

2014/2015

# Mémoire de fin d'études

*en vue de l'obtention du*

## Diplôme de Master Science et Technique

« Génie des matériaux et procédés »

*Intitulé :*

# **LA MISE EN PLACE DE L'ISO 1833-4 ET 1833-11 : VALIDATION DE MÉTHODE D'ANALYSE DE COMPOSITION FIBREUSE DU TEXTILE**

*Présenté par :*

**Fouzia EL AMRANI**

*Sous la direction de :*

**Pr. Hamid WAHBI :** FST Fès

**Mr. David BELUCHE :** CFTM Meknès

*Soutenu le 26 juin 2015 devant le jury composé de :*

**Pr. Hamid WAHBI :** Professeur à la FST Fès

**Pr. Fouad KHALIL :** Professeur à la FST Fès

**Pr. Khalid MISBAHI :** Professeur à la FST Fès

**Mr. David BELUCHE :** Directeur Général CFTM

**Stage effectué au laboratoire de contrôle finissage et teinture de Meknès**



2014/2015

**Master Sciences et Techniques : Génie des Matériaux et des Procédés**

**Nom et prénom: EL AMRANI Fouzia**

---

**Titre: la mise en place des normes 1833-4 et 1833-11 : validation de méthode d'analyse de la composition fibreuse du textile.**

**RÉSUMÉ :**

L'objectif principal de mon stage était axé sur la mise en place de la composition fibreuse et en particulier celle des textiles composées d'un mélange binaire de fibres, pour une application future de la norme 1833 au laboratoire.

Ce projet de fin d'études m'a permis de mettre en application un ensemble de modes opératoires relatifs à la qualité du textile en faisant appel à des tests statistiques. Il m'a aussi permis de réaliser plusieurs expériences, et manipuler plusieurs appareillages et méthodes dans le laboratoire de Contrôle Finissage et Teinture de Meknès CFTM. Ainsi il constitue un important apport au service qualité du laboratoire CFTM, puisqu'il a permis d'introduire de nouveaux modes opératoires ajoutant une valeur ajoutée au contrôle de qualité des tissus.

**MOTS CLÉS :**

Composition fibreuse, iso, la norme, tests statistiques.





# Dédicace

*J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail à :*

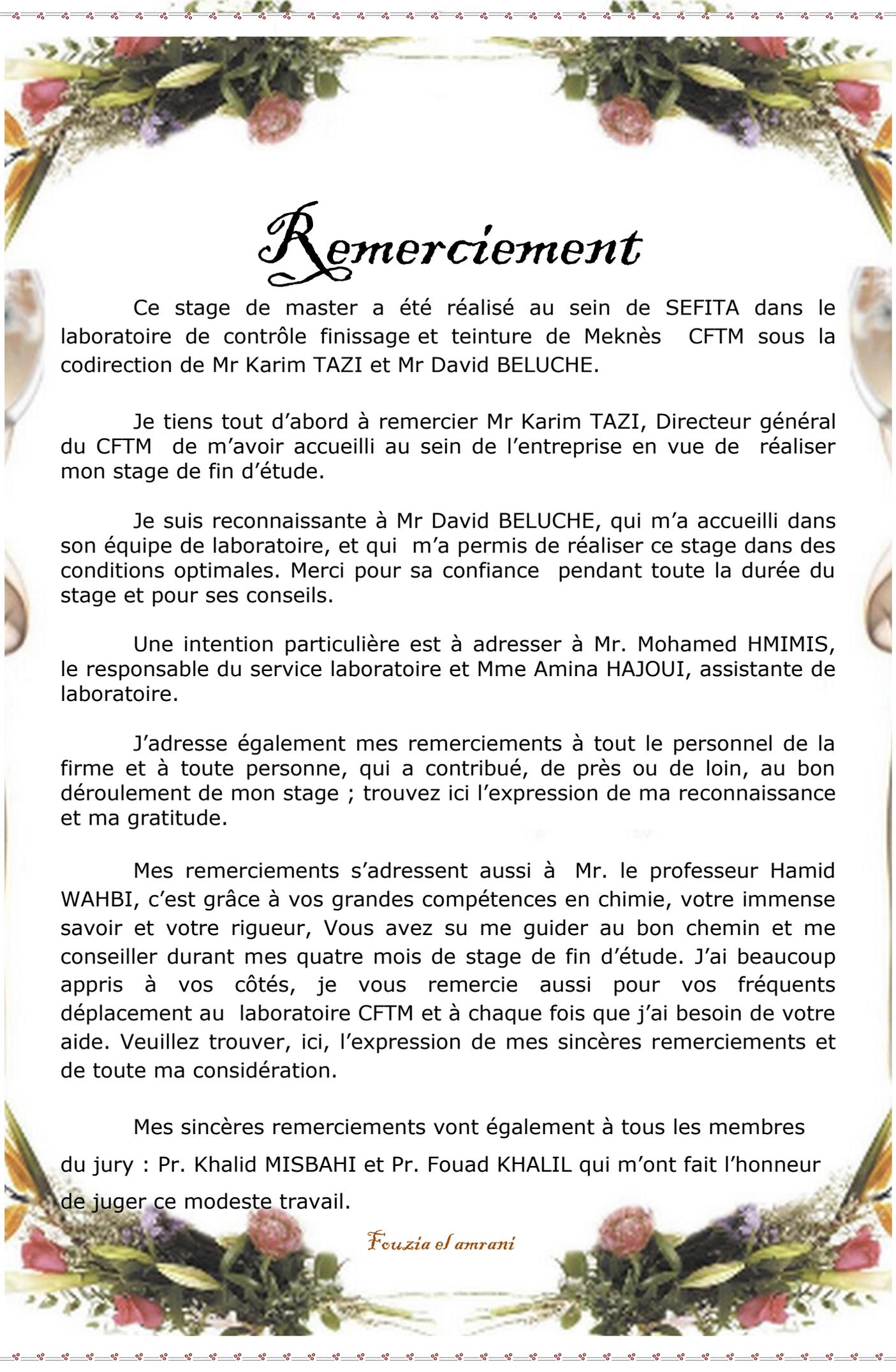
*Mes très chers parents pour leurs soutiens, affection et amour, leurs confiances et patiences et pour leurs sacrifices infinis, je le dédie aussi à toute ma famille pour laquelle j'exprime mon amour et mon respect les plus dévoués.*

*Mes professeurs qui m'ont dirigé vers le chemin du succès, et qui ont été assez généreux par leurs aides et leurs conseils dont j'ai bénéficié tout au long de ma formation universitaire.*

*Tous mes amis et collègues en témoignage des moments inoubliables, des sentiments purs, et des liens solides qui nous unissent.*

*À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et à l'élaboration de ce rapport.*

 *Fouzia el amrani*



# Remerciement

Ce stage de master a été réalisé au sein de SEFITA dans le laboratoire de contrôle finissage et teinture de Meknès CFTM sous la codirection de Mr Karim TAZI et Mr David BELUCHE.

Je tiens tout d'abord à remercier Mr Karim TAZI, Directeur général du CFTM de m'avoir accueilli au sein de l'entreprise en vue de réaliser mon stage de fin d'étude.

Je suis reconnaissante à Mr David BELUCHE, qui m'a accueilli dans son équipe de laboratoire, et qui m'a permis de réaliser ce stage dans des conditions optimales. Merci pour sa confiance pendant toute la durée du stage et pour ses conseils.

Une intention particulière est à adresser à Mr. Mohamed HMIMIS, le responsable du service laboratoire et Mme Amina HAJOUJ, assistante de laboratoire.

J'adresse également mes remerciements à tout le personnel de la firme et à toute personne, qui a contribué, de près ou de loin, au bon déroulement de mon stage ; trouvez ici l'expression de ma reconnaissance et ma gratitude.

Mes remerciements s'adressent aussi à Mr. le professeur Hamid WAHBI, c'est grâce à vos grandes compétences en chimie, votre immense savoir et votre rigueur, Vous avez su me guider au bon chemin et me conseiller durant mes quatre mois de stage de fin d'étude. J'ai beaucoup appris à vos côtés, je vous remercie aussi pour vos fréquents déplacements au laboratoire CFTM et à chaque fois que j'ai besoin de votre aide. Veuillez trouver, ici, l'expression de mes sincères remerciements et de toute ma considération.

Mes sincères remerciements vont également à tous les membres du jury : Pr. Khalid MISBAHI et Pr. Fouad KHALIL qui m'ont fait l'honneur de juger ce modeste travail.

*Fouzia el amrani*

# TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION .....	VII
MISSION AU SIEN DE CFTM.....	VIII
CHAPITRE I : PRÉSENTATION DU LABORATOIRE CFTM.....	IX
I. Présentation du groupe HOLFIPAR.....	X
II. Présentation du CFTM.....	X
III. Organigramme CFTM .....	XI
CHAPITRE II : GÉNÉRALITÉ SUR LES FIBRES TEXTILE .....	XII
<b>Classification des fibres textiles</b> .....	XIII
I. Fibres naturelles.....	XIII
II. Fibres chimiques.....	XIV
CHAPITRE III : MATÉRIELS ET MÉTHODES .....	XVI
I. Méthodologie de travail.....	XVII
II. Matériels et méthodes.....	XVII
1. Présentation de la norme générale 1833-1 .....	XVII
a. Domaine d'application .....	XVII
b. Principe.....	XVII
c. Matériel et verrerie : .....	XVII
d. Mode opératoire de Prétraitement : .....	XVIII
2. Présentation de la norme 1833-4 .....	XIX
a. Domaine d'application : .....	XIX
b. Principe :.....	XIX
c. Préparation des solutions :.....	XIX
d. Mode opératoire : Dissolution de la fibre de laine .....	XX
e. Calcule et expression des résultats : .....	XX
3. Présentation de la norme 1833-11 .....	XX
a. Domaine d'application :.....	XX
b. Principe :.....	XXI
c. Préparation des solutions :.....	XXI
d. Mode opératoire: Dissolution de la fibre de viscose .....	XXI
e. Expression des résultats:.....	XXI
III. Analyse des 5M.....	XXIII
1. Diagramme d'Ishikawa.....	XXIII

2.	Description des cinq M pour la décomposition de la Laine : .....	XXIV
<b>CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET VALIDATION DE LA MÉTHODE.....</b>		<b>XXVI</b>
I.	Tissu viscosse / polyester : résultats et calcul .....	XXVII
1.	Calcul de la moyenne et l'écart type :.....	XXVIII
2.	Justesse .....	XXIX
a.	Méthode de calcul de la justesse .....	XXIX
b.	Résultats.....	XXIX
II.	Tissu laine / polyester : résultats et calcul .....	XXX
1.	Calcul de la moyenne et l'écart type .....	XXX
3.	Justesse .....	XXXI
4.	Fidélité de la méthode d'analyse de décomposition de la laine.....	XXXI
a.	Normalité des mesures : Test de Shapiro et Wilk .....	XXXII
b.	Recherche de valeurs aberrantes .....	XXXIII
c.	Test de Cochran : Comparaison des variances .....	XXXV
d.	Répétabilité.....	XXXVI
e.	Reproductibilité .....	XXXVI
f.	Comparaison des écarts type de répétabilité et reproductibilité.....	XXXVII
i.	Test de Fisher .....	XXXVII
ii.	Résultats de calcul .....	XXXVIII
5.	Calcul de la limite de répétabilité et reproductibilité .....	XXXVIII
<b>CONCLUSION .....</b>		<b>XXXIX</b>
Difficultés rencontrés .....		XL
Activités annexes .....		XL
Liste des tableaux, figures et diagrammes :.....		XLI
Références bibliographiques .....		XLII
<b>ANNEXES .....</b>		<b>XLIII</b>

# INTRODUCTION

La qualité est le mot clé qui sous-tend le recours et la mise en œuvre des procédés. C'est une notion que tout le monde comprend intuitivement, mais qui reste difficile à appliquer au niveau de toute industrie. Elle se définit aussi bien par l'objectivité scientifique, c'est à dire l'aptitude d'un produit à satisfaire les besoins du client que par la subjectivité du client à évaluer en prenant pour référence l'acte d'achat.

La notion de qualité peut être associée aux premières préoccupations de l'homme, puisqu'elle traduit fondamentalement la recherche de l'adaptation de chaque chose à son usage prévu, autrement le souci de l'efficacité et du confort.

Dans la pratique, la qualité se décline sous deux formes. On distingue :

- ❖ La qualité externe : aptitude d'un produit à répondre aux besoins et attentes des utilisateurs.
- ❖ La qualité interne : maîtrise et amélioration du fonctionnement d'une société.

Les textiles répondant aux exigences qualité doivent offrir la garantie de l'absence de toute substance nocive dans le produit fini. Ainsi le tissu destiné au consommateur final doit être exempt de tout produit chimique cancérigène ou allergènes tel que la paraffine, les phtalates et les colorants azoïques à base de benzidine.

La composition fibreuse joue un rôle important dans le changement des caractéristiques de tissu désirées et annoncées dans le cahier de charge du client de Sefita.

C'est dans cette perspective que s'inscrit mon travail et qui se résume à une contribution au développement du contrôle de qualité de textile au laboratoire CFTM. Ainsi qu'à l'introduction de nouveaux tests chimiques de la composition fibreuse permettant de vérifier les pourcentages des fibres textiles présentes dans les tissus finis fabriqués par Sefita, principale client de CFTM.

---

# MISSION AU SIEN DE CFTM

La société CFTM désire introduire une nouvelle norme concernant la composition fibreuse des tissus.

## **Pour La norme 1833-4 :**

On va l'appliquer pour des tissus d'un mélange binaire des fibres de laine et polyester,

- ✓ Faire un manuel explicatif de mode opératoire à partir de la norme.
- ✓ Rédiger un rapport des cinq M (diagramme d'Ishikawa).
- ✓ Réaliser les essais (méthodes et matériels).
- ✓ Fournir une formation aux laborantins.
- ✓ Valider la méthode d'analyse en se basant sur des tests statistiques.

## **Pour La norme 1833-11 :**

Elle concerne les tissus composés d'un mélange binaire de viscose et polyester,

- ✓ Réaliser des essais (méthodes et matériels).
- ✓ Calculer d'incertitude

Dans ce sens, mon rapport comporte quatre chapitres principaux :

- ✓ le premier chapitre : Présentation de la société.
  - ✓ le deuxième chapitre : Généralité sur les fibres textiles.
  - ✓ le troisième chapitre : Modes opératoires et matériels
  - ✓ le quatrième chapitre : résultats/Calcul et rappel statistique.
-

# CHAPITRE I :

## PRÉSENTATION DU

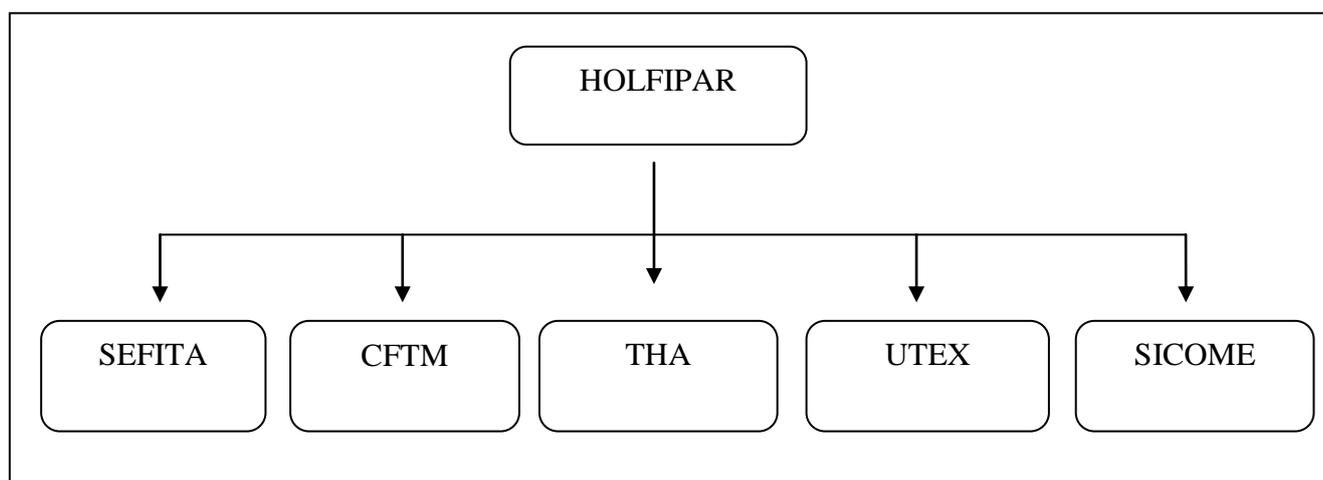
### LABORATOIRE CFTM



## I. Présentation du groupe HOLFIPAR

CFTM est une société appartenant au groupe HOLFIPAR, Holding Financière de Participation, auquel se rattache la société SEFITA accueillant sur son site de Meknès les locaux de CFTM. Ces deux sociétés interviennent sur le secteur du Textile en présentant une chaîne de valeur intégrée, de la transformation de matières premières à la production de fils ou de tissus finis (domaine d'activités de SEFITA créées dans les années 1950), et au contrôle et inspection de tissu domaine d'activité de CFTM.

Schéma descriptif de l'emplacement de CFTM dans le groupe HOLFIPAR :



**Schéma 1 : présentation du groupe HOLFIPAR**

## II. Présentation du CFTM

CFTM (Contrôle Finissage et Teinture de Meknès), créée en 1994 fait partis du Groupe HOLFIPAR.

Dans un premier temps, il s'agissait d'une société industrielle qui réalisait à façon :

- La teinture de matières textiles
- Le finissage des tissus
- Le contrôle et l'inspection des tissus
- Des tests physiques et chimiques sur les tissus.

Courant 2013, CFTM a abandonné, au profit d'une autre unité du groupe, son activité industrielle et s'est réorganisé pour se concentrer uniquement sur trois grands services :

1. Contrôle Toucher et Aspect des tissus
2. Contrôle qualité des tissus finis dans un laboratoire d'essais accrédité dont les tests sont :
  - i. Tests physiques
  - ii. Tests physico-chimiques
  - iii. Tests chimiques

Les tests sont regroupées dans un tableau représentant les différentes types de test et l'ISO correspondant à chaque test (annexe I).

3. Inspection des tissus sur tables de visite informatisées permettant de s'adapter au cahier des charges client (type de défauts, bonifications, ...) et emballage des tissus considérés conforme à la demande du client.

### **III. Organigramme CFTM**

L'organisation générale de CFTM est définie dans un organigramme hiérarchique fonctionnel (annexe II).

---

# CHAPITRE II : GÉNÉRALITÉ SUR LES FIBRES TEXTILE



# Classification des fibres textiles

Les fibres textiles sont des substances naturelles ou fabriquées, de taille microscopique, constituent la structure de base d'une matière textile.

Dans l'industrie textile, deux catégories de fibres sont présentes, appartiennent à deux origines distinctes: naturelles et chimiques.

Une classification des fibres textiles plus détaillée est donnée dans l'annexe (voir annexe III).

Dans le présent travail nous nous sommes intéressés seulement aux fibres de laine, de viscose et de polyester.

## I. Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes.

### 1. Fibre de Laine

#### a. Définition :

C'est une fibre naturelle animale qui provient de la toison de moutons ou d'agneaux, ou bien du poil des chameaux, lamas, alpagas, chèvres et autres animaux. Elle est utilisée dans la confection des tissus d'habillement et couverture.

#### b. Caractéristiques :

- Elle est douce, chaude et frisée (présente des ondulations).
  - Isolant thermique et phonique.
  - Sensible aux moisissures, insectes.
  - Résistance moyenne à l'usure.
  - Sensible à l'eau Chaude  $T^{\circ} > 40^{\circ}\text{c}$ .
  
  - Sensible aux bases et aux oxydants chlorés (Eau de Javel et dérivés).
  - Résistante aux acides faibles et aux solvants.
-

- Médiocre résistance à l'action mécanique.

## II. Fibres chimiques

Les fibres chimiques regroupent à la fois les matières purement synthétiques d'origine pétrochimique et les matières cellulosiques régénérées fabriquées à partir de fibres de bois.

### 1. Fibre de Polyester

#### a. Définition :

Les fibres de polyester sont des fibres synthétiques, formées de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne au moins 85 % d'un ester.

Le polyester est largement utilisé dans un très grand nombre d'applications textiles puisqu'on le trouve dans la constitution de plusieurs mélanges textiles grâce à son forte résistance au froissement. Il est le plus souvent mélangé avec :

- La Laine
- Le Coton
- La Viscose

#### b. Caractéristiques

- Fibre hydrophobe (imperméable)
  - Bonne résistance à l'usure.
  - Sensible à l'électricité statique.
  - Résiste aux solvants, bases, acides.
  - Excellente résistance mécanique (possèdent un degré de cristallinité très élevé).
-

## **2. Fibre Viscose**

### **a. Définition :**

C'est une fibre textile artificielle appelé aussi soi artificiel, obtenue à partir d'une transformation par voie chimique de cellulose, elle est utilisée dans la confection des robes, draperie et autres.

### **b. Caractéristiques :**

- Fibre hydrophobe (pouvoir absorbant 20%).
  - peu élastique.
  - se froissant vite.
  - Résistante à l'usure.
  - Sensible aux acides, bases, solvants, et à l'eau chaude.
  - Moyenne résistance à l'action mécanique.
-

CHAPITRE III :  
MATÉRIELS  
ET  
MÉTHODES

---

Jadis, les analyses de la composition fibreuse sur les tissus finis produits par Sefita sont faites par un laboratoire externe certifié. Dans ce cadre, nous avons essayé d'appliquer la norme iso 1833 pour la première fois au laboratoire et de trouver la bonne méthode d'analyse en se basant sur des tests statistiques ayant pour objectif de valider la méthode d'analyse des normes 1833-4 et 1833-11.

Ces deux normes sont applicables sur des tissus finis contenant au moins la fibre naturelle de laine (fibre protéinique) et une autre fibre pour la norme 1833-4 et au moins la fibre artificielle de viscose et le polyester pour la norme 1833-11.

## **I. Méthodologie de travail**

- Sur un tissu, destiné à la police française, composée de deux fibres : la laine et le polyester, nous avons pris douze échantillons pour faire une succession de mesures selon un mode opératoire décrit dans la norme 1833-4, puis nous avons appliqué l'ensemble des tests statistiques liés à la validation de la méthode.
- Pour la norme 1833-11 nous avons essayé d'appliquer le mode opératoire sur un tissu fini de composition binaire : Polyester, Viscose dans le but de valider le mode opératoire.

## **II. Matériels et méthodes**

### **1. Présentation de la norme générale 1833-1**

#### **a. Domaine d'application**

Cette norme est une méthode commune pour l'analyse chimique quantitative de divers mélanges binaires de fibres. [5]

#### **b. Principe**

Après le conditionnement à la température et humidité du laboratoire, les tissus subies un prétraitement par l'éther de pétrole pour objectif d'éliminer toutes les impuretés peuvent être présentes. [5]

#### **c. Matériel et verrerie :**

Matériel courant de laboratoire de chimie (voir annexe IV).

---

#### **d. Mode opératoire de Prétraitement :**

Elimination des matières non fibreuses (graisse, cires et huiles)

- ✓ Faire extraire avec l'éther de pétrole 1g de tissu à l'aide de l'appareil Soxhlet.
- ✓ Tremper dans l'eau froide dans un bêcher, puis dans l'eau chaude environ  $65 \pm 5$  °C
- ✓ Sécher la prise d'essai dans l'étuve environ 105°C.
- ✓ Refroidir au dessiccateur jusqu'à obtenir un refroidissement complet.
- ✓ Peser la masse exacte du tissu.



**Photo1 : Extraction par le Soxhlet**

A cette étape de prétraitement le tissu considéré est exempt de toutes les impuretés, il ne reste alors que les deux fibres composant le textile : Laine/ Polyester ou Viscose/Polyester.

## 2. Présentation de la norme 1833-4

### a. Domaine d'application :

La norme 1833-4 spécifie une méthode de détermination du pourcentage de fibres protéiniques, après élimination des matières non fibreuses, dans les textiles composés de mélanges binaires de fibre :

- fibre protéinique comme la laine.
- certaines fibres non protéiniques (dans notre cas nous avons le polyester). [6]

### b. Principe :

La fibre protéinique est dissoute dans l'hypochlorite de sodium alcalin à partir d'une masse connue des fibres constitue le mélange déshydraté de tissu. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée sous forme d'un pourcentage de la masse du mélange initial. Le pourcentage des fibres protéiniques est obtenu par différence. [6]

### c. Préparation des solutions :

#### Hypochlorite de sodium 1mol/l

Pour dissoudre la fibre de laine, nous avons besoin 100ml une solution d'hypochlorite de sodium 1mol/l :

Nous avons la solution mère de NaOCl ;

Masse molaire  $M = 74.44 \text{ g/mol}$

Densité  $d = 1.26 \text{ g/ml} = 1260 \text{ g/l}$

Pureté  $P = 10\%$

La masse de NaOCl est  $m = P \times 1260$

$$m = 0.1 \times 1260 = 126 \text{ g}$$

La concentration de la solution mère est alors ;  $C_m = \frac{m}{M} = \frac{126}{74.44}$

$$C_m = 1.7 \text{ mol/l}$$

Alors pour calculer le volume mère nous appliquons la règle du nombre d'équivalent

$$C_m \times V_m = C_f \times V_f$$

$$V_m = \frac{1 \times 100}{1.7} = 58.8 \text{ ml}$$

Prendre  $V = 58.8 \text{ ml}$  de la solution mère, la faire diluer jusqu'à 100 ml dans une fiole jaugée.

### Acide acétique dilué

Diluer 5 ml d'acide acétique glacial 80 % avec de l'eau distillée pour obtenir 1 l.

#### **d. Mode opératoire : Dissolution de la fibre de laine**

- ✓ Dissoudre la fibre de la laine dans 100 ml de la solution diluée de l'hypochlorite de sodium
- ✓ filtration sous vide.
- ✓ Récupérer le tissu le sécher à l'étuve
- ✓ Peser la fibre restante (Polyester).

#### **e. Calcul et expression des résultats :**

La masse du composant insoluble exprimé sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres dans le mélange.

Le calcul du résultat sur la base de la masse anhydre de fibres pures, se fait par l'expression suivante :

$$P(\text{pourcentage de fibre insoluble}) = \frac{m_2 \times d}{m_1} \times 100$$

Où

**P** : est le pourcentage du composant insoluble pur déshydraté;

**$m_1$** : est la masse anhydre de la prise d'essai après le prétraitement;

**$m_2$** : est la masse anhydre du résidu;

**d** : est le facteur de correction de la variation de masse du composant insoluble dans le réactif

(d=1 pour le polyester).Le pourcentage du composant de laine est obtenu par différence :

$$P(\text{pourcentage de laine}) = 100 - P(\text{pourcentage de polyester})$$

### **3. Présentation de la norme 1833-11**

#### **a. Domaine d'application :**

L'ISO 1833-11 spécifie une méthode de détermination du pourcentage de fibres de cellulose (la viscose dans notre cas), après élimination des matières non fibreuses, dans les textiles composés de mélanges binaires de :

- fibres de viscose naturelle et régénérée

- fibres de polyester. [7]

## b. Principe :

A partir d'une masse connue du mélange déshydraté, les fibres de viscose sont dissoutes dans de l'acide sulfurique, le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée sous forme d'un pourcentage de la masse du mélange déshydraté. Le pourcentage de fibres de viscose est obtenu par différence. [7]

## c. Préparation des solutions :

### + Acide sulfurique 75 %

Le réactif est préparé en ajoutant 700 ml d'acide sulfurique concentré 92% ( $\rho = 1,84$  g/ml) à 350 ml d'eau distillée et ceci avec précaution, tout en refroidissant dans un récipient rempli d'eau, la solution est utilisée après refroidissement jusqu'à la température ambiante.

### + Solution diluée d'ammoniaque

Pour préparer 1 litre de solution, introduire 80 ml de la solution concentrée d'ammoniaque ( $\rho = 0,880$  g/ml) dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter avec de l'eau distillée.

## d. Mode opératoire: Dissolution de la fibre de viscose

- ✓ Dissoudre la viscose dans 200 ml d'acide sulfurique
- ✓ Filtrer le contenu de la fiole à travers le Büchner.
- ✓ Sécher le creuset et le résidu du tissu dans l'étuve à 105°C
- ✓ Refroidir dans un dessiccateur
- ✓ Peser la masse des fibres restantes (Polyester).

## e. Expression des résultats:

La masse du composant insoluble est exprimé sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres dans le mélange.

Le résultat est calculé sur la base de la masse anhydre de fibres pures :

$$P(\text{pourcentage de fibre insoluble}) = \frac{m_2 \times d}{m_1} \times 100$$

Où

**P** : est le pourcentage du composant insoluble pur déshydraté;

**$m_1$**  : est la masse anhydre de la prise d'essai après le prétraitement;

**$m_2$**  : est la masse anhydre du résidu;

***d***: est le facteur de correction de la variation de masse du composant insoluble dans le réactif  
( $d=1$  pour le polyester)

Le pourcentage du composant de viscose est obtenu par différence :

$$P(\text{pourcentage de viscose}) = 100 - P(\text{pourcentage de polyester})$$

### III. Analyse des 5M

Pour consolider cette étude, et lui donner plus de valeur, nous allons utiliser la méthode des 5M représentée par diagramme d'*Ishikawa* ou diagramme *causes-effets*.

#### 1. Diagramme d'Ishikawa

Ce diagramme représente de façon graphique les causes aboutissant à un effet. Il peut être utilisé comme :

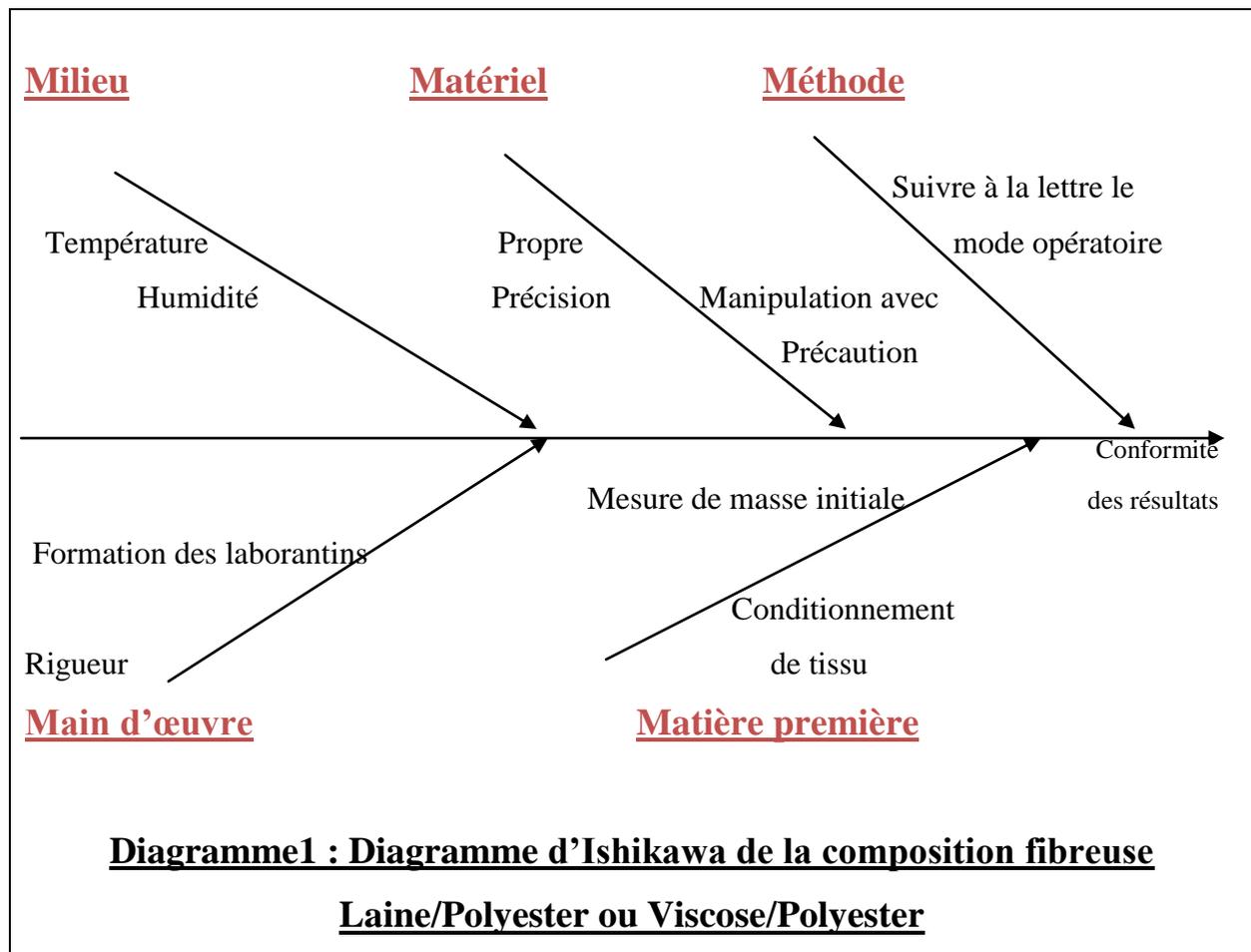
- Outil de communication des causes identifiées
- Outil de visualisation synthétique

Et aussi utiliser dans :

- Le cadre de recherche de cause d'un problème existant
- D'identification et gestion des risques lors de la mise en place d'un projet.

Dans ce cadre, nous avons élaboré le diagramme d'ISHIKAWA pour chaque nos essais :

- ✚ **Implantation de diagramme causes-effets pour les tissus composé de Laine/Polyester ou de Viscose/Polyester :**



## 2. Description des cinq M pour la décomposition de la Laine :

FACTEURS	VALIDATION / EXIGENCES
Moyen	<p><b>1833-1</b></p> <p><b>Appareillage :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ <b>Büchner filtrant</b> d'une capacité de 30 ml à 40 ml, en porcelaine. Le creuset doit comprendre un bouchon rodé ou un verre de montre.</li> <li>❖ <b>Fiole à vide.</b></li> <li>❖ <b>Dessiccateur</b>, contenant du gel de silice comme indicateur d'humidité.</li> <li>❖ <b>Étuve ventilée</b>, pour sécher les prises d'essai à (105 +/- 3) °C.</li> <li>❖ <b>Balance analytique</b>, avec une résolution d'au moins 0,000 2 g.</li> <li>❖ <b>Appareil d'extraction Soxhlet</b>, de taille suffisante pour obtenir un volume, en millilitres, égal à 20 fois la masse, de la prise d'essai.</li> </ul> <p><b>Dispositions :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ Soxhlet</li> <li>❖ Système de filtration sous vide</li> <li>❖ Etuve ventilée</li> </ul>
Milieu	<p>Séchage : L'air ambiant</p> <p>Température de bain marie : 20 +/- 2°C ;</p> <p>Etuve : 105 +/- 3°C</p> <p>Eau chaude : 65 +/- 5°C</p>
Méthode	<p><b>1833-1</b></p> <p><b>1. Prétraitement de l'échantillon réduit</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ Extraire l'échantillon séché à l'air dans un appareil Soxhlet avec de l'éther de pétrole pendant 1 h à raison d'un minimum de six cycles par heure.</li> <li>❖ Laisser l'éther de pétrole s'évaporer de l'échantillon.</li> <li>❖ Faire tremper la prise d'essai dans de l'eau froide pendant 1 h, puis dans de l'eau à (65 +/- 5) °C pendant 1 h de plus. Dans les deux cas, utiliser un rapport bain/prise d'essai de 100:1 et agiter le liquide de temps à autre. Éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, aspiration ou centrifugation, puis laisser l'échantillon sécher à l'air.</li> </ul> <p><b>2. Réalisation des essais</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ Prélever, sur l'échantillon réduit prétraité, une prise d'essai d'environ 1 g.</li> <li>❖ Découper les fils ou le vêtement sectionné en fragments d'environ</li> </ul>

	<p>10 mm de long.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ Sécher la prise d'essai dans un vase à peser, refroidir dans un dessiccateur et peser.</li> <li>❖ Transférer la prise d'essai dans le récipient en verre spécifié dans la partie appropriée de l'ISO 1833, repeser immédiatement le vase à peser et calculer la masse anhydre de la prise d'essai par différence.</li> </ul> <p><b>3. Mode opératoire d'essai</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ À la prise d'essai placée dans le bécher en verre, ajouter 100 ml de réactif à base d'hypochlorite par gramme de prise d'essai, agiter énergiquement pour bien mouiller la matière, puis agiter de façon continue pendant 40 min dans un bain-marie à une température de (20 +/- 2) °C.</li> <li>❖ Filtrer le contenu du bécher à travers un Büchner filtrant taré et transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant le bécher avec un peu de réactif à base d'hypochlorite.</li> <li>❖ Vider le Büchner et laver le résidu successivement à l'eau, à l'acide acétique dilué et enfin à nouveau à l'eau, Finalement, vider le Büchner, sécher le Büchner et le résidu, refroidir et peser.</li> </ul>
Main d'œuvre	<p>Formation et Habilité des agents de laboratoire.</p>
Matière première	<p><b>Réactifs</b></p> <p>Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ <b>Éther de pétrole</b>, redistillé, distillant entre 40 °C et 60 °C.</li> <li>❖ <b>Eau distillée ou désionisée.</b></li> <li>❖ <b>Hypochlorite de sodium.</b></li> </ul> <p>Solution d'hypochlorite de sodium à 1 mol/l, à laquelle est ajoutée une quantité suffisante d'hydroxyde de sodium pour amener la concentration d'hydroxyde de sodium à 5 g/l. La solution peut être titrée par Iodométrie, mais sa concentration n'est pas critique dans la plage de 0,9 mol/l à 1,1 mol/l.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ <b>Acide acétique</b>, solution diluée.</li> </ul> <p>Diluer 5 ml d'acide acétique glacial avec de l'eau pour obtenir 1 l.</p>

# CHAPITRE IV :

# RÉSULTATS ET

# VALIDATION DE LA

# MÉTHODE

La validation d'une méthode d'analyse passe par l'étude de :

- ✓ Sa normalité,
- ✓ Sa répétabilité,
- ✓ Sa reproductibilité,
- ✓ Sa justesse.

Nous avons prendre un échantillon de tissu composée de laine et polyester, sur lequel on a découpé des sous échantillons et les faire passé aux laborantins, pour appliquer le manuel simplifier de mode opératoire que j'ai effectuée après bien sûr une succession de mesures afin de trouver le résultat exacte en comparant avec les résultats d'un laboratoire externe accrédité.

## I. Tissu viscose / polyester : résultats et calcul

<b>Tissu Viscose/ Polyester</b>					
<b>Mesure Echantillons</b>	<b>La masse de la prise d'essai m<sub>0</sub>(g)</b>	<b>La masse après prétraitement m<sub>1</sub> (g)</b>	<b>La masse après traitement m<sub>2</sub>(g)</b>	<b>Résultats finale</b>	
				<b>Pourcentage de fibre de Polyester (%)</b>	<b>Pourcentage de fibre de Viscose (%)</b>
<b>Ech 1</b>	<b>1.0992</b>	<b>1.0718</b>	<b>0.7059</b>	<b>65.86</b>	<b>34.14</b>
<b>Ech 2</b>	<b>1.0829</b>	<b>1.0591</b>	<b>0.6983</b>	<b>65.93</b>	<b>34.07</b>
<b>Ech 3</b>	<b>1.2375</b>	<b>1.2182</b>	<b>0.7955</b>	<b>65.30</b>	<b>34.70</b>
<b>Ech 4</b>	<b>1.1128</b>	<b>1.0951</b>	<b>0.7138</b>	<b>65.20</b>	<b>34.80</b>
<b>Ech 5</b>	<b>1.1832</b>	<b>1.1166</b>	<b>0.7290</b>	<b>65.29</b>	<b>34.71</b>
<b>Ech 6</b>	<b>1.1372</b>	<b>1.1087</b>	<b>0.7223</b>	<b>65.15</b>	<b>34.85</b>
<b>Ech 7</b>	<b>1.1417</b>	<b>1.1582</b>	<b>0.7564</b>	<b>65.31</b>	<b>34.69</b>
<b>Ech 8</b>	<b>1.0613</b>	<b>1.0372</b>	<b>0.6752</b>	<b>65.10</b>	<b>34.90</b>
<b>Ech 9</b>	<b>1.1278</b>	<b>1.1098</b>	<b>0.7155</b>	<b>64.50</b>	<b>35.50</b>
<b>Ech 10</b>	<b>1.0568</b>	<b>1.0360</b>	<b>0.6855</b>	<b>66.20</b>	<b>33.80</b>
<b>Ech 11</b>	<b>1.1716</b>	<b>1.1517</b>	<b>0.7514</b>	<b>65.24</b>	<b>34.76</b>
<b>Ech 12</b>	<b>1.1243</b>	<b>1.1043</b>	<b>0.7174</b>	<b>64.96</b>	<b>35.04</b>

**Tableau 2 : résultats de la composition fibreuse des tissus laine/polyester**

## 1. Calcul de la moyenne et l'écart type :

### ➤ Moyenne arithmétique :

La moyenne arithmétique ou moyenne empirique d'une série statistique est le rapport de la somme d'une distribution d'un caractère statistique quantitatif discret ou continu par le nombre de valeurs dans la distribution.

Elle est noté  $\bar{x}$  et sa formulation mathématique peut s'écrire comme suite :

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

### ➤ Résultats :

$$\bar{x} = 65.34 \%$$

Sefita		Cftm	
%polyester	% viscose	%polyester	% viscose
65%	34%	65.34%	34.66%

**Tableau 3 : comparaison des moyennes**

En comparant mes résultats avec ceux annoncés dans le cahier de charge du client de Sefita, les pourcentages de la composition fibreuse des tissus Viscose/Polyester sont considérés compatibles.

### ➤ Ecart type :

C'est un indicateur de dispersion, qui nous informe sur la manière dont les mesures se répartissent autour de la moyenne. Si ce dernier est faible, les mesures forment des réponses identiques ou similaires.

On peut utiliser l'écart type pour:

- Encadrer une mesure
- Comparer des moyennes
- Donner des garanties aux clients sur la qualité
- Utiliser des seuils d'alerte pour détecter les dérèglages.

L'expression mathématique de l'écart type est :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n - 1)}}$$

Avec la somme des carrées des écarts à la moyenne SCE est :

$$SCE = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$$

**Résultats :**

$$S = 0.46 \%$$

L'écart type est considéré comme incertitude de mesure des fractions de la composition fibreuse des tissus Laine/Polyester.

$$\% \text{ fibre de viscose} = \text{résultat } \% \pm 0.46 \%$$

Dans les normes internationales l'incertitude des résultats de la composition fibreuse est fixé à +/- 3 %, alors que pour nos résultats l'incertitude est plus petite 0.46 %.

## 2. Justesse :

La justesse à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu (pour nous c'est un laboratoire INTERTEK) et le résultat moyen qui serait obtenu en appliquant plusieurs fois le procédé expérimental. Elle s'exprime par l'erreur relative.

### a. Méthode de calcul de la justesse

Dans la zone quantifiable de la méthode, appliquant plusieurs fois le procédé expérimental sur un échantillon dont la valeur suggérée est fourni par un organisme reconnu (matériau de référence).

$$\text{justesse } (\%) = 100 - |\text{erreur relative en } \%|$$

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

Où ;  $V_0$  : moyenne des valeurs observées

$V_S$  : valeur suggérée par INTERTEK.

### b. Résultats :

$$\text{Justesse} = 99.48 \%$$

## II. Tissu laine / polyester : résultats et calcul

<b>TISSU LAINE / POLYESTER</b>					
Mesures Echantillons	La masse de la prise d'essai M <sub>0</sub> (en g)	La masse après prétraitement M <sub>1</sub> (en g)	La masse après traitement M <sub>2</sub> (en g)	Résultats final	
				Pourcentage de fibre Polyester (en %)	Pourcentage de fibre laine (en %)
Ech 1	1.1463	0.9930	0.4514	45.46%	54.54%
Ech 2	1.0000	0.9391	0.4211	44.84%	55.16%
Ech 3	1.0649	0.9994	0.4550	45.53%	54.47%
Ech 4	1.0153	0.9694	0.4218	43.51%	56.49%
Ech 5	1.1357	1.0825	0.4708	43.39%	56.61%
Ech 6	1.0959	1.0525	0.4472	43.37%	56.63%
Ech 7	1.0815	1.0162	0.4664	45.89%	54.11%
Ech 8	1.0474	1.0009	0.4945	49.40%	50.60%
Ech 9	1.0578	1.0084	0.4424	43.87%	56.13%
Ech 10	1.1174	1.0631	0.4575	43.03%	56.97%
Ech 11	1.0385	0.9872	0.4311	43.67%	56.33%
Ech 12	1.1931	1.1363	0.4463	39.27%	60.73%

**Tableau 4 : résultats de la composition fibreuse des tissus viscose/polyester**

### 1. Calcul de la moyenne et l'écart type : (voir le I-1)

➤ Moyenne arithmétique :

$$\bar{X} = 44.27 \%$$

Sefita		Intertek		Cftm	
%polyester	% laine	%polyester	% laine	%polyester	% laine
<b>40%</b>	<b>60%</b>	<b>40.1%</b>	<b>59.9%</b>	<b>44.27%</b>	<b>55.73%</b>

**Tableau 5 : comparaison des résultats**

En comparant mes résultats avec ceux obtenues par un laboratoire externe d'analyse chimique accrédité INTERTEK, les pourcentages de la composition fibreuse des tissus Laine/Polyester sont considérée plus au moins compatibles.

➤ **Ecart type :**

$$S = 2.36 \%$$

Alors la valeur de l'écart type est l'incertitude de mesure des fractions de la composition fibreuse des tissus Laine/Polyester.

<b>% fibre de laine = résultat% ± 2.36 %</b>
--

L'incertitude trouvée est assez grand, selon les recommandations des normes internationales de la composition fibreuse des matières textile l'incertitude doit être 3 %.

### 3. Justesse :

$$\text{Erreur relative (\%)} = \frac{44.27 - 40.10}{40.10} * 100$$

$$\text{justesse (\%)} = 100 - |10.40\%|$$

$$\text{Justesse} = 89.60 \%$$

### 4. Fidélité de la méthode d'analyse de décomposition de la laine :

La fidélité à un niveau donné de confiance correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions de répétabilité et reproductibilité déterminées.

Pour l'appliquer, chaque laborantin répète le test de la composition fibreuse sur le tissu en question six fois.

Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Teste	Laborantin 1	Laborantin 2	Laborantin 3
1	45.46%	44.00%	44.31%
2	44.84%	44.03%	45.89%
3	45.53%	44.79%	49.40%
4	43.51%	43.03%	42.50%
5	43.39%	43.67%	43.87%
6	43.37%	39.27%	43.29%
Moyenne arithmétique $\bar{x}$	44.35%	43.30%	44.88%
Ecart type S	1.04%	2.17%	2.49%
SCE	5.4522	32.6737	30.9876

**Tableau 6 : résultats de répétabilité des laborantins**

Après la réalisation des essais de répatabilité et reproductibilité par les trois laborantins, nous avons calculé les moyennes arithmétiques et les écarts types de chaque laborantin. Alors on peut dire que les moyennes et les écarts types ne sont pas très loin entre eux.

#### **a. Normalité des mesures : Test de Shapiro et Wilk**

Ce test est une approche paramétrique permettant de tester si les variables d'une série de mesure quantitative continue suivent une loi normale ou non.

Les deux hypothèses en question :

{  $H_0$  : les données  $X_i$  forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.

{  $H_1$  : les données  $X_i$  sont significativement d'une loi normale.

Pour se faire il faut :

- Classer les n mesures de  $X_i$  par ordre croissant
- Calculer les différences suivantes ( $d_1 = X_n - X_1$ ,  $d_2 = X_{n-1} - X_2$ ,  $d_3 = X_{n-2} - X_3$  ....)

- Puis calculer  $W_{obs}$  :

$$W_{obs} = \frac{(\sum_{j=1}^p a_j * d_j)^2}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}$$

- lire la valeur de W ( $\alpha, n$ ) sur la table de Shapiro et Wilk avec un risque  $\alpha$  pour n mesures. (voir annexe V)

### Règle de décision

- si  $W_{\text{obs}} > W(\alpha, n)$  : on accepte l'hypothèse  $H_0$  de normalité
- si  $W_{\text{obs}} \leq W(\alpha, n)$  : on rejette l'hypothèse  $H_0$  de normalité.

### ➤ Résultats :

Les tests de normalité permettent de vérifier si des données réelles suivent une loi normale ou non.

	Laborantin 1	Laborantin 2	Laborantin 3
La statistique calculer $W_{\text{obs}}$	$W_1 = 0.958$	$W_1 = 0.856$	$W_2 = 0.874$
Test de Shapiro et Wilk $W(\alpha, n)$	$W(\alpha, n) = 0.788$		
<b>Décision</b>	<b>Les séries de mesure des trois laborantins suit une loi normale puisque <math>W_1, W_2, W_3 &gt; W(\alpha, n)</math>.</b>		

### **b. Recherche de valeurs aberrantes :**

L'analyse statistique de données tient compte d'erreurs aléatoires, mais il faut être conscient, du fait que pratiquement tout jeu de données contient également des erreurs d'un autre genre (mesures fausses, chiffres dans une base de données sont transmis avec des fautes).

Il convient alors d'éliminer ces valeurs qui, si elles sont prises en compte dans le calcul des paramètres statistiques, fausseraient la validité du résultat.

### ➤ **Test des valeurs extrêmes : Test de Dixon**

Le test de Dixon est basée sur le principe de vérifier que le rapport de l'écart entre deux données extrêmes, situées au début ou à la fin de la série de mesure, à l'intervalle des données est compatible avec une distribution normale.

### Réalisation du test

- Classer les mesures  $X_i$  par ordre croissant de  $y_1$  jusqu'à  $y_n$
- Calculer  $r_1$  ou  $r_2$  pour tester successivement  $y_1$  ou  $y_2$ , selon le tableau suivant :

	Statistique permettant de déterminer si $X_1$ est une valeur aberrante	Statistique permettant de déterminer si $X_n$ est une valeur aberrante
$3 \leq n \leq 7$	$r_1 = \frac{y_2 - y_1}{y_n - y_1}$	$r_2 = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n - y_1}$
$8 \leq n \leq 10$	$r_1 = \frac{y_2 - y_1}{y_{n-1} - y_1}$	$r_2 = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n - y_2}$
$11 \leq n \leq 13$	$r_1 = \frac{y_3 - y_1}{y_{n-1} - y_1}$	$r_2 = \frac{y_n - y_{n-2}}{y_n - y_2}$
$14 \leq n \leq 30$	$r_1 = \frac{y_3 - y_1}{y_{n-2} - y_1}$	$r_2 = \frac{y_n - y_{n-2}}{y_n - y_3}$

**Tableau 1 : constantes statistiques de Dixon**

- Lire la valeur correspondante de  $r_\alpha$  pour un risque  $\alpha$  sur la table de Dixon (annexe V).
- Puis comparer  $r_1$  ou  $r_2$  avec  $r_\alpha$ .

**Règle de décision :**

- Si  $r_1$  ou  $r_2 < r_\alpha$ , alors  $y_1$  ou  $y_n$  n'est une valeur aberrante au risque  $\alpha$ .
- Si  $r_1$  ou  $r_2 > r_\alpha$ , alors  $y_1$  ou  $y_n$  est une valeur aberrante au risque  $\alpha$ .

➤ **Résultats :**

	Laborantin 1		Laborantin 2		Laborantin 3	
La statistique calculer $r_1$ et $r_2$	$R_1 =$ 0.008	$R_2 =$ 0.154	$R_1 =$ 0.577	$R_2 =$ 0.270	$R_1 =$ 0.114	$R_2 =$ 0.509
$r_{crit}(\alpha, n)$	$R_{(5\%, 6)} = 0.625$					
<b>Décision</b>	<b>Aucune valeur n'est aberrante chez les 3 laborantins de laboratoire, alors on peut dire que la méthode de mesure est sous contrôle statistique</b>					

### c. Test de Cochran : Comparaison des variances

Test statistique basé sur la comparaison et la variabilité des variances, il permet sur cet ensemble de variances d'identifier l'existence de variances aberrantes ou suspectes.

Pour ce faire, il faut :

- Calculer la moyenne pour chaque série de mesure
- Calculer l'écart type  $S_j$  pour chaque série de mesure des laborantins par l'équation suivante :

$$s_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_n - \bar{y}_1)^2}{n - 1}}$$

Où ;  $1 \leq i \leq n$  : nombre de mesure par opérateur.

$1 \leq j \leq p$  : nombre d'opérateur.

- Puis calculer la statistique de Cochran :

$$C_{obs} = \frac{S_{max}^2}{\sum_{j=1}^p S_j^2}$$

Comparer  $C_{obs}$  avec la valeur de  $C_{crit}(\alpha, n, p)$  lut sur la table de Cochran (annexe V);

#### **Règle de décision :**

- $C_{obs} \leq C_{crit}$  alors les écarts types sont du même ordre de grandeur
- $C_{obs} \geq C_{crit}$  alors le maximum des écarts types est significativement plus grand que les autres.

Avec :

$\alpha$  : % de risque

n : nombre de répétition

p : nombre de laborantins.

➤ **Résultats :**

	Laborantin 1	Laborantin 2	Laborantin 3
La statistique calculer $C_{obs}$	$C_{obs} = 0.517$		
Test de Cochran $C_{crit}(\alpha, n, p)$	$C_{crit}(\alpha, n, p) = 0.707$		
<b>Décision</b>	<b>Les écarts types des séries de mesure sont de même ordre de grandeur</b>		

**d. Répétabilité**

Condition de répétabilité ; les mesures sont faites par

- Le même opérateur
- Le même laboratoire
- le même matériel
- La même méthode
- Sur des échantillons identiques
- Et pendant un intervalle de temps court

La décision se base en une partie sur le calcul de l'écart type de répétabilité  $S_r$ ;

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^p S_j^2}{p}}$$

➤ **Résultats de calcul :**

$$S_r = 2 \%$$

**e. Reproductibilité**

Si au moins l'un de ces facteurs cités change on parle de condition de reproductibilité.

L'écart type de reproductibilité aussi se traduit par ;

$$S_R = \sqrt{S^2(\bar{y}_i) + \frac{N-1}{N} \times S_r^2}$$

Avec :  $S(\bar{y}_i)$  est la variance entre les moyennes

$$S^2(\bar{y}_i) = \frac{1}{p-1} \sum (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2$$

### Résultats :

La moyenne des moyennes $\bar{\bar{X}}$	44.18
La somme des carrées des écarts à la moyenne SCE	1.2933
Variance entre les moyennes $S^2(\bar{y}_i)$	0.64665
Ecart type de reproductibilité $S_R$	2.53 %

### f. Comparaison des écarts types de répétabilité et reproductibilité

La comparaison des deux écarts types se fait par un test de Fisher :

#### i. Test de Fisher :

Les deux hypothèses en concurrence sont :

↑  $H_0$  : Hypothèse nulle ; les deux écarts types  $S_R$  et  $S_r$  sont du même ordre de grandeur.

↑  $H_1$  : Hypothèse alternative ; les deux écarts types sont significativement différents.

On calcule le rapport de Fisher :

$$F(obs) = \frac{S_R^2}{S_r^2}$$

Puis on lit sur la table de Fisher (annexe V) la valeur de  $F_{crit}$  pour un risque  $\alpha = 5\%$ ,

$U_1 = P - 1$  et  $U_2 = N - P$ .

Avec ; P : le nombre d'opérateur

N : nombre de mesure

#### Règle de décision

- Si  $F_{obs} < F_{crit}$  : les écarts types sont de même ordre de grandeur, on accepte alors l'hypothèse  $H_0$
- Si  $F_{obs} \geq F_{crit}$  : on dit que les écarts types sont significativement différent.

**ii. Résultats de calcul :**

La statistique de Fisher $F_{obs}$	1.607
$F_{crit}(u_1, u_2)$	3.68
<b>Décision</b>	<b>Les deux écarts type de répétabilité <math>S_r</math> et reproductibilité <math>S_R</math> sont de même ordre de grandeur</b>

On peut conclure que la méthode de décomposition de fibre de laine dans les tissus laine/polyester est fidèle

**5. Calcule de la limite de répétabilité et reproductibilité :**

Pour un niveau de confiance 95%, la valeur de Student  $k = 2$

<b>Limite de répétabilité</b>	<b>Limite de reproductibilité</b>
$r = k\sqrt{2} \times S_r$	$R = k\sqrt{2} \times S_R$
$r = 5.66\%$	$R = 7.15\%$

L'écart type de reproductibilité est utiliser comme un estimateur de l'incertitude élargi, dans notre cas le résultat est alors exprimer par :

$$\% \text{ fibre textile de laine} = x_i \pm 7.15\%$$

# CONCLUSION

Ce stage au sein du laboratoire CFTM était une bonne expérience pour moi, il m'a permis d'appliquer mes connaissances théoriques que j'ai acquises lors de ma formation universitaire.

Au cours de ce stage, j'ai traité deux méthodes indispensables au contrôle de qualité du textile.

Pour le premier j'ai pu mettre en place une mode opératoire permettant de calculer la composition fibreuse des tissus composés d'un mélange binaire laine/polyester, calculer l'incertitude de la série de mesure, la répétabilité et la reproductibilité.

Le deuxième est la mise en place d'une norme concernant la composition fibreuse des tissus composés principalement et seulement en viscose et polyester, me permettant de calculer le pourcentage de chaque fibre textile présente dans le tissu en question.

Nous avons travaillé sur les deux sujets, par la même méthode puisqu'il s'agit de deux problématiques de même nature.

## **Difficultés rencontrés :**

Au cours de mon stage au sein de CFTM, j'ai appris beaucoup de choses, mais cela n'a pas été sans difficultés :

A noter que tout un mois s'est passé seulement dans l'approvisionnement du matériel et verrerie de laboratoire dont on avait besoin pour la mise en place de cette nouvelle norme.

Ces tests se font pour la première fois au laboratoire CFTM, alors c'est évident de passer tout un mois dans la recherche bibliographique et essayer de trouver la bonne méthode pour appliquer ces tests afin d'obtenir des résultats dans la norme.

La durée de chaque teste demande au moins deux jours, alors qu'on avait besoin d'une dizaine de mesures faites par laborantin (répétabilité et reproductibilité).

## **Activités annexes :**

Au cours de mon stage, j'étais aussi chargée de sensibiliser les agents de laboratoire et surtout dans le domaine de la sécurité.

Au risque des produits chimiques utilisés pour ces nouveaux tests soit par communication orale ou par promulgation des affiches de sécurité des réactifs chimiques introduits pour la première fois au laboratoire.

---

## Liste des tableaux, figures et diagrammes :

Tableau 1 : constantes statistiques de Dixon

Tableau 2 : résultats de la composition fibreuse des tissus laine/polyester

Tableau 3 : comparaison des moyennes

Tableau 4 : résultats de la composition fibreuse des tissus viscose/polyester

Tableau 5 : comparaison des résultats

Tableau 6 : résultats de répétabilité des laborantins

Figure 1 : schéma de représentation du groupe HOLFIPAR

Figure 2 : photos d'extraction par l'appareil Soxhlet

Diagramme 1 : diagramme d'Ishikawa de la composition fibreuse

---

# Références bibliographiques

[1] : Rapport manuel de management de la qualité de CFTM.

[2] : <http://cftmlabo.com/>

[3] : <http://www.beebac.com/publication/read/46187/biologie-vegetale-cellulose-fibre-textile-unisciel>

[4] : <http://www.beebac.com/publication/read/46187/biologie-vegetale-cellulose-fibre-textile-unisciel>

[5] : ISO NF EN ISO 1833-1, décembre 2010, Textiles, Analyse chimique quantitative Partie 1 : Principes généraux des essais.

[6] : NF EN ISO 1833-4, décembre 2010, Textiles, Analyse chimique quantitative Partie 4 : Mélanges de certaines fibres protéiniques et de certaines autres fibres (méthode à l'hypochlorite).

[7] : ISO 1833-11:2006, JUIN 2006, Norme international, Textiles — Analyse chimique quantitative — Partie 11: Mélanges de fibres de cellulose et de polyester (méthode à l'acide sulfurique), Première édition.

[8] : Polycopié d'acquisition des données et traitement statistiques -Master GMP 2014, Mme SQUALLI Ouafae.

[9] : <http://fbegin.profweb.ca/ZEAA2008/TestDixon.htm>

[10] : [http://www.demarcheiso17025.com/fiches\\_techniques/test\\_grubbs\\_cochran.html](http://www.demarcheiso17025.com/fiches_techniques/test_grubbs_cochran.html)

[11] : [http://www.farm.ucl.ac.be/tpao/portail\\_stat/cours\\_stat/tables\\_statistiques/tables\\_statistiques.htm](http://www.farm.ucl.ac.be/tpao/portail_stat/cours_stat/tables_statistiques/tables_statistiques.htm)

[12] : <http://math.unicaen.fr/~chesneau/tables-valeurs.pdf>

---

# ANNEXES

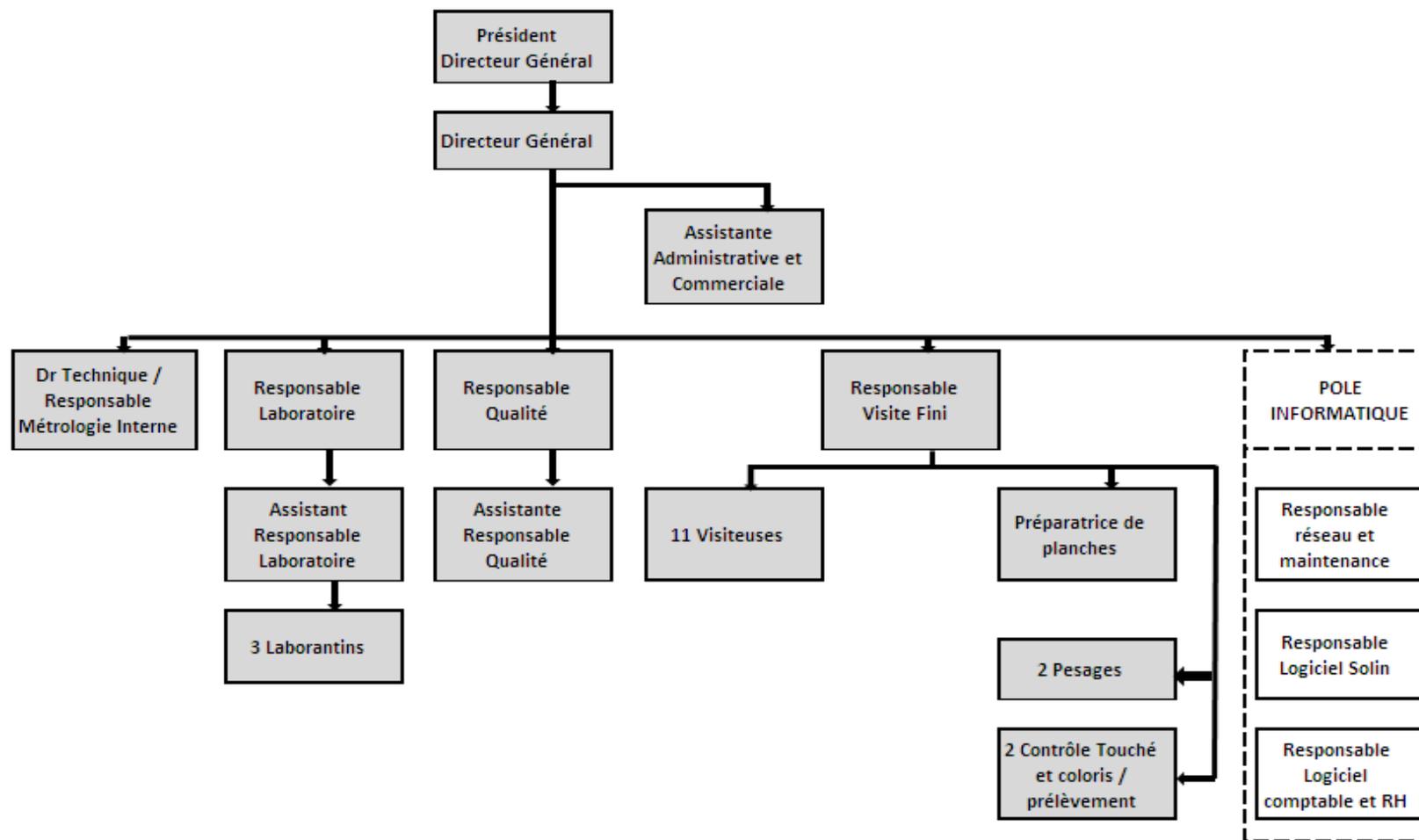
---

## Annexe I : Tests présentés par le laboratoire CFTM

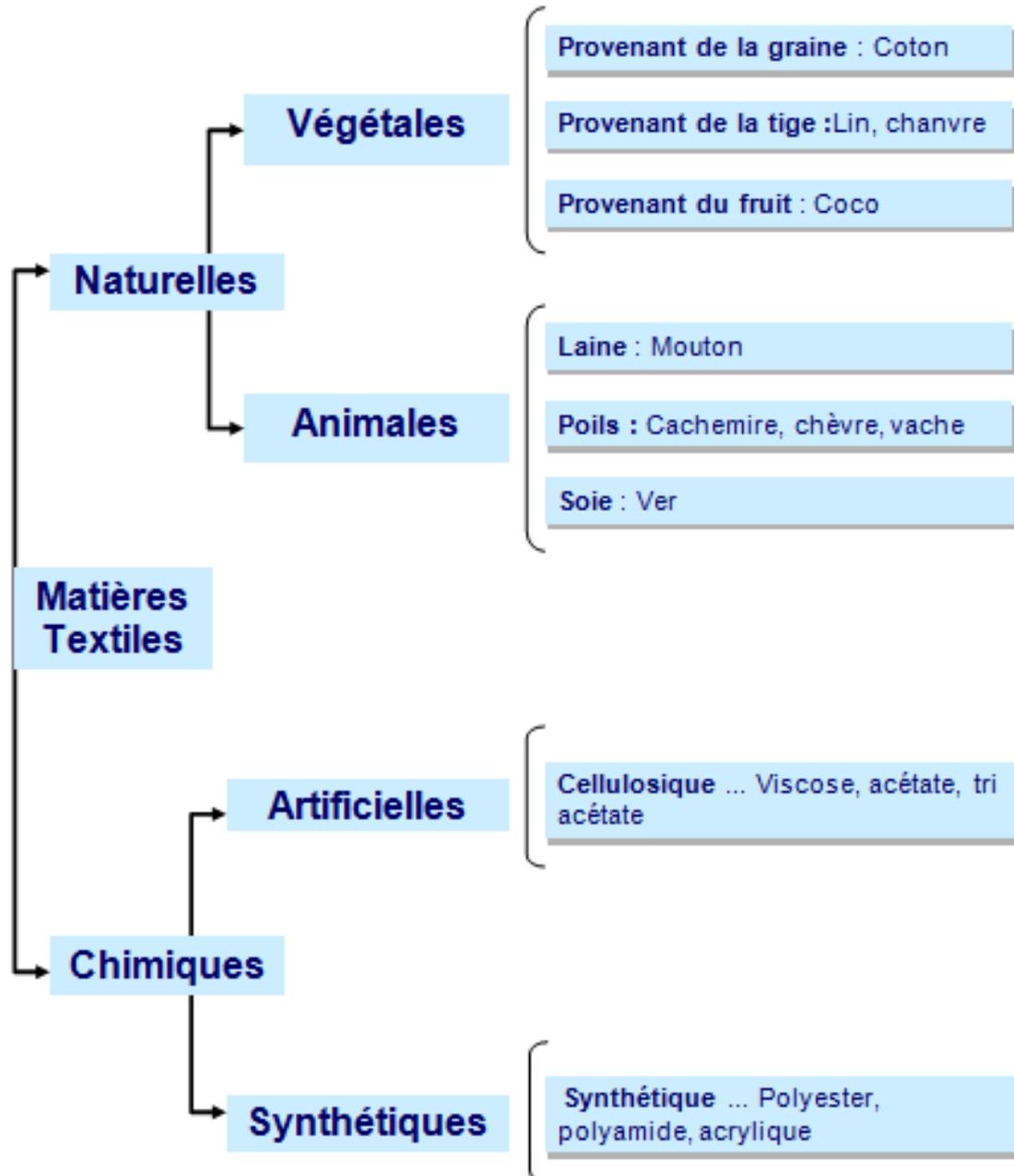
Tests physiques/chimiques	L'ISO correspondant
Laize utile est totale	ISO 22198 couvert par accréditation Cofrac
Masse en atmosphère normale	ISO 3801 couvert par accréditation Cofrac
Nombre de fils et de duits	ISO 1049-2 couvert par accréditation Cofrac
Allongement, résistance à la rupture	ISO 13934-1 couvert par accréditation Cofrac
Glissement couture	ISO 13936-1 couvert par accréditation Cofrac
Résistance à la déchirure amorcée	ISO 13937-2 couvert par accréditation Cofrac
Pilling martindale	ISO 12945-2 couvert par accréditation Cofrac
Pilling RTPT	PrNF en 12945-3 couvert par accréditation Cofrac
Abrasion martindale : détérioration de l'éprouvette	ISO 12947-2 couvert par accréditation Cofrac
Détermination des variations dimensionnelles au lavage et séchage domestique	ISO 5077 couvert par accréditation Cofrac
Détermination de la variation à la vapeur saturante	NF G07-126 couvert par accréditation Cofrac
Résistance au mouillage superficiel	ISO 4920 couvert par accréditation Cofrac

Résistance des teintures aux frottements	ISO 105-X12 couvert par accréditation Cofrac
Solidité des teintures à la lumière artificielle : lampe à arc au xénon	ISO 105-B02
Détermination du pH de l'extrait aqueux	ISO 3071
Solidité des colories à la sueur	ISO 105-E04
Solidité des teintures : calcul des écarts de couleur	ISO 105-J03
Solidité des colories aux lavages domestiques et industriels	ISO 105-C06
Solidité des colories à l'eau	NF en ISO 105-E01

## Annexe II : Organigramme CFTM



## Annexe III : Classification des fibres textiles



## Annexe IV : Matériels/Modes opératoires

### 1. Matériel et verrerie :

Matériel courant de laboratoire de chimie et notamment :

- Etuve capable de maintenir la température à 105°C
- Plaque chauffante
- Balance d'une résolution de 0.0002g
- Bain marie à 20 °C +/- 2
- Fiole conique de 500 ml
- quatre béchers de 125 ml
- Eprouvette gradué de 250ml et une autre de 100ml
- Fiole jaugée de 200 ml
- Système d'agitation magnétique
- Système de filtration sous vide
- Appareil d'extraction soxhlet
- Vase à peser
- Dessiccateur contenant un gel de silice

### 2. Prétraitement : Elimination des matières non fibreuses (graisse, cires et huiles)

- ✓ Prendre au moins 1g de tissu laine/polyester, faire extraire de l'éther de pétrole à l'aide de l'appareil Soxhlet pendant 1 heure à 6 cycle/h.
  - ✓ Tremper la prise d'essai dans 100ml d'eau froide dans un bêcher pendant 1 heure puis dans 100ml d'eau chaude environ 65±5 °C pendant 1heure.
  - ✓ Faire agiter le liquide de temps à autre puis éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage.
  - ✓ Laisser l'échantillon sécher à l'air ambiant.
  - ✓ Sécher la prise d'essai fragmenté en morceau de 1 cm<sup>2</sup> dans un vase à peser placé dans l'étuve environ 4h à une température de 105°C.
  - ✓ Introduire le vase à peser au dessiccateur pendant au moins deux heures jusqu'à obtenir un refroidissement complet.
  - ✓ Peser la masse exacte du tissu.
-

### 3. Mode opératoire : Dissolution de la fibre de laine

- ✓ Dans un bain-marie ; contenant l'échantillon, ajouter 100ml de la solution diluée de l'hypochlorite de sodium à une température de  $20\pm 2^{\circ}\text{C}$  sous agitation magnétique pendant 40 min.
- ✓ Eliminer l'excès de la solution par un système de filtration sous vide.
- ✓ Laver le bécher et le Büchner avec de l'hypochlorite de sodium puis avec de l'eau, de l'acide acétique et de nouveau à l'eau.
- ✓ Récupérer le tissu le sécher à l'étuve pendant six heures, puis refroidir dans le dessiccateur environ deux heures
- ✓ Et peser la fibre restante (Polyester).



Photos 1 : manipulation de décomposition de fibre de laine

#### 4. Mode opératoire: Dissolution de la fibre de viscosse

- ✓ À la prise d'essai placée dans la fiole conique, ajouter 200 ml d'acide sulfurique
- ✓ Boucher et secouer la fiole avec précaution pour bien mouiller la matière. Maintenir la fiole à  $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$  durant 1 h, en agitant doucement la fiole et son contenu toutes les 10 min environ,
- ✓ Filtrer sous vide le contenu de la fiole à travers le Büchner.
- ✓ Laver le résidu sur le filtre une première fois, en remplissant le creuset avec un volume supplémentaire d'acide sulfurique,
- ✓ Laver le résidu plusieurs fois, successivement à l'eau froide, deux fois avec la solution diluée d'ammoniaque, et enfin abondamment à l'eau froide.
- ✓ Finalement, vider le Büchner.
- ✓ sécher le Büchner et le résidu du tissu dans l'étuve à  $105^\circ\text{C}$  pendant six heures,
- ✓ Refroidir dans un dessiccateur pendant deux heures,
- ✓ Peser la masse des fibres restantes



(Polyester).

**Photos 2 : décomposition de fibre de viscosse dans le tissu**

---

## Annexe V : Tables statistiques [11] et [12]

### 1. Test de Dixon

<i>n</i>	Level of Significance $\alpha$		
	0.10	0.05	0.01
3	0.886	0.941	0.988
4	0.679	0.765	0.889
5	0.557	0.642	0.780
6	0.482	0.560	0.698
7	0.434	0.507	0.637
8	0.479	0.554	0.683
9	0.441	0.512	0.635
10	0.409	0.477	0.597
11	0.517	0.576	0.679
12	0.490	0.546	0.642
13	0.467	0.521	0.615
14	0.492	0.546	0.641
15	0.472	0.525	0.616
16	0.454	0.507	0.595
17	0.438	0.490	0.577
18	0.424	0.475	0.561
19	0.412	0.462	0.547
20	0.401	0.450	0.535
21	0.391	0.440	0.524
22	0.382	0.430	0.514
23	0.374	0.421	0.505
24	0.367	0.413	0.497
25	0.360	0.406	0.489

---

## 2. Test de shapiro et wilk

Les valeurs intérieures du tableau ci-dessous donnent les coefficient  $W(\alpha, n)$  utilisé dans le test de Shapiro-Wilk. Ici,  $n$  est la taille de l'échantillon et  $\alpha$  est la valeur du risque.

$n \backslash \alpha$	0,05	0,01
3	0,767	0,753
4	0,748	0,687
5	0,762	0,686
6	0,788	0,713
7	0,803	0,730
8	0,818	0,749
9	0,829	0,764
10	0,842	0,781
11	0,850	0,792
12	0,859	0,805
13	0,856	0,814
14	0,874	0,825
15	0,881	0,835
16	0,837	0,844
17	0,892	0,851
18	0,897	0,858
19	0,901	0,863
20	0,905	0,868
21	0,908	0,873
22	0,911	0,878
23	0,914	0,881
24	0,916	0,884
25	0,918	0,888
26	0,920	0,891

$n \backslash \alpha$	0,05	0,01
27	0,923	0,894
28	0,924	0,896
29	0,926	0,898
30	0,927	0,900
31	0,929	0,902
32	0,930	0,904
33	0,931	0,906
34	0,933	0,908
35	0,934	0,910
36	0,935	0,912
37	0,936	0,914
38	0,938	0,916
39	0,939	0,917
40	0,940	0,919
41	0,941	0,920
42	0,942	0,922
43	0,943	0,923
44	0,944	0,924
45	0,945	0,926
46	0,945	0,927
47	0,946	0,928
48	0,947	0,929
49	0,947	0,929
50	0,947	0,930



## 4. Test de Fisher

Tableau: Seuil à 5% de la distribution de Fisher.										
v1/v2	1	2	3	4	5	6	8	12	24	25
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	238.9	243.9	249.0	254.3
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.37	19.41	19.45	19.50
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.84	8.74	8.64	8.53
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.04	5.91	5.77	5.63
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.82	4.68	4.53	4.36
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.15	4.00	3.84	3.67
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.73	3.57	3.41	3.23
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.44	3.28	3.12	2.93
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.23	3.07	2.90	2.71
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.07	2.91	2.74	2.54
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	2.95	2.79	2.61	2.40
12	4.75	3.88	3.49	3.26	3.11	3.00	2.85	2.69	2.50	2.30
13	4.67	3.80	3.41	3.18	3.02	2.92	2.77	2.60	2.42	2.21
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.70	2.53	2.35	2.13
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.64	2.48	2.29	2.07
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.59	2.42	2.24	2.01
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.55	2.38	2.19	1.96
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.51	2.34	2.15	1.92
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.48	2.31	2.11	1.88
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.45	2.28	2.08	1.84
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.42	2.25	2.05	1.81
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.40	2.23	2.03	1.78
23	4.28	3.42	3.03	2.08	2.64	2.53	2.38	2.20	2.00	1.76
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.36	2.18	1.98	1.73
25	4.24	3.38	2.99	2.76	2.60	2.49	2.34	2.16	1.96	1.71
26	4.22	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.32	2.15	1.95	1.69
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.30	2.13	1.93	1.67
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.44	2.29	2.12	1.91	1.65
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.54	2.43	2.28	2.10	1.90	1.64
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.27	2.09	1.89	1.62
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.18	2.00	1.79	1.51
60	4.00	3.15	2.76	2.52	2.37	2.25	2.10	1.92	1.70	1.39
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.17	2.02	1.83	1.61	1.25
120	3.84	2.99	2.60	2.37	2.21	2.10	1.94	1.75	1.52	1.00

## 5. Test statistique de Cochran

Les valeurs intérieures du tableau ci-dessous donnent les coefficients  $C(n, p)$  utilisé dans le test de Cochran. Le risque est fixé à 5%. Ici,  $m$  est le nombre de données par échantillon et  $p$  le nombre d'échantillons.

$p \backslash m$	2	3	4	5	6	7	8
2	0,999	0,975	0,939	0,906	0,877	0,863	0,833
3	0,967	0,871	0,798	0,746	0,707	0,677	0,653
4	0,907	0,768	0,684	0,629	0,59	0,56	0,537
5	0,841	0,684	0,598	0,544	0,507	0,478	0,456
6	0,781	0,616	0,532	0,48	0,445	0,418	0,398
7	0,727	0,561	0,48	0,431	0,397	0,373	0,354
8	0,680	0,516	0,438	0,391	0,36	0,336	0,319
9	0,639	0,478	0,403	0,358	0,329	0,307	0,29
10	0,602	0,445	0,373	0,331	0,303	0,282	0,367
12	0,541	0,392	0,326	0,288	0,262	0,244	0,23
15	0,471	0,335	0,276	0,242	0,22	0,203	0,191
20	0,389	0,271	0,221	0,192	0,174	0,106	0,15
24	0,343	0,235	0,191	0,166	0,149	0,137	0,129
30	0,293	0,198	0,159	0,138	0,124	0,114	0,106
40	0,237	0,158	0,126	0,108	0,097	0,089	0,083