

Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité

« TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

Analyses physicochimiques de l'eau et validation de La méthode TAC

Présenté par:

- ◆ FECHTALI HASSANIA

Encadré par:

- ◆ M.HAMDANI DRISS(ONEE/BO FES)
- ◆ Pr .TOUZANI HANANE(FST)

Soutenu Le 08 Juin 2017 devant le jury composé de:

- ◆ H.TOUZANI
- ◆ S.CHAKROUNE
- ◆ E.H.ALILOU

Stage effectué au laboratoire régional de FES

Année Universitaire 2016 / 2017

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>



Dédicace

A mes très chers parents,

Pour tout l'amour qu'ils nous portent et pour leurs encouragements qu'ils nous ont apportés au cours de ce projet, je dédie ce travail en témoignage d'un grand amour et reconnaissance infinie,

Je dédie aussi ce modeste travail :

A toute ma famille, pour le soutien moral.

Ames chers enseignants, sans aucune exception.

A **tout le personnel de l'ONEE/BO Fès**, qui m'ont bien aidés à atteindre mon objectif.

A **mes collègues**, ainsi qu'à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin et qui ont eu une main dans la réussite de mon stage.



Remerciement

Avant d'intégrer le fond de mon rapport, je tiens à exprimer :

-Ma profonde gratitude à Mr M.BARKIA Directeur Régional de l'ONEE/BO à FES.

-Mes remerciements les plus distingués à mon encadrant Mme. TOUSANI Hanane pour ses conseils, ses directives et les encouragements qui m'a prodiguée tout au long de ce travail. Je la remercie aussi pour sa disponibilité à encadrer ce travail à travers ses critiques et ses propositions d'amélioration.

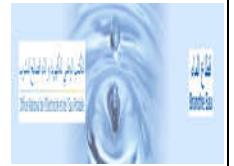
Je tiens à remercier également mon encadrant à la ONEE/BO, M.HAMDANI Driss, pour l'aide et les conseils concernant la réalisation de ce rapport, ainsi ses éclaircissements des différentes étapes de mon stage.

-Et sans oublier bien sûr de remercier tous ceux qui m'ont apporté soutien, conseil, disponibilité et toute personne qui accordera une attention particulière à ce rapport.



Liste des figures et tableaux :

Figure 1:Opération de dégrillage dans la station de prétraitement	4
Figure 2: Opération de relevage	5
Figure 3: Opération de dessablage.....	5
Figure 4: Opération de débouage	6
Figure 5: Répartiteur-mélangeur.....	7
Figure 6: un décanteur	8
Figure 7: Filtre à sable.....	8
Figure 8: Turbidimètre.....	9
Figure 9: Conductimètre.....	10
Figure 10: Chloration au break point	15
Figure 11: essai de floculation et coagulation (jar-test)	16
Figure 12: méthode de la membrane filtrante.....	17
TABLEAU 1 :l'échantillon de l'eau traité.....	29
TABLEAU 2 : La réplicabilité.....	30
TABLEAU 3 :La répétabilité.....	31
TABLEAU 4 : La répétabilité	32



LISTE DES ABREVIATIONS

ONEE/BO : Office National de l'Electricité et l'Eau potable Branche Eau

ONEP : Office National de l'eau potable

VMA : valeur maximal admissible

TH : Titre hydrotimétrique (dureté totale)

TCa : dureté calcique

TAC : Titre alcalimétrie complet

TA : Titre alcalimétrie

MR : matériau de référence



Sommaire

Introduction

Première Partie :	2
I. Présentation de l'ONEE/BO	3
1) Historique :	3
2) Mission principales de l'ONEE/BO:	3
3) . ONEE /BO à FES	3
II. Procédés de traitements des eaux Oued Sebou	4
1) Prétraitement de l'eau d'Oued Sebou	4
a. Dégrillage	4
b. Relevage	5
c. Dessablage	5
d. Débouage	6
2) Traitement de l'eau d'Oued Sebou	6
a. Pré chloration	6
b. Coagulation-floculation	7
i. Coagulation :	7
ii. Floculation :	7
c. Répartiteur-mélangeur	7
d. Décantation	7
e. Filtration	8
f. Désinfection	8
III. Analyses physico-chimiques et bactériologiques	9
A. Analyses physiques	9
1. Turbidité	9
2. Potentiel Hydrogène (pH)	9
3. Température	10
4. Conductivité :	10
5. . Chlore résiduel	11



B. Analyses chimiques	11
1) Alcalinité de l'eau : TA.....	11
2) Oxydabilité (indice permanganate).....	11
3) dureté de l'eau.....	12
4) Demande en chlore :.....	14
5) Jar-test.....	15
C. Analyses bactériologiques	16
1) micro-organismes recherchés.....	16
i. Escherichia Coli :.....	16
ii. Bactéries coliformes :.....	17
iii. Entérocoques intestinaux :.....	17
iv. Micro-organisme revivifiables :.....	17
2) Méthodes d'analyse.....	17
i. Méthode par la filtration sur la membrane filtrante(MF).....	17
ii. Méthode par ensemencement en milieu liquide(NPP).....	18
I. Validation de la méthode TAC par titrimétrie	20
A. Introduction.....	20
B. Analyse de Titre Alcalimétrique Complet.....	20
1) Principe.....	20
2) Domaine d'application.....	20
3) Définition.....	20
4) limite de détection d'une méthode(LDM).....	22
5) Réplicabilité.....	23
6) Répétabilité.....	25
7) Justesse.....	26
Conclusion	28
Bibliographies	29
ANNEXE	30



Introduction

L'eau est un facteur essentiel pour la vie, l'hygiène et le développement, cependant elle peut devenir un facteur de maladies quand sa qualité est altérée.

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. Le fait que l'on soit conforme aux normes, signifie que l'eau est potable.

Selon les normes, une eau potable doit être exempte de germes pathogènes (bactéries, virus) et d'organismes parasites car les risques sanitaires liés à ces microorganismes sont grands.

L'eau peut contenir, en quantités limitées, certaines substances chimiques qualifiées indésirables ou toxiques, comme les nitrates et les phosphates, les métaux lourds ou encore les hydrocarbures et les pesticides pour lesquels des concentrations maximales admissibles ont été définies.

Une eau potable doit être agréable à boire, claire, avoir une bonne odeur et un bon goût. Elle doit contenir un minimum de sels minéraux dissous (de 0,1 à 0,5 g/l) qui sont par ailleurs indispensables à l'organisme sans pour autant corroder les canalisations. L'eau brute destinée à la consommation humaine est prélevée dans un cours d'eau dans une nappe souterraine ou à partir d'une eau superficielle (rivières, sources, mer..) et ensuite acheminée vers une usine de production d'eau potable où elle subit divers traitement physico-chimiques et bactériologiques pour être potable.



Première

Partie :



I. Présentation de l'ONEE/BO

1) Historique :

L'ONEP créée en 1972 par Dahir sous le nom de REIP (Régie d'Exploitation Installation et(Planification), puis REP (Régie d'Exploitation et Planification), et en 04/2012 prend le nom ONEE Branche Eau après fusion avec l'Office National de l'Electricité(ONE). C'est un établissement public à caractère industriel et commercial, doté de la personnalité civile et de L'autonomie financière, l'Office National de l'Electricité et de l'Eau Potable est l'organisme gouvernemental qui assure l'essentiel de la gestion de la ressource en eau potable et de sa production.

2) Mission principales de l'ONEE/BO:

- Planifier l'approvisionnement en eau potable à l'échelle national ;
- Production l'eau potable ;
- Contrôle de la qualité des eaux ;
- Le suivi de l'efficacité du traitement ;
- Distribution de l'eau potable pour le compte des collectivités locales.

L'ONEE/BO est 1^{er} Producteur avec 750 millions m³ en 2006 couvrant les besoins de 96% de la population total urbaine du Royaume et sans oublier bien sûr est le premier Distributeur avec plus d' 1 million de client, en plus on trouve d'autres activités particulières :

- Généralité de l'eau potable ;
- Amélioration de la qualité de l'eau ;
- Sensibilisation ;
- Formation et coopération.

3) . ONEE /BO à FES

Dispose d'un Complexe de production d'Oued Sebou qui inclut deux stations:

• **La station de prétraitement située à Sebou:** Sa construction remonte à 1989 son rôle est l'extraction de l'eau brute et la diminution du taux de matière en suspension jusqu'à une valeur inférieure à 2g/l et de jusqu'à la station de traitement

• **La station de traitement Ain Noukbi:** édifiée le 19 mars 1987 assure:

- le traitement des eaux reçues de la station de prétraitement.
- Le contrôle de la qualité des eaux traitées (dans le laboratoire régional).
- Refoulement des eaux vers le réservoir BABHAMRA.

II. Procédés de traitements des eaux Oued Sebou

1) Prétraitement de l'eau d'Oued Sebou

C'est une étape de traitement qui permet d'extraire de l'eau brute la grande quantité des matières en suspension et des matières organiques qui gênent l'efficacité du traitement. Prétraitement comporte un certain nombre d'opérations uniquement physiques ou mécaniques.

La station de prétraitement est mise en service selon le taux des matières en suspension [M.E.S]. S'il est **Inférieure à 2 g/l**, l'eau brute est pompée directement vers la station de traitement s'il est **compris entre 2 g/l et 50 g/l** l'eau passe d'abord par un prétraitement avant d'être pompée vers la station de traitement.

Enfin, si la qualité des matières en suspension est **supérieure à 50 g/l** on fait arrêter les deux stations de prétraitement et traitement et l'alimentation de la ville de Fès en eau potable se globalement par les forages situés à la nappe de saïs.

La station de prétraitement est constituée de :

- Une prise d'eau équipée de trois (3) grilles et un dérailleur ;
- Une station de relevage équipée de trois (3) vis d'Archimède ;
- Deux dessableurs ;
- Un répartiteur mélangeur ;
- Trois débourbeurs.

Ce prétraitement comporte 3 opérations :

a. Dégrillage

C'est une étape préliminaire, a pour rôle de faire passer l'eau à travers des grilles qui arrêtent les corps flottants et les gros déchets (d'arbres, bouteilles, bios) et de matières de taille plus faible (branches, feuilles, objets métalliques).



Figure 1: Opération de dégrillage dans la station de prétraitement

b. Relevage

Est assuré par trois vis d'Archimède qui permettent le pompage de l'eau de l'oued Sebou vers les dessaleurs.



Figure 2: Opération de relevage

c. Dessablage

C'est un premier traitement physique de l'eau brute, qui permet par décantation de retirer les sables et gravier mélangés dans les eaux. Le dessablage concerne les particules de granulométrie supérieure à $200\mu\text{m}$.



Figure 3: Opération de dessablage

d. Débourbage

C'est une opération de séparation solide-liquide par pré-décantation qui a pour but d'éliminer les boues et supprimer certaines particules en suspension (concentration supérieure à 2g/l) pour éviter d'engorger les ouvrages de pompage de traitement par la boue. Le débouage concerne les particules de granulométrie inférieure à 200 μ m.



Figure 4: Opération de débouage

2) Traitement de l'eau d'Oued Sebou

La phase de traitement vient après les opérations de prétraitement qui permettent à l'eau d'être moins chargée de matière en suspension, a pour but d'éliminer la turbidité, la pollution chimique et microbiologique par toute une série de transformation afin d'obtenir une eau potable destinée à l'alimentation humaine.

Les principales étapes du traitement sont :

a. Pré chloration

Le pré chloration est une étape préliminaire du traitement, elle permet d'oxydation de :

- Ions manganés, ferreux ;
- Matière organique ;
- Nitrites, nitrates ;

Elle présente de nombreux avantages notamment :

- amélioration de l'efficacité de la coagulation ;
- évite le développement d'algues et autres organismes mais présente l'inconvénient de former des produits secondaires (THM) qui conduisent à une détérioration de la qualité de l'eau.
- Une décoloration de l'eau.
- Détruire les microorganismes

Le produit généralement utilisé est le chlore.

b. Coagulation-floculation

Pour éliminer les matières colloïdales et les particules en suspension présentes dans les eaux brutes, on utilise les procédés couplés de coagulation et de floculation.

i. Coagulation :

C'est un procédé qui consiste à ajouter un produit chimique (sulfate d'alumine) qui attire les particules en suspension pour former des agrégats de matières en suspension plus gros, plus denses et assez lourds pour déposer plus rapidement que les particules individuelles. Cette opération a pour but principal de déstabiliser les particules en suspension c'est-à-dire de faciliter leur agglomération par neutralisation des charges électrostatiques des particules colloïdales, on pratique cette opération est caractérisée par l'injection et la dispersion rapide de Sulfate d'alumine : $(Al_2(SO_4)_3, 18 H_2O)$.

ii. Floculation :

C'est l'agglomération de particules déstabilisées, ces particules s'agglomèrent pour former des flocs qui par gravitation, se sédimentent. La station de traitement utilise le poly électrolyte qui est un polymère ionique comme floculant.

c. Répartiteur-mélangeur

Son rôle est de mélanger les réactifs de traitement (chlore, sulfate d'alumine, poly électrolyte et le charbon actif) avec l'eau provenant de l'ouvrage d'arrivée. Ainsi c'est un ouvrage qui fait répartir l'eau brute mélangés avec les réactifs dans les 6 décanteurs.



Figure 5: Répartiteur-mélangeur

d. Décantation

La décantation est une phase très importante de traitement de l'eau pour récupérer une grande partie des flocs. Elle permet aux flocs formés lors de l'étape de coagulation -floculation de se déposer sous l'effet de la gravité. Il existe de nombreux types de décanteurs, ceux utilisés à la station sont au nombre de six, chacun possède un débit à traiter de 900 m³ /h. La décantation permet aux flocs de s'accumuler pour

former de la boue qui devra être régulièrement extraite. Plus de 95% des matières en suspension sont éliminées lors de cette étape.



Figure 6: un décanteur

e. Filtration

C'est une opération qui permet d'éliminer les matières en suspension non décantées. Le type de filtration le plus répandu est la filtration sur sable. L'eau à filtrer passe donc à travers un lit de sable (environ 0.9 m de hauteur) et se débarrasse de floccs non éliminés par la décantation. Ce traitement doit réduire la turbidité de l'eau à des valeurs inférieures ou égales à 0.5 NTU.



Figure 7: Filtre à sable

f. Désinfection

C'est l'étape terminale du traitement de l'eau, elle a pour objectif d'assurer la destruction des micro-organismes pathogène de l'eau. L'argent de désinfection utilisé à la station de traitement de Fès est le chlore. C'est un agent oxydant fort qui réagit facilement avec plusieurs substances organiques et

inorganiques. Le chlore résiduel libre, doit être maintenu dans l'ordre de 1 mg/l à la sortie du réservoir, donc la désinfection est une étape très importante pour la potabilisation d'une eau.

L'eau est devenue potable et prête à être acheminée vers les réservoir de Bab El Hamra de la RADEEF.

Remarque : La forme de chlore la plus utilisée et la moins coûteuse est le chlore gazeux, un produit chimique très toxique qui doit être transporté, manutentionné et répertorié avec beaucoup de soin.

III. Analyses physico-chimiques et bactériologiques

A. Analyses physiques

1. Turbidité

La turbidité désigne la teneur d'une eau en particules suspendues qui la trouble (organismes microscopiques, argiles), elle est une caractéristique optique de l'eau, à savoir sa capacité à absorber ou diffuser la lumière. Donc la turbidité est un facteur de la couleur de l'eau. Son principe est basé sur la comparaison de l'intensité de la lumière diffracté par l'échantillon à celle de référence. On mesure la turbidité par la méthode normalisée néphalométrique. La turbidité est un paramètre physico-chimique très sensible et pour cela sa mesure doit être faite le plus vite possible.



Figure 8: Turbidimètre

➤ VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)

2. PotentielHydrogène (pH)

Le PH est une mesure qui permet de déterminer à quel point l'eau est acide ou basique. Cela est lié directement à la quantité d'ions hydrogène (H^+) dans l'eau. Plus il y a d'ions H^+ , plus l'eau est acide et plus le pH est bas. PH est mesuré à l'aide d'un appareil appelé le pH-mètre,



Figure 9: PH-mètre

- VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)

3. Température

La température joue un rôle dans la solubilité des sels surtout des gaz, dans la détermination du pH, pour la connaissance de l'origine de l'eau et des mélanges éventuels. En général, la température de l'eau est influencée par celle du milieu entourant. Ainsi la température des eaux superficielles est en relation permanente avec celle de l'air. On mesure la température à l'aide de thermomètre et L'unité de la température est le degré Celsius ($^{\circ}\text{C}$) ou le kelvin.

- VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)

4. Conductivité :

La conductivité est une expression numérique de la capacité d'une solution à conduire le courant électrique. Ce paramètre a pour but de donner une idée sur la salinité d'eau puisque les sels minéraux en solution sont de bons conducteurs, la conductivité électrique s'exprime en micro siemens/cm) à l'aide d'un conductimètre. L'analyse s'effectue sur un prélèvement d'eau dont le volume doit être suffisant pour plonger la sonde de conductivité, laisser la jusqu'à stabilisation.



Figure 9: Conductimètre

- VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)



5. Chlore résiduel

Le test du chlore sert à détecter, la quantité du chlore résiduel dans l'échantillon. L'ajout du DPD (diéthyleparaphénylène diamine), sous forme de comprimé donne en présence du chlore résiduel une coloration rose. Des disques colorés étalonnés spécifiques pour chaque réactif et un comparateur sont utilisés pour la déduction des différentes teneurs en chlore.

➤ VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)

B. Analyses chimiques

1) Alcalinité de l'eau : TA

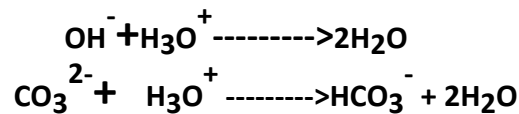
L'**alcalinité** de l'eau se définit comme sa capacité à réagir avec acide. Elle est due à la présence des ions hydroxydes, carbonates et bicarbonates dans l'eau. La détermination de l'alcalinité est basée sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minéral dilué, en présence d'un indicateur coloré.

1.1 Titre Alcalimétrique (TA)

➤ TA «**Titre Alcalimétrique**» : correspond à la neutralisation des ions hydroxydes OH^- et la transformation des ions carbonates CO_3^{2-} en hydrogénocarbonates HCO_3^- par un acide fort.



Les réactions mises en jeu sont :



• Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on ajoute 100 ml d'eau à analyser et une goutte de l'indicateur coloré la phénophtaléine. deux cas peuvent se présenter, soit :

- ✓ Une coloration rose, ce qui signifie que le TA $\neq 0$, ce qui nécessite un dosage par HCl (N/10). On verse la solution d'acide, goutte à goutte dans l'erlenmeyer, en ayant soin de l'agiter entre chaque addition, jusqu'à décoloration et on note le volume versé en ml.
- ✓ Pas de coloration rose ce qui signifie que le TA=0, donc le PH de l'eau est inférieur à 8,3.

• Expression de résultat :

$$\text{TA} = \text{Tb (meq/l)}$$

Avec :

Tb : volume versé de l'acide HCl (N/10)

2) Oxydabilité (indice permanganate)

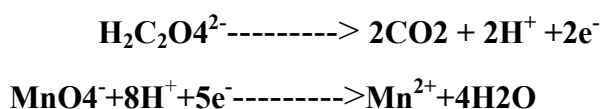
L'oxydabilité au permanganate de potassium (KMnO_4) d'une eau correspond à la quantité d'oxygène exprimé en mg/l consommée par les matière oxydable contenues dans un litre d'eau et cédée par l'ion permanganate .

Il consiste à oxyder les matières oxydables contenues dans l'échantillon par un excès de permanganate de potassium (KMnO_4) en milieu acide, à chaud pendant 13 minutes. Ensuite, le KMnO_4 est réduit par l'acide oxalique en excès, et enfin un dosage en retour de cet excès est effectué par le KMnO_4 .

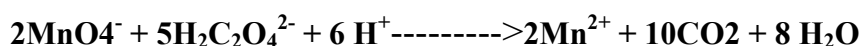
- **Mode opératoire**

Dans un ballon on introduit 100 ml de l'eau à analyser, on additionne 2 ml d'acide Sulfurique (H_2SO_4) concentré et 10 ml de permanganate de potassium (KMnO_4 , N/100), puis on chauffe à reflux au bain marie pendant 13 minutes. On ajoute après 1 ml d'acide oxalique ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$: 0,05M), on laisse reposer quelques secondes (décoloration) puis on effectue un dosage en retour par le permanganate de potassium (N/100). La solution prend une couleur rose au point d'équivalence.

Les réactions de dosage effectuées sont :



La réaction globale est



- **Expression de résultat :**

$$[\text{Oxydabilité}] \text{ mg/l} = 0,8 \times \text{Tb}$$

Avec :

Tb : volume versé de permanganate de potassium (KMnO_4 N/100).

➤ **VMA (voir annexe : extrait de la NM.03.7.001)**

3) dureté de l'eau

La dureté totale ou le TH d'une eau est la concentration totale en ions calcium, magnésium et autres cations bivalents et trivalents

3.1 Titre hydrotimétrique (TH)

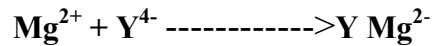
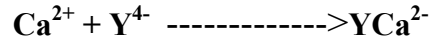
Le calcium et magnésium présent dans l'eau sont complexes par l'EDTA.



- **Mode opératoire**

Dans un erlenmeyer, on ajoute 100 ml d'eau à analyser, on ajoute 5 ml de la solution tampon ammoniacal, une petite quantité d'indicateur de noire d'ériochrome. On dose au moyen de la solution EDTA (0,02M) jusqu'à l'obtention d'une couleur bleu.

Les réactions mises en jeu sont :



Y: C'est le EDTA: Acide Ethylène Diamine Tétra Acétique

- **Expression de résultat**

$$\text{TH (meq/l)} = \text{Tb} * 0.4$$

Avec :

Tb : volume versé d'EDTA (0.02M)

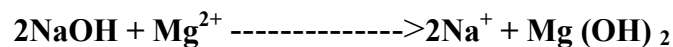
3.2 Dureté calcique(Tca)

La dureté calcique d'une eau est la concentration en ion calcium Ca^{2+} dans l'eau.

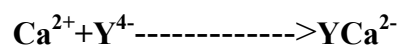
- **Mode opératoire**

Dans un erlenmeyer, on ajoute 100 ml de l'échantillon, on ajoute 5ml de solution de NaOH (2 mol/l) et une pincé de l'indicateur coloré calcone. A l'aide de la burette, on verse l'EDTA (0,02 M), goutte à goutte, tout en agitant la solution entre chaque addition jusqu'au virage de la coloration rose vers la coloration bleue royal.

N.B : l'addition du NaOH a pour but de précipiter le Mg^{2+} sous forme $\text{Mg}(\text{OH})_2$.



La réactions mises en jeu sont :



Y: C'est le EDTA: Acide Ethylène Diamine Tétra Acétique.

- **Expression de résultat**

$$\text{T}_{\text{Ca}} = \text{Tb} \times 8 \text{ en mg/l}$$

Avec :

Tb : volume versé d'EDTA (0.02M)

4) Demande en chlore :

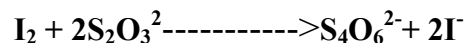
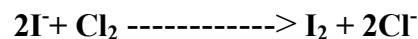
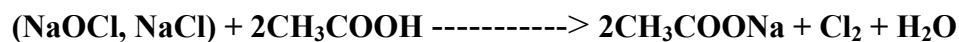
Cette méthode a pour but de déterminer la quantité du chlore nécessaire (break point) qu'il faut injecter à l'eau brute lors de pré-chloration. On commence d'abord par la détermination de la concentration du chlore qui se trouve dans l'eau de javel.

• Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer on introduit successivement :

- 1ml de l'eau de javel (NaOCl, NaCl) ;
- 10ml de solution d'iodure de potassium (KI à 10%) ;
- 10ml de solution d'acide acétique (CH₃COOH) 9N ;
- On titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) N/10 jusqu'à décoloration.

Les réactions mises en jeu sont:



• Expression des résultats :

Le titre de l'eau de javel est donné par la relation suivante :

$$[\text{Eau de javel}] = \text{Tb} \times 3.55 \text{ g/l}$$

Avec :

Tb : volume versé en ml de thiosulfate de sodium N/10 versé.

5.1 Détermination du break-point :

• Mode opératoire :

- On diluera la solution de l'eau de javel avec de l'eau distillée de façon à avoir une solution à 0.1g/l ;
- On prépare 12 flacons de verre brun de volume 250 ml, que l'on numérote. On introduit dans chacun des flacons 100ml d'eau à analyser, puis on ajoute des quantités connues de solutions chlorés, croissantes de flacon en flacon, de façon à avoir des concentrations précises en chlore actif ;
- On laisse les flacons à l'obscurité pendant 30 min après les avoirs bouchés et agités ;
- On fait la lecture du Chlore résiduel a l'aide de comparateur du Chlore et le DPD ;

- On trace la courbe du chlore résiduel en fonction du chlore injecté.

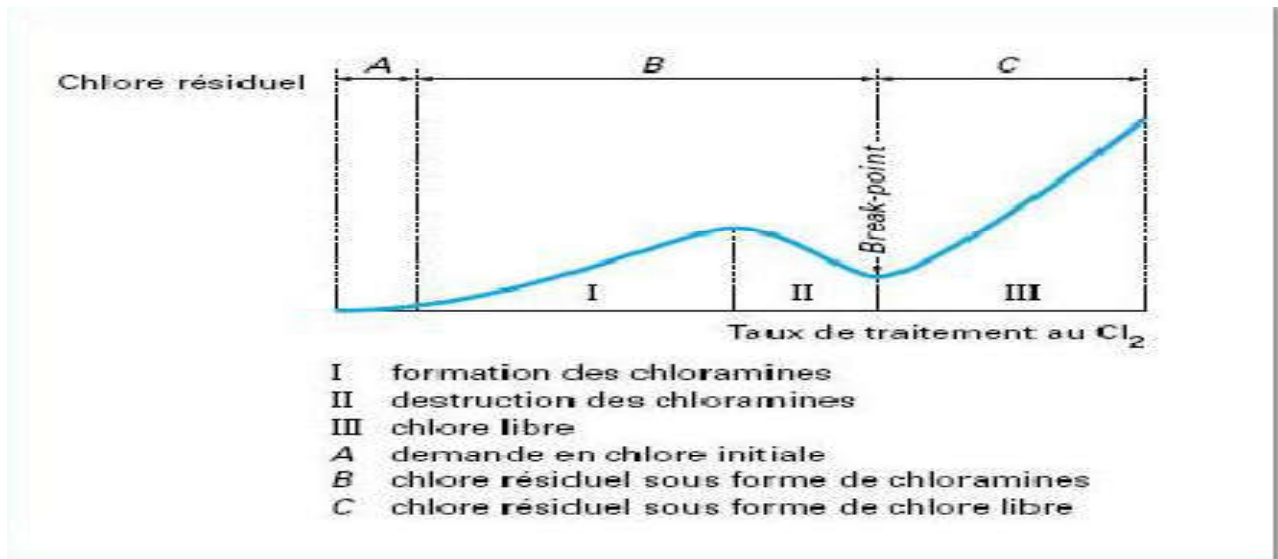


Figure 10: Chloration au break point

5) Jar-test

C'est une méthode qui consiste à chercher au laboratoire les conditions optimales de coagulation floculation et de décantation par la détermination des doses des réactifs, permettant de clarifier l'eau dans la station de traitement.

• Mode opératoire :

- On remplit 6 béchers par un litre d'eau brute ;
- On injecte la quantité de chlore déjà calculée par la demande en chlore ;
- on injecte différents volume de sulfates d'aluminium à 10 g/l (doses croissantes) dans chaque flacon, puis on agite à 120 tours/min pendant 2 min pour la coagulation ;
- on ajoute 1 ml de polyélectrolyte à 0,1 g/l dans chaque bécher avec une vitesse de 40 tours/min pendant 20 min pour la floculation ;
- on laisse décanter pendant 30 min. on mesure le pH, la turbidité décantée et le chlore résiduel ;
- On filtre l'eau sur papier filtre bande blanche et on mesure la turbidité filtrée, le TAC, < et l'oxydabilité.



Figure 11: essai de floculation et coagulation (jar-test)

Les critères de choix du meilleur b cher sont :

- pH eau d cant e (entre 7 et 7,40) ;
- Turbidit  d cant e ≤ 5 ;
- Taille des floccs (08 : bons floccs) ;
- Oxydabilit  ≤ 2 ;
- Turbidit  filtr e $\leq 0,5$ NTU.

C. Analyses bact riologiques

La bact riologie est l' tude des bact ries, de leur classification et de la pr vention des maladies dues   des infections bact riennes. La bact riologie est une discipline qui int resse non seulement les biologistes cellulaires mais  galement les chimistes. On voit que le danger de ces bact ries pr sente des diff rents effets   l'organisme, alors on doit faire des analyses bact riologiques journali res par la proc dure du pr l vement bact riologique au niveau de r seau pour le pr servation de la bonne sant  de l'abonn e.

L'eau ne doit contenir ni microbes, ni bact ries pathog nes, qui pourraient entra ner une contamination biologique.

L'examen bact riologique ne peut  tre valablement interpr t  que s'il est effectu  sur un  chantillon correctement pr lev  dans un r cipient st rilis  selon un mode op ratoire pr cis pour  viter toute contamination accidentelle.

1) micro-organismes recherch s

La contamination de l'eau par les micro-organismes constitue la principale cause de non-conformit  des eaux distribu es. C'est pour cela la qualit  microbiologique de l'eau est tr s surveill e. Elle varie consid rablement d'une source   l'autre, pour la v rifier, on se sert des indicateurs suivants :

i. Escherichia Coli :

La principale bact rie coliforme sp cifiquement d'origine f cale est E. Coli.

Le milieu utilisé pour son identification est le Tergitol7, l'incubation se fait à $44\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ pendant 24h à 48h Conduit au dénombrement des coliformes thermo tolérants.

ii. Bactéries coliformes :

des micro-organismes aérobies et anaérobies facultatifs, en forme de bâtonnets, Gram négatif, ils sont capables de fermenter le lactose avec production d'acide (ou aldéhyde) et de gaz.

Le milieu utilisé pour leur identification est le Tergitol7, l'incubation se fait à $37^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ pendant 48h.

iii. Entérocoques intestinaux :

Ce terme englobe les bactéries de forme sphérique ou coccoïde, Gram positif.

Le milieu utilisé de leur identification est la gélose de SLANETZ, l'incubation se fait à $37^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ pendant 48h.

iv. Micro-organisme revivifiables :

Toutes les bactéries aérobies, moisissure et levure, capable de former des colonies dans un milieu de culture nutritif gélosé, l'incubation se fait à 37°C pendant 48h et 22°C pendant 72h et le milieu de culture utilisé pour leur identification est la gélose à l'extrait de levure.

2) Méthodes d'analyse

i. Méthode par la filtration sur la membrane filtrante(MF)



Figure 12: la méthode de la membrane filtrante

C'est une technique qui permet de séparer par filtration un liquide de micro-organisme qu'il contient pour pouvoir les dénombrer par la suite, la membrane est mise en contact avec un milieu gélosé puis incubée à une température précise.

Le nombre de micro-organisme présent dans un échantillon se fait par dénombrement direct des colonies ayant poussées sur la membrane. Cette méthode est utilisée pour les eaux traitées.

La méthode par la filtration sur membrane filtrante(MF) est utilisée pour dénombrer les micro-organismes suivant :



- **Escherichia Coli ;**
- **Entérocoques intestinaux ;**
- **Bactérie coliformes.**

ii. Méthode par ensemencement en milieu liquide(NPP).

La méthode du nombre le plus probable (NPP)est applicable au dénombrement des coliformes totaux, des coliformes fécaux (ou **Escherichia Coli**) et streptocoquefécaux (ou **Entérocoques intestinaux**) dans les eaux usée et naturelle.

La technique du NPP est appelée la méthode de fermentation en tubes multiples, au cours de laquelle à la dilution de l'échantillon sont ensemencées dans tubesdebouillon et incubées à une température précise,pendant une période donnée.

L'estimation du nombre le plus probable de micro-organisme présents dans un échantillon se fait à l'aide d'un tableau statistique standard de NPP appelé table de Mac Crady, selon le nombre detubes indiquant la présence ou l'absence des micro-organismes recherchés.



Deuxième Partie :



I. Validation de la méthode TAC par titrimétrie

A. Introduction

Le laboratoire effectue des analyses, dans le but d'obtenir des résultats qui seront utiles pour une prise de décision. Il faut donc que ces résultats soient fiables et justes et reflètent l'état et la qualité du système analysé.

La validation d'une méthode d'analyse entraîne la détermination de plusieurs paramètres :

- la limite de détection d'une méthode (LDM) ;
- La limite de quantification d'une méthode (LQM) ;
- Fidélité (réplicabilité et répétabilité) ;
- Justesse ;

B. Analyse de Titre Alcalimétrique Complet

1) Principe

L'alcalinité de l'eau se définit comme étant sa capacité à neutraliser un acide. L'alcalinité de l'eau naturelle est liée principalement aux carbonates, aux bicarbonates et aux hydroxydes.

2) Domaine d'application

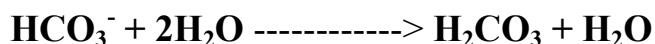
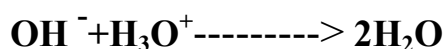
L'alcalinité complète d'une eau correspond à la présence d'espèces basiques telles que des ions hydrogencarbonates, des ions carbonates, et des ions hydroxyde. Cette méthode de dosage est destinée à l'analyse des eaux naturelles et traitées, des eaux résiduaires et peut être directement utilisées pour les eaux ayant une concentration d'alcalinité jusqu'à 20 méq/l. Pour les échantillons contenant des concentrations supérieures d'alcalinité, il convient de prendre une portion d'essai plus faible pour analyse.

3) Définition

TAC « Titre Alcalimétrique complet » : correspond à la neutralisation par un acide fort des ions hydroxydes ; carbonates et hydrogencarbonates.

$$\text{TAC} = [\text{OH}^-] + [\text{CO}_3^{2-}] + [\text{HCO}_3^-]$$

Les réactions mises en jeu sont :





➤ **Préparation des réactifs et étalons :**

❖ **Solution alcoolique de phénophtaléine :**

- ✓ Peser 2g ±0,1g de phénophtaléine.
- ✓ verser la pesée dans fiole jaugée de 100 ml contenant l'alcool 95%.
- ✓ Agiter jusqu'à dissolution complète puis ajuster le volume jusqu'au trait de jauge.

Cette solution se conserve pendant un maximum de 6 mois.

❖ **Solution d'hélianthine :**

- ✓ Peser 0,2±0,005g Hélianthine.
- ✓ verser la pesée dans fiole jaugée de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau distillée.
- ✓ fermer la fiole et agiter jusqu'à dissolution complète puis ajuster le volume jusqu'au trait de jauge.

Cette solution se conserve pendant un maximum de 6 mois.

❖ **Acide chlorhydrique 0,1N:**

Diluer 100 ml de la solution l'acide chlorhydrique (1N) à 1000ml avec d'eau distillée.

❖ **Solution-étalon 200 meq/l :**

Sécher 20g de Na₂CO₃ pendant 4heures à105°C .laisser refroidir dans un dessiccateur, peser précisément 10,6g de Na₂CO₃ et le dissoudre dans 200 ml. Transférer dans une fiole jaugée de 1000 ml.et en fin compléter au trait de jaugée avec de l'eau distillées.

❖ **Solution-étalon de contrôle matériau de référence (MR) 2meq/l**

Pipeter 1ml de la solution-étalon 200 meq/l dans une fiole de 100 ml et compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution se prépare chaque jour.

• **Mode opératoire :**

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on ajoute 100 ml d'eau à analyser et on ajoute deux gouttes d'hélianthine, on obtient une coloration jaune on effectue ensuite un dosage par HCl (N/10). On verse la solution d'acide, goutte à goutte dans l'erlenmeyerjusqu'au virage au jaune orangé et on note le volume versé en ml.

✓ **Expression de résultat:**

$$\text{TAC} = \text{Tb (meq/l)}=5.30\text{meq/l}$$

Tb: volume de HCl (N/10) en ml versé pour la détermination de TAC.



4) limite de détection d'une méthode(LDM)

La limite de détection d'une méthode(LDM) est la concentration minimale qui peut être décelée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie. La LDM est déterminé on appliquant les étapes suivantes :

➤ Estimation de la LDM.

On estime que la $LDM_{estimée} = 0,1 \text{ meq/l}$ (donnée par le laboratoire)

Comme la concentration de l'échantillon est supérieure à $7 \times LDM_{estimée}$, donc on fait une dilution 1 /10 de l'échantillon la valeur obtenue est :

$$[TAC] = 0,53 \text{ meq/l}$$

$$\text{Comme : } 5 \times LDM_{estimée} < 0,53 < 7 \times LDM_{estimée}$$

La dilution effectuée est adéquate

➤ Etablissement de la LDM

Méthode de calcul de la limite de détection d'une méthode(LDM)

$$LDM = 3 \times S$$

LDM : la limite de détection d'une méthode.

S : écart type des répliques.

➤ Calcul du ratio de conformité

Pour déterminer le ratio de conformité de la DLM suivre les étapes suivant :

- ✓ Préparer 10 répliques à partir de l'échantillon.
- ✓ Chaque échantillon doit subir les étapes de la méthode d'analyse.
- ✓ Faire l'ensemble des calculs liés à la méthode et reporter les résultats en utilisant les unités appropriées et le nombre de chiffre significatifs.
- ✓ Inclure dans les calculs un test de rejet reconnu si certaines données semblent aberrantes.
- ✓ calculer la moyenne des données :
- ✓ calculer la LDM
- ✓ calculer le ratio

$$R = \frac{m}{LDM}$$

m : moyenne des valeur obtenues

- Si $4 \leq R \leq 10$: la concentration utilisée est adéquate.



- Si $4 < R$: Ce ratio indique que la limite réelle de détection de la méthode est plus élevée que la limite de détection estimée lors des essais. Dans ce cas reprendre les essais en choisissant un autre échantillon dont la concentration est plus élevée que le premier.
- Si $R > 10$: Ce ratio indique que la limite réelle de détection de la méthode est plus basse que la limite de détection estimée lors des essais. Dans ce cas reprendre les essais en choisissant un autre échantillon dont la concentration est plus faible que le premier.

Tableau 1: LDM

Echantillon : sortie station dilué au 1/10			
Essai	Date analyse	Résultat analytique	Sommaire
1	15/05/2017	0,50	moyenne
2	15/05/2017	0,50	0,53
3	15/05/2017	0,55	dév.std
4	15/05/2017	0,55	0,026
5	15/05/2017	0,55	LDM
6	15/05/2017	0,50	0,077
7	15/05/2017	0,55	Ratio
8	15/05/2017	0,50	7
9	15/05/2017	0,55	LQM
10	15/05/2017	0,55	0,26

Interprétation :

- En constate que le ratio a une valeur qui est comprise entre dans l'intervalle $4 \leq R \leq 10$ ce qui implique que le choix de la concentration pour déterminer la LDM est vérifié.

5) Réplicabilité

La réplicabilité à un niveau donné, correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels successif obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dans les conditions suivantes : même analyste, même appareil, même laboratoire, même jour. la valeur sera déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\frac{t_{(0,975,n-)} \times S_1}{\sqrt{n}}$$



S_1 : écart type d'une série de mesures se référant à la réplicabilité.

$t_{(0.975, n-1)}$: est le t de student déterminé à partir de la table de student pour le seuil critique $\alpha = 5 \%$ et n-1 degré de liberté.

Intervalle de confiance

L'intervalle de confiance est autour de la moyenne qui contient probablement le vrai moyen. Le degré confiance de 95% signifie que l'analyste est confiant que 95% des mesures seront à l'intérieur de l'intervalle de confiance.

Pour déterminer L'intervalle de confiance on utilise la méthode de student's exprime comme suit :

IC : Intervalle de confiance

t_{av} : Constante t de student's déterminé.

S :écart type.

n : nombre d'échantillon.

m : moyenne

α : niveau de risque

v : degré de liberté

$$IC = m \pm \frac{t_{av} \times S}{\sqrt{n}}$$

Condition d'acceptation : il faut que l'intervalle de confiance inférieur à 5%

Tableau 2 :La réplicabilité

Réplicabilité			
Essai	Date analyse	Résultat analytique	Sommaire
1	17/05/2017	0,50	moyenne
2	17/05/2017	0,54	0,52
3	17/05/2017	0,54	dév.std
4	17/05/2017	0,50	0,021
5	17/05/2017	0,54	
6	17/05/2017	0,50	
7	17/05/2017	0,50	réplicabilité
8	17/05/2017	0,50	Int.conf 95%
9	17/05/2017	0,50	0,015±2.9%
10	17/05/2017	0,54	

Interprétation



- Comme l'erreur sur la réplicabilité (+2.9%) est inférieure à 5% pour un niveau de confiance de 95% alors la condition d'acceptabilité de ce paramètre est vérifiée

6) Répétabilité

La répétabilité à un niveau donné, correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels successifs obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dont au moins l'un des éléments suivants est différent : analyste, appareil, jour. la valeur sera déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\frac{t_{(0,975,n-1)} \times S_2}{\sqrt{n}}$$

S_2 : écart type d'une série de mesures se référant à la répétabilité.

$t_{(0,975, n-1)}$: est le t de student's déterminé à partir de la table de student's pour le seuil critique $\alpha = 5\%$ et n-1 degré de liberté.

Condition d'acceptation : il faut que l'intervalle de confiance inférieur à 5%

Tableau 3: La répétabilité

Répétabilité			
Essai	Date analyse	Résultat analytique	Sommaire
1	15/05/2017	0,53	moyenne
2	16/05/2017	0,55	0,53
3	17/05/2017	0,55	dév.std
4	18/05/2017	0,55	0,018
5	19/05/2017	0,50	
6	22/05/2017	0,53	
7	23/05/2017	0,53	Répétabilité
8	24/05/2017	0,53	Int.conf 95%
9	25/05/2017	0,51	0.013±2.4%
10	29/05/2017	0,55	



Interprétation :

- Comme l'erreur sur la répétabilité(+2.4%) est inférieure à 5% pour un niveau de confiance de 95% alors la condition d'acceptabilité de ce paramètre est vérifiée

7) Justesse

La justesse à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu et le résultat moyen qui serait obtenu en appliquant 10 fois le procédé expérimental (n=10 répliques). Elle est évaluée avec des données obtenues lors de l'analyse d'un matériau de référence ou les résultats obtenus lors d'un essai inter laboratoire.

Elle s'exprime par :

$$\text{Justesse} = \left[\text{Erreur relative (\%)} \right]$$

$$\text{Erreur (\%)} = \frac{V_0 - V_S}{V_S} \times 100$$

V_0 : moyenne des valeurs obtenues

V_S : valeur suggérée

Condition d'acceptation : il faut que l'erreur relative inférieure à 5%

Tableau 4 : la justesse

Echantillon (autre source) : MR			
Essai	date de l'analyse ou code du MR	Résultats analytique en %	sommaire
1	LMR-049-2015	100	Valeur vraie
2	CI-EA-05-ECH1	99,7	100
3	CI-EA-05-ECH2	104	moyenne
4	CI-EA-05-ECH3	101,5	106,6
5	CI-EA-05-ECH4	100,1	dev.std.
6	CI-EA-12-ECH1	103	2,30
7	CI-EA-12-ECH2	105	Erreur relative(%)
8	CI-EA-07-ECH4	97,9	±1,6%
9	CI-EA-12-ECH4	101	
10	CI-EA-07-ECH1	104	

Interprétation :

D'après le tableau en constate que l'erreur relative est 1,6 % ne dépasse pas 5%, ce qui implique que le paramètre de la justesse est vérifiée.

Interprétation générale :

les paramètres LDM, réplicabilité, répétabilité et la justesse sont vérifiés, ce qui implique que la méthode TAC par titrimétrie est validé.



Conclusion

L'eau d'oued Sebou doit subir un traitement pour la rendre potable .ce traitement consiste à faire passer l'eau via une chaîne de traitement au niveau de la station « Ain Noukbi », dans laquelle plusieurs étapes sont mises en œuvre pour éliminer d'abord la matière en suspension à l'aide des un procédés physicochimique, puis éliminer les microorganismes par le procédé désinfection

Dans ce travail l'étude est portée sur la validation de la méthode TAC par titrimétrie, pour la montrer nous avons effectué une série de calcul pour vérifier la validation des quatre paramètres qui sont la limite de détection, la réplicabilité, la répétabilité, et la justesse. Ce qui nous a permis de confirmer la validation de la méthode et par conséquent montrer sa fiabilité d'utilisation.

Durant mon stage, j'ai pu utiliser mes connaissances scientifiques et techniques accumulées à la Faculté des Sciences et Techniques, qui m'ont permis une ouverture sur le monde professionnel de contrôle de qualité des eaux au laboratoire de l'ONEE/BO de Fès ; ce travail a été d'un grand bénéfice dans la mesure où il nous a permis d'acquérir une expérience pratique à savoir le traitement des eaux de surface.



Bibliographies

- La direction de Laboratoire de L'Office National de L'Eau potable : ONEE/BO.
- Revue marocaine Eau et Environnement : pollution d'eau diagnostic : actuel et perspective.
- Rapport national 2004 sur les ressources en eau au Maroc
- Qualité des eaux d'alimentation humaine Norme Marocaine NM 03.7.001 /2006
- Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse
- Norme internationale iso/cei17025
- www.onep.org.ma
- www.ilm.pf/analysphysicochimie

ANNEXE

ANNEXE I- VALEUR DU T DE STUDENT POUR UN INTERVALLE BILATÉRAL À UN SEUIL DE CONFIANCE À 95 %

Degré de liberté ($n-1$)	$t_{(0,975)}$
1	12,706
2	4,303
3	3,182
4	2,776
5	2,571
6	2,447
7	2,365
8	2,306
9	2,262
10	2,228
11	2,201
12	2,179
13	2,160
14	2,145
15	2,131
16	2,120
17	2,110
18	2,101
19	2,093
20	2,086
25	2,060
30	2,042
40	2,021
60	2,000



ANNEXE II : NORMES PARAMETRE PHISICOCHIMI-CHIMIQUE RELATIVES ALA QUALITE

Paramètre	Expression des résultats	VMA
Oxydabilité	O ₂ : mg /l	2mg/l
Chlore résiduel	Cl :mg /l	1mg/l
potentiel Hydrogène	Unité PH	6 ,5≤PH≤8,5
Conductivité	μS/cm	2700μS /cm
Turbidité	Unité turbidité néphélométrique(UTN)	5 NTU
Température	°C	Acceptable