

- Diluer la solution de l'eau de javel avec de l'eau distillée de façon à avoir une solution étalon de 0.1mg/ml.
- Préparer 10 flacons en verre de 250 ml de volume et les numéroter.
- Introduire dans chacun des flacons 100ml d'eau à analyser puis à l'aide d'une pipette des quantités connues de solution de l'eau de javel croissantes de flacon en flacon de façon à avoir des concentrations choisies en chlore actif.
- Abandonner les flacons à l'obscurité pendant 30min après les avoir bouchés et agités.
- Au bout de 30min, doser le chlore résiduel par introduction du DPD N°1.
- Etablir une courbe en portant en abscisse la concentration choisie en chlore actif introduit et en ordonnée la concentration en chlore résiduel au bout de 30min.

Expression des résultats :

- La demande en chlore de l'eau est équivalente à l'abscisse du point optimal (break-point).

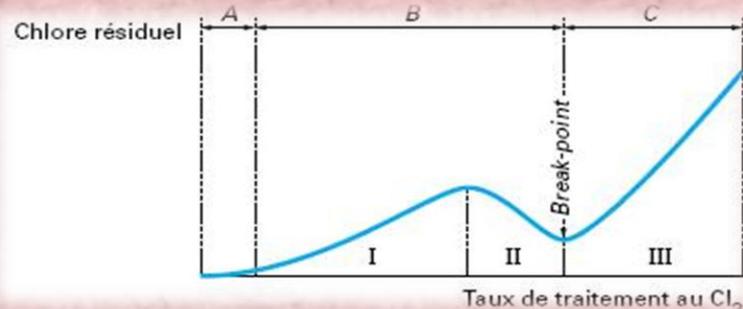


Figure 12 : Courbe de la demande en chlore

Avec :

I : Oxydation des matières organiques.

II : Formation des chloramines.

III : Destruction des chloramines.

7- JAR TEST :



Figure 13 : flocculateur

BUT :

Déterminer les doses optimales des réactifs (sulfate d'alumine ; polymère) à injecter au niveau de la station de traitement d'eau potable.

Mode opératoire :

- Placer 1L de l'eau brute dans chaque b cher (6 b chers), avec agitation
 - Pr -chloration : Injection de la m me quantit  de l'eau de javel dans les 6 b chers selon la demande en chlore, puis agiter pendant 2min, avec une vitesse de 120tr/min
 - Injection des doses croissantes du coagulant (sulfate d'alumine : $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$) dans les 6 b chers, puis agiter pendant 2min, avec une vitesse de 120tr/min
 - Injection de la m me dose du flocculant (poly- lectrolyte) dans les 6 b chers, puis agiter pendant 20min, avec une vitesse de 40tr/min
- Exprimer l'aspect du floc en fin d'agitation :

0 : pas de floc

2 : l g re opalescence

4 : petits points

6 : flocons de moyenne dimension

8 : bon floc

10 : excellent

- Relever les hélices et laisser reposer toutes les portions pendant 30min dans les béchers pour la décantation
- Passer le surnageant de chacun des béchers sur le papier filtre dans les entonnoirs

Critères de choix de la dose de traitement :

- Taille des floes > 6,
- Turbidité de l'eau décantée < 5 NTU,
- Turbidité de l'eau filtrée < 0.50 NTU,
- pH entre 7.00 et 7.40.
- $Al^{3+} < 0.2 \text{ mg/l}$

⇒ Résultats :

Bécher N°	1	2	3	4	5	6
Coagulant (ml)	3	4	5	6	7	8
Floculant (ml)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Aspect des floes	6	6	6	8	6	8
Turbidité de l'eau décantée (NTU)	1.39	4.68	4.96	2.58	2.60	2.83
Turbidité de l'eau filtrée (NTU)	0.38	0.41	0.58	0.48	0.78	0.44
pH	7.69	7.66	7.58	7.10	7.32	7.26
Aluminium (mg/l)	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12

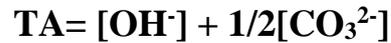
Tableau 1 : Résultats du Jar test

⇒ Donc, d'après les critères de choix de la dose de traitement le meilleur correspond au bécher numéro 4.

8- Détermination du titre alcalimétrique et du titre alcalimétrique complet :

L'alcalinité complète d'une eau correspond à la présence des hydrogénocarbonates, carbonates et hydroxydes. Cette méthode de dosage est destinée à l'analyse des eaux naturelles et traitées.

TA : le titre alcalimétrique ou TA correspond à la neutralisation des ions hydroxydes et à la transformation des ions carbonates en hydrogénocarbonates par un acide fort.



TAC : le titre alcalimétriques complet ou TAC. Correspond à la neutralisation par acide fort des ions hydroxydes, carbonates et hydrogénocarbonates.



⇒ Mode opératoire:

Détermination de l'alcalinité composite titrable (TA) :

Prélever 100ml d'échantillon et la mettre dans un erlenmeyer de 250ml, ajouter 1 à 2 gouttes de phénophtaléine. Agiter. Si aucune coloration rose ne se développe l'alcalinité composite est nulle. Si une coloration rose est obtenue, titrer avec l'acide chlorhydrique 0.1N jusqu'à la disparition de la couleur rose.

Détermination de l'alcalinité totale (TAC) :

Ajouter 2 gouttes de solution hélianthine à la solution sur laquelle a été déterminée l'alcalinité composite titrée. Continuer à titrer avec la solution d'acide jusqu'au changement de couleur de jaune à jaune orangé.

$$\text{TAC} = \text{Tb (még/l)}$$

9- Détermination des fluorures :

Cette méthode s'applique à la détermination des fluorures dans l'eau potable, les eaux de surface, les eaux souterraines et les eaux faiblement polluées.

La concentration des fluorures dans les eaux souterraines dépend du type de formation géologique et de l'importance des précipitations. Elle est généralement plus élevée dans les eaux souterraines que dans les eaux de surface.

Les fluorures sont déterminés par potentiométrie en utilisant une électrode sélective aux fluorures et une électrode de référence simple ou double jonction reliées à un électromètre.

♣ VMA=1.5mg/l



Figure 14 : Ionomètre

10- Détermination de la dureté totale et du Calcium :

La dureté totale ou titre hydrotimétrique d'une eau est la concentration totale en ions calcium, magnésium et autre cations bivalents et trivalents dans cette eau.

Cette méthode s'applique à la détermination de la dureté totale dans les eaux superficielles et les eaux souterraines.

⇒ Titration complexométrique molaire des ions calcium et magnésium avec une solution disodique de l'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA) à pH 10.

⇒ Mode opératoire :

Détermination de la dureté du Calcium :

- Introduire successivement dans un erlenmeyer :

- 100ml d'eau traitée ;
- 5ml de la solution tampon (NaOH) ;
- Une spatule de Calcine ;

- Titrer par la solution EDTA jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge.

$$[\text{Ca}^{2+}] = \text{Tb} * 8 (\text{mg/l})$$

Détermination de la dureté totale :

- Introduire successivement dans un erlenmeyer :

- 100ml d'eau traitée ;
- 5ml de la solution tampon ($\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3$) ;
- Une spatule du Noir Eriochrome ;

- Titrer par la solution EDTA jusqu'à l'apparition d'une coloration bleu foncée.

$$\text{TH} = \text{Tb} * 0,4 (\text{még/l})$$

11- Dosage des sulfates :

Les sulfates (SO_4^{2-}) peuvent être trouvés dans presque toutes les eaux naturelles. L'origine de la plupart des composés sulfates est l'oxydation des minerais de sulfites, la présence de schistes, ou de déchets industriels. Le sulfate est un des éléments majeurs des composés dissouts dans l'eau de pluie. Des concentrations importantes en sulfate dans l'eau que nous buvons peuvent avoir un effet laxatif important combiné avec le calcium et le magnésium, les deux composés majeurs de la dureté de l'eau. Le sulfate peut être attaqué par une bactérie qui le réduit en sulfure d'hydrogène (H_2S).

L'ion sulfate est précipité dans de l'acide chlorhydrique contenant du chlorure de baryum d'une manière telle qu'il se forme des cristaux de sulfates de baryum de taille uniforme.

La mesure du précipité obtenu est réalisée par néphélométrie.

♣ VMA=400mg/l

⇒ Mode opératoire :

- Mettre 100ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer de 250ml ;
- Ajouter exactement 5ml de réactif de l'acide chloridrique, mettre l'agitation ;
- Tout en maintenant l'agitation, ajouter une pleine spatule (environ 0.5g) de cristaux de chlorure de baryum. Mettre simultanément le chronomètre en marche. Agiter exactement 1minute à vitesse constante ;
- Remplir immédiatement la cuve du turbidimètre et mesurer la turbidité.

➤ Préparation de l'MR :

- Introduire dans un erlenmeyer :
 - 40ml d'une solution commercial de sulfate (C=1000g/l) ;
 - 60ml d'eau distillée.

⇒ Résultats :

Points de la courbe	Concentration	Turbidité NTU
	Ci (mg/l)	
1	0,0	3,05
2	10,0	25,9
3	20,0	59,3
4	50,0	188
5	100,0	406

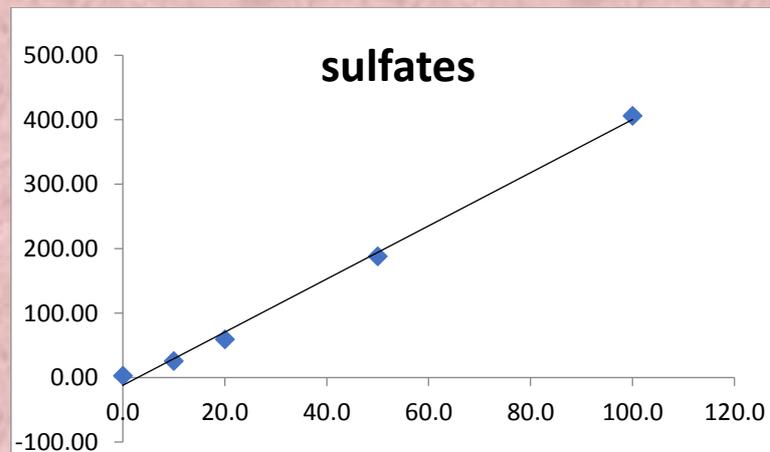


Tableau 2 : Mesure d'étalonnage

Figure 15 : Courbe d'étalonnage

Pente :	4,1233
Ordonné à l'origine:	-11,9893

N° Echantillon	Date de prélèvement	Prise d'essai en ml	Volume final en ml	Turbidité	Résultats en SO ₄ ²⁻ mg/l
Blanc	18/05/2017	100	100	0,55	3,04
MR	18/05/2017	100	100	164	42,68
1	18/05/2017	100	100	53,0	15,76
Duplicata	18/05/2017	100	100	50,5	15,16
2	18/05/2017	100	100	79,8	22,26
4	18/05/2017	100	100	14	6,21
5	18/05/2017	100	100	31,90	10,64
6	18/05/2017	100	100	81,8	22,7
7	18/05/2017	10	100	148	388,01
8	18/05/2017	100	100	115,0	30,80
9	18/05/2017	100	100	98	26,77
10	18/05/2017	100	100	121,0	32,25
11	18/05/2017	100	100	54,9	16,22
12	18/05/2017	100	100	31,8	10,62

Tableau 3 : Résultats de la recherche de sulfate dans les eaux

$$[\text{SO}_4^{2-}] = \frac{\text{Turbidité} - \text{Ordonné à l'origine}}{\text{Pente}}$$

	Résultats en mg/L	Résultats en %	Critère d'acceptabilité
Blanc	3,04		
MR	42,68	6,70	
1	15,76	3,92	≤ 20 %
Duplicata	15,16		
Facteur de corrélation	0,9981		≥ 0,995
ET1/2	49,23	-1.54	<10%

Tableau 4 : Les éléments de contrôle

$$\%MR = \frac{(\text{Concentration trouvée} - \text{Concentration ajoutée}) * 100}{\text{Concentration ajoutée}}$$

$$\%Duplicata = \frac{(\text{Concentration d'échantillon} - \text{Concentration duplicata}) * 100}{[(\text{Concentration d'échantillon} + \text{Concentration duplicata})/2]}$$

$$\%1/2courbe = \frac{(\text{Concentration d'étalon}1/2 - \text{Concentration d'étalon}) * 100}{\text{Concentration d'étalon}}$$

⇒ Interprétations :

Les résultats analytiques obtenus sont conformes aux exigences de la norme SNIMA.

12- Conductivité :

La conductivité d'une solution est la mesure de la capacité des ions à transporter le courant électrique. Ce passage du courant électrique s'effectue par la migration des ions dans un champ électrique produit par un courant alternatif.

La conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre des électrodes métalliques de 1 cm² de surface et séparées l'une de l'autre de 1 cm. L'unité de conductivité est µS/cm.

♣ VMA ≥ 2700µS/cm à 20°C

⇒ Mode opératoire :

- Rincer la cellule avec une aliquote d'eau distillée et l'essuyer ;
- Verser doucement environ 60ml de l'échantillon homogène dans un bécher ;
- Immerger la cellule dans l'échantillon et prendre la mesure de la conductivité.



Figure 16 : Conductivimètre

⇒ Dans le tableau suivant nous avons regroupé les différents résultats d'analyses physico-chimiques effectuées au sein du laboratoire :

Les analyses	Eau brute	Eau traitée	Observation
T° d'eau	25°C	25°C	-
Turbidité	82.4 NTU	0.24 NTU	La turbidité de l'eau traitée ne dépasse pas la VMA
Conductivité	1025 µS/cm	1031 µS/cm	La conductivité de l'eau ne dépasse pas la VMA
pH	8.11 pH	7.5 pH	Le pH de l'eau brute est élevée par contre celui d'eau traitée ne dépasse pas la VMA
Chlore	0 mg/l	0.5 mg/l	L'eau brute ne contient pas de chlore car elle n'est pas encore traitée
TA	0.45 méq/l	0 méq/l	-
TAC	5.3 méq/l	4.9 méq/l	-
TH	66.8 méq/l	1.2 méq/l	-
[Ca²⁺]	80 mg/l	37.2 mg/l	-

Tableau 5 : Résultats des analyses physico-chimiques

II- Validation de la conductivité :

1- Rappel statistique :

Dans cette partie nous avons étudié la validation de la conductivité pour évaluer les performances de la méthode par l'étude d'un certain nombre de paramètres appelées « critère de validation » au moyen d'outils statistiques appropriés.

a. Définition de la validation :

La validation des méthodes d'analyse figure parmi les mesures universellement connues comme faisant nécessairement partie d'un système exhaustif d'assurance qualité dans le domaine de la chimie analytique. Elle est l'étape ultime du développement d'une nouvelle méthode analytique avant son application en analyse de routine.

La validation est fondée sur une analyse statistique basée sur un certain nombre de critères aboutissant à des méthodes analytiques permettant de donner des résultats fiables.

b. Objectif de la validation :

La validation est un processus d'évaluation d'une méthode, pour déterminer s'il est approprié pour le travail en cours et s'il répond aux espérances et aux besoins des analystes.

c. Critères de la validation :

La validation est basée sur plusieurs critères tels que : la limite de détection, la limite de quantification, la fidélité, et la justesse.

Ces critères sont définis comme suit :

La limite de détection : est la concentration minimale qui peut être décelée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie. Elle est équivalente à 3 fois l'écart type S calculé à partir d'au moins 10 mesures effectuées sur des solutions témoins ou des solutions étalons ayant une concentration aussi près que possible de la limite de détection prévue.

Limite de quantification d'une méthode LQM : la Limite de quantification est la concentration équivalente à 10 fois l'écart type obtenu lors de l'établissement de la LDM

La fidélité : est l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de réplicabilité, répétabilité, reproductibilité.

La réplicabilité : est l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels successifs obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même

laboratoire, exécuté par le même analyste avec le même appareil pendant le même jour.

La répétabilité : est l'écart de l'accord entre les résultats individuels obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dont au moins l'un des éléments suivants est différent : l'analyste, l'appareil, le jour.

La reproductibilité : est l'écart de l'accord entre les résultats individuels obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans des laboratoires différents et dans les conditions suivantes : analystes différents, appareil différent, jour différent ou même jour.

La justesse : est l'écart de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu et le résultat moyen qui serait obtenu en appliquant le procédé expérimental un grand nombre de fois. Elle s'exprime par l'erreur relative définie par l'équation suivante :

$$\text{Erreur relative(\%)} = \frac{|V_c - V_o|}{V_c} * 100$$

Avec,

V_c : valeur certifiée

V_o : moyenne des valeurs obtenues

2- Préparation du matériel de référence (MR) :

Solution mère de contrôle (1M de KCl) :

Sécher environ 25g de chlorure de potassium pendant 1h dans un four à 105°C. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser exactement 18,625g±0.0005g de KCl et le dissoudre dans environ 100mL d'eau distillée. Transférer dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au trait de jauge avec l'eau distillée.

Solution étalon de contrôle MR (0.01M KCl) :

Prélever 1 ml de la solution et l'introduire dans une fiole de 100mL. Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. La conductivité de cette solution est 1278 µS/cm à 20°.

⇒ **Matériel de référence :** est le produit ou la substance nécessaire pour étalonner un appareil ou standardiser une solution.

3- Résultats :

- Cas de l'eau distillée :

Echantillon :		Eau distillée					
Essai	Date de l'analyse	Conductivité (µS/cm)	Moyenne	Dév. std	LDM	Ratio	LQM
1	04/05/2017	4,600	3,92	0,25	0,75	5.23	2,5
2	04/05/2017	3,900					
3	04/05/2017	4,000					
4	04/05/2017	3,800					
5	04/05/2017	3,800					
6	04/05/2017	3,700					
7	04/05/2017	3,900					
8	04/05/2017	3,800					
9	04/05/2017	3,800					
10	04/05/2017	3,900					

Tableau 6 : Limite de détection de la méthode

$$\text{Moyenne} = \frac{\text{Somme des valeurs}}{\text{Nombre des valeurs}}$$

$$\text{Ecart type} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$\text{LDM} = 3 * \text{Ecart type}$$

$$\text{Ratio} = \frac{\text{Moyenne}}{\text{LDM}}$$

$$\text{LQM} = 10 * \text{Ecart type}$$

- Cas de l'eau traitée (pour une journée) :

Echantillon :		Eau traitée				
Essai	Date de 32l'analyse	Conductivité (µS/cm)	Moyenne	Dév. std	Réplicabilité	Int. conf 95%
1	27/04/2017	1030,000	1026,30	2,946	± 2,107	±0.2%
2	27/04/2017	1023,000				
3	27/04/2017	1021,000				
4	27/04/2017	1024,000				
5	27/04/2017	1028,000				
6	27/04/2017	1027,000				
7	27/04/2017	1029,000				
8	27/04/2017	1027,000				
9	27/04/2017	1025,000				
10	27/04/2017	1029,000				

Tableau 7 : Réplicabilité

$$\text{Réplicabilité} = \pm \frac{t \cdot \sigma}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Int. Conf 95\%} = \left(\frac{\text{réplicabilité}}{\text{moyenne}} \right) * 100$$

- Cas de l'eau traitée (pour un mois) :

Echantillon :		Eau traitée				
Essai	Date de l'analyse	Conductivité (µS/cm)	Moyenne	Dév. std	Répétabilité	Int. conf 95%
1	25/04/2017	1042,00	1044,3	1,947	± 1,392	±0,1%
2	27/04/2017	1042,00				
3	02/05/2017	1045,00				
4	08/05/2017	1044,00				
5	10/05/2017	1044,00				
6	12/05/2017	1045,00				
7	16/05/2017	1046,00				
8	18/05/2017	1045,00				
9	22/05/2017	1048,00				
10	24/05/2017	1042,00				

Tableau 8 : Répétabilité

$$\text{Int. Conf 95\%} = \left(\frac{\text{répétabilité}}{\text{moyenne}} \right) * 100$$

- Cas du matériel de référence :

Echantillon :		Echantillon (autre source) : MR et Echantillons de performance				
Essai	Date de l'analyse	Conductivité (μS/cm)	Valeur vraie	Moyenne	Dév. std.	Erreur Relative
1	25/04/2017	1272	1278,0	1261,8	5,85	1,3%
2	27/04/2017	1270				
3	02/05/2017	1265				
4	08/05/2017	1263				
5	10/05/2017	1262				
6	12/05/2017	1260				
7	16/05/2017	1258				
8	18/05/2017	1257				
9	22/05/2017	1257				
10	24/05/2017	1254				

Tableau9 : Justesse

$$\text{Erreur relative (\%)} = \frac{|V_c - V_o|}{V_c} * 100$$

4- Discussion et interprétation des résultats :

- ✓ Le Ratio est égal à 5.23 ; la valeur admissible est comprise entre 4 et 10.
- ✓ La valeur de l'intervalle de confiance doit être inférieure ou égale à 5%, pour notre cas l'Int. Conf = ±0.2% pour la réplicabilité et ±0.1% pour la répétabilité.
- ✓ L'erreur relative ne doit pas dépasser 5%, et pour notre cas il est égal à 1.3%.

⇒ Donc les résultats obtenus sont bien en accord avec les valeurs admissibles.

5- Carte de contrôle :

La carte de contrôle 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.

La carte de contrôle est un outil de qualité de référence normative dans les normes ISO.

Elles visent à :

- Evaluer et assurer la stabilité du procédé ;
- Limiter la production des produits non conformes ;

- Signaler les causes spéciales.
 - ⇒ La carte de contrôle ainsi obtenu d'après les résultats de la justesse est représentée dans la figure suivante :

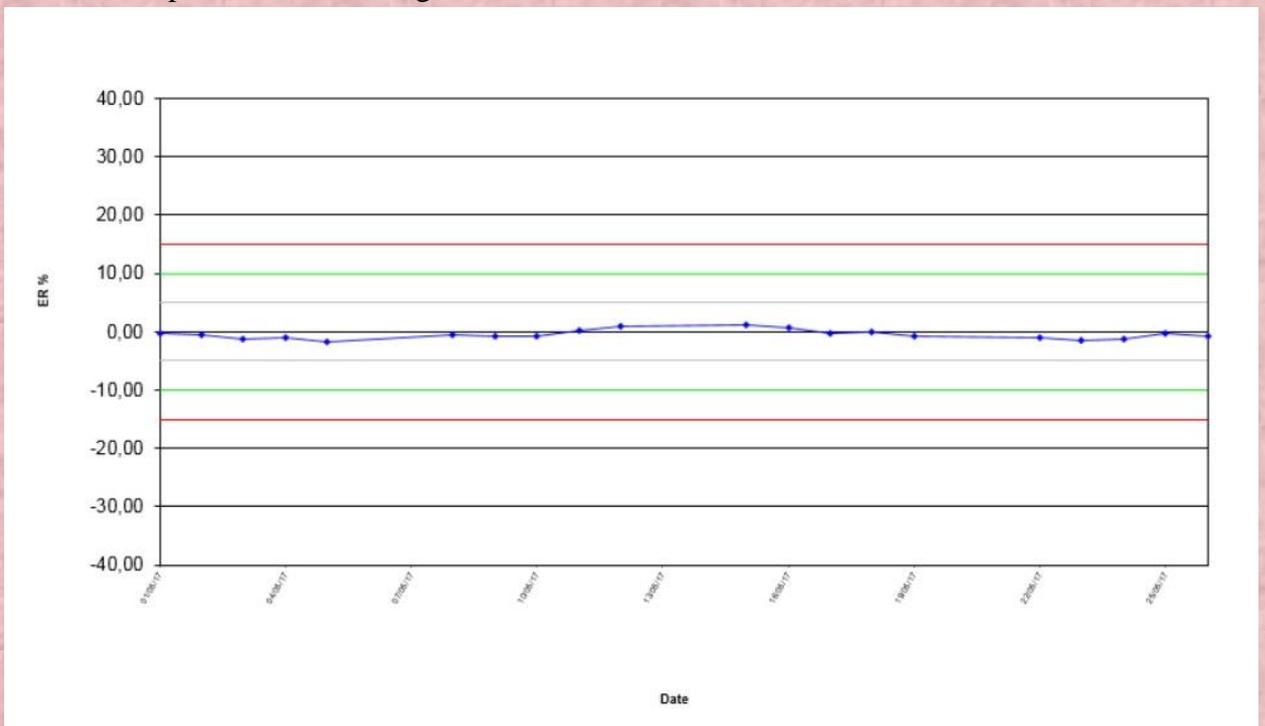


Figure17 : Carte de contrôle

6- Discussion et interprétation de la carte de contrôle :

Avoir un point en dehors des limites d'avertissement est naturel. Cependant, si on commence à en avoir plusieurs et avec une certaine uniformité, on doit intervenir pour corriger la situation.

S'il existe juste un point en dehors des limites d'action on doit faire une évaluation immédiate. S'il existe deux ou plus dans une brève période, le système doit être arrêté et analysé pour déterminer la cause. Dans certains cas, cela peut-être dû tout simplement à une contamination de l'eau distillée.

Pour la carte de contrôle ci-dessus, toutes les valeurs sont situées à l'intérieure des deux limites d'avertissement et d'action. Il n'y a ni changements brusques des points, ni changement graduel donc pas de problème électronique dans l'appareil de mesure et pas d'anomalie dans le système.

On peut conclure, d'après la carte de contrôle et les tableaux de vérifications, que la méthode est validée.

Conclusion :

Au cours de ce stage, réalisé au sein de L'Office National de l'Électricité et de l'Eau potable (ONEE), nous avons décrit les étapes de traitement de l'eau telles que : Coagulation-Floculation, décantation, filtration, désinfection.

Nous avons également effectué un certain nombre d'analyses physico-chimiques de l'eau (Jar test, sulfate, turbidité...), les résultats obtenus sont en bonne conformité avec les normes.

A partir d'un certain nombre de mesures de conductivité de l'eau et par les outils statistiques et l'établissement d'une carte de contrôle nous avons conclu sur la validité de la méthode de conductivité.

Mon stage au sein de l'ONEE m'a permis de découvrir et de me familiariser avec le monde du travail, d'approfondir mes connaissances acquises pendant mon cursus d'études, autant sur le plan pratique que sur le plan théorique.

Bibliographie:

- <http://www.onep.ma/>
- <http://www.adneurope.com/index.php?id=241>
- Document de l'ONEE
- Norme marocaine NM 03.7.001 (Qualité des eaux d'alimentation humaine)
- http://www.agroreso.fr/fic_bdd/pdf_fr_fichier/Carte_de_controle_12603655330.pdf
- F. KOHLER, les approches statistiques pour la qualité, SPI-EAO – Fac. Médecine
- UHP Nancy, kohler@spieao.u-nancy.fr
- Nordisk innovations center, contrôle interne de la qualité : Rapport de
NORDTESTR569
- Elbalghmi Imane Optimisation des conditions de l'essai de floculation (jar test),
rapport de stage, FST-Fès, 2012/2013