



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'Analyses et Contrôle de Qualité  
« TACQ »

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**Suivi du traitement des eaux de puits par Analyses  
physicochimiques et microbiologiques**

**Présenté par:**

◆ **Bouchfira chaymae**

**Encadré par:**

◆ **Mr. KAJJOUA Otman** (CHERGUI)  
◆ **Pr. CHTIOUI Hicham** (FST)

**Soutenu Le 07Juin 2017 devant le jury composé de:**

-Pr **CHTIOUI Hicham**  
- Pr **Hamid. WAHBI**  
- Pr **Fouad. KHALIL**

**Stage effectué à Domaine Douiet « Chergui »**

**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>



# Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier **Dieu**, le tout puissant, qui m'a donné la force d'accomplir ce modeste projet.

J'adresse ma plus grande reconnaissance à monsieur le directeur de l'usine d'Oued Nja du Domaine Douiet Mr. **BENSADIK Fayssal**, de m'avoir donnée l'opportunité d'effectuer ce stage au sein de son entreprise.

J'adresse mes vifs remerciements à monsieur **Otman Kajjoua**, responsable du laboratoire de contrôle de qualité au sein du domaine agricole Ouad Nja, pour sa disponibilité, ses conseils malgré ses préoccupations.

C'est dans ce cadre que je remercie vivement mon encadrant **Pr. CHTIOUI Hicham** pour son suivi tout au long du stage, ainsi pour ses conseils précieux et ses interventions constructives pour une bonne présentation de ce travail.

J'adresse aussi mes vifs remerciements à **Pr Hamid. WAHBI** et **Pr Fouad. KHALIL** les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail, je leur manifeste ma profonde gratitude.

Enfin, je tiens à adresser toute ma gratitude et ma sympathie à toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin, chacun de sa manière, pendant la période de stage.



# Liste des abréviations

EDTA : Éthylène Diamine Tétra-Acétique.

LM : levures moisissures.

CT : coliformes totaux.

T1 : tank1.

T2 : tank2.

T7 : tank7.

UFC : Unité Faisant Colonie.

°F : degré français.



## Liste des figures

Figure 1 : Chronologie des domaines agricoles.....	3
Figure 2 : Organigramme de l'usine oued NJA.....	6
Figure 3 : Etapes de traitement des eaux de puits.....	9
Figure 4 : Mécanisme de l'adoucissement de l'eau.....	14
Figure 5 : Rampe de filtration.....	17
Figure 6 : Comparateur colorimétrique, Lovibond 2000+.....	17
Figure 7 : La concentration de chlore dans l'eau chlorée en fonction du temps.....	22
Figure 8 : Courbe de l'évolution de la dureté de l'eau brute et adoucie.....	24
Figure 9 : Evolution des micro-organismes dans l'eau brute en fonction du temps.....	27
Figure 10 : Evolution de la qualité des coliformes totaux dans l'eau déchlorée et ozonée en fonction du temps.....	28
Figure 11: Evolution de la quantité des levures moisissures dans l'eau stockée et ozonée en fonction du temps.....	28

## Liste des tableaux

Tableau 1 : évolution de la concentration de chlore dans l'eau chlorée et déchloré en fonction de temps.....	21
Tableau 2 : évolution de La dureté de l'eau brute et de l'eau adoucie.....	24
Tableau 3 : évolution de matières en suspension dans les tanks et l'eau de puits.....	26
Tableau 4 : évolution des micro-organismes dans l'eau en fonction de temps.....	27



# Sommaire

**Introduction.....1**

**Chapitre1 : Généralités sur l’entreprise.**

I. Les domaines agricoles (société CHERGUI) :

- 1) Présentation générale.....2
- 2) Historique.....3
- 3) Filières d’activités.....4
- 4) Usine oued NJA.....4
- 5) Organigramme.....5

II. Généralités sue le lait :

- 1) Définition du lait.....6
- 2) Différents types du lait.....7
- 3) Composition du lait.....7
- 4) Contrôle de qualité.....7

**Chapitre 2 : Traitement de l’eau de puits.**

I. Traitement de l’eau de puits.

- 1) Eau de puits.....8
- 2) Etapes de traitement de l’eau de puits.....8

II. Eau adoucie.....14

III. Eau ozonée.....15

**Chapitre 3 : Suivi de l’efficacité des traitements des eaux par analyses physicochimiques et microbiologique de l’eau.**

I. Matériels et méthodes :

- 1) Echantillonnage.....16
- 2) Matériel utilisé.....17



3) Analyses physico chimiques.....	18
4) Analyses microbiologiques.....	19
II. Résultats et interprétations :	
1) Teneur en chlore.....	21
2) Dureté de l'eau.....	24
3) Matières en suspension.....	26
4) Microorganismes.....	27
<b>Conclusion.....</b>	<b>30</b>

# Introduction :

Le choix des domaines Agricoles Royale CHERGUI comme lieu de stage trouve sa justification dans la place importante qu'ils occupent dans le secteur laitier au Maroc, exprimée aussi bien en chiffre d'affaire qu'en diversité des produits et dans la volonté exprimé de ses dirigeants de suivre de près les progrès technologiques et les rénovations des méthodes de fabrication.

Comme toutes les industries agroalimentaires les domaines agricoles Royale s'occupent de la qualité de la matière première afin d'assurer une bonne qualité organoleptique, sanitaire, et nutritionnelle des produits laitiers au sein de l'usine Oued Nja(site de production des domaines royales et lieu de stage).Parmi les éléments majeurs qui jouent un rôle important dans l'industrie laitier et définit la qualité des produits finaux, on trouve l'eau.

Au sein de l'usine Oued Nja on utilise l'eau de puits qui subit des traitements spécifiques afin d'assurer la qualité requise des produits laitiers. L'utilisation de l'eau définit les traitements qu'il doit subir. En effet pour les eaux distribuées dans les robinets on procède à une simple chloration. L'eau déchlorée(subit une filtration par le charbon actif) est utilisée comme ingrédient. Concernant l'eau utilisée pour la production de chaleur au sein des chaudières elle nécessite un adoucissement, et finalement une ozonation est requise pour l'eau de nettoyage des bouteilles.

Ce travail vise à s'assurer de la qualité de ces différents types d'eaux traitées (chlorée, déchlorée, adoucie, et ozonée) en faisant un suivi des différents paramètres physicochimiques et microbiologiques à différentes étapes de traitement.

Ce rapport résume le travaille effectué. Il sera présenté comme suit :

- Description de la société laitière CHERGUI son historique, ses certifications, et son organigramme en premier chapitre.
- Traitement de l'eau de puits dans le deuxième chapitre
- Description des analyses physicochimiques, microbiologiques et les résultats obtenus dans le troisième chapitre.





# Chapitre 1 :

# Généralités sur l'entreprise .





## **I. Les domaines agricoles (société CHERGUI) :**

### **1) Présentation générale :**

Les Domaines Agricoles, anciennement appelée Domaines Royaux, est une société privée, créée en 1960 et présente sur l'ensemble des régions agricoles du Maroc avec de nombreux sites de production. Les Domaines constituent un des principaux producteurs - exportateurs de fruits et légumes au Maroc. Ils proposent une gamme de produits très larges destinées tant au grand public qu'aux professionnels. Le groupe emploie 2000 salariés dont 200 cadres, qui ont pour mission : La production, La transformation, et la commercialisation des produits. Les Domaines sont considérés comme les champions nationaux en matière d'agriculture et d'agroalimentaire.

### **2) Historique :**

L'évolution des domaines agricoles a connu des améliorations importantes dès son apparition jusqu'à l'année 2010. Ses améliorations sont représentées selon la chronologie suivante (figure 1).

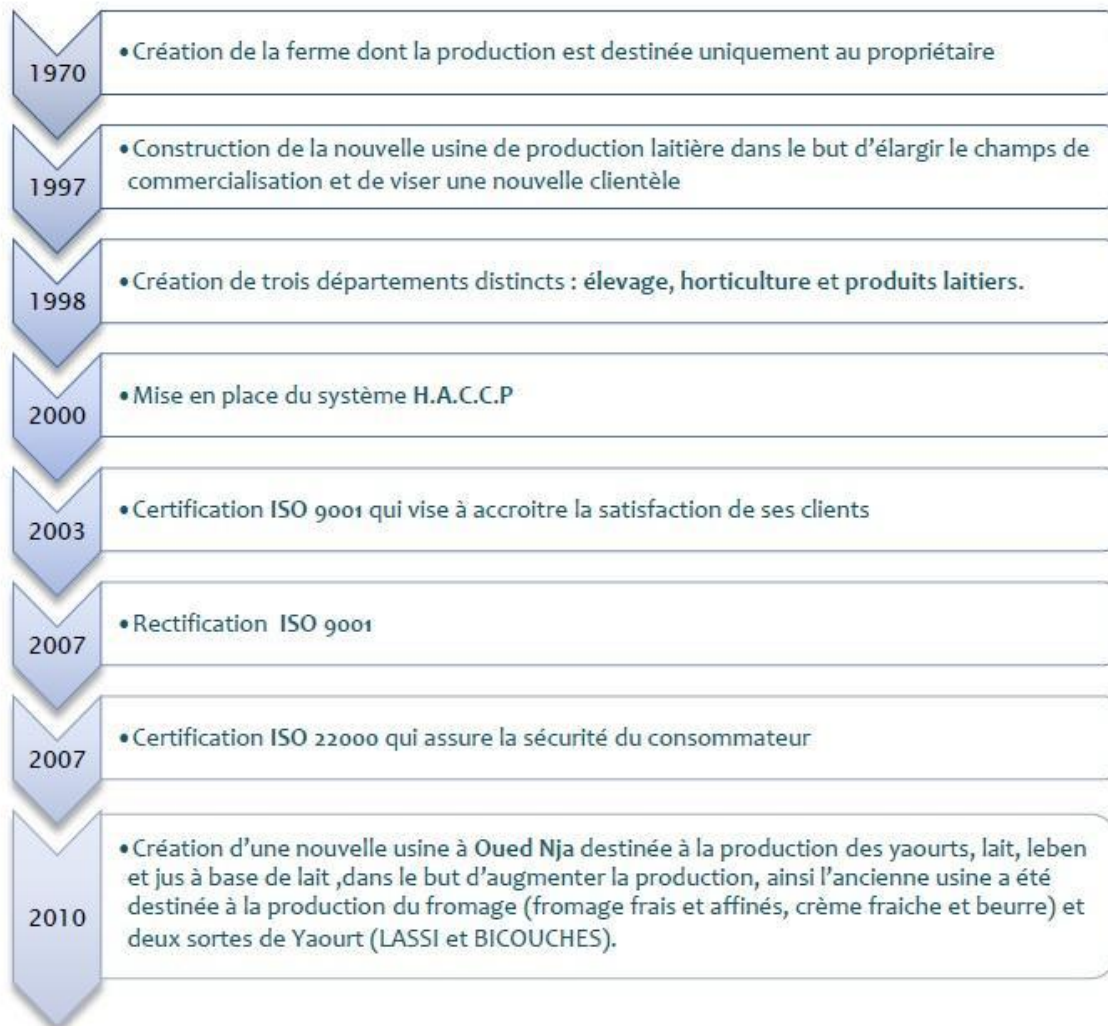


Figure1 : chronologie des Domaines agricoles.

### 3) Filières d'activités

Le Domaine de Douiet dispose de trois filières distinctes à savoir l'élevage et culture, les produits laitiers et l'horticulture.

➤ Filière élevage et culture :

Secteur élevage a deux activités principales : l'élevage des bovins (jeunes bovins, vache laitière, génisses) et des caprins (chèvres). Ce secteur est considéré comme une base de la production laitière, vu que le volume et la qualité des produits laitiers sont tributaires de la quantité et de la qualité du Le lait collecté par jour. Un système H.A.C.C.P. est placé pour maîtriser les points critiques de l'élevage.

➤ **Filière des produits laitiers :**

Le secteur de production et de transformation laitière a pour mission le développement, la production et la commercialisation des produits laitiers.

La production se fait actuellement au niveau des deux usines :

- Usine de Douiet (créée en 1997) avec une unité de transformation du lait d'une capacité de 60.000 litres/jour spécialisée dans la fabrication des fromages, beurres.
- Usine de la production laitière à Oued NJA (créée en 2010) d'une capacité journalière de 100.000 litres destinée à la production du lait, crème fraîche, yaourt et jus de fruits à base du lait.

➤ **Filière horticulture :**

Le secteur d'horticulture a utilisé le système de certification EUREP-GAP (Euro Retailers Produce – Good Agriculture Practices) souhaitant avoir une satisfaction des clients et une facilité de communication avec eux. Le secteur a quatre activités.

- Production maraîchère (divers légumes).
- Arboriculture (pêche, vigne,...).
- Floriculture, Céréalière.
- Fourragère, Sériciculture.

**4) Usine Oued Nja :**

Le groupe des domaines agricoles a décidé d'implanter une nouvelle unité à Oued Nja où j'ai effectué mon stage dont le but d'augmenter la production et de diversifier ses produits, vu que l'ancienne usine de transformation laitière Douiet a une capacité de production insuffisante qui ne permet pas de satisfaire les besoins croissants des consommateurs. L'usine Oued Nja est composée d'une Infrastructure pour assurer la conformité des produits aux exigences des clients, qui est constituée de :

**Service laboratoire :** composé d'un laboratoire d'autocontrôle microbiologique et physico-chimique pour le contrôle de qualité des produits tout au long de la chaîne de production.

**Service maintenance** : chargé de toutes les réparations au sein de l'usine afin d'assurer le bon déroulement de la production ainsi que le bon fonctionnement des équipements.

**Un magasin** : d'une superficie de 800m<sup>2</sup> pour le stockage des matières premières : lait en poudre, arômes, fruits, sucre, cartons, pots en plastique...

**Une salle d'extrusion** : pour la fabrication des bouteilles.

**Une salle de reconstitutions** : pour la préparation des mix et l'ajout des additionneurs.

**Une salle de process** : elle inclue les cuves de stockage, de maturation et tampon.

Les autoclaves et les écrémeuses.

**Une salle de conditionnement** : pour la transformation du lait, composée de trois lignes de production d'une capacité de 60.000litres/jour :

**Ligne carton** : Lait pasteurisé (entier et écrémé) et Leben (nature, raïb aromatisé et beldi),

**Ligne yaourt** : Yaourt ferme : (nature, chèvre et aromatisé), Yaourt brassé fruités et Yaourt crémeux (aromatisés),

**Ligne bouteille** : Jus de fruits lacté et yaourt à boire fruité (vanille, fraise, avocat, pêche et amande).

**Des chambres chaudes** : pour la maturation des produits.

**Des chambres froides** : pour le stockage des produits finis.

**Une centrale des utilités** : pour la production de la vapeur, l'eau glacée et l'air comprimé.

**Des camions de ravitaillements des zones**

**Des camions de distribution.**

**Des équipements informatiques.**

### 5) Organigramme :

L'organigramme de la figure 2 illustre la structure des niveaux hiérarchiques et fonctionnels de l'usine Oued Nja .



Figure2 : organigramme de l'usine Oued Nja.

## **II. Généralités sur le lait :**

### **1) La définition du lait :**

Le lait est un Liquide physiologique, blanc, opaque, légèrement sucré, de densité supérieure à celle de l'eau, sécrété par les glandes mammaires de la femme et des mammifères femelles.

Le lait est caractérisé par différentes phases en équilibre instable :

- Une phase aqueuse contenant en solution des molécules de sucre, des ions et des composées azotés.
- Des phases colloïdales instables, constitués de deux types de colloïdes protéiniques.
- Des globules gras émulsion dans la phase aqueuse.

## 2) Différents types du lait :

- **Le lait cru** : désigne un lait animal brut.
- **Le lait pasteurisé** : est un lait chauffé à une température comprise entre 60 et 95°C pendant un temps inférieur à 30minutes.
- **Le lait entier** : est un lait de vache contenant toutes ses matières grasses soit environ 35g/l.
- **Le lait écrémé** : est un lait qui contient un maximum de 0.1% de matière grasse.

## 3) Composition du lait :

Le lait contient plus de 88% d'eau.

Les macronutriments du lait entier se répartissent comme suit :

- 43% de glucides, son principal glucide est le **lactose**.
- 29 % de lipides, ses lipides comportent une majorité d'**acides gras saturés et de cholestérol**.
- 28% de protéines

Le lait est source de **calcium** et de **phosphore** : 100 g (environ 100 ml) couvrent plus de 10 % de l'apport nutritionnel conseillé par jour pour un adulte en calcium et phosphore. Il contient aussi des **vitamines B12, B2, B3 ou PP, B5, A, C et D**.

## 4) Contrôle de qualité :

Le lait est l'ingrédient principal pour la fabrication de tous les produits laitiers tels que les yaourts, les fromages, les beurres, et les jus (procédé de fabrication : voir l'Annexe 1 et 2).

L'eau est utilisée aussi comme ingrédient dans la production de ces produits ou pour le nettoyage, des tanks, des machines, et des bouteilles contenant ces produits.

Il est donc fondamental d'assurer une bonne qualité de l'eau pour ne pas causer des problèmes au point de vue ou qualité de produit. L'évaluation de la qualité des eaux de surface se base sur la mesure de paramètres physico-chimiques, et microbiologiques indicateurs d'une plus ou moins bonne qualité de l'eau.



# Chapitre 2 :

# Le traitement de l'eau de puits .





Comme il a été déjà signalé l'eau de process utilisée au sein de l'usine Oued Nja doit répondre à une qualité acceptable afin d'assurer des produits de qualité d'une part et d'éviter les problèmes techniques (chaudières...) d'autre part. Et puisque la société utilise l'eau de puits comme eau de process ceci exige un traitement préalable de cette eau.

## **I. Le traitement de l'eau de process :**

### **1) Eau de puits :**

**Le puits** est obtenu en forant une couche de terre imperméable pour en atteindre une autre qui reçoit de l'eau de plus haut, ce qui fait qu'une pression s'exerce et force l'eau à s'écouler vers le haut.

Avant d'être captée dans un puits, l'eau a subi de nombreuses évolutions, elle a ruisselé sur le sol, emporté avec elle des impuretés et des germes, et dissous des substances naturelles (calcaire, fer,...) ou polluantes (pesticides, métaux lourds,...). L'eau captée d'un forage est quant à elle, par définition, protégée des ruissellements de la surface, mais l'absence d'oxygène et la traversée de couches géologiques plus profondes l'expose à d'autres substances indésirables, comme le fer ferreux ou l'arsenic, ou la rendre corrosive ou entartrant. L'eau souterraine n'offre donc pas de garantie de salubrité, même loin des villes ou des industries, elle peut être contaminée par des substances indésirables et des germes pathogènes.

**Le puit doit donc être protégé et entretenu, l'eau doit être régulièrement analysée.**

### **2) Etapes de traitement de l'eau de puits au sein de l'entreprise CHERGUI :**

L'eau qui provient des puits alimente un filtre à sable pour éliminer les matières en suspension avant d'alimenter le bassin de chloration (par laquelle on injecte par une pompe doseuse une quantité de chlore bien dosé).

Une partie de cette eau est distribuée vers l'ensemble des robinets de l'usine (lavage des mains, nettoyage de l'usine...), une autre partie subit un traitement au charbon actif dans un filtre à charbon afin d'éliminer le chlore. Un filtre à poche est prévu pour éliminer le reste des particules de charbon. Cette eau déchlorée ou bien elle est utilisée dans le process comme

ingrédient ou pour le nettoyage, ou bien elle est adoucie pour être utilisée dans la chaudière. (Voir figure 3).

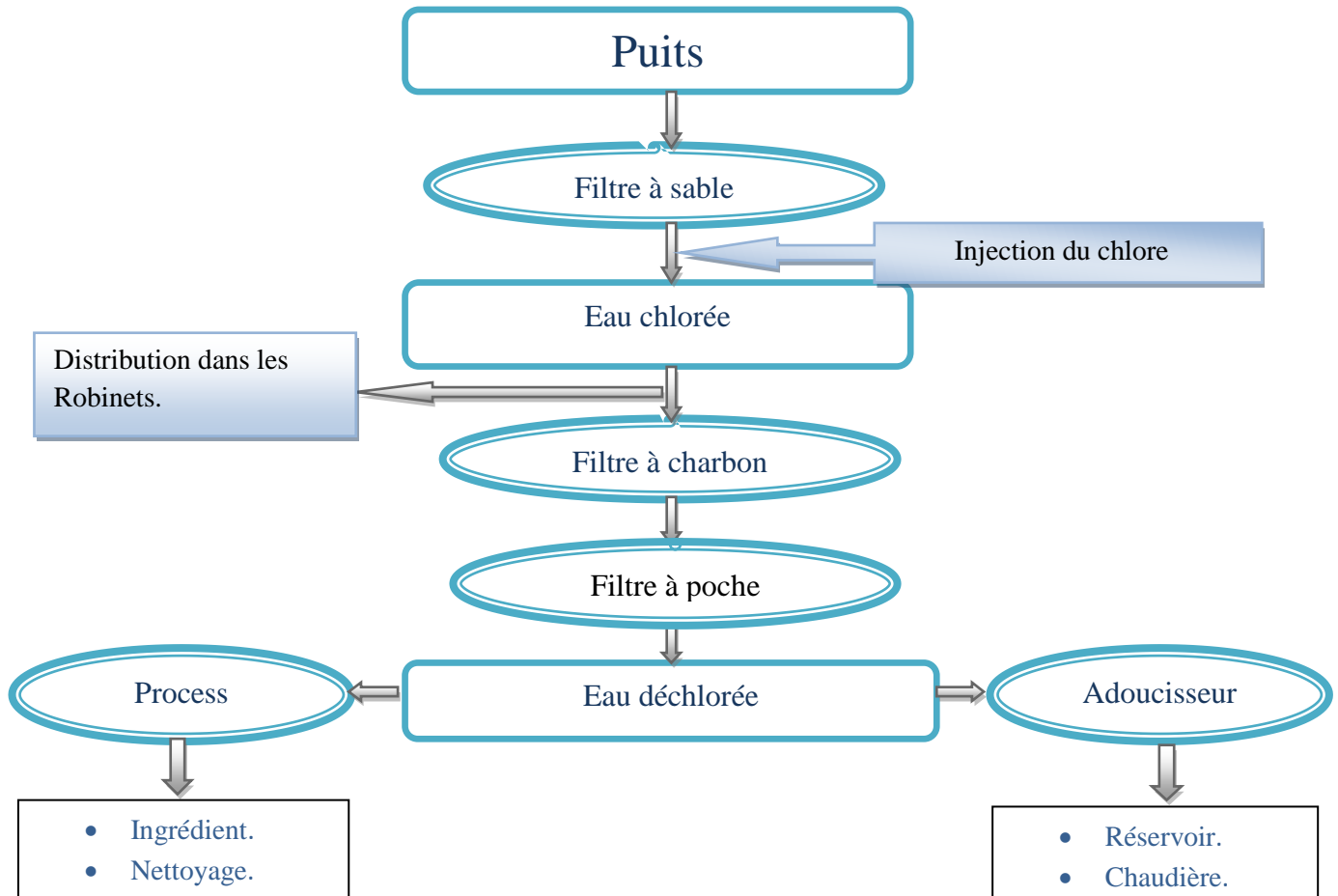


Figure3 : étapes de traitement des eaux de puits.

a) Filtration par filtre à sable :

○ Définition :

La filtration par le sable est l'une des méthodes de traitement de l'eau les plus anciennes. Un filtre à sable est constitué par une couche de sable de qualité adéquate, à travers laquelle l'eau circule à vitesse relativement faible.

○ Principe général de filtre à sable :

La filtration sur sable est l'un des procédés les plus répandus en traitement de l'eau. L'étape de filtration permet de séparer la phase continue liquide, et la phase dispersée solide. Elle fixe

les matières en suspension les plus fines, jusqu'à un diamètre de 10 micromètres. Comparé à la décantation, le seuil de coupure est donc plus fin. L'eau passe au travers d'un milieu filtrant poreux, sous l'action d'une force de pression fournissant à la suspension l'énergie nécessaire qui lui permet de traverser le milieu poreux.

○ **Objectif :**

Le filtre à sable purifie l'eau de trois manières différentes :

- La filtration permet d'intercepter les dernières particules visibles à l'œil nu de l'eau à traiter.
- Floculation pendant laquelle les substances se collent à la surface du sable et viennent grossir la taille de ce dernier.
- Assimilation par des micro-organismes qui se nourrissent des polluants de l'eau.

Par contre, les virus et bactéries peuvent toutefois passer au travers des filtres c'est pourquoi l'étape de désinfection est obligatoire.

b) **Chloration :**

○ **Définition :**

La chloration est un **moyen simple et efficace pour désinfecter l'eau** en vue de la rendre potable. Elle consiste à introduire des produits chlorés (pastilles de chlore, eau de javel,...) dans de l'eau pour tuer les micro-organismes qu'elle contient.

○ **Principe de la chloration :**

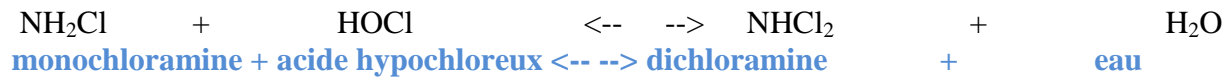
**Le chlore**, ou ses dérivés chlorés, est un **oxydant puissant** qui, mélangé à l'eau, brûle les matières organiques qu'elle contient, et en particulier les virus pathogènes et les microbes en une demie heure, c'est une réaction **d'oxydation** permettant de détruire certains **composés organiques**. La chloration agit également sur **l'ammonium et ses composés**.

Au cours d'une réaction de désinfection par le chlore, on mesure le chlore résiduel libre, le chlore résiduel combiné et le chlore résiduel total. Le chlore résiduel libre (le chlore actif) est le chlore qui demeure dans l'eau après une période de séjour donnée et qui est capable de



et les chloramines:

- Les chloramines sont des composés organiques azotés possédant un groupe -NCl qui après hydrolyse libèrent l'acide hypochloreux selon :



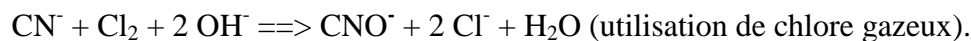
Ensuite :



En final on obtient : du  $\text{NO}_3^-$  (nitrate qui reste dans l'eau), du  $\text{N}_2$  (azote) et du  $\text{NCl}_3$  (trichlorure d'azote), ces deux derniers éléments sont volatiles et se concentrent dans l'air ambiant.

Ainsi la présence de chloramines dans l'eau potable est liée à une insuffisance de la chloration lors de la fabrication d'eau potable.

La chloration en milieu basique peut notamment traiter des effluents cyanurés suivant les principes réactionnels suivants :



Les cyanates ( $\text{CNO}^-$ ) étant 1000 fois moins toxiques que l'acide cyanhydrique, les réactions d'oxydation sont stoppés au stade cyanate. L'étape ultérieure de l'oxydation conduit à la formation de  $\text{CO}_2$  et d'azote ou d'ammoniac suivant l'acidité du milieu réactionnel.

○ **Objectif :**

Le procédé vise habituellement un des objectifs suivants :

- La désinfection visant à neutraliser les bactéries coliformes
- La désinfection à la suite de travaux de réparation du puits ou à la suite de longues périodes de non utilisation.

- L'élimination temporaire d'odeurs dégagées par l'hydrogène sulfuré (odeur d'œuf pourri).
- L'élimination temporaire de l'accumulation de fer et de manganèse.

c) Filtration par filtre à charbon :

○ Définition :

Le charbon actif est défini comme un adsorbant microporeux fabriqué à partir d'un matériau carbonaté. Le terme "microporeux" signifie que le charbon actif, malgré son apparence solide, est en fait composé d'un réseau de fissures et de pores reliés entre eux, présents dans tout le matériau.

○ Principe :

L'eau passe à travers le filtre dans des blocs de charbon actif hautement compressés, dont la composition est un mélange de charbon actif et d'autres substances capables d'éliminer les produits organiques et inorganiques. C'est durant cette phase que tous les produits issus de la chloration et que tous les produits chimiques volatiles sont piégés. Les composants du filtre exercent des actions catalytiques et induisent des changements moléculaires sur les différents toxiques qui sont adsorbés. En complément, les blocs de charbon actif, captent physiquement les microparticules, les métaux lourds...

○ Objectif :

L'élimination de chlore et tous les substances pouvant donner un goût ou une odeur anormale à l'eau, ainsi que les substances organiques et les micros polluants.

d) Filtration par filtre à poche :

Pour filtrer les traces de charbon passant avec l'eau et le reste de la matière en suspension. Cette eau est stockée dans deux réservoirs notés tank1, tank2, situé dans la même salle cette eau peu alimenté un autre réservoir situé dans la salle de process notée tank7.

## II. Eau adoucie :

### ○ Définition :

L'eau douce est une eau non salée qui ne contient que des quantités minimales des sels dissous, ce qui la distingue de l'eau de mer ou de l'eau saumâtre.

### ○ Principe :

L'utilisation d'une eau trop dure peut entraîner la formation de tartre, pour réduire cette dureté, qu'elle est due à un excès de calcium et de magnésium, donc on peut procéder à un adoucissement sur une résine échangeuse de cations de type  $\text{Na}_2\text{R}$ , dont le rôle de fixer les cations  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$ .

La percolation de l'eau sur une résine cationique qui se trouve sous forme  $\text{Na}^+$  permet la fixation du calcium et du magnésium suivant la réaction :



Tous les  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  de l'eau brute se transforment en sels de sodium lorsqu'ils traversent l'adoucisseur. On peut schématiser le mécanisme par la figure suivante :

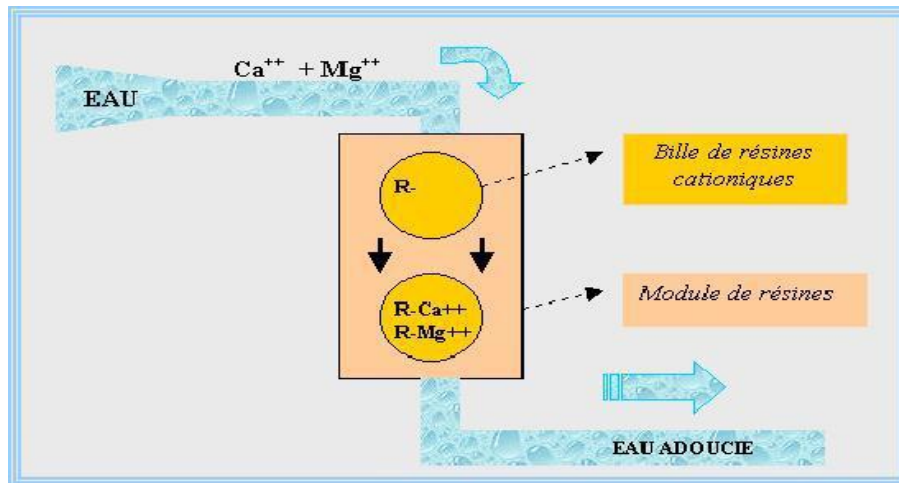


Figure4 : mécanisme de l'adoucissement de l'eau.

A la sortie de l'adoucisseur, le titre hydrotimétrique ou la dureté de l'eau traitée est faible.

Dans le cas où la mesure du taux de dureté révèle des valeurs hors norme, la régénération est obligatoire.



La régénération se fait à l'aide du chlorure de sodium NaCl selon les réactions suivantes :



Puis un lavage avec de l'eau non salée pour éliminer les traces de NaCl restants.

- **Objectif :**

L'élimination des ions  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  présent dans l'eau car l'eau déchlorée puisque cette eau doit être utilisée dans la chaudière pour produire de la vapeur de l'eau.

La présence des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  lors de la production de cette vapeur peut gêner des problèmes de corrosion, d'entartrage et de primage.

**L'entartrage** est principalement dû à la présence du calcium et du magnésium, qui sont moins soluble à chaud qu'à froid.

**La corrosion** est la transformation d'un métal à la forme d'un minerai. La corrosion dans la chaudière est dû à la réaction des métaux avec oxygène.

**Le primage** est la contamination de la vapeur par des solides présents dans l'eau.

**Remarque :**

La vapeur d'eau joue un rôle important dans la pasteurisation, la thermisation du lait et dans le nettoyage Cleaning In place (CIP).

### **III. Eau ozonée :**

- **Principe :**

L'eau  $\text{H}_2\text{O}$  subit un haut voltage qui va casser la liaison O-H de l'eau en formant par la suite l' $\text{O}_3$  ozone qui va donner une eau ozonée.

- **Objectif :**

La désinfection des bouteilles avant remplissage.



# Chapitre 3 :

## Suivi du traitement des eaux de puits

### par Analyses

### Physicochimiques et microbiologiques



Les analyses physicochimiques et microbiologiques de l'eau sont une tâche très importante pour s'assurer de l'efficacité des filtres utilisés dans le traitement de l'eau, d'une part pour garantir une bonne qualité du produit finale par différentes analyses : le test de matières en suspension, le test de la concentration de chlore, et le test de la microbiologie, et d'autre part pour éviter les problèmes techniques par exemple dans la chaudière par un test de la dureté. Dans ce chapitre la première partie décrit l'échantillonnage, les matériels utilisés, et le mode opératoire et quelques explications pour les analyses physicochimiques et microbiologiques. La deuxième partie est consacrée aux résultats obtenue et interprétations.

## **I. Matériels et Méthodes :**

### **1) échantillonnage :**

Nous avons prévu 14 prélèvements de 100ml.

#### **❖ Pour les Analyses physico-chimiques :**

- 1 échantillon :

-D'eau chlorée et déchlorée est prélevé 3fois par jours à (08h :30-10h : 30-14 h:30).

-D'eau adoucie 2fois par jours à (08h : 30-14h :30)

-D'eau brute pour la dureté 1 fois par jours.

-D'eau brute après filtre à sable et avant filtre à sable pour la matière en suspension.

-D'eau du tank1, 100ml du tank2, 100ml du tank7 pour la matière en suspension 1 fois par jour (voir page 13).

#### **❖ Pour les analyses microbiologiques :**

- 1 échantillon :

-D'eau du tank1, tank2, du tank7 1fois par jour.

-D'eau brute 1fois par jours.

-D'eau ozonée 1fois par jour.

**Remarque :**

- Pour que l'échantillonnage soit valide, avant chaque prélèvement microbiologique il faut désinfecter les mains et le lieu de la sortie d'eau par l'alcool et les pots doivent être utilisés une seule fois.
- Avant chaque prélèvement il faut laisser l'eau s'écouler quelques minutes.

**2) Matériel utilisé :**

**a) Comparateur colorimétrique, Lovibond® 2000+ :**

Le comparateur Lovibond® 2000+ est un système de test colorimétrique de l'eau précis et universel. Il s'agit d'un instrument de grande qualité pour une comparaison visuelle de l'intensité de la couleur de l'échantillon avec celle des filtres de verre Lovibond. Il possède un compartiment de format ajustable pour accueillir des cuves avec un trajet optique de 40 mm maximum. Ils permettent de mesurer des concentrations trop faibles pour la sensibilité du comparateur 2000+.

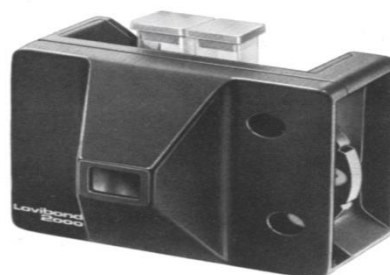
- Utilisé pour la détermination de la concentration de chlore dans l'eau chlorée.

**c) Rampe de filtration :**

Les rampes à filtration sont spécialement conçues pour des applications au cours desquelles les particules ou micro-organismes doivent être recueillis sur la surface de filtre à membrane. Leur support de filtre en fritté inox assure une répartition uniforme des particules recueillies sur toute la surface de la membrane filtrante. Des caractéristiques particulières facilitent l'utilisation de ces supports filtres pendant les tests de routine. Leurs robinets en acier inoxydable sont faciles à ouvrir et à fermer, et il suffit d'une seule main pour utiliser le raccord spécial pour une fixation sûre ou le retrait pratique de l'entonnoir.



**Figure 5 : Rampe de filtration.**



**Figure 6 : Comparateur colorimétrique, Lovibond 2000+**

d) D'autres matériels :

- Burette et Becher de 200ml.
- Pots et pince.
- Boîtes de pétries.

**3) Analyses physico-chimiques :**

a) Teneur en chlore :

i. Le mode opératoire :

On prend 10 ml de l'eau et on le met dans une éprouvette numéroté, puis on ajoute le DPD. Pour l'eau déchlorée : la couleur doit rester stable même si on ajoute le DPD puisque le chlore est absent.

Pour l'eau chlorée : Le chlore oxyde le DPD pour produire une coloration rose. L'intensité du rose est directement proportionnelle à la concentration de chlore dans l'échantillon. La couleur est mesurée à l'aide de l'appareil lovibond 2000+ (chlorométrie). **Norme** :  $1 < [cl] < 3$ .

ii. Explications :

Le DPD La **diéthyl-p-phénylènediamine**, est une amine aromatique utilisée comme réactif pour le dosage du chlore dans l'eau via colorimétrie ,on trouve 4 type :

- Les DPD 1 mesurent le chlore libre = celui qui désinfecte.
- Les.DPD.2.mesurent.les.mono-chloramines.
- Les DPD 3 mesurent les di et tri chloramines = le chlore combiné, celui qui irrite et qui a cette.odeur caractéristique mais qui ne désinfecte pas
- Les pastilles DPD 4 mesurent le chlore total.

Nous sommes intéressés par le chlore libre donc c'est celui qu'on dose on utilisant le DPD 1.

b) Dureté de l'eau :

i. Le mode opératoire :

On prélève 100ml d'eau douce de la dernière sortie et on la met dans un bécher puis on ajoute 3 gouttes de noir d'éricrome (indicateur coloré) puis 10 gouttes d'hydroxyde de sodium, la

couleur de la solution obtenue après agitation manuelle est violette, puis on dose avec l'EDTA et on agite en même temps, au point de virage la couleur va se transformer en bleu et le volume versé qui est exprimé en degré français doit répondre aux normes : <math>5^{\circ}\text{F}</math>.

## ii. Principe de dosage :

Le dosage est effectué par titrage. Les ions  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$  à l'aide d'ion éthylène diamine tétraacétate (EDTA) qui sera noté  $\text{Y}^{4-}$  selon la réaction suivante :



Pour que ces réactions puissent être utilisées pour le dosage de ces ions (on les dosera ensemble), il faut procéder dans des conditions opératoires précises :

- Il faut effectuer la réaction dans une solution de pH très voisin de 10.
- L'équivalence n'est pas directement repérable par un changement d'aspect du milieu (les réactifs ainsi que les produits formés sont incolores). Le virage d'un indicateur coloré LE NET **du violet au bleu** « pur » indiquera la fin de réaction du dosage.

## e) Test de matières en suspensions :

On prélève 100ml d'eau de chaque réacteur, et on applique la technique de filtration à l'aide d'une Rampe de filtration et des membranes filtrantes de 45 micromètre de diamètre. Le filtre doit rester propre et garder la même couleur après la filtration, s'il y a des résidus ou si la couleur est transformée en noir donc présence de corps étrangers ou de résidus.

## 4) Analyses microbiologiques :

L'analyse microbiologique de l'eau est une analyse simple, on travaille par l'eau filtré sur la membrane filtrante de la rampe de filtration.

Les coliformes totaux et les levures moisissures servent d'indicateurs pour mesurer le degré de pollution et la qualité de l'eau de puits. En effet, analyser une eau pour tous les pathogènes connus est un procédé compliqué et coûteux.

## i. Explication :

Le protocole se base sur l'incubation des membranes filtrantes contenant 50ml d'eau filtré

sur un milieu de culture : **des boîtes de tergitol** pour la détection des coliformes totaux et **des boîtes de gélose lactosés** pour la détection des moisissures et des levures.

**Les coliformes totaux** sont des entérobactéries qui incluent des espèces bactériennes qui vivent dans l'intestin des animaux, mais aussi dans l'environnement en général (sols, eau). Ce groupe bactérien est utilisé comme indicateur de la qualité microbienne de l'eau parce qu'il contient notamment des bactéries d'origine fécale, comme *Escherichia coli* (CEAEQ, 2009b).

Même si la plupart des souches d'E. Coli sont inoffensives, certaines souches, comme l'E. Coli O157:H7, peut causer des maladies.

**Les moisissures et les levures** sont des champignons microscopiques (micromycètes). Ce sont des organismes eucaryotes constitués soit d'éléments unicellulaires, soit de filaments isolés ou agrégés et se reproduisent par l'intermédiaire de spores. Ces organismes vivent aux dépens de matières organiques préformées.

Les symptômes les plus courants sont les suivants : nausée, vomissements et diarrhée. Dans les cas extrêmes, certains pathogènes peuvent infecter les poumons, le système nerveux, les reins, ou encore le foie, et les effets peuvent être plus graves, chroniques, voire mortels.

## ii. Le mode opératoire :

D'abord on doit :

- ✓ Fermer la porte et les fenêtres.
- ✓ Anticiper l'ordre des manipulations afin d'éviter les entrées/sorties de matériels du volume de travail.
- ✓ Nettoyer les mains le plan de travail et les parois avec un détergent non agressif : alcool en veillant à ne pas toucher le filtre absolu.
- ✓ Nettoyer les matériels nécessaires aux manipulations.

-On stérilise le pince pour insérer les membranes filtrantes dans la rampe de filtration (il faut éviter le touché des filtres par les mains) puis on remplit l'entonnoir de l'appareil par les échantillons : L'eau brute, tank 1, 2,7et l'eau ozonée .Pour chaque échantillon on filtre séparément 50 ml pour les coliformes totaux et 50 ml pour les levures moisissures.



-On lance la filtration puis tout en restant dans le volume stérilisé on récupère la membrane puis en la met dans un milieu de culture bien déterminé dans une boîte de pétri bien identifié et on laisse étuver 5jours à 25°C pour LM et 24 h à 30°C pour CT.

- lecture par dénombrement des colonies de coloration jaune orangé.

## **II. Résultats et interprétations :**

### 1) Teneur en chlore :

#### a) Résultats :

Les résultats de la concentration de chlore dans l'eau chlorée et déchlorée obtenus pendant la période de ce stage est présentée dans le tableau 1:

Date	Eau déchlorée(ppm)			Eau chlorée (ppm)		
	09h:30	12h:30	16h:00	09h:30	12h:30	16h:00
18-avr	0	0	0	1,2	1,3	1,2
19-avr	0	0	0	1	1	1,2
20-avr	0	0	0	1,4	1,5	2
22-avr	0	0	0	3	5	3
24-avr	0	0	0	1,2	1	1,2
25-avr	0	0	0	1,6	1	1,2
26-avr	0	0	0	1,2	2,5	2
27-avr	0	0	0	1,2	0,6	2
29-avr	0	0	0	1	1	1
02-mai	0	0	0	1,4	1,2	1,2
03-mai	0	0	0	1,8	2	2
04-mai	0	0	0	1,8	1,4	1,4
06-mai	0	0	0	1,8	1,6	1,8
08-mai	0	0	0	1,4	1,2	1,2
09-mai	0	0	0	2	4	2,5
10-mai	0	0	0	2,5	2	1,9
11-mai	0	0	0	1	1	1,5
13-mai	0	0	0	1	1,2	1,4
15-mai	0	0	0	1,9	1	1
16-mai	0	0	0	2,5	2	1,9
17-mai	0	0	0	1,3	1,3	1,3
18-mai	0	0	0	1,6	1	1,6

**Tableau 1 : évolution de la concentration de chlore dans l'eau chlorée et déchlorée en fonction du temps.**

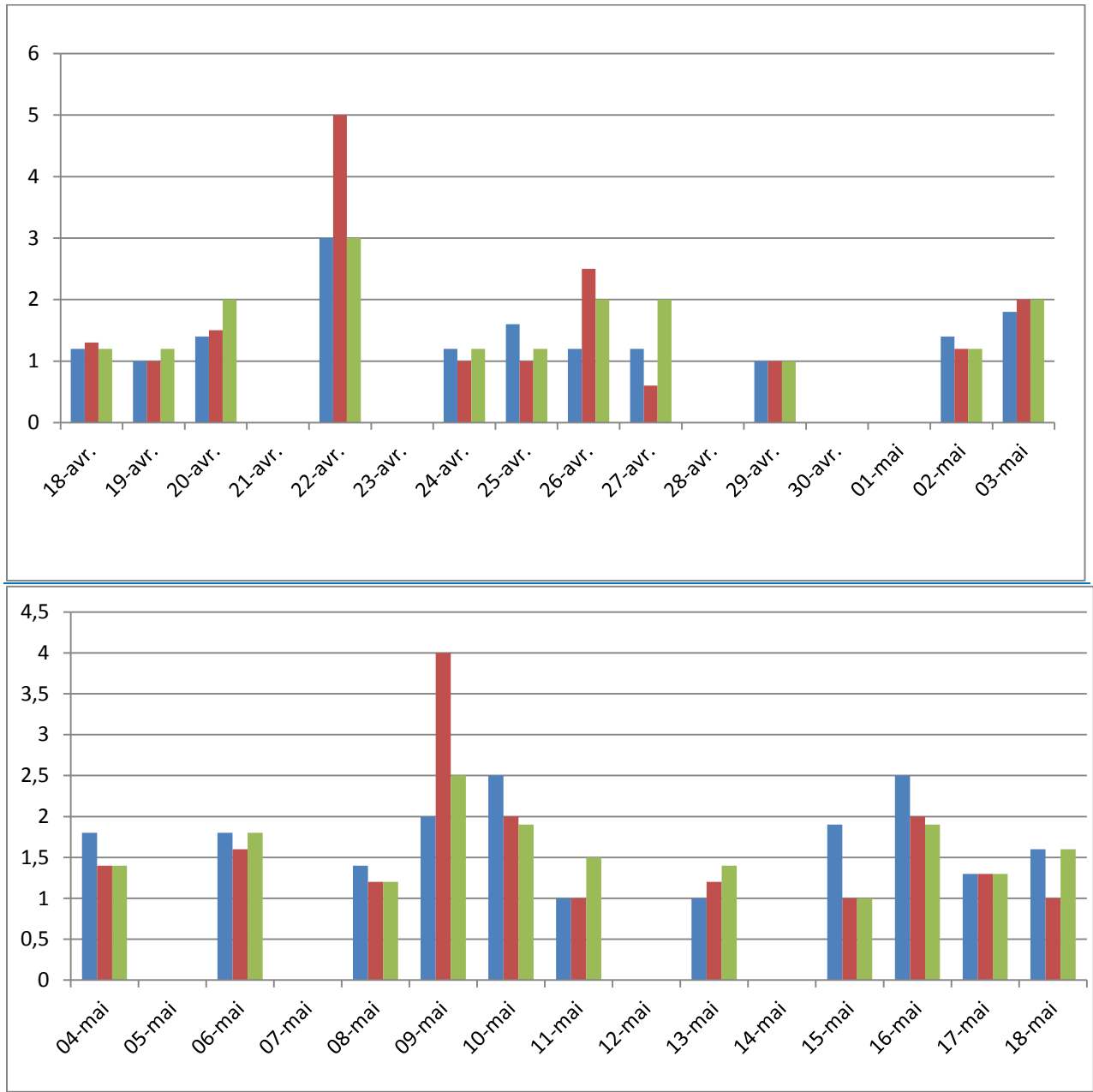


Figure 7 : la concentration de chlore dans l'eau chlorée en fonction du temps.

-  Eau chlorée (ppm) à 09h :30.
-  Eau chlorée (ppm) à 16h :00.
-  Eau chlorée (ppm) à 12h :30.

### b) Interprétation :

On remarque que pour l'eau déchlorée il y'a une absence totale de chlore du 18 avril jusqu'au 18 mai, après l'ajout du comprimé DPD la solution ne prend pas la couleur rose et reste incolore ce qui montre l'efficacité de filtre à charbon pour la chloration : tout le chlore contenu dans l'eau chlorée a été filtrée.

Concernant l'eau chlorée on remarque une augmentation brutale de chlore à 12h30 le 22 avril à 5 ppm et le 09mai à 4 ppm ce qui implique que plus de 3 ppm de chlore a été injecté dans l'eau par la pompe ce qui va causer deux de problème :

- ✚ Le chlore contient une mauvaise odeur et cette eau est utilisée comme ingrédient dans les produits laitiers, donc il va changer son odeur et même son goût.
- ✚ Il est très dangereux pour la santé, Même à très petites doses, il réagit avec les matières organiques contenues dans l'eau pour former des composés chimiques cancérigènes dont les plus étudiés sont appelés T.H.M (Tri Halo Méthanes). Les dérivés du chlore peuvent provoquer des cancers du colon, du rectum, de la vessie, de la vésicule biliaire, des malformations congénitales et des maladies cardio-vasculaires. Des chercheurs américains du Wisconsin viennent même de démontrer une relation étroite entre le cancer du sein et la consommation d'eau chlorée.

Cette augmentation de chlore dans l'eau est dû à un problème dans l'automatisme de la régulation du chlore, la pompe à injecté le chlore en continue. Il faut revoir le système de la régulation de l'injection du chlore dans l'eau par l'installation d'une deuxième pompe injection du chlore. La deuxième pompe sera dédiée à la régulation automatique selon la lecture de la sonde installée dans le bassin de chlore.

On remarque aussi le 27 avril à 12h :30 une diminution de la concentration de chlore à 0.6 ppm ce qui montre que l'eau n'est pas traitée avec la quantité nécessaire de chlore, il faut alors faire une correction par ajout forcer on ajoute la quantité nécessaire de chlore directement dans le bassin d'eau chlorée.

## 2) Dureté de l'eau :

### a) Résultats :

Date	Dureté d'eau brute (°F)		Dureté d'eau adoucie (°F)	
	08h:30	08h:30	08h:30	16h:00
18-avr	32	2,5	4,9	
19-avr	28	0,6	0,4	
20-avr	38,1	20	1,3	
22-avr	28,2	4,1	4,5	
24-avr	28,5	1,2	1,3	
26-avr	29,4	1,1	2	
27-avr	28,5	3	2	
29-avr	30	1	2	
01-mai	29	4,3	4	
02-mai	29,5	3	3	
03-mai	31	4	3	
04-mai	37,6	3	4,8	
06-mai	35	2,3	3,1	
08-mai	32,6	3	4	
09-mai	32,8	2	2,1	
10-mai	31	2,5	2	
11-mai	32,2	4	4	
13-mai	34	3,1	4	
15-mai	29	3,7	4	
16-mai	29,5	19	3	
17-mai	30,1	3,7	4,1	
18-mai	28,1	3	3	

Tableau 2 : évolution de La dureté de l'eau brute et de l'eau adoucie.

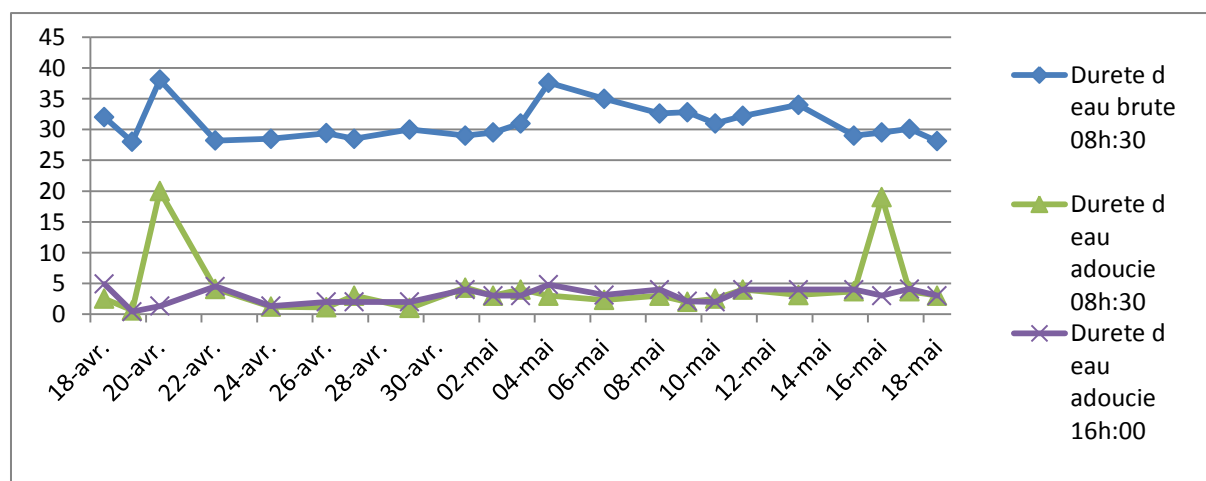


Figure 8: courbe de l'évolution de la dureté de l'eau brute et adoucie.

## b) Interprétation :

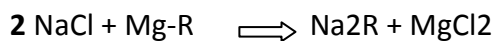
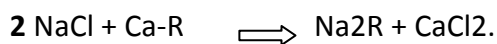
On constate que l'eau brute ( l'eau de puits ) à une dureté minimale de 28°F le 19 avril et une dureté maximale de 38.1°F le 20 avril ,ce qui montre sa richesse en ions de calcium et de magnésium c'est eau n'est pas douce, alors que après le passage par un adoucisseur on constate une diminution de la dureté de l'eau en prenant par exemple le 26 avril la dureté de l'eau qui était de 29.4°F pour devenir après l'adoucissement 1.1 °F à 08h :30 et 2°F à 16h00, ce qui signifie l'efficacité de l'adoucisseur au sein de l'entreprise .Ceci on peut le remarqué par la majorité des cas.

En effet on remarque que la dureté de l'eau adoucie dans le 20 avril est de 20°F et le 16 mai de 19°F .Ce qui explique un problème au niveau de l'adoucissement les radicaux de la résine sont saturé : il n'arrive plus à faire des liaisons avec les ions calcium et magnésium et l'eau passe par la résine sans qu'il soit adoucie ce qui explique cette augmentation de la dureté.

Une alerte à été envoyé au responsable pour arrêter le système afin de régler le problème.

L'étape de la pasteurisation du lait ESL (comme exemple) nécessite un échange de chaleur entre le lait ESL et l'eau chaude. Si celle-ci n'est pas assez adoucie en risque d'avoir de l'entartrage ce qui peut influencer sur le rendement du Transfer de chaleur entre l'eau chaude et le lait pasteurisé et donc sur le rendement de la pasteurisation.

Une régénération de la résine échangeuse d'ion est souvent souhaitable en injectant de la saumure pour éviter ce problème.



### 3) Matières en suspension :

#### a) Résultats :

Ce test est effectué pour l'eau brute après et avant filtre à sable, et les tanks 1, 2, et 7 dont le but est de s'assurer de l'efficacité de filtre à sable et de filtre à poche.

Date	Eau de puits avant filtre à sable	Eau de puits après filtre à sable	T1	T2	T7
18-avr	A	A	A	A	A
19-avr	A	A	A	A	A
20-avr	A	A	A	A	A
22-avr	A	A	A	A	A
24-avr	A	A	A	A	A
25-avr	A	A	A	A	A
26-avr	P	A	A	A	A
27-avr	A	A	A	A	A
29-avr	A	A	A	A	A
02-mai	A	A	A	A	A
03-mai	A	A	A	A	A
04-mai	A	A	A	A	A
06-mai	A	A	A	A	A
08-mai	A	A	A	A	A
09-avr	P	A	A	A	A
10-mai	A	A	A	A	A
11-mai	A	A	A	A	A
13-mai	A	A	A	A	A
15-mai	A	A	A	A	A
16-mai	A	A	A	A	A
17-mai	P	A	A	A	A
18-mai	P	A	A	A	A

Tableau 3 :évolution de matières en suspension dans les tanks et l'eau de puits.

A :Absence. Le filtre reste propre et garde la même couleur après la filtration.

P :Présence. La couleur est transformée en noir donc présence de corps étranger ou de résidus.

#### b) Interprétation :

Durant toute la durée de stage il y avait une absence de matière en suspension dans les tanks 1,2 et 7 et dans l'eau brute après filtre à sable ce qui signifie l'efficacité de filtre à sable et à poche dans l'entreprise. On constate une présence de matière en suspension dans l'eau de puits avant filtre à sable ce qui est normale car c'est une eau brute.

#### 4) Microorganismes :

##### a) Résultats :

Date	Eau brute(UFC)		T1(UFC)		T2(UFC)		T7(UFC)		Eau ozonée(UFC)	
	CT	LM	CT	LM	CT	LM	CT	LM	CT	LM
18-avr	38	26	0	0	0	0	0	0	0	0
19-avr	80	21	34	0	44	0	0	0	0	0
20-avr	37	19	0	0	0	0	0	0	0	0
22-avr	90	21	0	0	0	0	0	0	0	0
24-avr	150	50	0	0	0	0	0	0	0	0
25-avr	170	62	0	0	0	0	0	0	0	0
26-avr	125	14	0	0	0	0	0	0	0	0
27-avr	95	19	0	0	0	0	0	0	0	0
29-avr	65	35	0	0	0	0	0	0	0	0
02-mai	103	18	0	0	0	0	0	0	0	0
03-mai	95	46	0	0	0	0	0	0	0	0
04-mai	92	26	0	0	0	0	0	0	0	0
06-mai	106	19	0	0	0	14	0	0	0	0
08-mai	178	31	0	0	0	0	0	12	0	0
09-mai	165	19	0	0	0	0	0	0	0	0
10-mai	50	16	0	0	0	0	0	0	0	0
11-mai	102	45	0	0	0	0	0	0	0	0
13-mai	95	60	0	0	0	0	0	0	0	0
15-mai	65	65	0	0	0	44	0	0	0	0
16-mai	76	21	0	0	0	0	0	0	0	0
17-mai	98	35	0	0	0	0	0	0	0	0
18-mai	102	25	0	0	0	0	0	0	0	0

Tableau4 : évolution des micro-organismes dans l'eau en fonction de temps.

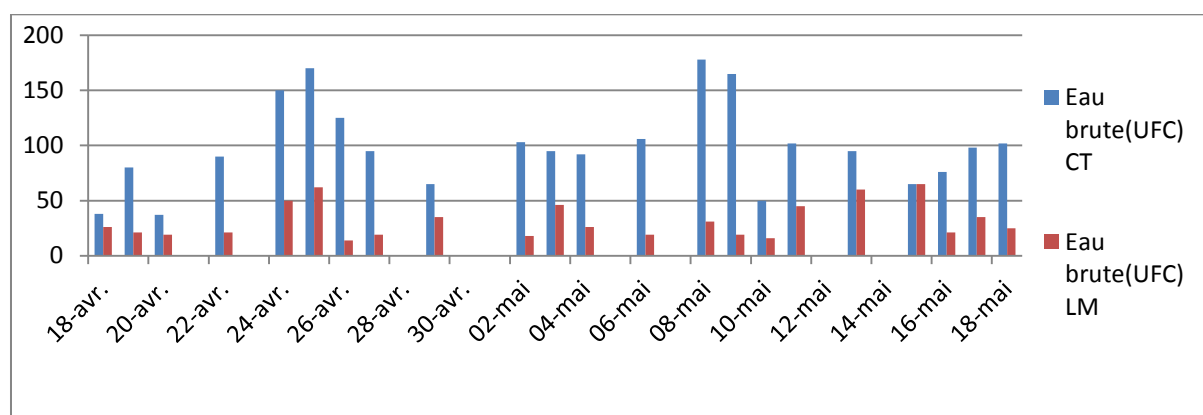


Figure9 : évolution des micro-organismes dans l'eau brute en fonction du temps.



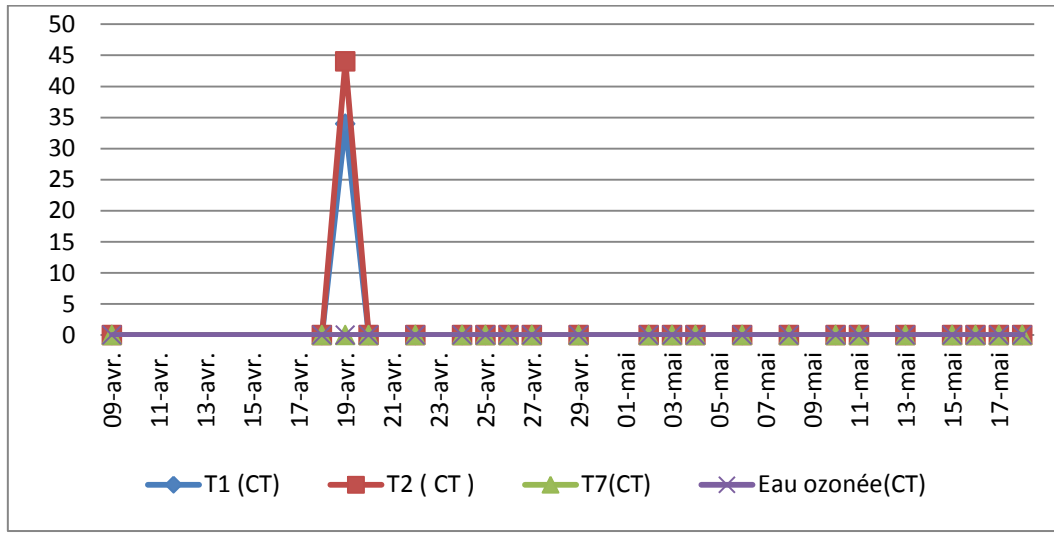


Figure 10 : Evolution de la qualité des coliformes totaux dans l'eau déchlorée et ozonée en fonction du temps.

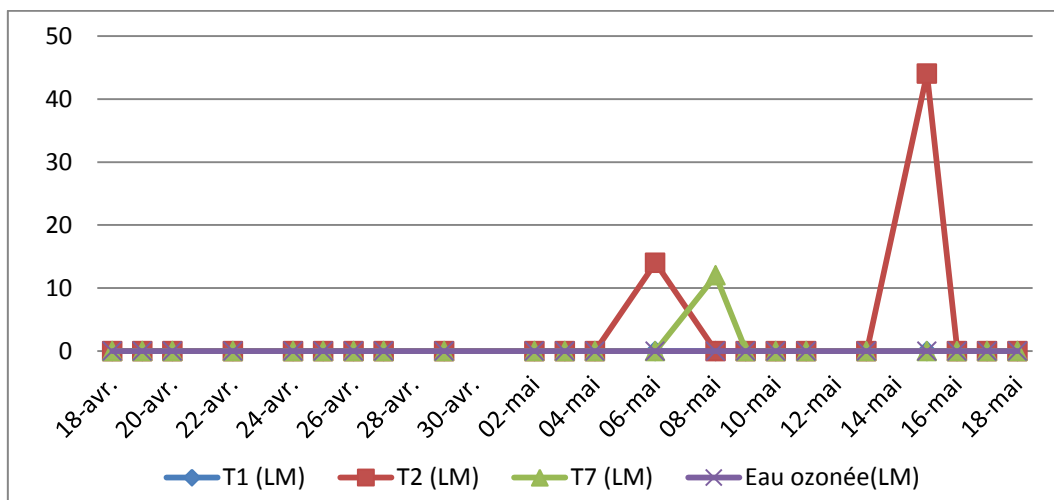


Figure 11: évolution de la quantité des levures moisissures dans l'eau stockée et ozonée en fonction du temps.

### b) Interprétation :

On constate dans l'eau brute une valeur minimale de 37 UFC/50 ml jusqu'à une valeur maximale de 178 UFC/50ml de coliformes totaux et une valeur minimale de 14 UFC/50 ml jusqu'à une valeur maximale de 65 UFC/50ml de levures moisissures ce qui montre la contamination de l'eau de puits. La présence des coliformes totaux et exactement de la bactérie d'E. Coli dans de l'eau indique une contamination récente par des matières fécales, et

peut indiquer la présence possible de pathogènes responsables de maladies, comme des bactéries, des virus et des parasites.

Ce qui montre la nécessité d'un traitement de cette eau avant toute utilisation. Après ce traitement on remarque qu'il y a presque absence de coliformes totaux et de levures moisissures pendant la période de suivi sauf pour quelques cas :

- ✓ le 19 avril on trouve concernant les coliformes totaux 34 UFC/50ml dans le tank 1 et 44 UFC/50ml dans le tank 2. puisque les 2 tanks sont contaminés peut être que c'est à cause d'une mauvaise désinfection et c'est exactement ce qui est constaté dans la même date au niveau de la concentration de chlore injecté qui était 0.6ppm < 1 ppm, donc il faut plus de contrôle à ce point.
- ✓ On remarque aussi une contamination par les levures moisissures dans :
  - Le tank 2 : de 14 UFC/50ml le 06 mai et 44 UFC/50ml le 15 mai.
  - Le tank 7 : 12 UFC/50ml le 08 mai.

ce qui explique la contamination de cette eau. la question qui se pose c'est que les tanks 1 et 2 ont subi la même désinfection mais on a une contamination du tank 2 seul dans le même jour, cela est expliqué par 2 causes :

-soit à cause de la stagnation de l'eau, des fois on travaille avec le tank 1 et l'eau dans le tank 2 reste stocké cela peut laisser le temps aux micro-organismes de se développer et par la suite à l'eau de se contaminer.

-soit le tank 2 n'a pas été bien nettoyé. Le nettoyage est effectué par l'acide peracétique très concentré : action bactéricide et fongicide puis par l'eau adoucie, donc dans ces 2 étapes peut être que le point critique qui a causé le problème est la concentration de l'acide peracétique qu'on a utilisé.

### Solution :

- ✓ Il faut éviter de travailler avec une eau qui reste stockée un peu de temps.
- ✓ Il faut envoyer une alerte (une fiche de non-conformité) au responsable de process pour vider le tank et le nettoyer à nouveau.

# Conclusion

Durant ce stage nous avons fait le suivi de plusieurs paramètres afin de s'assurer de la qualité des eaux traitées utilisées dans le procédé de fabrication des produits laitiers.

Le suivi de la concentration du chlore au niveau de l'eau chlorée durant une période de 22 jours a donné des résultats satisfaisants pour différents échantillons prélevés. Il y avait une exception le 22 avril et le 9 mai avec des valeurs de 5 ppm et 4ppm (> 3ppm) et le 27 avril avec une valeur (<1ppm). Une consigne a été envoyée aux opérateurs et les problèmes ont été réglés. Il est préférable que l'usine adopte les moyens nécessaires pour mieux contrôler les teneurs en chlore. Par contre dans l'eau déchlorée le suivi de la concentration en chlore a révélé une absence totale de chlore ce qui montre l'efficacité de la déchloration par le filtre à charbon au sein de l'entreprise.

Pour les matières en suspensions, les analyses ont montré leur absence dans tous les échantillons prélevés. Ce qui montre l'efficacité de traitement en termes d'élimination des matières en suspensions.

Et en ce qui concerne le processus d'adoucissement en générale les échantillons analysés répondent aux normes sauf pour deux échantillons où les valeurs ont atteint : 19 et 20 °F, mais ceci est normale. En effet la résine échangeuse d'ions, une fois saturée demande une régénération. C'était le cas, l'action de régénération a été faite avec succès dans les deux cas ce qui est figuré par les résultats d'analyses juste après. Donc un suivi de cette étape est très recommandé afin d'agir le plus vite possible.

Et dernièrement pour la microbiologie les résultats sont encourageants et montrent qu'il y a un bon contrôle des paramètres microbiologiques. Mais la présence d'une quantité de coliformes totaux de 34UFC/50ml et 44UFC/50ml successivement dans les tanks 1 et 2 le 19 avril, et une quantité de levures moisissures dans les tanks 2 et 7 montre qu'il faut faire attention à l'étape de nettoyage des tanks pour éviter toute contamination de l'eau.

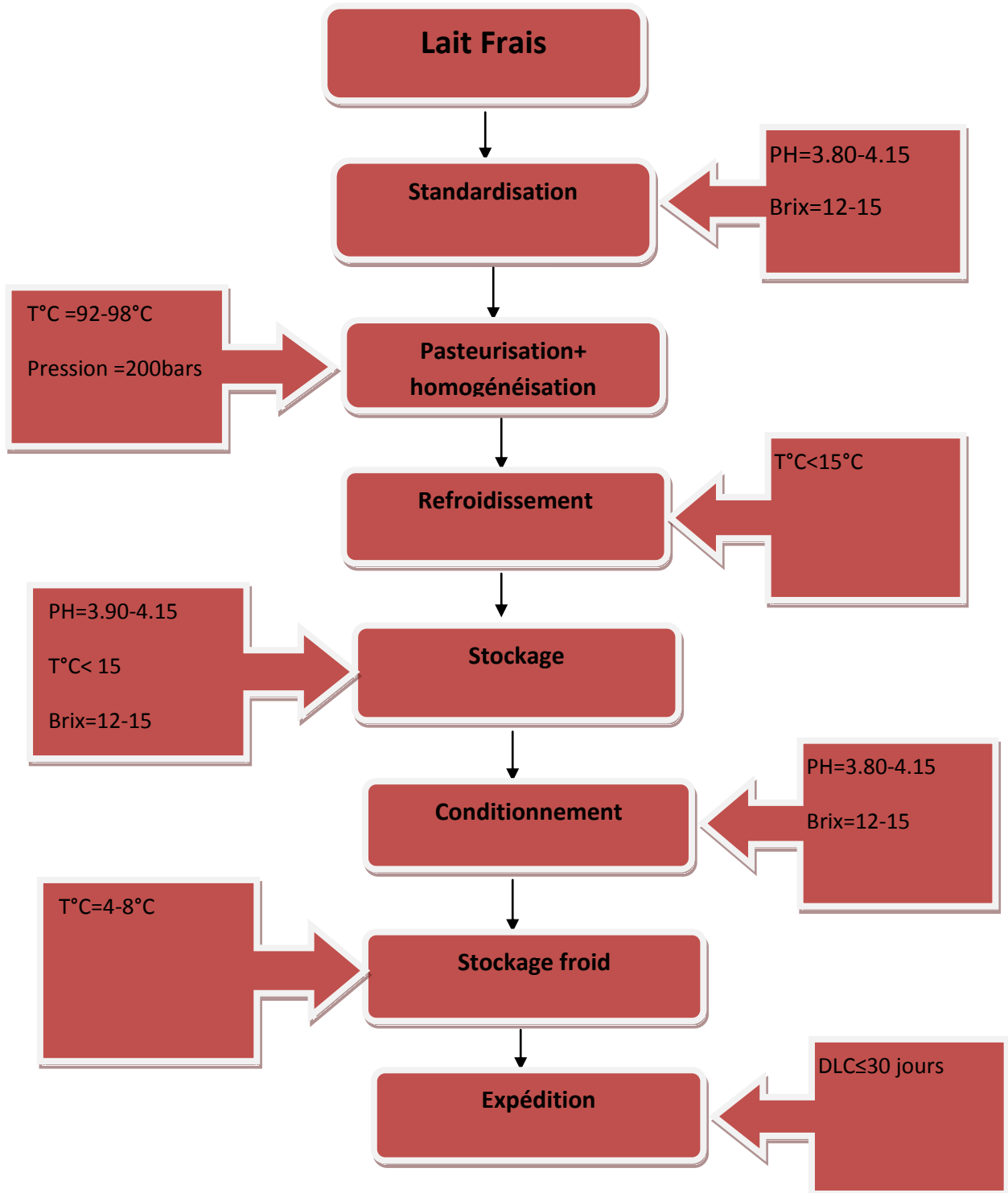
Des perspectives sont représentées comme suit :

Les analyses doivent être effectuées selon les saisons vu qu'en hiver la pluviométrie augmente ce qui entraîne un ruissellement qui pourra infecter les eaux souterraines.

## Annexe 1

### Exemple de production de jus de fruits :

Parmi les produits issus de la transformation du lait se trouve le jus de fruits au lait :



## Annexe 2

### Exemple de production des yaourts :

