



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Analyse de la matière active anionique dans la poudre
détergente
(Validation-Carte de contrôle)**

Présenté par :

◆ Mlle. ZEROUAL Chaimae

Encadré par :

◆ Mr. MOUHABI Alaaeddine (Société)

◆ Pr .SOUHA Hammou (FST)

Soutenu Le 8 Juin 2013 devant le jury composé de:

- Pr. SOUHA Hammou
- Pr .HARRACH Ahmed
- Pr .LAMCHARFI Elhadi

Stage effectué à la société AMA Détergent

Année Universitaire 2015 / 2016

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

Site web : <http://www.fst-usmba.ac.ma>



Dédicace



Je dédie ce travail

A mes parents,

A mes sœurs et mes frères,

A mes chers Amis,

A mes Professeurs, je vous remercie tous pour l'enseignement et la formation reçus ainsi que pour votre soutien durant ces longues années d'étude.

A toute personne qui m'a tenu la main durant mon stage

Et

A toute la promotion LST Génie chimique 2015/2016, je vous souhaite une bonne continuation dans votre vie professionnelle et personnelle.



Remerciement

Avant tout développement sur cette expérience professionnelle, il apparaît nécessaire de commencer ce rapport de stage par des remerciements, à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment très profitable.

Je tiens à présenter mes précieux remerciements à mon encadrant Mr SOUHA Hammou professeur à la faculté des sciences et techniques de Fès FS T département chimie pour son aide, son orientation, son soutien et sa participation au cheminement de ce rapport.

Mes vifs remerciements s'adressent également à mon encadrant Mr MOUHABI Alaaeddine responsable du service laboratoire de contrôle de qualité.

J'adresse spécialement mes vifs remerciements à Monsieur A.RADI le directeur général de AMA DETERGENT pour son accueil et de m'avoir permis d'effectuer ce stage veuillez croire ma gratitude et ma haute considération.

Je tiens à remercier sincèrement les membres du jury Mr. HARRACH Ahmed et Mr. LAMCHARFI Elhadi.

Aussi voudrais-je témoigner toute ma profonde gratitude au personnel du laboratoire nominativement SAFI Laila, ZAAMI Amina et Toufik Elbannany.

En fin je remercie tous ceux qui ont participé de près ou de loin pour rendre ce stage possible et bénéfique.



Liste des figures:

Figure 1: Chronologie de la société

Figure2 : produit d'AMA-DETERGENT

Figure 3: Schéma de fabrication de la poudre

Figure 4: Procédé de fabrication industrielle de l'hypochlorite de sodium

Figure 5: Procédé de fabrication de Liquide Vaisselle

Figure 6: mécanisme de détergence

Figure 7: exemple de tensioactifs amphotères

Figure8 : la formule chimique avec une image d'Hydroxyde de sodium

Figure9: la formule chimique avec une image de LABS

Figure10: la formule chimique avec une image de Silicate de sodium

Figure11: la formule chimique avec une image de Sulfate de sodium

Figure12: la formule chimique avec une image de Carbonate de sodium

Figure13: la formule chimique avec une image de STPP

Figure14: la formule chimique avec une image de CMC

Figure15: la formule chimique de Tinopale

Figure16: illustrant la carte de contrôle pour la moyenne



Liste des tableaux :

Tableau 1: fiche d'identité de l'entreprise

Tableau 2: fiche des produits d'AMA-DETERGENT

Tableau3: Classification des tensioactifs en fonction de la nature de leur tête polaire

Tableau 4: résultats obtenus au cours de l'analyse de la matière active pour l'étude de la répétabilité

Tableau 5: résultats obtenus au cours de l'analyse de la MA pour l'étude de la reproductibilité

Tableau 6: les résultats de reproductibilité

Tableau 7: résultats des analyses effectuées de la MA pour l'étude de la justesse

Tableau 8: resultants des analyses effectuées de la MA pour l'étude de la robustesse



Abréviation :

LABSA : linéaire Alkyle Benzène Sulfonique Acide

STPP : Sodium TriPolyPhosphate.

CMC : Carboxyle Méthyle Cellulose

MP : Matière première

EDTA : acide Ethylène Diamine Tétra Acétique

CSP : contrôle statistique de processus

B.P : poudre de base

B.F : poudre finis

S : Sensibilité

r : Limite de répétabilité

R : Limite de reproductibilité

S_r : Ecart type de répétabilité

S_R : Ecart type de reproductibilité

I_r : Intervalle de répétabilité



Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

Partie I Présentation générale de la société d'AMA-détergent

<i>I- présentation générale de l'entreprise et ses activités.....</i>	3
---	----------

1. Historique d'AMA détergent	3
-------------------------------------	---

2- Fiche technique de l'entreprise.....	4
---	---

3-Principale produit d'AMA détergent.....	4
---	---

<i>II.Procédé de fabrication d'AMA détergent.....</i>	5
---	----------

1. Procédé de fabrication du détergent en poudre	5
--	---

2. Procédé de fabrication d'eau de javel	7
--	---

3. Procédé de fabrication liquide Vaisselle	8
---	---

4. Procédé de fabrication Lave Sol	9
--	---

5. Procédé de fabrication pâte.....	9
-------------------------------------	---

<i>III. Propriété détergent et les tensioactifs.....</i>	10
--	-----------

1-Qu'est-ce qu'un tensioactif.....	10
------------------------------------	----

2-Classification.....	11
-----------------------	----

2-1 en fonction la nature de la tête Polaire.....	11
---	----

-Tensioactifs non ioniques	11
----------------------------------	----

-Tensioactifs anioniques.....	12
-------------------------------	----

-Tensioactifs cationiques.....	12
--------------------------------	----

-Tensioactifs amphotères.....	12
-------------------------------	----

2-2 en fonction la longueur de la partie lipophile	12
--	----

-Pouvoir détergent.....	13
-------------------------	----

-Pouvoir moussant	13
-------------------------	----

-Pouvoir émulsifiant	13
----------------------------	----

-Pouvoir mouillant	13
--------------------------	----

Partie II: Etude de sujet de stage



I. La matière première utilisée dans la

poudre.....15

II. Matériels et méthodes d'analyse effectuée au niveau du laboratoire.....20

III. La validation d'une méthode d'analyse.....21

1-Définition de la validation.....21

❖ *Applicabilité*22

❖ *Linéarité*.....22

❖ *Sensibilité*22

❖ *Limite de détection*.....22

❖ *Limite de quantification*.....22

❖ *Spécificité*.....22

❖ *Fidélité*.....23

❖ *Robustesse*.....24

❖ *Justesse*.....24

2-Quelques notions statistiques24

2-1 La moyenne.....24

2-2 L'étendue24

2-3 L'écart type24

2-4 Coefficient de variation.....24

IV-Validation de la matière active anionique.....24

1-Epression des résultats25

1-1 - Test de fidélité.....26

-La répétabilité.....26

-La reproductibilité27

2-2 La justesse28

2-3 La robustesse28

Conclusion.....31

Annexe.....32

Références bibliographiques.....34



INTRODUCTION GENERALE

La poudre détergente est une préparation chimique extrêmement complexe. Elle utilise 20 à 30 substances différentes: enzymes, agents anticalcaires, azurants optiques, agents tampon, parfum, polymères anti-redéposition, savons, supprimeurs de mousse, les tensioactifs lui-même mélange de plusieurs dizaines de composés organiques...

Les tensioactifs et spécifiquement les tensioactifs anioniques comme les sulfonates représentent une part importante due à son bon pouvoir détergent et moussant

A travers ce stage qui a été réalisé au sein de laboratoire de la société AMA Détergent dans le but de vérifier la validation de la méthode d'analyse de la matière active anionique dans la poudre détergente, en effet toute analyse chimique nécessite des procédures de mise au point de méthode de dosage d'étalonnage et de validation des résultats. Cette dernière est constitue l'une des étapes primordiales pour accéder à la réalisation de l'objectif prévu, elle a comme visée d'étudier et caractériser les performances et les limites des méthodes d'essai afin de prouver de façon traçable qu'une méthode d'analyse donnée livre des résultats permettant de vérifier le respect de spécifications préétablies.

Le rapport comporte deux grandes parties. la première partie donne une description générale de la société ainsi que le procédé de fabrication de différents produits détergents. La seconde partie présente la partie expérimentale qui nous a permis de valider une méthode d'analyse de la matière active anionique dans la poudre finie tout en se basant sur les critères de validation des méthodes d'analyse.



Partie I : Etude générale de la société AMA Détergent

I- présentation générale de l'entreprise et ses activités:

1-Historique d'AMA-DETERGENT:

La Société de Détergents de JORF LASFAR AMA DETERGENT a été créée en 2006 dans l'objectif de développer, fabriquer et commercialiser des produits détergents à usage domestique, industriel et institutionnel. Elle ne s'est imposée sur le marché qu'à partir de 2010, la production des détergents en poudre, et celle de Liquide Vaisselle et pâte en 2012, et élargir son intervention vers de nouvelles productions (eau de Javel et lave sol) en 2013.

L'expérience acquise par son capital humain depuis sa création, le renforcement du capital financier et la bonne santé de l'entreprise ont encouragé ses dirigeants à répondre au développement d'une unité industrielle importante.

AMA-DETERGENT dispose d'un atelier équipé pour la fabrication des lessives en poudre et de détergents liquides, en pâte ainsi qu'une ligne de production d'eau de javel. En plus l'entreprise dispose d'une unité de fabrication automatique de Lave Sol. Pour assurer la qualité de tous ses produits, AMA-DETERGENT s'est doté en 2010 d'un laboratoire d'analyse physicochimique équipé.



Figure 1 : Chronologie de la société

2-Fiche technique de l'entreprise:

Tableau 1 : fiche d'identité de l'entreprise

Raison sociale	AMA-DETERGENT
Forme juridique	S.A.R.L
Directeur Général:	RADI Anwar
Capital	200 MDH
Propriétaire	RADI Anouar
Année de création	2006
Année de début de production	2010
Adresse complète	Ursine JORF LASFAR C.T 1302 km1sud commune MY ABDELAH- SIDI BOUZIDE EL JADIDA
Site web	www.ama-detergent.com
Téléphone :	(212)5 23 34 54 23
Fax :	(212) 5 23 34 50 01
IDENTIFICATION FISCALE	05702175
Patente	42161503
CNSS	744222
Secteur d'Activité :	Détergents/ industrie chimique.
Principaux fournisseurs	KAPACHIM Maroc, AFRICODE, INTERPLAST, YOMAR, WILMAR, DYECHEM, SELKIM, AGRI TRADE Maroc, HENKEL,RQ corporation, TOP NEGOCE, ALKIMIA,...
Produits commercialisés	<ul style="list-style-type: none"> • Détergent Poudre 10 Kg (ZEN, NEO, MIO MATIC). • MIO Sachet (360g, 180g, 90g, 35g). • Liquide Vaisselle (750 ml, 1250ml). • Pâte Vaisselle (250 g, 500 g, 1 Kg, 2 Kg). • Eau de JAVEL (1 L, 2 L). • Lave Sol (1 L, 2 L).
Marques commercialisés	MIO, NEO, ZEN
Activités :	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Fabrication des détergents en poudre, en liquide, et pâte. ✓ Fabrication d'eau JAVEL. ✓ Fabrication de LAVE SOL.

3-principales produits d'AMA DETERGENT : Grace à son emplacement géographique favorable et une production efficace, AMA-Détergent est en mesure de fabriquer des produits d'excellente qualité

à un coût raisonnable. La société est en contact étroit avec le marché. C'est pourquoi, le personnel de cette société est en mesure de créer de nouveaux produits innovants. Il est également en mesure de livrer des produits sur demande. L'entreprise fabrique 5 grandes catégories de produits : détergent en poudre, Liquide Vaisselle, Pâte, Eau de JAVEL et Lave Sol.

Tableau 2: fiche des produits d'AMA-DETERGENT

Catégorie de Produits	Produits d'AMA-DETERGENT
<u>Détergent en Poudre :</u>	Sacs de 10 Kg : MIO, NEO,ZEN,MIO-MATIC MIO Sachet (360g, 180g, 90g, 35g).
<u>Liquide Vaisselle</u>	MIO-Citron : 750 ml et 1250 ml. MIO- Pomme : 750 ml et 1250 ml. MIO- Lavande : 750 ml et 1250 ml. MIO- Frais : 750 ml et 1250 ml.
<u>Pâte multi usages</u>	MIO-Citron: 250 g, 500 g, 1 Kg, 2 Kg. MIO- lavande: 250 g, 500 g, 1 Kg, 2 Kg. MIO- savon Marseille: 250 g, 500 g, 1 Kg, 2 Kg. MIO- Pomme: 250 g, 500 g, 1 Kg, 2 Kg.
<u>Eau de JAVEL</u>	1 L, 2 L (ZEN- : sans parfum, Citron, Lavande)
<u>Lave Sol</u>	1 L, 2 L (DESSOL- : Rose, Lavande, Citron)

II. Procédés de fabrication AMA-DETERGENT :

❖ La société d'AMA-détergent fabrique :

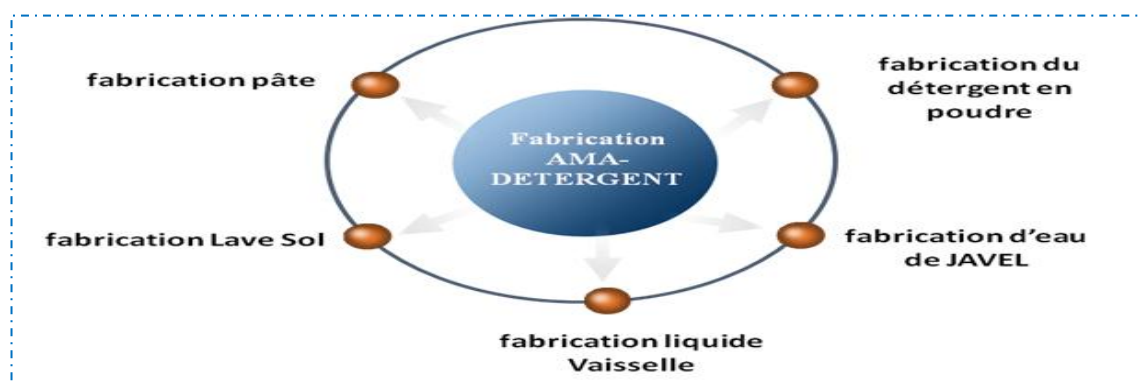


Figure2: produit d'AMA-DETERGENT

1-Procédé de fabrication du détergent en poudre :

Le procédé de fabrication des détergents poudres, commence par le mélange des différentes matières premières avec des teneurs bien déterminées. Le mélange obtenu appelé également *Slurry* subit un séchage par atomisation, afin d'obtenir la poudre qui est désignée par : poudre de base

1-1 Procédé de séchage par atomisation :

Le procédé de séchage par atomisation est le plus utilisé, il permet la production d'une poudre très fine et homogène puisque chaque grain de poudre atomisée contient tous les corporels dans la formule. Ce procédé consiste à pulvériser le produit à sécher dans un courant de gaz chaud, ainsi, le solvant s'évapore rapidement par contact direct de manière à obtenir instantanément une poudre.

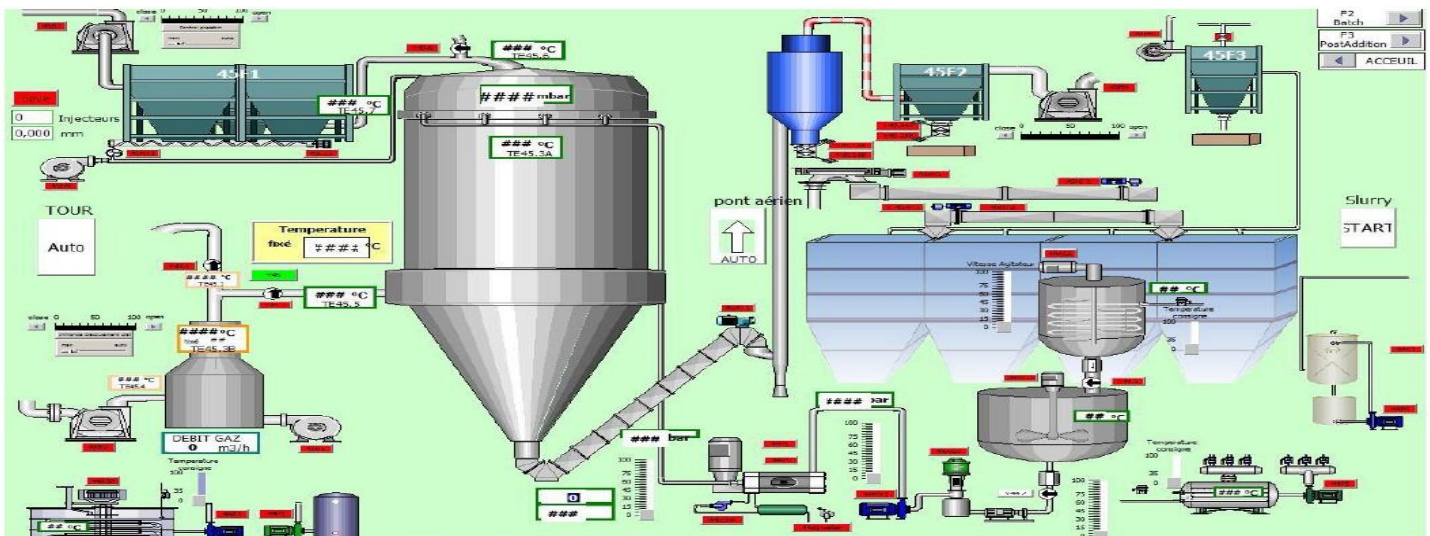


Figure 3 : Schéma de fabrication de la poudre

Les étapes du processus de production du détergent en poudre par le séchage par atomisation sont représentées dans le schéma ci-dessus :

✚ **Etape 1 :** Les ingrédients secs et liquides issus d'un dosage précis selon une recette prédéterminée sont d'abord combinés dans une suspension épaisse, dans une cuve appelée malaxeur qui assure le mélange continu.

✚ **Etape 2 :** Cette suspension épaisse contenant 30 à 40% d'eau est filtrée puis chauffée sous agitation à

80°C, ensuite elle est pompée jusqu'au sommet de la tour d'atomisation où elle est pulvérisée par une turbine centrifuge afin de produire de petites gouttelettes. Ces gouttelettes tombent dans un courant d'air

chaud envoyé dans la tour à 300°C et forment des granules creux en séchant tout au long de leur séjour dans la chambre d'atomisation.

✚ *Etape 3* : Les granules séchés sont recueillis au fond de la tour de pulvérisation, où ils sont passés au crible afin d'obtenir une taille relativement uniforme.

✚ *Etape 4*: Après que les granules soient refroidis, les ingrédients thermosensibles, incompatibles avec les températures du séchage par pulvérisation (comme les agents de blanchiment, les enzymes et les parfums) sont ajoutés : les ingrédients secs sont ajoutés d'abord sur le convoyeur en ceinture puis les additifs liquides sont combinés et entrés dans un mélangeur en continue.

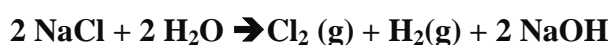
✚ *Etape 5* : Après mélange, le détergent en poudre passe par un tamisage final et il est ensuite transféré vers l'opération de conditionnement et d'emballage.

Dans le poste d'addition on ajout au poudre de base d'autre additifs qui permettent d'avoir la densité et le parfum désirés. Parmi ces additifs on trouve:

- ✓ Carbonate de sodium
- ✓ STPP bleux et vert
- ✓ sulfate
- ✓ Parfum

2. *Procédé de fabrication d'eau de JAVEL:*

C'est une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium (NaClO : le produit actif) et de chlorure de sodium ou de potassium. Elle est souvent utilisée comme détersif, décolorant et antiseptique. L'eau de Javel est obtenue par dilution des solutions industrielles d'hypochlorite de sodium. Ces solutions sont fabriquées par barbotage de chlore (gaz) dans de la soude caustique diluée. Le chlore et la soude utilisés sont obtenus par électrolyse du sel selon la réaction suivante :



La réaction chimique de l'absorption de chlore (gaz = Cl_2) dans la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (soude caustique = NaOH) est exothermique: elle génère de la chaleur, et s'écrit:



Le procédé industriel (Figure4) consiste à mettre en circulation de la soude caustique dans une colonne

alimentée par du chlore à contre-courant. Dans cette colonne, la soude caustique se transforme peu à peu en hypochlorite de sodium.

Afin d'éviter la décomposition de l'hypochlorite de sodium, la chaleur dégagée par la réaction est évacuée via un échangeur de chaleur. Ce procédé permet d'obtenir une solution d'hypochlorite de sodium à 14-15% de chlore actif.

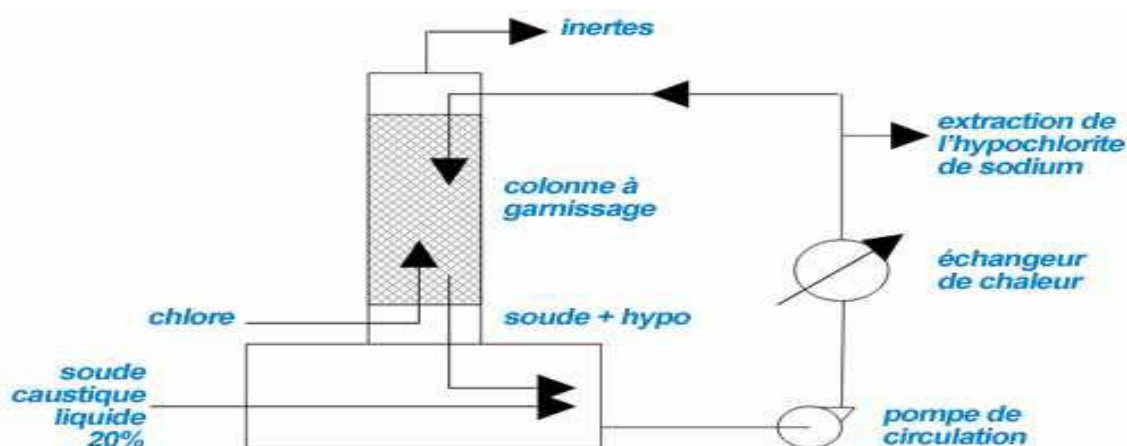


Figure 4: Procédé de fabrication industrielle de l'hypochlorite de sodium

3-Procédé de fabrication de liquide vaisselle:

L'industrie des détergents liquides est une industrie de malaxage ce qui implique des procédés simples par mélange continu. Le processus de fabrication est représenté dans la Figure 5 comporte les étapes suivantes :

- ❖ **Etape 1 :** Les ingrédients secs et liquides sont dosés selon une recette prédéterminée et ils sont ajoutés à l'eau et mixés en un mélange uniforme dans des mélangeurs d'homogénéisation d'une grande efficacité émulsifiante qui assurent un mélange complet durant la production afin d'obtenir un produit lisse et homogène en apparence.
- ❖ **Etape 2 :** Ensuite le mélange passe par une opération de filtrage pour se débarrasser des impuretés et des ingrédients qui ne se sont pas solubilisés et sont précipités.
- ❖ **Etape 3 :** Le produit fini est envoyé vers l'opération de conditionnement et d'emballage.
- ❖ **Etape 4 :** Le conditionnement, ou l'emballage, est la dernière étape de la fabrication des détergents liquides. Ils sont conditionnés en bouteilles. Le choix des matériaux de conditionnement et des contenants tient compte de considérations relatives à la compatibilité et à la stabilité du produit, du coût, de la sécurité de l'emballage, de l'incidence des déchets solides, de l'aspect esthétique et de la facilité d'utilisation.

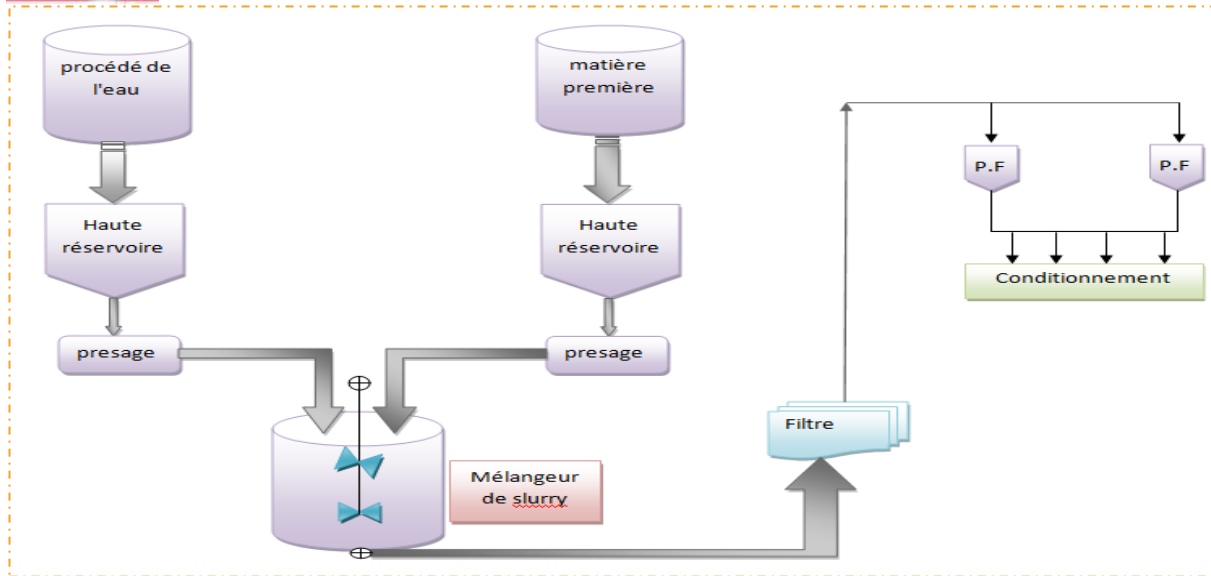


Figure 5: Procédé de fabrication de Liquide Vaisselle

4- Le procédé de fabrication lave sol :

La fabrication de lave sol se fait dans un procédé automatique, dont on mélange le SLES avec l'eau osmose (selon la formule) tout en agitant, puis on ajoute le Lutensol et l'Isopropanol en continuant l'agitation, et on termine par l'ajout de parfum.

5-Procédé de fabrication pâte multi usages :

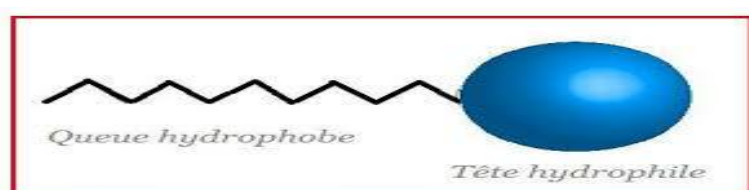
Le processus de fabrication de pâte est représenté dans la Figure 5 comporte les étapes suivantes :

- ❖ Etape 1 : Les ingrédients secs et liquides sont dosés selon une recette prédéterminée et ils sont ajoutés à l'eau et mixés en un mélange uniforme dans des mélangeurs d'homogénéisation d'une grande efficacité émulsifiante qui assurent un mélange complet durant la production afin d'obtenir un produit lisse et homogène en apparence.
- ❖ Etape 2 : Ensuite le mélange passe par une opération de filtrage pour se débarrasser des impuretés et des ingrédients qui ne se sont pas solubilisés et sont précipités.
- ❖ Etape 3 : Le produit fini est envoyé vers l'opération de conditionnement et d'emballage.

III- Propriétés des détergents et les tensioactifs:

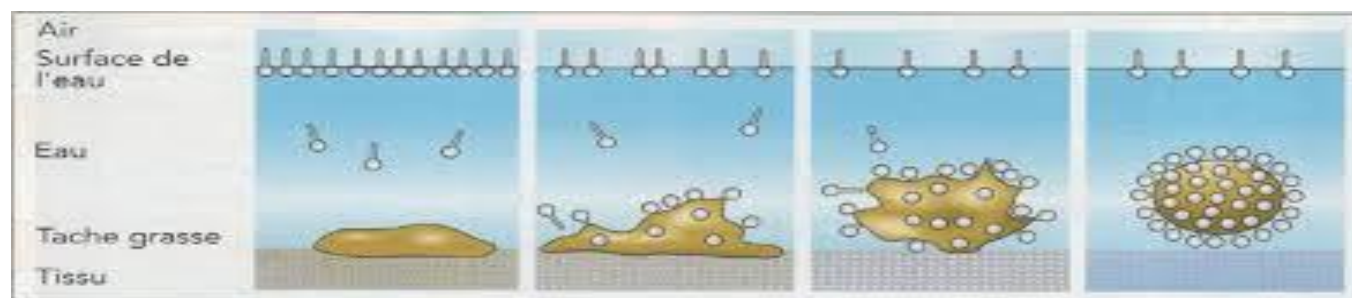
1-Qu'est-ce qu'un tensioactif ?

Un tensioactif est une substance modifiant la tension superficielle entre deux surfaces .les tensioactif se composent de molécules amphiphiles présentant un coté lipophile (affinité pour les lipides) et un coté hydrophile (affinité pour l'eau) .cette propriété leur permet également de solubiliser deux phases non miscibles.



En effet, lorsque l'on veut solubiliser une molécule tensioactive, les groupements apolaires introduits dans la solution aqueuse ont pour effet de perturber le réseau de liaisons hydrogène établi entre les molécules d'eau. Les molécules d'eau sont obligées de s'ordonner entre elles autour de la partie apolaire pour combler les liaisons hydrogène, entraînant ainsi une perte des degrés de liberté des molécules d'eau impliquées, ce qui a pour effet de provoquer une diminution défavorable de l'entropie du système qui déstabilise la solution.

Afin de minimiser cette perturbation, les molécules de tensioactifs auront tendance à s'adsorber et s'arranger à l'interface air/eau du liquide sous la forme d'un film mono moléculaire. Pour cela, les molécules s'organisent à la surface de telle sorte que la tête hydrophile soit au contact de l'eau et que la chaîne hydrophobe soit orientée vers l'extérieur dans l'air (figure 6). Ce phénomène provoque un abaissement de la tension superficielle du liquide.



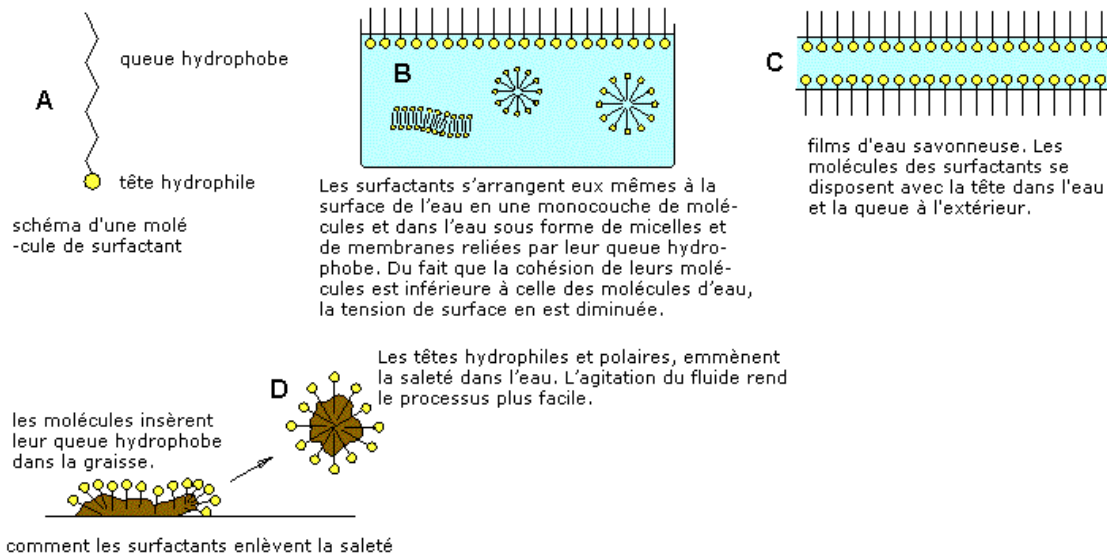


Figure 6 : mécanisme de détergence

Les tensioactifs sont utilisés dans la plupart des actes de la vie courante. L'application la plus connue est la détergence. En 2001, l'Europe consommait 50% de sa production en tensioactifs pour des formulations de nettoyage ou de lavage. Mais leurs applications aujourd'hui ne se limitent pas à ceux-ci. On les retrouve dans de nombreux secteurs. Ainsi, la cosmétologie et l'hygiène corporelle représentent 10% de la production de tensioactifs. Par ailleurs, 40% des besoins sont liés au développement de secteurs industriels aussi variés que l'industrie textile, le forage et le raffinage du pétrole, les industries métallurgiques et minières, l'émulsification des bitumes, etc. (Noiret and al. 2002). Des applications aussi diverses nécessitent une grande variété d'agents de surface. La nature et la structure des tensioactifs sont donc modulées en fonction de l'application visée.

2- Classifications:

Il existe différentes classifications possibles des tensioactifs. Ils peuvent être classés en fonction:

2-1 de la nature de leur tête polaire (non ionique, anionique, cationique ou amphotère):

- **Les tensioactifs non ioniques:** Ces agents de surface ne donnent aucun ion en solution aqueuse. Leur caractère hydrophile provient de la présence, dans leur molécule, de groupement polaire de type éther, alcool, carbonyle ou même amine. 90% de ces tensioactifs sont obtenus par polycondensation de molécules d'oxyde d'éthylène sur un composé à hydrogène mobile, selon la réaction générale:



Les autres produits tensioactifs non ioniques sont principalement : des esters de polyols, des éthers de polyols, des alcanolamines, des alkylpolyglucosides (APG).

- **Les tensioactifs anioniques:** libèrent une charge négative (anion) en solution aqueuse. Ils ont une balance hydrophile/lipophile (HLB) relativement élevée (8 à 18) car ils ont une tendance hydrophile plus marquée. Ils orientent l'émulsion dans le sens H/E, Huile/Eau (si HLB >18 alors détergent). Les tensioactifs anioniques sont classés en fonction de leur groupe hydrophobe, et les plus courants sont : le savon, les sulfonâtes, les carboxylates et les phosphates.
- **Les tensioactifs cationiques :** Ces composés possèdent un ou plusieurs groupements s'ionisant en solution aqueuse pour donner des ions tensioactifs chargés positivement. Les plus répandus sont les dérivés des amines quaternaires aliphatiques de la forme :



- **Les tensioactifs amphotères:** La recherche de nouveaux produits a naturellement conduit le chimiste à associer les charges anioniques et cationiques dans une seule et même espèce chimique appelée « zwitterionique ». Selon le pH, elles peuvent libérer un ion positif ou négatif. Les tensioactifs amphotères ont une balance hydrophile-lipophile (HLB) élevée. Ils sont donc utilisés comme détergents. Ils présentent un caractère moins agressif que les tensioactifs anioniques et sont recommandés pour les peaux fragiles. Les dérivés de la bêtaïne et les phospholipides sont les tensioactifs zwitterioniques les plus rencontrés

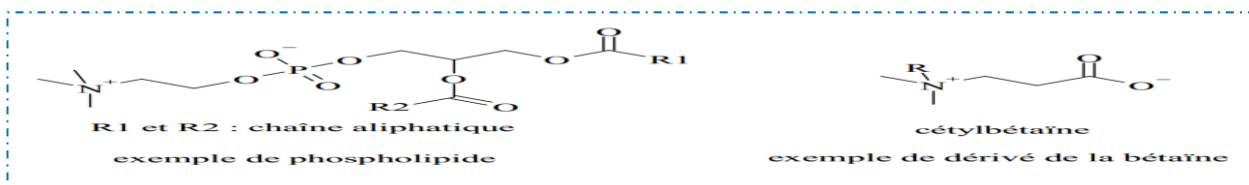


Figure 7: exemple de tensioactifs amphotères

2-2 de la longueur de la partie lipophile qui permet de classer les tensioactifs en agents mouillants (C8-C10), détergents (C12-C16), émulsionnants ou adoucissants (C18-C22) :

- **Pouvoir détergent** : En dehors du LABSA qui donne les meilleurs résultats au niveau de la détergence, cinq molécules anioniques donnent des résultats très proches. Il y a ensuite les dérivés non ioniques: alkylphénolséthoxylés et alcools éthoxylés dont le pouvoir détergent est équivalent.
- **Pouvoir moussant** : Le pouvoir moussant est très dépendant de la dureté de l'eau. Les alkyléthers sulfates de sodium, les alkylpolyglucosides, les glucoses-amides et l'oxyde de dodécyl diméthylamine sont incontestablement leaders pour cette propriété.
- **Pouvoir émulsifiant** : Les alcools éthoxylés ont tous des pouvoirs émulsifiants comparables à celui du LABSA.
- **Pouvoir mouillant** : Le meilleur produit est sans contestation le dioctylsulfosuccinate de sodium suivi de près par le LABSA. Les nonylphénols, les alcools et les amines à faible degré d'éthoxylation donnent un pouvoir mouillant acceptable.

Tableau 3: Classification des tensioactifs en fonction de la nature de leur tête polaire

tensioactif	caractéristiques	Principales propriétés
Anioniques	La partie hydrophile du tensioactif est chargée négativement	Les plus courants, peu onéreux, bonne activité détergente et moussante, bons mouillants, bonne biodégradabilité
Cationiques	La partie hydrophile du tensioactif est chargée positivement	Activité désinfectante, peu mouillant
Amphotère	La partie hydrophile du tensioactif a une charge nulle	Bonne synergie avec les anioniques, peu moussant, bon mouillant, bon dispersant, bon dégraissant, empêche la redéposition
Non ioniques	La partie hydrophile du tensioactif n'a pas de charge	Peu agressifs sur les tissus vivants, présent dans certains détergents désinfectants



Partie II:

Etude de sujet de stage

I -La matière première utilisée dans la poudre :

➤ *Hydroxyde de sodium :*

L'hydroxyde de sodium est un solide ionique de formule statistique NaOH. La solution issue de la dissolution de ce cristal est appelée soude, lessive de soude ou soude caustique. L'hydroxyde de sodium se présente généralement sous la forme de pastilles ou de billes blanches. Elle est très soluble dans l'eau et soluble dans l'éthanol.

Elle est utilisée en grande quantité par plusieurs industries, principalement en tant que base notamment pour la fabrication du savon et de produits détergents ,en général la soude sert à réguler le pH.

La soude est un alcalin puissant qui neutralise tous les acides en donnant des sels de sodium. C'est la matière première la plus utilisée pour apporter de l'alcalinité ou causticité. Par elle même, elle ne possède pas de propriétés détergentes mais elle apporte une réserve d'alcalinité permettant la neutralisation des acides gras.

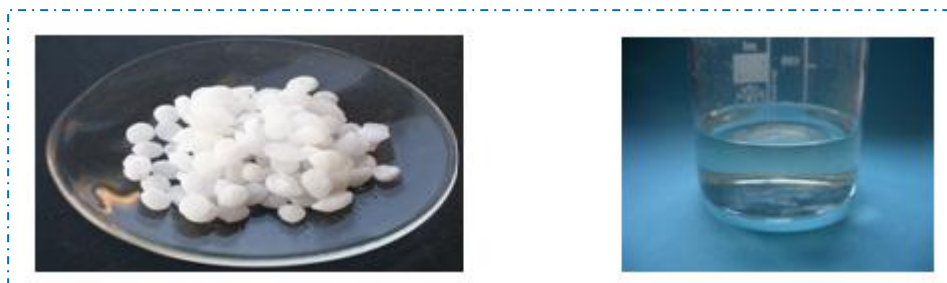


Figure8: la formule chimique avec une image d'Hydroxyde de sodium

➤ *LABSA :Acide sulfonique d'alkylbenzène linéaire*

L'acide sulfonique d'alkylbenzène linéaire, est un liquide brun clair, qui appartient à la famille d'acides organiques de formule chimique RSO_3H où R est une chaîne organique. Ces acides sont généralement plus fort que les acides carboxyliques correspondants. Ils ont la propriété originale de se lier par des liaisons de faible énergie (liaisons hydrogène) aux protéines ou aux glucides.

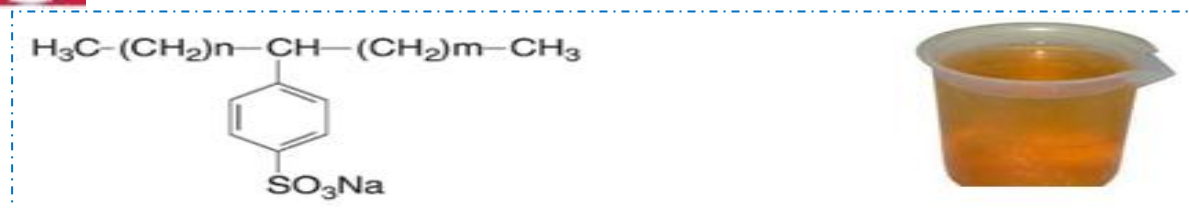


Figure9: la formule chimique avec une image de LABSA

Pour cette raison, la plupart des teintures lavables sont des acides sulfoniques (ou contiennent un groupement fonctionnel sulfonyle $-\text{SO}_2-$). Ils sont également utilisés comme catalyseurs ou intermédiaires réactionnels dans la fabrication d'un grand nombre de composés organiques. Leurs sels (sulfonates) sont très utilisés comme détergents

➤ Na_2SiO_3 : silicate de sodium

C'est une substance chimique inodore, qui appartient à la famille des silicates qui ont en formule générale :

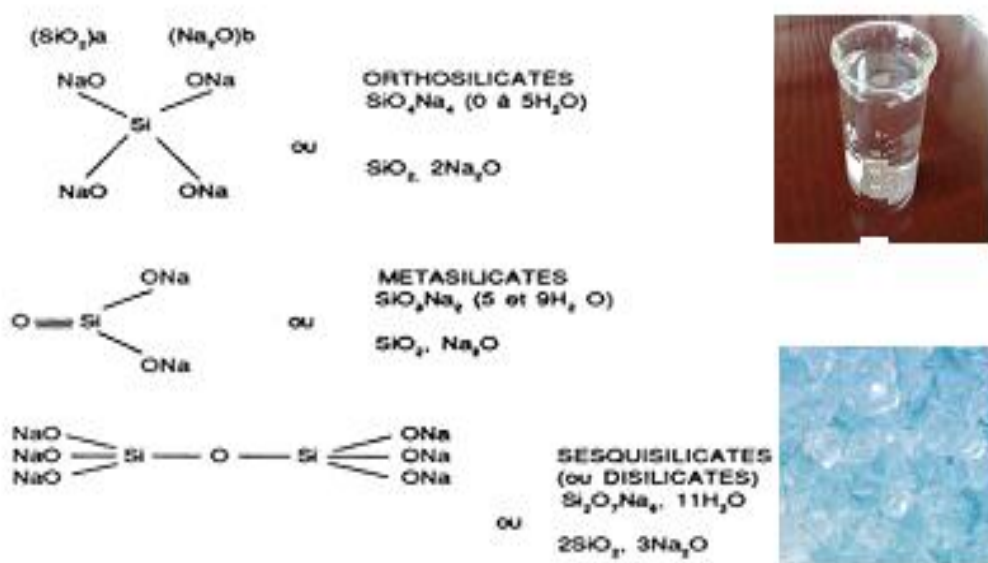


Figure10: la formule chimique avec une image de Silicate de sodium

Les silicates sont très utilisés à cause de leur pouvoir détergent qui est maximum quand le rapport: $(\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O})$ atteint 2.

Une addition de silicates aux tensio-actifs, surtout anioniques, permet d'abaisser encore la tension superficielle, ils ont aussi un pouvoir dispersant excellent, qui est amélioré par la présence de phosphates (encore appelé pouvoir défloculant). Et parmi aussi les ingrédients, on trouve l'eau qui est essentielle pour n'importe quelle préparation puisqu'elle garantit une bonne cohésion des différentes matières.

- **Na_2SO_4 : sulfate de sodium:** Le sulfate de sodium est un composé chimique courant formé d'un ion sulfate SO_4^{2-} et de deux ions sodium Na^+ .

Lorsqu'il est anhydre, il prend l'apparence d'un solide cristallin blanc de formule chimique Na_2SO_4 . La forme déca-hydratée, $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, est connue sous le nom de sel de Glauber ou mirabilite.

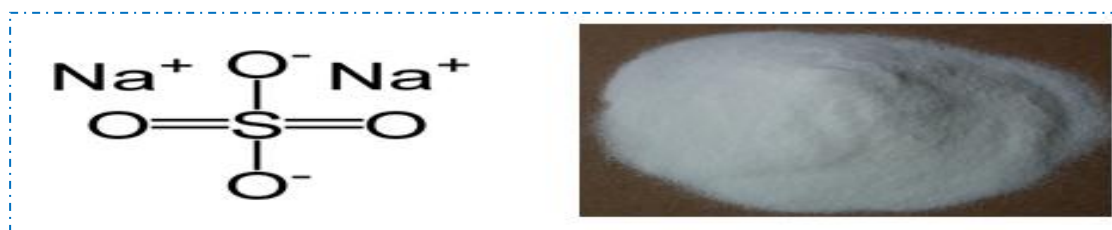


Figure 11: la formule chimique avec une image de Sulfate de sodium

Les lessives en poudre classiques contiennent de 16 à 45 % de Na_2SO_4 , mais seulement de 4 à 5 % pour les poudres compactes. La diminution de la teneur en sulfate de sodium est à l'origine de ces dernières. Dans les lessives en poudre, le sulfate de sodium utilisé comme un produit de charge pour compléter la formule à 100% et joue le rôle de fluidifiant et d'anti mottant. Par ailleurs, les lessives liquides ne contiennent pas de *sulfate de sodium*.

- **Na_2CO_3 : carbonate de sodium**

Le carbonate de sodium est un composé chimique ayant pour formule Na_2CO_3 . Il s'agit d'un sel de sodium de l'acide carbonique. Dans le langage courant, on parle aussi de soude ou de cristaux de soude, à cause de son contenu en sodium et de sa forme habituellement cristalline. Par contre, il ne faut pas confondre le carbonate de sodium avec la soude caustique ou encore avec le bicarbonate de soude.



Figure 12 : la formule chimique avec une image de Carbonate de sodium

Environ un tiers de carbonate de sodium est demandé dans la fabrication des détergents. Que ce soit dans la synthèse directe ou en présence d'autres additifs. Il est surtout utilisé pour l'élaboration de Tripolyphosphate de sodium, les détergents contiennent à peu près de 5 à 20% en masse de carbonate de sodium. De plus pour que l'active joue son rôle, il faut que le pH soit compris entre 9 et 10,5.

➤ *tripolyphosphate de sodium (STPP): $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$*

Le tripolyphosphate de sodium peut se présenter sous deux formes, il peut être granulaire ou pulvérisé ; également connu sous le nom de triphosphate pentasodique, le tripolyphosphate de sodium entre dans la composition des savons, dans la fabrication de détergents et dans de nombreux produits qui servent à **adoucir les eaux dures** (les ions PO_4^{2-} complexe les ions Mg^{2+} et Ca^{2+}).

Le STPP en poudre est principalement utilisé dans la préparation de **Slurry** de détergents. Sa structure moléculaire se présente sous deux formes différentes appelées Phase I et Phase II. Le taux de composition du STPP en Phase I et en Phase II donne diverses vitesses d'hydratation. A chaque technique de préparation de la **Slurry** correspond une qualité de STPP.

Pour les installations modernes de détergent, dotées de mélangeurs rapides et puissants, le STPP à haute vitesse d'hydratation est recommandé. Il permet un gain de temps important dans la préparation de la slurry, des économies d'énergie dans le chauffage de la slurry et de séchage au niveau de la tour d'atomisation ainsi qu'une meilleure qualité de la poudre détergente.

Pour les autres installations, on recommande le STPP à vitesse d'hydratation faible ou moyenne. Ceci permet d'éviter la formation de grumeaux lors de la préparation de la slurry, mais nécessite un temps de préparation plus long et une consommation d'énergie supplémentaire.



Figure 13 : la formule chimique avec une image de STPP

➤ **CMC: Carboxyméthyl cellulose de sodium:**

CMC est utilisé dans les sciences de l'alimentation comme une viscosité modificatrice ou épaississante, et pour stabiliser les émulsions dans divers produits, y compris la crème glacée. Comme additif alimentaire E466, il est également un composant de nombreux produits non alimentaires, tels que les lubrifiants personnels, dentifrice, les laxatifs, l'alimentation des pilules, l'eau à base de peintures, détergents, textile dimensionnement et divers papiers produits. Il est utilisé principalement parce qu'il a une haute viscosité, est non toxique, et il est généralement considéré comme hypoallergénique.

Les propriétés fonctionnelles des CMC dépendent du degré de substitution de la structure de la cellulose (par exemple, le nombre des groupes hydroxyle qui ont participé à la réaction de substitution), ainsi que la longueur de chaîne de la structure de squelette de cellulose et le degré de groupement des substituants carboxyméthyle. Son rôle au cours du lavage est d'assurer l'anti redéposition des salissures sur le tissu et maintient les salissures en suspension dans la solution de lavage.

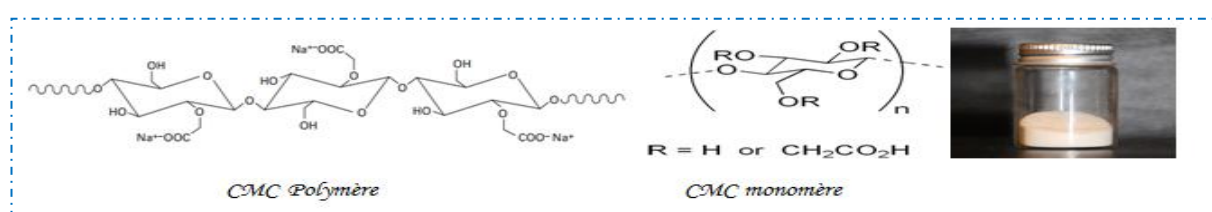


Figure 14 : la formule chimique avec une image de CMC

➤ **Tinopale:4,4'-bis (2-sulfostyryl) bi phényle de di-sodium** est un azurant optique utilisé dans les produits pour lessive, les détergents et l'industrie du papier pour améliorer la couleur blanche du produit final, son effet est assuré avec le soleil.

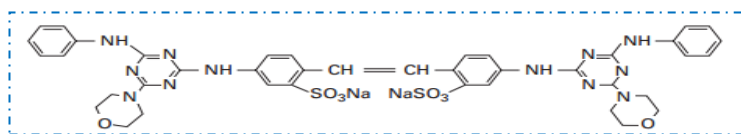


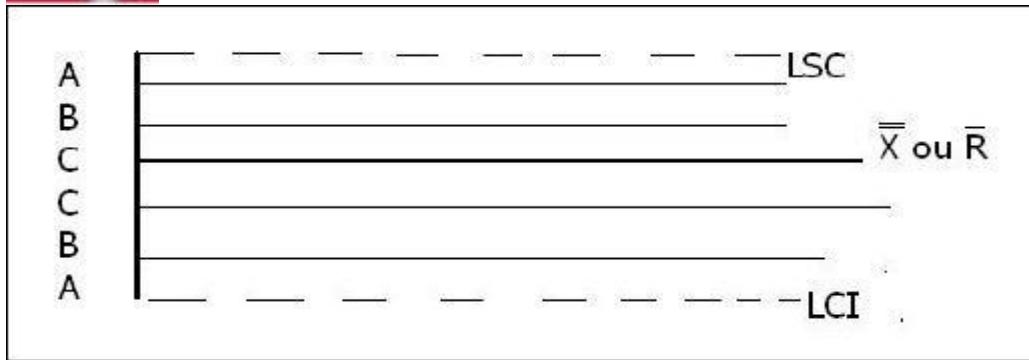
Figure 15 : la formule chimique de Tinopale

II-Matériels et méthodes d'analyse effectuée au niveau du laboratoire :

La maîtrise Statistique des processus SPC (Statistical Process Contrôle) est actuellement introduite dans de très nombreuses entreprises pour assurer la qualité des produits fabriqués elle devient indispensable pour atteindre " le Zéro défaut ". Son objectif ultime est de détecter les éventuels dérivés du processus de fabrication et d'y porter remède avant que les produits non conformes ne soient fabriqués. L'utilisation de cette méthode déborde maintenant le cadre de la fabrication de biens matériels pour s'étendre à la prestation de service.

Dans un procédé, les matières premières sont introduites dans un ordre spécifique et subissent une série de transformations pendant un certain temps qui peut être fixe ou variable donnant alors lieu à des procédés à temps fixe ou à temps variable. Des variables sont ensuite analysées pour vérifier s'il correspond à des standards de qualité désirés. Le suivi du procédé s'effectue à travers un ensemble de variables caractéristiques du procédé prélevées par un échantillonnage en ligne au fur et à mesure de son déroulement. Les données se présentent sous la forme d'un tableau des données, dues à la nature multidimensionnelle et dépendante des données issues de tels procédés, les cartes de contrôle multi variées sont alors les seules adéquates pour le contrôle de leur qualité.

- ◆ **La carte de contrôle :** est l'un des outils de base utilisé pour démontrer qu'un processus est sous contrôle statistique.
 - ✓ Appliquée aux activités analytiques, elle permet d'évaluer la fiabilité et la précision des procédures analytiques.
 - ✓ Une carte de contrôle peut être établit à partir des résultats des analyses de routine de : Matériau de référence, Blanc de la méthode, Duplicata etc.
 - ✓ Généralement la carte de contrôle de base se présente comme suit:



Avec:

\bar{X} : La valeur relative ou la moyenne

LSC : La limite de supérieur de contrôle

LCI: La limite inférieure de contrôle

III-La validation d'une méthode d'analyse :

1-Définition de la validation:

C'est une étape de suivi d'un ensemble d'opérations et processus afin de répondre à des critères dont l'objectif est de déterminer et d'évaluer la fiabilité et l'efficacité de la méthode proposée. Le laboratoire devra soumettre alors la méthode usuelle considérée à plusieurs évaluations.

La validation alors étudie et caractérise les paramètres des performances globales et les limites des méthodes d'essai, de plus elle atteste qu'une méthode convient à l'exécution d'une certaine tâche dès lors que l'on tient compte des incertitudes. Ses critères sont :

- ❖ *Applicabilité*
- ❖ *Linéarité*
- ❖ *Sensibilité*
- ❖ *Limite de détection*
- ❖ *Limite de quantification*
- ❖ *Spécificité*
- ❖ *Fidélité:*
- ▣ *Répétabilité*
- ▣ *Limite de Répétabilité" r"*
- ▣ *Reproductibilité*
- ▣ *Limite de reproductibilité" R"*
- ❖ *Robustesse*
- ❖ *Justesse*

➤ **Applicabilité :**

Pour une analyse quantitative le domaine d'application d'une méthode est déterminé en examinant des échantillons avec des concentrations de substances différentes et en déterminant l'intervalle de concentration pour lequel la fidélité et la justesse peuvent être atteintes.

➤ **Linéarité :**

Capacité à l'intérieur d'un certain intervalle d'obtenir des résultats directement proportionnels à la concentration

- ▣ Courbe de réponse
- ▣ Vérification du modèle de régression. Le modèle doit bien expliquer les variations des réponses
- ▣ Vérification du domaine de linéarité (absence de courbure)

➤ **Sensibilité :**

Rapport de la variation de la grandeur mesurée (Δx) à la variation correspondante de la concentration en l'élément à doser (Δc). Elle est représentée par la pente:

$$S = \frac{\Delta X}{\Delta C}$$

↳ La méthode est d'autant plus sensible que S est grand.

Limite de détection: La limite de détection est la plus petite quantité du composé à doser pouvant être détectée mais non nécessairement quantifiée comme exacte. La limite de détection est un paramètre des essais limites. $LD = \bar{X} + 3 \cdot S$

Limite de quantification : La limite de quantification est la plus petite quantité du composé pouvant être dosé par la méthode.

$$LQ = 5 \times LD$$

➤ **Spécificité :**

Une méthode est dite spécifique lorsqu'elle permet de mesurer l'analyte avec la garantie que le résultat ne provient que de l'analyte.

➤ **Fidélité :**

La fidélité correspond à l'étroitesse de l'accord (degré de dispersion, CV) entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de Répétabilité ou de reproductibilité pour une méthode.

✓ **Répétabilité:** La répétabilité est l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'analyse indépendants entre eux obtenus avec la méthode considérée sur un même échantillon, dans le même laboratoire, avec le même opérateur utilisant le même matériel, dans un court intervalle de temps.

↳ **Limite de répétabilité 'r':** C'est la valeur en dessous de laquelle on peut estimer que se situe la différence absolue entre deux résultats d'analyse unique, obtenus dans les conditions de répétabilité et ce, avec une probabilité de 95 %. L'écart type de répétabilité " S " est l'écart type des résultats obtenus dans les conditions de la répétabilité. C'est un paramètre de la dispersion des résultats, obtenu dans les conditions de la répétabilité. Elle se calcule comme suit :

Si le CV est inférieur à 10%, la méthode est répétable.

$$r = S_r \times 2 \times \sqrt{2}$$

✓ **Reproductibilité :** Elle correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans des laboratoires différents et dans les conditions suivantes : analyste différent, appareil différent, jour différent ou même jour.

↳ **Limite de reproductibilité 'R':** Valeur en dessous de laquelle on peut espérer que la différence absolue entre deux résultats d'essai unique, obtenus dans des conditions de reproductibilité, se situe avec une probabilité de 95%.

Elle se calcule comme suit :

$$R = S_R \times 2 \times \sqrt{2}$$

Si le CV est inférieur à 10%, la méthode est reproductible.

Comparaison des variances de deux séries effectuées dans des conditions de reproductibilité par le test de Fisher.

➤ **Robustesse:**

La robustesse est la capacité, pour une méthode, de donner des résultats proches en présence de faibles changements de conditions expérimentales susceptibles de se produire dans l'utilisation de la procédure.

Les cartes de contrôle permettent de suivre la stabilité de la méthode au cours du temps.

➤ **Justesse :**

C'est l'étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée.

2-Quelques notions statistiques :

2-1 La moyenne : La moyenne ou moyenne arithmétique \bar{X} est la quantité obtenue en divisant la somme des résultats individuels des différentes prises par le nombre de mesures effectuées

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

2-2 L'étendue : L'étendue, ou l'amplitude d'une série de mesure est égale à la différence entre la plus grande valeur et la plus petite. $R = X_{\max} - X_{\min}$

2-3 L'écart type: Ecart type de l'échantillon, qui est une mesure de précision est égale à la racine carrée de la variance.

2-4 Le coefficient de variation : Il permet d'apprécier la représentativité arithmétique par rapport l'ensemble des donnés.

- Si le CV est inférieur à 10%, la méthode est reproductible. $CV = \frac{s}{\bar{X}} \times 100$
- Comparaison des variances de deux séries effectuées dans des conditions de reproductibilité par le test de Fisher.

IV-la validation de la matière active anionique :

Principe:

Détermination dans un milieu composé de deux phases eau-chloroforme, de la teneur en matière active

anionique par titrage à l'aide d'une solution titrée de matière active cationique (chlorure de benzéthonium ou l'hyamine), en présence d'un indicateur qui est mélange de colorant cationique (bromure de dimidium) et de colorant anionique (bleu acide 1) : *Mixed indicateur acidifié*

Réactifs :

- ✓ 2,9 g de la poudre finis de Mio
- ✓ Eau distillé
- ✓ Ethanol 10%
- ✓ Mixed indicateur acidifié
- ✓ Chloroforme
- ✓ Hyamine 0,004 M

Matériels :

- Fiole de 500ml
- Pipette de 10 ml
- Becher de 250 ml
- Eprouvette de 50ml
- Agitateur magnétique
- Barreau magnétique

Préparation de l'échantillon :

- ☐ Peser P=2,9 de l'échantillon dans une bécher
- ☐ Ajouter 250 ml de l'eau distillé et agiter jusqu'à la dissolution totale
- ☐ Transférer le tout dans une fiole de 500 ml et compléter avec l'eau distillé jusqu'au trait et agiter
- ☐ En cas d'apparition de la mousse ajouter des gouttes de l'éthanol

Titration :

- ☐ A l'aide d'une pipette prélever 10 ml de l'échantillon préparé
- ☐ Mettre le 10 ml prélevé dans une bécher de 100 ml ;
- ☐ A l'aide d'une éprouvette de 50 ml ajouter :
 - 20 ml de mixed indicateur acidifiée
 - 10 ml de l'eau distillé
 - 15 ml du chloroforme
 - Titrer le contenu par l'hyamine 0,004 M ajouter 1ml de l'hyamine jusqu'à la disparition totale de la coloration rose

1-Expression des résultats :

La teneur en matière active anionique exprimée en % est donnée par l'expression:

$$\%MA = \frac{V \cdot N \cdot 5 \cdot MM}{PE}$$

V: volume de l'hyamine utilisé pour le titrage en ml

N: la normalité de l'hyamine utilisé pour le titrage

MM: la masse molaire de surfactant anionique, MM(LABSA) =323g /mol

PE : la prise d'essai

Les résultats d'analyses :

1-1 Test de fidélité :

➤ La répétabilité :

Pour déterminer la répétabilité il faut déterminer 10 fois les teneurs de la matière active dans la poudre fine ainsi la teneur moyenne et l'écart type S .C'est pour cela on a effectué 10 analyses dans les conditions de répétabilité et le tableau suivant représente les résultats obtenus :

Tableau 4 : résultats obtenus au cours de l'analyse de la matière active pour l'étude de la répétabilité

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

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

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

$$r = 2 \times \sqrt{2} \times S$$

$$Ir = [\bar{X} - r; \bar{X} + r]$$

Essais	% de la matière active dans la poudre finis (Mio)
1	20,72
2	20,90
3	20,10
4	20,10
5	20,20
6	20,39
7	20,90
8	20,64
9	20,71
10	20,68
La moyenne \bar{X}	20,534
La valeur maximale	20,90
La valeur minimale	20,10
Ecart-type S_r	0,312
CV %	1,535
Limite de répétabilité	0,881
Valeur supérieure de répétabilité	21,40
Valeur inférieur de répétabilité	19,64

Interprétation : Les résultats ci-dessus montrent que la valeur minimale est de 20,10 alors que celle maximale est de 20,9. Ces deux valeurs appartiennent au domaine de tolérance de répétabilité qui est [19,64 -21,40] ce qui permet de dire que la répétabilité est prouvée. Après avoir calculé le coefficient de variation, on peut conclure que la répétabilité est atteinte et que la méthode donne des résultats identiques.

➤ *La reproductibilité :*

Pour déterminer la reproductibilité, on a effectué deux séries de dix essais effectués, dans des conditions de reproductibilité (dans notre cas on a changé le facteur temps et opérateur) sur des échantillons de la poudre finie de Mio. Les résultats obtenus sont montrés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 5 : résultats obtenus au cours de l'analyse de la MA pour l'étude de la reproductibilité

Essais	Operateur N°1	Operateur N °2
1	20 ,68	19,69
2	19 ,73	19,82
3	19,98	20,72
4	19,94	19,38
5	19,98	19 ,60
6	19,82	20,24
7	20,24	20 ,04
8	20 ,10	19,94
9	19,73	20,04
10	20,72	20,49
La moyenne	20,092	19,996
La valeur maximale	20,72	20,72
La valeur minimale	19 ,73	19,38
Ecart-type S_R	0,357	0,408
%CV	1,78	2,03

Test de FISHER :

C'est un test d'hypothèse statistique qui permet de tester d'égalité de deux variances, Pour comparer la précision de deux méthodes ou de deux séries de mesures en faisant le rapport F de deux variances avec la plus grande variance au numérateur. D'où la règle générale est :

$$F = \frac{S_2^2}{S_1^2}$$

Ce rapport est comparé à la valeur critique F_{th} de Fisher donnée par la table (table B dans l'annexe) à l'intersection de la colonne (n₁-1) et la ligne (n₂-1)

Si F < F_{th}, les deux variances ne diffèrent pas significativement

Si $F \geq F_{th}$ les deux variances diffèrent significativement.

Tableau 6: les résultats de reproductibilité

Test d'égalité des variances	Série 1	Série 2
Moyenne	20,092	19,996
Ecart-type	0,357	0,408
Variance	0,127449	0,166464
Observations	10	10
Degré de liberté	9	9
F calculé	1,30612	
Valeur critique pour F	3,18	

Interprétation:

On constate que pour les 2 séries d'analyses la valeur observée F est inférieure à la valeur critique F_{th} correspondante, d'où l'égalité des variances.

Donc la méthode d'analyse de % MA dans la poudre est reproductible.

2-2 La justesse:

Tableau 7: résultats des analyses effectuées de la MA pour l'étude de la justesse

Essais	% MA
1	19,98
2	20,64
3	20,35
Moyenne	20,31
Valeur maximale	20,64
Valeur minimale	19,98
Ecart –type	0,33
Valeur de référence	20± 1

Interprétation: On constate que la valeur moyenne est bien incluse dans l'intervalle de tolérance [19;21] par l'échantillon d'essai inter laboratoire, donc la justesse de la méthode est prouvée.

2-3 La robustesse:

Pour améliorer la qualité et le rendement, minimiser les causes de variation, mieux connaître le lot et le stabiliser, on a mis à profit les techniques de base du CSP et qui sont les cartes de contrôle par variables. C'est pour cela qu'on va tracer une carte de contrôle de 20 analyses (chaque analyse est la moyenne de 3

analyses : n=3) et voici le tableau des résultats :

Tableau N°8: resultants des analyses effectuées de la MA pour l'étude de la robustesse

Essais	% MA
1	19,67
2	19,93
3	20,14
4	20,04
5	20,12
6	19,92
7	20,18
8	19,73
9	19,98
10	20,71
11	20,10
12	20,38
13	19,70
14	20,14
15	20,04
16	19,82
17	20,17
18	20,41
19	19,88
20	19,76
Moyenne	20,041
Ecart-type	0,2615

Calcul des limites de contrôle:

LSC(X) = x + (3 * s) =20, 82

LIC(X) = x - (3 * s) =19, 26

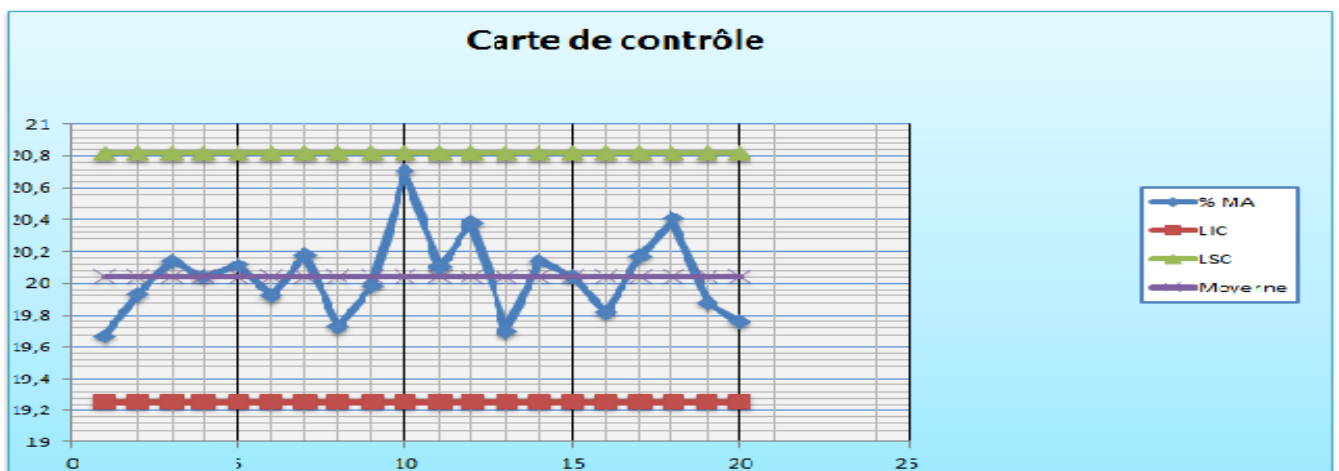


Figure 16 : illustrant la carte de contrôle pour la moyenne

Points hors contrôle :

On constate que tous les points sont inclus entre les deux limites de contrôles: absence de point hors limite.

Test de série:

On note une absence de série de points descendants ou ascendants.

Test de périodicité

On compte le nombre de points N d'intersection de la ligne de référence avec le graphique. On trouve $N = 11$, on ajoute alors 1 à la valeur trouvée $N+1 = 12$

On compte par la suite le nombre de points au-dessous et au-dessus de la moyenne:

Le nombre de points au-dessous $G: 11$ alors que Le nombre de points au-dessus $P=9$

D'après la table B (Annexe) on a $N(G=11, P=9) = 6$

Alors on peut déduire que $N+1 > N(G, P)$: le test est donc positif.

- On déduit donc que la méthode d'analyse de % MA dans la poudre finis e est stable, ce qui permet de dire qu'elle est robuste.



Conclusion

L'objectif d'une validation consiste à démontrer que la méthode utilisée par le laboratoire est apte à l'emploi prévu .

Nous pouvons conclure que l'application des différents critères de validation a montré que la méthode utilisée est la performances nécessaire pour répondre aux exigences réglementaires dans le domaine des analyses prévues.

La validation de la méthode d'analyse de la matière active dans la poudre finie par titrage à été effectuée en évaluant les critères de validité :

- La fidélité est vérifiée par le calcul des coefficients de variations de répétabilité et de la reproductibilité
- La justesse est vérifiée par estimation du recouvrement moyen et de son intervalle de confiance.
- La carte de contrôle est vérifiée par le calcul de chacune des limites supérieure et inférieure pour la moyenne.

En fin mon stage de fin d'étude m'a permis d'appliquer mes connaissances statistiques acquises durant ma formation en licence, m'a aussi permis d'avoir une idée pratique sur la démarche de la validation , la structure de l'organisation, la répartition des responsabilités et les relations humaines.

Annexes

Valeurs critiques pour un nombre de fois où la fluctuation coupe la ligne

La probabilité d'un nombre égal ou plus petit de points qui se situent de chaque côté de la ligne central n'est pas plus grand que $\alpha=0,95$.

Compter le nombre de points au-dessus et en-dessous de la ligne centrale.

C \ P	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
6	3														
7	4	4													
8	4	4	5												
9	4	5	5	6											
10	5	5	6	6	6										
11	5	5	6	6	7	7									
12	5	6	6	7	7	8	8								
13	5	6	6	7	8	8	9	9							
14	5	6	7	7	8	8	9	9	10						
15	6	6	7	8	8	9	9	10	10	11					
16	6	6	7	8	8	9	10	10	11	11	11				
17	6	7	7	8	9	9	10	10	11	11	12	12			
18	6	7	8	8	9	10	10	11	11	12	12	13	13		
19	6	7	8	8	9	10	10	11	12	12	13	13	14	14	
20	6	7	8	9	9	10	11	11	12	12	13	13	14	14	15

Table B

La fonction de répartition de la loi de Fisher ($P = 0,95$)

v_1	v_2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14
1	1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	244	245
2	1	18,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4
3	1	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,74	8,71
4	1	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91	5,87
5	1	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,68	4,64
6	1	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00	3,96
7	1	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,57	3,53
8	1	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,28	3,24
9	1	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,07	3,03
10	1	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,91	2,86
11	1	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,79	2,74
12	1	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,69	2,64
13	1	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,60	2,55
14	1	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,53	2,48
15	1	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,48	2,42
16	1	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42	2,37
17	1	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,38	2,33
18	1	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34	2,29
19	1	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,31	2,26
20	1	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,28	2,22
21	1	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25	2,20
22	1	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,23	2,17
23	1	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,20	2,15
24	1	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,18	2,13
25	1	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,16	2,11
26	1	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15	2,09
27	1	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20	2,13	2,08
28	1	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12	2,06
29	1	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10	2,05
30	1	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,09	2,04
32	1	4,15	3,29	2,90	2,67	2,51	2,40	2,31	2,24	2,19	2,14	2,07	2,01
34	1	4,13	3,28	2,88	2,65	2,49	2,38	2,29	2,23	2,17	2,12	2,05	1,99
36	1	4,11	3,26	2,87	2,63	2,48	2,36	2,28	2,21	2,15	2,11	2,03	1,98
38	1	4,10	3,24	2,85	2,62	2,46	2,35	2,26	2,19	2,14	2,09	2,02	1,96
40	1	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,00	1,95
50	1	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,03	1,95	1,89
60	1	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92	1,86
70	1	3,98	3,13	2,74	2,50	2,35	2,23	2,14	2,07	2,02	1,97	1,89	1,84
80	1	3,96	3,11	2,72	2,49	2,33	2,21	2,13	2,06	2,00	1,95	1,88	1,82
90	1	3,95	3,10	2,71	2,47	2,32	2,20	2,11	2,04	1,99	1,94	1,86	1,80
100	1	3,94	3,09	2,70	2,46	2,31	2,19	2,10	2,03	1,97	1,93	1,85	1,79
∞	1	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	1,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75	1,69

Références bibliographiques

- ❏ *Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec :*
Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie
- ❏ *Cours de Métrologie et Assurance qualité, Génie Analytique ; Pr .R BCHITOU,*
page 16
- ❏ *étude de positionnement de la branche savons, détergents et produits d'entretien*
– cahier du cepi n°24 – novembre 2004

