

DÉDICACES

*Je dédie cet humble et modeste travail
avec grand amour, sincérité et fierté :*

*A mes chers parents pour m'avoir donné la vie, pour leurs
sacrifices inestimables, leur amour infini et leur soutien
permanent.*



*A mes chères sœurs et mon cher frère qui me soutiennent dans
les mauvais moments avant les bons moments, pour leur présence
durable et leur énorme amour.*



*A mes chers amis qui m'ont montré, malgré les difficultés et les
circonstances, que la vie avait plus de sens auprès d'eux.*



*A mes enseignants qui m'ont formé et
guidé, et grâce à qui je suis arrivé à ce
niveau.*

REMERCIEMENTS

Je voudrais par le biais de ce rapport, exprimer mes vifs remerciements à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de cet humble travail :

En premier lieu je remercie **Mr. Mourad EL MIMOUNI**, Directeur d'exploitation de la Société de Thermalisme Marocain, pour m'avoir permis de réaliser ce stage au sein de la SOTHERMA,



Mme. Jamila EL AMRANI, responsable du management qualité, qui m'a aidé à réaliser cette étude et fait de son mieux pour que la période de stage soit intéressante, agréable et fructueuse,



Mr. Abdellatif BOUKIR, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques, pour avoir été à mon écoute, pour son soutien, sa gentillesse et pour les efforts qu'il a déployés.



Un merci bien particulier est adressé également aux professeurs et membres de jury **Mr. CHAKROUNE Said** et à **Mr. AMEZIANE HASSANI Chakib**, pour avoir partagé leur appréciation de ce modeste travail ; qu'ils trouvent ici l'expression de ma gratitude pour l'intérêt qu'ils m'ont témoigné.



Je remercie aussi tous les laborantins, les opérateurs et les employés de SOTHERMA pour leur gentillesse et leur aide.

Liste des abréviations

AFAQ : Association française pour l'assurance de la qualité.

DAS : Danone Ain Saiss.

EDTA : Ethylène Diamine tétra-Acétique

FMAT : Flore Mésophile Aérobie Totale.

HACCP : Analyse des dangers - points critiques pour leur maîtrise.

ISO : Organisation internationale de normalisation.

ONCF : Office national des chemins de fer.

PET : Polyéthylène téréphtalate.

pH : Potentiel hydrogène.

SH : Sidi Harazem.

SOTHERMA : Société du thermalisme Marocain.

SNI : Société nationale d'investissement.

TA : Titre alcalimétrique simple

TAC : Titre alcalimétrique complet..

TH : Titre hydrotimétrique.

Liste des figures

Figure 1: Organigramme de l'usine SOTHERMA	4
Figure 2: Schéma général du processus de production de l'eau gazéifiée	6
Figure 3: Schéma représentant le processus de filtration	17
Figure 4: Synthèse de PET	20
Figure 5: Matériel utilisé pour mesurer la teneur en CO₂	21
Figure 6: Variation de la [CO₂] en fonction du temps dans les bouteilles PET.....	22
Figure 7: Variation de la [CO₂] en fonction du temps, dans les bouteilles en VERRE ...	24

Liste des tableaux

Tableau 1: Fiche technique de SOTHERMA	3
Tableau 2: Composition minéralogique de SH.....	4
Tableau 3: Comparaison entre la composition minéralogique d'Aïn Saïss et d'Evian	5
Tableau 4: Articles de SOTHERMA	11
Tableau 5: Etapes et paramètres de contrôle de la matière première.....	13
Tableau 6: Paramètres physico-chimiques et leurs normes	16
Tableau 7: Produits analysés et fréquence d'analyse	17
Tableau 8: Germes recherchés et leur conditionnement	18
Tableau 9: Variation de la concentration en CO₂ dans les bouteilles PET.....	22
Tableau 10: Suivi de la variation de concentration en CO₂ dans les bouteilles en VERRE	23

SOMMAIRE

Liste des abréviations.....	2
Liste des figures.....	2
Liste des tableaux.....	2
Introduction Générale	1
Chapitre 1 : Présentation de la société et processus de Production.....	2
I- Présentation de la Société	2
1- Historique	2
2- Activités	2
3- Fiche technique de SOTHERMA	2
4- Certifications de la société	3
5- Organigramme d'usine SOTHERMA	4
6- Exploitation des eaux.....	4
A) <i>SIDI HARAZEM (SH)</i>	4
B) <i>DANONE AÏN SAÏSS (DAS)</i>	5
II- Processus de production.....	5
1- Schéma général du processus de production de l'eau gazéifiée	5
2- Description des étapes de production	7
3- Produits de SOTHERMA	10
Chapitre 2 : Techniques d'analyse et de contrôle de la qualité	13
1- Contrôle de la matière première	13
2- Analyses physico-chimiques	14
a) Température.....	14
b) pH.....	14
c) Conductivité	14
d) Titre hydrométrique (TH)	14
e) Titre Alcalimétrique simple (TA) et Titre Alcalimétrique Complet (TAC) ..	15
f) Dosage des ions chlorures	16
3- Contrôle microbiologique	17

a) Produits analysés	17
b) Germes recherchés	18
Chapitre 3 : Etude expérimentale	19
I- Généralités	19
1- Eau minérale gazeuse	19
2- Vieillessement	19
3- Poly-téréphtalate d'éthylène (PET)	20
II- Suivi de vieillissement des produits gazéifiés en verre et en PET	20
1- Contrôle de la teneur en CO ₂	21
2- Résultats	21
A- POUR AIN SAISS GAZEIFIEE CONTENUE DANS DES BOUTEILLES EN PET	21
B- POUR AIN SAISS GAZEIFIEE CONTENUE DANS DES BOUTEILLES EN VERRE	23
C- INTERPRETATION DES RESULTATS	24
3- Discussion	24
A) TEMPERATURE.....	25
B) INFLUENCE DES AUTRES FACTEURS	25
C) PREFORME	26
D) SOUFLAGE DES PREFORMES	26
CONCLUSION GENERALE.....	27
Références bibliographiques.....

Introduction Générale

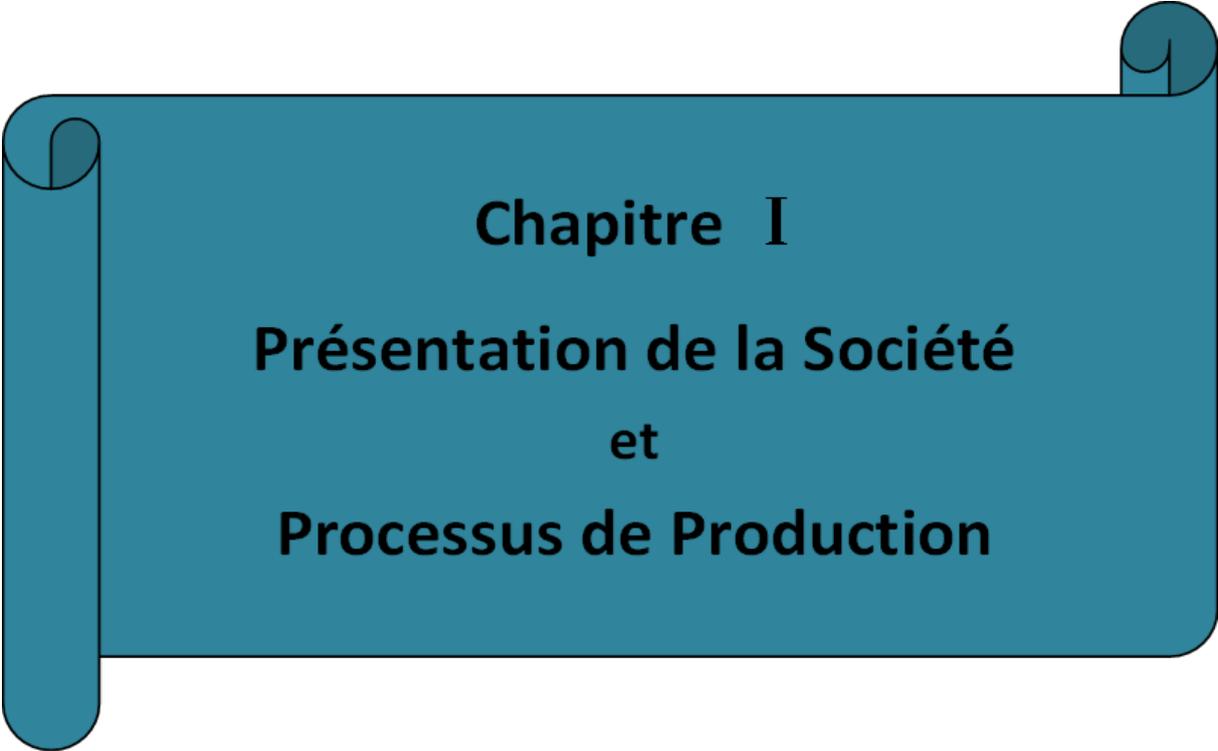
L'eau minérale naturelle est une appellation qui désigne une catégorie d'eau vendue en bouteille. Elle est définie par un certain nombre de caractéristiques selon les réglementations. D'une manière générale, une eau minérale naturelle doit avoir une origine souterraine ou géologique et une composition chimique stable, et ne doit subir aucun traitement chimique.

Le secteur de l'**eau embouteillée au Maroc** se développe, puisque sa croissance se situe entre 10 et 12% par an. Le Marocain ne consomme que très peu d'eau minérale, 18 litres par habitant et par an, cela augure un fort potentiel de développement du secteur. Ce qui fait que la **SOTHERMA** de Fès produit aussi de l'**eau minérale aromatisée** et de l'**eau minérale gazéifiée**, pour une amélioration du marché des eaux minérales naturelles (<http://www.eaudumaroc.com/2017/03/leau-minerale-au-maroc.html>).

Ce dernier type d'eau, mentionnée ci-dessus, subit un problème de vieillissement selon la nature de l'emballage, sa concentration en **CO₂** diminue avec le temps.

Autour de cette problématique, mon travail au sein de la **SOTHERMA** a été le suivi du vieillissement des produits gazéifiés en **Verre** et en **PET** ; il fait l'objet du présent rapport, dont le plan sera le suivant :

- ✚ Un premier chapitre relatant une présentation de la société et le processus de production ;
- ✚ Un deuxième chapitre représentant les techniques d'analyses et de contrôle de la qualité ;
- ✚ Un troisième chapitre dédié à l'étude expérimentale, exposant le matériel et les méthodes utilisées pour le suivi du vieillissement des produits gazéifiés en Verre et en PET.



Chapitre I
Présentation de la Société
et
Processus de Production

Présentation de la société et processus de production

I- Présentation de la Société

1- Historique

SOTHERMA Filiale de SNI est la première société à avoir commercialisé l'eau minérale naturelle au Maroc sous la marque Sidi Harazem (SH), en 1968.

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

En 2003, SOTHERMA a obtenu l'homologation d'Aïn Saïss en tant qu'eau minérale naturelle, et a lancé en 2005 les nouveaux produits Danone Aïn Saïss (DAS) aromatisé fraise et Danone Aïn Saïss aromatisé citron, confirmant ainsi la volonté d'apporter toujours aux consommateurs de nouvelles offres correspondant mieux à leurs attentes.

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

2- Activités

L'activité de SOTHERMA est orientée vers :

- Captage des eaux minérales aux sources de Sidi Harazem et d'Aïn Saïss, l'acheminement à l'usine au moyen de conduites ;
- Fabrication des bouteilles, leur remplissage et leur conditionnement ;
- Elaboration des boissons aromatisées à base de l'eau minérale ;
- Gazéification de l'eau minérale naturelle ;
- Distribution à travers tout le Maroc et la commercialisation à l'export ;
- Innovation et marketing.

3- Fiche technique de SOTHERMA

Le tableau suivant donne une identification simple de la SOTHERMA :

Tableau 1 : Fiche technique de SOTHERMA

<i>Raison Sociale</i>	SOTHERMA
<i>Date de démarrage</i>	1968
<i>Adresse</i>	15km, Route de Taza Sidi Harazem
<i>Statut juridique</i>	Société Anonyme
<i>Capital social</i>	3.750.000
<i>Les associés</i>	SNI, DANONE
<i>Effectif Usine</i>	190 personnes
<i>Force de vente</i>	260 personnes
<i>Capacité de production</i>	25000 bouteilles/h
<i>Moyens de distribution</i>	108 camions/ONCF
<i>Produits</i>	Eau Minérale SH, Eau Minérale DAS, Eau Minérale gazéifiée DAS, Eau Minérale Aromatisée DAS
<i>Surface totale</i>	16 335 m ²
<i>Surface couverte</i>	5672 m ²

4- Certifications de la société

La société a obtenu plusieurs certifications, toutes octroyées par de grands organismes internationaux de certification, dont la liste est donnée par ordre chronologique :

- Certification ISO 9002 version 94, décernée par le ministère de l'industrie et du commerce ;
- Premier renouvellement du certificat selon les exigences de la norme ISO 9001 version 2000, en juin 2002 par l'AFAQ ;
- Mise en place et l'évaluation par l'AFAQ du système HACCP en juillet 2003 ;
- Deuxième renouvellement du certificat « avec zéro écart » selon les exigences de la norme ISO 9001 version 2000 en juillet 2005 par l'AFAQ.

5- Organigramme de l'usine SOTHERMA

L'organigramme de l'usine SOTHERMA est décrit selon le schéma suivant :

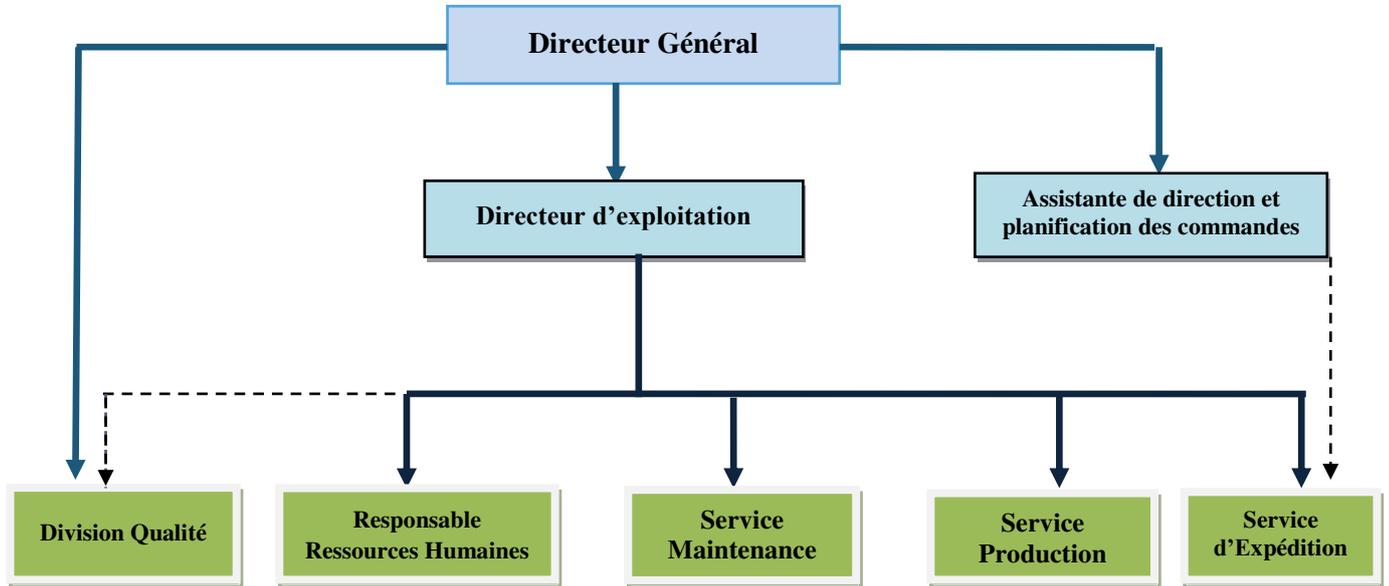


Figure 1 : Organigramme de l'usine SOTHERMA

6- Exploitation des eaux

a) Sidi Harazem (SH)

Située à une quinzaine de kilomètres de la cité impériale de Fès, et l'une des deux stations thermales de la région, elle est dotée d'une source d'eau chaude (35°C) protégée naturellement.

Il s'agit d'une eau plate bicarbonatée magnésienne, non gazeuse, peu minéralisée dont le forage artésien est exécuté sur une profondeur de 90 m. L'usine se trouve en contrebas par rapport au point de forage avec une dénivellation de 40 m et une distance de 1,6 km, ce qui donne une pression d'eau à l'arrivée de 4 à 4,8 bars. Le débit exploité est de 11 à 12 litres par seconde.

L'eau Sidi Harazem est riche en oligo-éléments, comme décrit le tableau suivant :

Tableau 2 : Composition minéralogique de SH

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

b) Danone Aïn Saïss (DAS)

Réputée pour son eau Sidi Harazem, SOTHERMA a complété sa gamme avec une nouvelle eau : DANONE Aïn Saïss. Abrisée par les montagnes du Moyen Atlas et du Rif, la plaine de Saïss est d'une nature riche, forte et généreuse. Sa configuration géologique et son emplacement lui ont conféré d'importantes ressources en eau. Dans le bassin Fès-Meknès, elle se situe à une altitude proche de 600 m, et sa zone d'alimentation correspond au causse moyen Atlasique, où l'infiltration directe des apports en pluie et neige permet la préservation de la qualité des eaux souterraines.

Captée à environ 750 m de profondeur, à une température de 17°C – 18°C, sortant avec une pression naturelle de 4 bars, l'eau de source DANONE Aïn Saïss est microbiologiquement saine, protégée contre les risques de pollution, et apte à la consommation humaine sans traitement ni adjonction.

DANONE Aïn Saïss est une eau douce et c'est dû à sa faible teneur en sels calciques et magnésiques. DANONE annonce que cette dernière, dans sa composition minéralogique, est comparable avec la célèbre eau minérale EVIAN.

Tableau 3 : Comparaison entre la composition minéralogique d'Aïn Saïss et d'Evian

<i>Produits</i> <i>Minéraux</i>	Aïn Saïss	EVIAN
Chlorures	19,8	4,5
Sulfate	3,8	10
Bicarbonate	372	357
Calcium	63,5	63,5
Magnésium	35,5	24
Nitrate	7	3,7
Sodium	8	5
Potassium	1	1

II- Processus de production

1- Schéma général du processus de production de l'eau gazéifiée

Pour arriver vers le produit fini (l'eau minérale gazéifiée), l'eau minérale naturelle passe par plusieurs étapes ; comme décrites dans le schéma suivant :

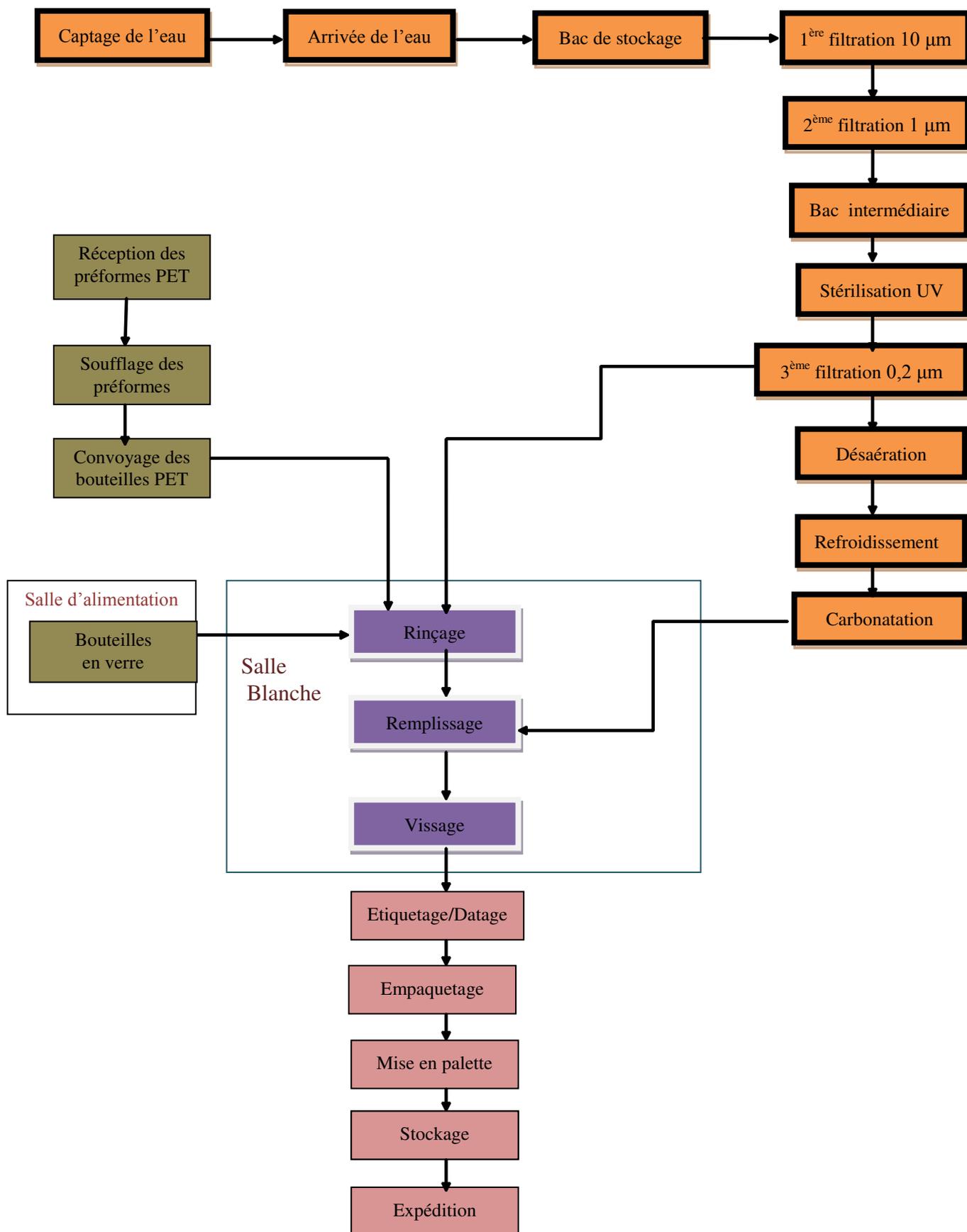


Figure 2 : Schéma général du processus de production de l'eau gazéifiée

2- Description des étapes de production

La chaîne de production est intégralement automatisée de manière à réduire au maximum l'intervention humaine. Le facteur humain n'intervient que pour le contrôle des différentes machines.

Pour produire une eau purifiée, hygiénique, douce et agréable à consommer, l'eau minérale naturelle Danone Aïn Saïss doit subir avant son embouteillage un *traitement* approprié, que je décrirai tout d'abord parce qu'il est essentiel. C'est, avec la *fabrication*, le *remplissage* et l'*emballage* des bouteilles, décrits par la suite, l'une des 4 grandes étapes de production :

❖ *Traitement de l'eau minérale*

a) Captage de l'eau

Dans un premier temps, l'eau minérale naturelle Danone Aïn Saïss est captée et acheminée via des canalisations inoxydables vers l'usine SOTHERMA. L'eau minérale naturelle, entrant par l'arrivée usine, est ensuite stockée dans le bac de réception avant de subir la filtration.

b) Filtration

Pour plus de pureté, l'eau minérale naturelle est filtrée. La filtration permet d'éliminer la matière sèche en suspension ou toutes particules indésirables. Elle est réalisée en trois types de filtration par ordre décroissant du diamètre de leur maille.

c) Stérilisation UV

Le stérilisateur par ultra-violet est situé juste après la deuxième filtration. Le stérilisateur UV est un appareil ayant la particularité de détruire toute matière vivante et agissant contre les micro-organismes contenus accidentellement dans l'eau potable, comme les bactéries, les virus, les champignons, les moisissures...

L'eau à stériliser circule entre la paroi interne de la chambre et la gaine en quartz de protection de la lampe UV qui n'est pas en contact direct avec l'eau. La géométrie de la chambre permet à l'eau de décrire un mouvement en spirale, ce qui a pour conséquence d'augmenter le temps d'exposition des micro-organismes aux UV, rendant l'action encore plus efficace.

d) Désaération de l'eau

Cette étape arrive directement après la troisième filtration, et pour accomplir l'étape de traitement UV, elle vise à extraire le maximum possible d'O₂ pour minimiser la croissance des micro-organismes aérobies.

e) Refroidissement de l'eau

A l'aide d'un refroidisseur, l'eau désaérée est ensuite refroidie pour faciliter la fixation de gaz CO₂ sur les molécules d'eau.

f) Carbonatation

Après refroidissement, l'eau a maintenant une température optimale qui rend l'adjonction de CO₂ très facile ; cette adjonction se fait au niveau d'un carbonateur alimenté par deux sources, une pour l'eau minérale et l'autre pour CO₂.

La solution finale désirée est maintenant prête, on passe alors aux autres étapes restantes.

❖ Fabrication des bouteilles PET

a) Réception des préformes PET

Les Préformes sont chargées dans une trémie qui alimente la souffleuse à l'aide d'un convoyeur à préformes.

b) Soufflage des préformes

Les préformes sont glissées dans des moules, chauffées dans un four à lampes infrarouges à 110°C et insufflées d'air filtré et stérile sous pression pour leur donner la forme définitive d'une bouteille.

Le soufflage des préformes passe par trois étapes :

- ✓ Le chauffage des préformes ;
- ✓ L'étirage mécanique axial à l'aide d'une tige ;
- ✓ L'étirage radial par pré-soufflage (11 bars) puis soufflage (40 bars) ; la souffleuse comporte 8 moules de cadence 2800 bouteilles/h chacun.

c) **Convoyage des bouteilles**

Le convoyage des bouteilles vers la salle blanche est effectué au moyen d'air circulant à une certaine vitesse par l'action des convoyeurs.

Remarque : les bouteilles en verre ne subissent aucune fabrication à SOTHERMA, car elles arrivent déjà préparées par le fournisseur.

❖ *Remplissage des bouteilles*

Ces étapes de remplissage s'effectuent au niveau de la salle blanche, dont l'accès est interdit, sauf aux responsables, pour qu'elle reste stérile et propre :

a) **Rinçage**

Le rinçage des bouteilles PET ou verre est une opération effectuée avec de l'eau filtrée, elle permet d'assurer la propreté de la bouteille avant son remplissage.

b) **Remplissage**

L'eau Aïn Saïss filtrée et stérilisée passe à l'étape de mise en bouteilles, dite de remplissage. La machine de remplissage est appelée **soutireuse**.

c) **Vissage**

Après le remplissage des bouteilles, il y a passage de ces dernières dans une **bouchonneuse** afin qu'un bouchon leur soit mis, et serré de façon à ce qu'elles soient étanches.

❖ *Emballage des bouteilles*

a) **Etiquetage/Datage**

Les bouteilles sont emmenées à l'étiquetage où elles subissent une simple étape automatisée de collage d'étiquette. Une machine distribue des étiquettes prises sur des rouleaux, les coupe et les place sur les bouteilles. Après cela, elles sont datées par un jet d'encre, à l'aide d'une **dateuse**.

b) Emballage

Dès lors que les bouteilles en PET sont étiquetées et datées, elles sont emballées en pack de 6 bouteilles (1 L) ou de 12 bouteilles (0,5 L) par des films en plastique.

Les bouteilles en verre étiquetées et datées sont mises dans des cartons de 12 bouteilles (0,75 L).

c) Mise en palette

Après emballage les packs vont être placés dans des palettes et sont emballés par un film thermo-rétractable à l'aide d'une **fardeuse**.

d) Stockage

Le produit fini est stocké dans un endroit aéré pendant une durée de 5 jours, pour donner le temps d'obtenir les résultats des analyses microbiologiques.

e) Expédition

Après autorisation d'expédition par le laboratoire, le produit fini est libéré pour la distribution et la vente.

Remarques

- Dans le processus de production de l'eau minérale naturelle, il n'y a pas les étapes de désaération, de refroidissement et de carbonatation.
- Le processus de production de l'eau aromatisée possède des étapes spécifiques : il s'agit du processus ARO, où il y a préparation du sirop et désaération de l'eau, puis mélange des deux. On obtient ainsi l'eau minérale aromatisée.

2- Produits de SOTHERMA

La SOTHERMA offre aux consommateurs non seulement de l'eau minérale naturelle mais aussi de l'eau minérale gazéifiée et de l'eau minérale aromatisée, comme nous montre le tableau suivant :

Tableau 4 : Articles de SOTHERMA

	DAS PET 5 L		SH PET 5 L
	DAS PET 1,5 L		SH PET 1,5 L
	DAS PET 0,5 L		SH PET 0,5 L
	DAS PET 0,33 L		SH PET 0,33 L
	DAS Verre 0,75 L		DAS Verre GAZ 0,75 L
	DAS PET GAZ 1 L		DAS PET GAZ 0,5 L

	<p>DAS PET ARO Citron-gingembre 1,5 L</p>		<p>DAS PET ARO Citron-gingembre 0,5 L</p>
	<p>DAS PET ARO Citron 1,5 L</p>		<p>DAS PET ARO Citron 0,5 L</p>
	<p>DAS PET ARO Pomme 1,5 L</p>		<p>DAS PET ARO Pomme 0,5 L</p>
	<p>DAS PET ARO Fraise 0,33 L</p>		



Chapitre II
Techniques d'Analyse
et de Contrôle de Qualité

Techniques d'analyse et de contrôle de la qualité

Afin de donner au consommateur un produit conforme et répondant à toutes les exigences, les laborantins de la SOTHERMA effectuent 3 différents types de contrôles pour s'assurer de la conformité des produits ; ces contrôles et ces analyses sont :

1- Contrôle de la matière première

Tableau 5 : Etapes et paramètres de contrôle de la matière première

Etape	Produit analysé	Paramètres déterminés	Fréquence
Réception	Préformes	Poids total, Φ intérieur bague, Φ sur filet, Φ fond filet, hauteur de bague, hauteur de Préforme	Chaque réception
	Bouchons	Poids total, Φ de couronne, Φ d'étanchéité, hauteur de bouchon, aspect visuel	
	Etiquettes	Longueur et largeur, grammage (g/cm ²)	
	Cartons	Largeur. Longueur, hauteur, grammage, rétention de l'eau	
	Film rétractable	Largeur, épaisseur	
En cours de production	Bouteilles PET vides Bouteilles verre	Poids total, hauteur, répartition de la matière	Chaque démarrage de production
Produit fini	Bouteilles pleines	Couple de torsion par torquemètre, charge verticale, matière grasse	Chaque démarrage de production

2- Analyses physico-chimiques

a) Température

La température de l'eau est un paramètre de confort pour les consommateurs. Elle permet également de corriger les paramètres d'analyse dont les valeurs sont liées à la température (conductivité notamment). Elle agit aussi comme un facteur physiologique agissant sur le métabolisme de croissance des micro-organismes vivant dans l'eau.

b) pH

Le pH mesure la concentration des ions H⁺ dans l'eau. Ce paramètre caractérise un grand nombre d'équilibres physicochimiques. La valeur du pH altère la croissance et la reproduction des micro-organismes existant dans une eau.

c) Conductivité

La conductivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes, la mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la quantité des sels dissous dans l'eau, elle est exprimée en micro-siemens par centimètre (µS/cm).

Remarque : la mesure de ces 3 paramètres se fait in situ avec le même appareil.

d) Titre hydrométrique (TH)

Ou la **dureté de l'eau**, est l'indicateur de la minéralisation de l'eau. Elle est due uniquement aux ions calcium et magnésium. La dureté s'exprime en *degré français* (°f).

Mode Opérateur

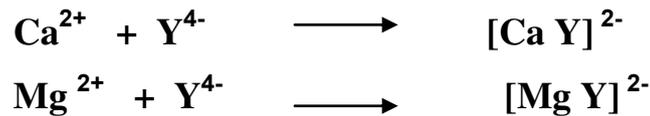
Dans un bécher : on met 100 ml de l'eau à analyser, et on ajoute 5 ml de la solution tampon (pH = 10) et quelques gouttes de noir eriochrome (indicateur coloré).

On remplit la burette en EDTA (0.04 N) et on commence le dosage jusqu'à coloration bleu. Le volume versé est noté, alors on calcule le TH selon l'équation :

$$\text{TH} = V \times 2 \quad (^\circ\text{f})$$

Principe du dosage

L'EDTA ou acide **E**thylène **D**iamine **T**étra **A**cétique est noté pour plus de commodité H₄Y. L'anion Y⁴⁻ est un ion complexe qui donne, avec de nombreux cations, des composés stables. Les réactions de complexation s'écrivent :



e) Titre Alcalimétrique simple (TA) et Titre Alcalimétrique Complet (TAC)

Ces deux valeurs permettent de connaître les concentrations en hydrogénocarbonates HCO_3^- (ou bicarbonates), carbonates CO_3^{2-} et éventuellement en hydroxydes OH^- (bases fortes) contenus dans l'eau. Autrement dit, l'alcalinité d'une eau correspond à la présence des bicarbonates, carbonates et hydroxydes.

Le **TA** dose la totalité des hydroxydes et la moitié des carbonates qui sont alors entièrement transformés en bicarbonates.

Le **TAC** correspond à la totalité des bicarbonates et des carbonates.

Mode opératoire

▪ Détermination du **TA** :

Dans un erlenmeyer, on met 100 ml d'eau + 2 gouttes de phénophtaléine. On observe que l'eau reste incolore lorsqu'elle est exempte de CO_3^{2-} . Si l'eau se colore en rose, cela veut dire qu'il y a des carbonates ; on dose alors par $\text{HCl}(0.1 \text{ N})$ jusqu'à décoloration.

▪ Détermination du **TAC** :

Ensuite, on ajoute 2 gouttes d'hélianthine (méthyl-orange) à la solution précédente et on dose par $\text{HCl}(0.1 \text{ N})$ jusqu'à coloration rouge-brique.

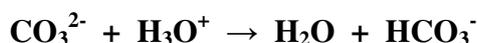
Le volume versé est noté, alors on calcule le TA et le TAC selon l'équation :

TA = V' x 5 (°f)
TAC = V'' x 5 (°f)

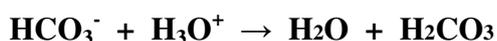
Pendant le dosage 3 réactions principales se passent :



- Neutralisation des carbonates en hydrogénocarbonates :



- Neutralisation des hydrogénocarbonates issus des carbonates en acide carbonique :



f) Dosage des ions chlorures

Il consiste à doser les chlorures avec du nitrate d'argent en présence de chromate de potassium.

Mode opératoire

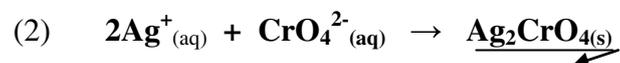
Dans un bécher propre et sec on met : 100 ml de l'eau à analyser + quelques gouttes de Chromate de potassium (K_2CrO_4) à 10%. Et on dose par le nitrate d'argent $AgNO_3$ (N/10) jusqu'à coloration rouge-brique.

Le volume versé est noté, alors on calcule la quantité des chlorures selon l'équation :

$$[Cl^-] = V \times 35.5 \text{ (mg/l)}$$

Interprétation

On observe d'abord un précipité blanc de chlorure d'argent, puis un précipité rouge de chromate d'argent. Les réactions de dosage sont les suivantes :



Les normes des paramètres physico-chimiques

Tableau 6 : Paramètres physico-chimiques et leurs normes

Paramètres		Ph	Conductivité ($\mu S/cm$)	TH (°f)	TA (°f)	TAC (°f)	Cl ⁻ (mg/L)
Normes	DAS	7.00-7.80	530-633	32.2-33.5	0	29-30.5	17.5-25
	SH	7.10-7.40	1100-1310	33-35	0	27-28	220-247

3- Contrôle microbiologique

Le contrôle microbiologique est le plus important contrôle effectué au sein de la société car la santé du consommateur est la plus importante chose.

La technique utilisée pour faire ces contrôles est **la filtration sur membrane** ; il s'agit d'une méthode quantitative fondée sur des membranes filtrantes dont les pores peuvent retenir les organismes cibles. On filtre l'échantillon d'eau sur la membrane, que l'on transfère ensuite sur un milieu de croissance (boîte de Petri) approprié pour identification et quantification. Cette méthode présente l'avantage de permettre d'analyser des volumes plus importants; elle offre en outre une sensibilité et une fiabilité plus grandes tout en réduisant considérablement le temps, la main-d'œuvre, le matériel, l'espace et les fournitures nécessaires.

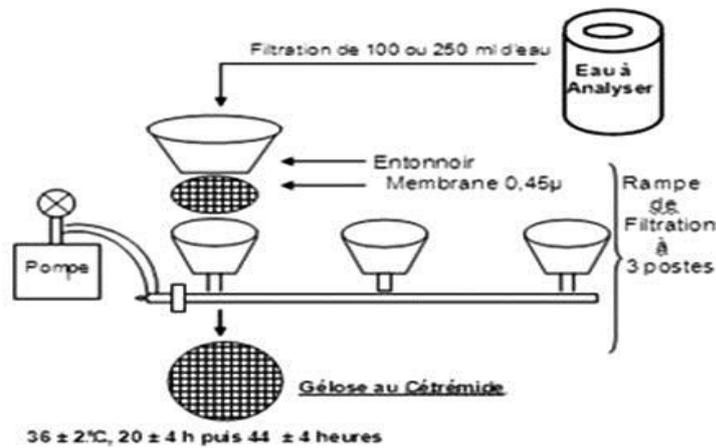


Figure 3 : Schéma représentant le processus de filtration

a) Produits analysés

Plusieurs produits sont concernés par les analyses, mais aussi la salle blanche elle-même. Ces analyses sont effectuées à un rythme précis, en fonction de l'objet analysé.

Tableau 7 : Produits analysés et fréquence d'analyse

Produit analysé	Fréquence d'analyse
Préforme	Chaque réception
Bouchon	* Chaque réception * 2 fois par semaine en cours de production
Air convoyeur	1 fois par semaine
Environnement salle blanche	2 fois par semaine
Tous les produits finis	1 bouteille par heure

b) Germes recherchés

Le tableau suivant mentionne les différents types de germes recherchés, les différents milieux de culture utilisés pour la croissance de ces germes, la température et le temps d'incubation, et les normes à respecter :

Tableau 8 : Germes recherchés et leur conditionnement

Germe recherché	Milieu de culture utilisé	Température et temps d'incubation	Normes
FMAT	PCA	37°C pendant 48 h	20 colonies/1 ml
Coliformes totaux	Tergitol 7 Agar	37°C pendant 48 h	0 colonie/250 ml
Coliformes fécaux	Tergitol 7 Agar	42°C pendant 48 h	0 colonie/250 ml
Streptocoques fécaux	Slanetz	37°C pendant 48 h	0 colonie/250 ml
Moisissures	OGA	22°C pendant 5 jours	5 colonies/100 ml
Pseudomonas aeruginosa	Cétrimide	42°C pendant 48 h	0 colonie/250 ml
Anaérobies sulfito-réducteurs	Viande de foie	37°C pendant 48 h	0 colonie/50 ml

Conclusion

Toutes ces analyses et ces contrôles sont obligatoires à faire pour donner au consommateur un produit conforme en tout point, sain et sans aucun danger pour sa santé, enfin pour lui donner la meilleure satisfaction.

Et heureusement, pendant la durée de mon stage, toutes les analyses étaient conformes et respectant toutes les normes.



Chapitre III
Etude Expérimentale

Etude expérimentale

Comme il a été précédemment dit dans l'introduction générale, les produits gazéifiés (en verre et en PET) de la SOTHERMA subissent pendant leur vieillissement une diminution de la concentration en CO_2 , et le suivi de ce problème a été ma tâche au sein de la société pendant la durée de mon stage. Pour essayer de traiter ce problème, quelques questions me viennent :

- Pourquoi y a-t-il une diminution de CO_2 ?
- Est-ce qu'il y a des facteurs responsables de cette diminution ?
- Comment la société peut-elle, si possible, résoudre ce problème ?

Le but de ce chapitre est alors de donner des réponses simples sur ces questions ; mais avant de commencer directement à chercher des réponses, il faut d'abord donner quelques définitions générales des termes les plus importants pour mieux comprendre le sujet :

I- Généralités

1- Eau minérale gazeuse

Une eau minérale gazeuse, eau gazéifiée, eau effervescente, eau acidulée, ou encore eau pétillante, est tout simplement une eau dans laquelle un ou plusieurs gaz (dans la plupart des cas le CO_2) se trouvent dissous, par une action naturelle ou artificielle.

L'eau minérale gazeuse Aïn Saïss alors est une eau artificielle car il y a une adjonction de dioxyde de carbone à l'aide d'un carbonateur.

2- Vieillissement

Le vieillissement est un phénomène irréversible qui provoque des changements de la structure physique et/ou chimique des matériaux au cours du temps. Il en résulte une modification des propriétés mécaniques et physico-chimiques du matériau. Il peut également provoquer la modification de la morphologie et de la composition des matériaux et des produits.

3- Poly-téréphtalate d'éthylène (PET)

Le poly-téréphtalate d'éthylène est plus connu sous le nom anglais de *polyethylene terephthalate* (parfois francisé de manière impropre en « polyéthylène téréphtalate ») ou PET.

C'est un polyester aromatique linéaire, synthétisé par polycondensation de l'acide téréphtalique et de l'éthylène glycol. Il fait partie de la famille des polyesters. La réaction de polycondensation de l'éthylène glycol et de l'acide téréphtalique est la suivante :

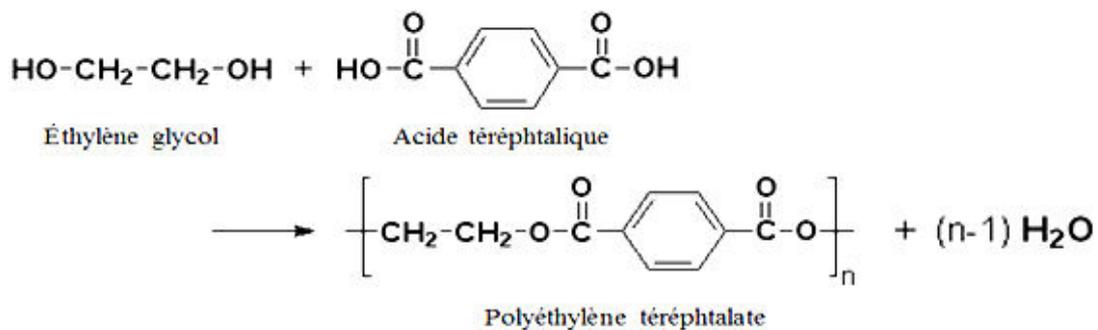


Figure 4 : Synthèse de PET

II- Suivi du vieillissement des produits gazéifiés en verre et en PET

Pour faire ce suivi, nous étions confrontés à deux problèmes :

- Le premier était la courte durée du stage, car le suivi des produits gazéifiés se fait sur le long terme ;
- Le deuxième était le temps de production de l'eau pétillante, car la production se fait une fois chaque mois ou bien une fois chaque 2 mois ; et je dois être présent pendant la production pour savoir et bien connaître le processus en question.

Mais heureusement, avec la coopération de la responsable qualité, nous sommes arrivés à voir le processus et à trouver des échantillons (des bouteilles de 1 L conditionnées en PET et des bouteilles de 0.75 L conditionnées en verre) dans le stockage.

Les bouteilles PET (produites le 22/03/2018) et les bouteilles en Verre (produites le 08/02/2018) étaient stockées pour le même but, le suivi du vieillissement, et par rapport aux dates de production, nous sommes arrivés à voir ce qui se passe avec les produits pendant le vieillissement.

1- Contrôle de la teneur en CO₂

Le but principal de ce suivi consiste à contrôler la variation de concentration en CO₂ en fonction du temps ; pour faire ce contrôle, on effectue les deux opérations suivantes :

♦ **Mesure de la pression** : on perce le bouchon de la bouteille contenant la boisson gazeuse avec une seringue, reliée directement au manomètre, et on ouvre le robinet pour éliminer l'air présent et remettre le manomètre à zéro. On agite jusqu'à ce que l'aiguille de manomètre soit stable et on note la valeur correspondant à la pression à l'intérieur de la bouteille.

♦ **Mesure de la température** : on introduit le thermomètre pour prendre la température de l'échantillon, on attend ensuite quelques secondes avant la lecture.

Après avoir effectué ces deux opérations, on consulte le tableau de carbonatation, et on lit la concentration du gaz carbonique correspondant au couple pression température trouvé.

Zahm munie d'un manomètre



Thermomètre



Figure 5 : Matériel utilisé pour mesurer la teneur en CO₂

2- Résultats

a) Pour AIN SAISS gazéifiée contenue dans des bouteilles en PET

Les résultats du suivi de la variation de concentration en CO₂ des produits conditionnés dans les bouteilles en PET, sont présentés dans le tableau suivant, et traduits sous la forme d'un graphique.

- **Tableau**

Le tableau suivant montre la variation de la concentration en CO₂ du produit étudié au cours du temps :

Tableau 9 : Variation de la concentration en CO₂ dans les bouteilles PET

Produit : Eau gazeuse AÏN SAÏSS, bouteille en PET (1 L)		
Date de production : 22/03/2018		
Date de péremption : 22/09/2018		
Teneur Initiale en CO ₂ : 7,6 g/l		
Date de contrôle	Teneur en CO ₂ en g/l	Goût de dégustation
22/03/2018	7,60	Rien à signaler
16/04/2018	6,92	Rien à signaler
30/04/2018	6,36	Rien à signaler
07/05/2018	6,22	Faible teneur en CO ₂
14/05/2018	6,00	Faible teneur en CO ₂

- **Graphe**

Le graphe ci-dessous représente la variation de concentration du CO₂ dans le produit, en fonction du temps :

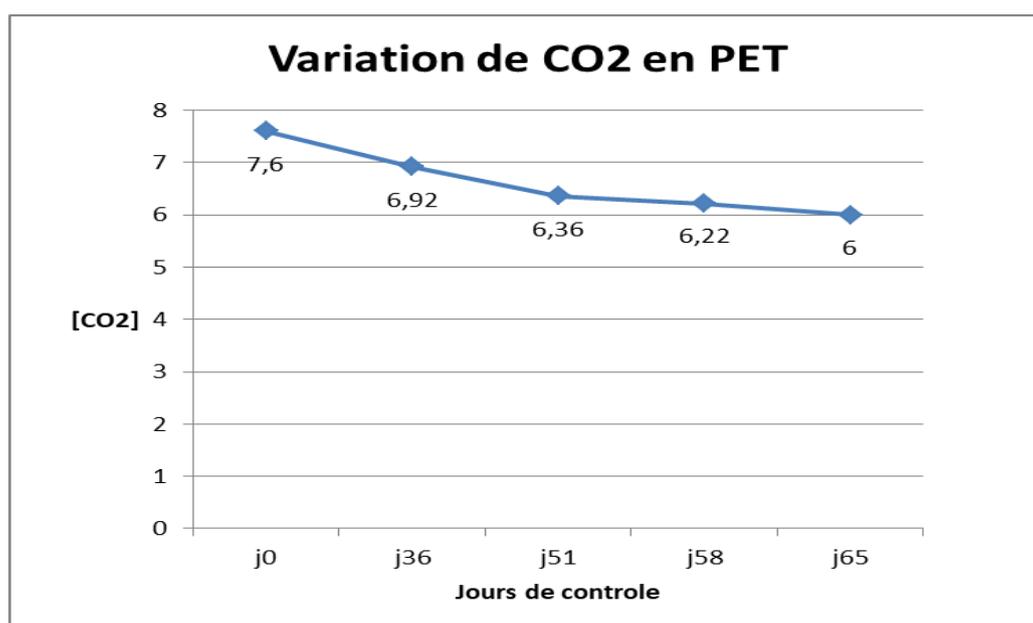


Figure 6 : Variation de la [CO₂] en fonction du temps dans les bouteilles PET

b) Pour AIN SAISS gazéifiée contenue dans des bouteilles en Verre

De même que précédemment, un tableau et un graphique présentent les résultats concernant cette fois le suivi des produits dont la bouteille est en *verre*.

- **Tableau**

Le tableau suivant montre la variation de la concentration en CO₂ du produit étudié au cours du temps :

Tableau 10 : Suivi de la variation de concentration en CO₂ dans les bouteilles en VERRE

Produit : Eau gazeuse AÏN SAÏSS, bouteille en verre (0,75 L)		
Date de production : 08/02/2018		
Date de péremption : 08/11/2018		
Teneur Initiale en CO ₂ : 7,6 g/l		
Date de contrôle	Teneur en CO ₂ en g/l	Goût de dégustations
08/02/2018	7,60	Rien à signaler
16/04/2018	7,60	Rien à signaler
30/04/2018	7,58	Rien à signaler
07/05/2018	7,60	Rien à signaler
14/05/2018	7,42	Rien à signaler

- **Graphe**

Le graphe suivant représente la variation de CO₂ des produits AIN SAISS (gazéifiés et conditionnés dans des bouteilles en Verre) en fonction du temps.

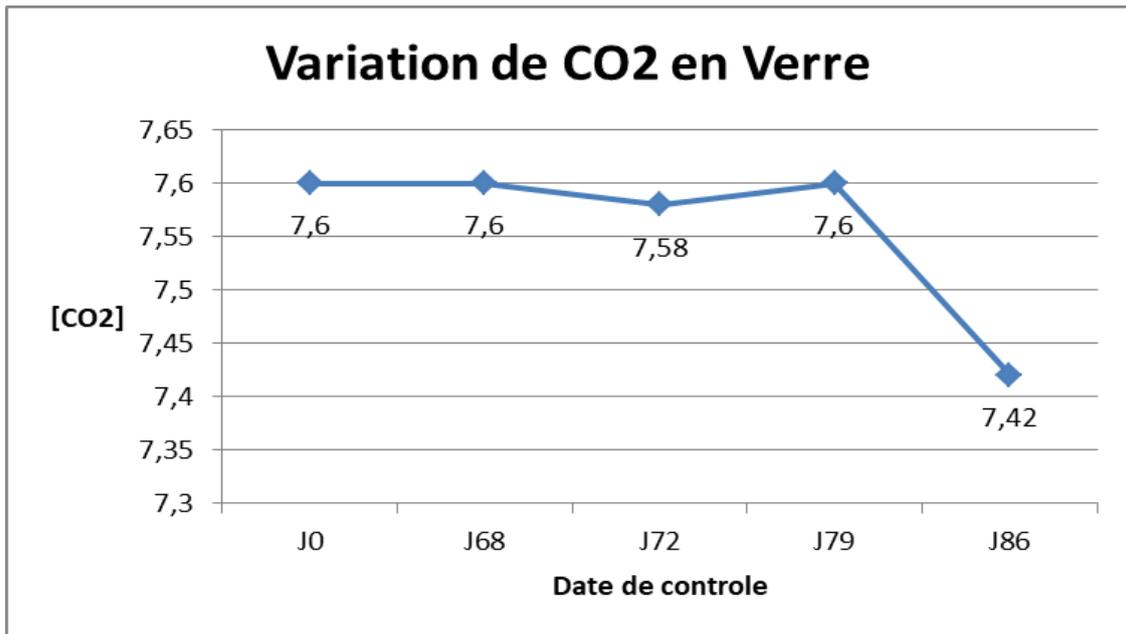


Figure 7: Variation de la [CO₂] en fonction du temps, dans les bouteilles en VERRE

c- Interprétation des résultats

D'après les graphes présentés ci-dessus, on observe que :

- ✓ La concentration en CO₂ a diminué fortement dans les bouteilles en PET après 2 mois et passe de 7,6 g/l à 6 g/l.
- ✓ Dans les bouteilles en verre, la concentration reste presque stable aux environs de 7,6 g/l, bien que la date de production des produits en verre soit plus ancienne que celle des produits en PET.

D'après ces résultats, on peut déduire que la nature de l'emballage est responsable sur la conservation et sur la qualité des produits étudiés. L'emballage en verre présente une meilleure conservation de la concentration.

3- Discussion

À partir des résultats trouvés, nous avons vu qu'il y a une diminution de la teneur en dioxyde de carbone dans les bouteilles en PET. Cette diminution est très négligeable dans les bouteilles en verre.

Ceci s'explique par le fait que les bouteilles en PET possèdent une perméabilité face aux gaz ;

Ce phénomène de perméabilité des bouteilles en PET est internationalement connu, et plusieurs grandes sociétés telles que Oulmès et Coca-Cola souffrent de ce problème ; mais la société SOTHERMA souffre beaucoup plus que les autres sociétés car cette perméabilité et cette diminution de concentration sont très grandes.

Pour essayer de savoir pourquoi cette diminution est très grande au sein de la société, nous avons essayé de chercher les différentes causes principales. Ainsi plusieurs facteurs ont été énumérés, comme : la température, la nature des préformes, le processus du soufflage et des autres facteurs.

a) Température

Pour bien dissoudre le gaz carbonique dans l'eau, il faut une température faible ; c'est pourquoi pendant le processus de production il y a l'étape de refroidissement avant la carbonatation de l'eau. Donc si la température de stockage de l'eau gazeuse est plus grande, celle-ci va directement influencer sur la quantité du gaz dissous. Car la pression de gaz augmente dans la bouteille avec l'augmentation de la température, et avec la perméabilité des bouteilles le gaz s'échappe rapidement.

Mais le problème ici c'est que ma période de stage s'est passée dans un climat pratiquement froid, ce qui fait que la température n'a pas eu une très grande influence sur la diminution de gaz.

b) Influence des autres facteurs

D'autres facteurs tels que l'oxygène et la lumière peuvent influencer sur la qualité des bouteilles PET et peuvent conduire à une dégradation des bouteilles pendant le vieillissement. Mais ces facteurs aussi sont négligeables, comme dans le cas de la température, car les bouteilles étaient bien conditionnées et l'influence de ces facteurs se fait sur le long terme.

À cause de la faible probabilité de l'influence des facteurs extérieurs, nous avons pensé que l'origine du problème était en fait interne, autrement dit que le problème était dans la bouteille elle-même :

c) Préforme

La diminution de CO₂ peut être due à la nature des préformes et de la résine utilisée (PET). Ainsi, on peut avoir des préformes de mauvaise qualité, très fragiles, avec une mauvaise répartition de la matière. Ceci va faciliter l'échappement du gaz.

Concernant la nature de la résine, elle est homologuée par la société française DANONE, et donc elle est de bonne qualité, mais à mon avis ce n'est pas un bon critère pour s'assurer de la qualité des préformes.

d) Soufflage des préformes

La souffleuse des préformes sans aucun doute a une très grande influence sur la qualité des bouteilles. Et spécialement la souffleuse des bouteilles des produits gazéifiés, car la machine utilisée est très ancienne, elle est tombée en panne et a dû être réparée pas mal de fois.

Ainsi, pour bien obtenir des bouteilles de haute qualité, il faut alors améliorer le processus de soufflage :

- ✓ Tout d'abord, il faut utiliser une bonne machine, de haute performance et moderne ;
- ✓ Ensuite, il faut bien régler le four et l'intensité des lampes infra-rouge pour obtenir une meilleure répartition de la matière dans les bouteilles, et pour que ces bouteilles soient rigides et moins perméables au gaz.
- ✓ Enfin, pour que ce processus soit impeccable et donne des résultats satisfaisants, il faut bien-sûr disposer d'une main d'œuvre qualifiée et professionnelle.

Conclusion

A cause de la mauvaise conservation de PET, la société a trouvée plusieurs problèmes en ce qui concerne la commercialisation du produit dans le marché marocain, du coup le produit n'a pas réussi à faire sa place dans le marché marocain.

Conclusion Générale

La société de thermalisme marocaine SOTHERMA, est l'une des plus grandes sociétés de production de l'eau embouteillée au Maroc.

Cette société essaie toujours d'offrir aux consommateurs les meilleurs produits de meilleure qualité, mais l'un de ses produits qui est l'eau minérale gazéifiée et surtout l'eau minérale conditionnée en bouteille PET, présente une forte diminution de la quantité de gaz dissous dans une période assez courte. Ayant pour conséquence une durée de vie du produit courte (**6 mois**) par rapport à la durée de vie des produits conditionnés en verre, et même par rapport à la durée de vie des autres produits concurrents (Oulmès).

Notre stage au sein de la SOTHERMA a eu pour objectif de faire *un suivi* de ces produits gazéifiés, et d'essayer de *déduire les facteurs* et les causes responsables de cette diminution, afin de proposer des solutions pour résoudre ce problème.

Au terme de ce suivi, j'ai constaté que les points de faiblesse - que la société devra certainement améliorer - sont les suivants :

- ✓ Température : doit être optimale durant la durée du stockage des produits,
- ✓ Améliorer le réglage du four responsable du processus du soufflage,
- ✓ Travailler avec une machine souffleuse à haute performance.

C'est pourquoi la société pense réserver un capital social et des investissements pour améliorer la qualité de ce produit, et ce le plus rapidement possible.

Enfin, je veux dire que mon stage au sein de la SOTHERMA était vraiment une opportunité très intéressante et instructive. Il m'a permis de voir de près le travail effectué par le service Management Qualité, et il m'a été bénéfique et avantageux en me permettant également d'acquérir une nouvelle expérience, dans le domaine professionnel.

Références bibliographiques

- YINJING, Dong (2013) « Vieillissement des cordes d'assurance utilisées dans les équipements de protection contre les chutes de hauteur ». Thèse de doctorat de l'école de technologie supérieure de Montréal, p.06.
- Manuel interne de laboratoire de la société.
- <http://www.eaudumaroc.com/2017/03/leau-minerale-au-maroc.html>