

**COTTON TESTING IN
WEST AND CENTRAL AFRICA
CHAPTER 6.5
ANNEX C: PROCEDURES**

**Project CFC/ICAC/33
Commercial Standardization of
Instrument Testing of Cotton
with particular consideration of Africa**



This project is co-funded by the European Union
and the Common Fund for Commodities



ANNEXES

- **PROCEDURE DE RETEST DU CTCRIC-AOC**
- **PROCEDURE DE TEST INTER-LABORATOIRES REGIONAL DU CTCRIC-AOC**
- **PROCEDURE D'ANALYSE DES ECHANTILLONS DE COTON SUR CMI**

PROCEDURE DE RETEST DU CTRCIC-AOC

1. But :

Afin de vérifier la reproductibilité de résultats des échantillons testés par les laboratoires, il est prévu de soumettre un certain pourcentage de ces échantillons au CTRCIC-AOC pour contre-essai. Le CTRCIC-AOC fera au moins deux tests/résultats sur chaque échantillon selon la procédure de contrôle normalisé définie par le comité de travail de CSITC, pour vérifier si des limites données de reproductibilité sont obtenues.

- a) Le but de la procédure est d'assurer que
 - i) Le pourcentage des échantillons à envoyer pour revérification est donné (voir annexe A, clause A.1),
 - ii) La taille de l'échantillon est définie (voir annexe A, clause A.2),
 - iii) La logistique de transport est arrangée (voir annexe A, clause A.3)
- b) Les échantillons soient correctement reçus et enregistrés par le laboratoire du CTRCIC-AOC et que les laboratoires régionaux respectifs en soient informés (voir annexe A, clause A.3)
- c) Les échantillons soient correctement conditionnés pendant 24 heures selon les conditions standards de l'ASTM, soit à 21 ± 1 °C et $65\pm 2\%$ d'humidité relative, et testés à temps (voir annexe A, clause A.4)
- d) Les résultats soient correctement évalués et envoyés aux laboratoires régionaux pour que ceux-ci puissent améliorer leurs laboratoires si besoin est (voir annexe A, clause A.5)
- e) Les échantillons soient correctement entreposés par le laboratoire du CTRCIC-AOC (voir annexe A, clause A.6)

2. Domaine d'application:

La procédure s'applique aux échantillons à revérifier provenant des laboratoires de la région du CTRCIC-AOC, y compris d'autres laboratoires africains qui ne sont pas directement encadrés par le RTC.

3. Responsabilités et autorités

Il est de la responsabilité des experts du CTRCIC-AOC d'appliquer et de maintenir cette procédure.

4. Référence:

- 1) F01/RTW004 : Registre des échantillons à revérifier pour le CTRCIC-AOC

ANNEXE A : DESCRIPTION DÉTAILLÉE

A.1) Nombre d'échantillons pour le contre-essai

- Laboratoires avec 1 à 10 échantillons par jour; 1 échantillon à sélectionner par jour pour revérification
- Laboratoires avec 11 à 40 échantillons par jour; 10% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification
- Laboratoires avec 41 à 100 échantillons par jour; 5% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification
- Laboratoires avec 101 à 200 échantillons par jour; 2,5% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification
- Laboratoires avec 201 à 500 échantillons par jour; 2% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification
- Laboratoires avec plus de 500 échantillons par jour; 1% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification

NOTE:

- Si le nombre d'échantillons obtenus est un nombre décimal, veuillez arrondir au nombre entier le plus proche
- Choisir les échantillons à intervalles réguliers, en commençant par l'échantillon n° 2 et en continuant comme suit :
 - Laboratoires avec 1 à 10 échantillons par jour; 1 échantillon à sélectionner par jour pour revérification: → échantillon n° 2
 - Laboratoires avec 11 à 40 échantillons par jour; 10% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification: → échantillon n° 2, 12, 22 etc.
 - Laboratoires avec 41 à 100 échantillons par jour; 5% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification: échantillon n° 2, 22, 42, 62 etc.
 - Laboratoires avec 101 à 200 échantillons par jour; 2,5% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification: échantillon n° 2, 42, 82, 102 etc.
 - Laboratoires avec 201 à 500 échantillons par jour; 2% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification: échantillon n° 2, 52, 102, 152 etc.
 - Laboratoires avec plus de 500 échantillons par jour; 1% d'échantillons à sélectionner par jour pour revérification: échantillon n° 2, 102, 202, 302 etc.

A.2) Taille / Emballage des échantillons

- Les laboratoires participants devront envoyer au laboratoire du CTCIC-AOC des échantillons d'au moins 150 g chaque.
- Si l'échantillon typique de laboratoire pèse moins de 150 g, un accord spécial doit être conclu entre le laboratoire participant et le CTCIC-AOC.
- Pour les échantillons de plus de 300 g, les laboratoires participants peuvent prendre la décision de diviser l'échantillon et de n'en envoyer qu'une partie.
- Le papier craft/d'emballage ou les sacs en polypropylène doivent être utilisés comme matériel d'emballage approprié.

A.3) Logistique de transport

- **Moyens**
 - Échantillons : Transport par bus, poste, service express ou coursier;
 - Résultats des tests de laboratoire: par email sous forme de fichier (.dat, .csv, ou similaire) exporté de l'instrument d'essai, comme fichier excel ou en version imprimée avec les échantillons ;
 - Rapport de contre-essai: par email sous forme de fichier .pdf.

- **Fréquence**
 - Échantillons: accumulés au plus 15 jours avant envoi
 - Résultats des tests de laboratoire: avec les échantillons
 - Rapport de contre-essai :
 - Les divergences importantes seront brièvement signalées par écrit.
 - Rapport pour chaque livraison d'échantillons.
 - Rapport de synthèse tous les mois.

Note 1: Comment livrer les échantillons pour revérification au CTCRIC-AOC

- Les échantillons devront être acheminés aux CTR avec un moyen de transport bon marché. Les laboratoires décident du type de transport après consultation du CTCRIC-AOC.
- La durée transport ne devra pas dépasser une semaine.
- Au total le rassemblement des échantillons et leur livraison ne devront pas prendre plus de 3 semaines.

Note 2: Comment vérifier les résultats des laboratoires participants

- Les laboratoires doivent présenter leurs résultats des lots dont le CTCRIC-AOC a reçu des échantillons à revérifier, afin que ceux-ci puissent être comparés aux résultats obtenus par le CTCRIC-AOC. Pour assurer la confidentialité des noms des détenteurs desdits résultats, seuls le numéro des lots, les résultats de paramètre et le numéro des échantillons testés apparaîtront dans la liste imprimée.
- Au niveau du CTCRIC-AOC, ces résultats seront traités de manière confidentielle et séparés des échantillons pour éviter toute erreur de contrôle de la part des opérateurs du laboratoire du CTCRIC-AOC.

A.4) Comment tester

- Les échantillons doivent être correctement conditionnés pendant 24 heures selon les conditions standards de l'ASTM, soit à 21 ± 1 °C et $65\pm 2\%$ d'humidité relative, ou jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint et prouvé.
- Les échantillons doivent être testés au plus tard une semaine après réception.
- Les échantillons doivent être testés au moins 2 fois. Les tests doivent être effectués deux jours différents.

A.5) Comment évaluer les résultats

- L'évaluation sera faite à partir d'un formulaire Excel spécialement conçu à cette fin.
- Les limites de reproductibilité seront déterminées d'après les limites de reproductibilité de l'USDA :
 - Micronaire : ± 0.1 mic
 - Ténacité : ± 1.5 g/tex
 - Longueur UHML : ± 0.02 pouce = 0.508 mm
 - Uniformité de longueur : ± 1.0 %
 - Couleur Rd : ± 1.0
 - Couleur +b : ± 0.5
- Chaque laboratoire reçoit un rapport détaillé chaque mois
 - Tableaux avec les résultats des tests
 - Part de reproductibilité des résultats (combien de différences y a-t-il entre les résultats du laboratoire et ceux du CTCIC-AOC dans les limites données);
 - Graphique montrant la répartition des différences,

A.6) Stockage des échantillons

- Soit le RTC gardera les échantillons aussi longtemps que les laboratoires le demanderont ;
 - Au moins 6 semaines mais pas plus de 6 mois
- Soit sur demande, le CTCIC-AOC renverra les échantillons aux frais du laboratoire ;
- Des solutions précises et adaptées peuvent être définies avec chaque laboratoire ;
- Une sous-partie des échantillons sera envoyée à FIBRE pour réévaluation et stockage.

A.7) Coût de la revérification

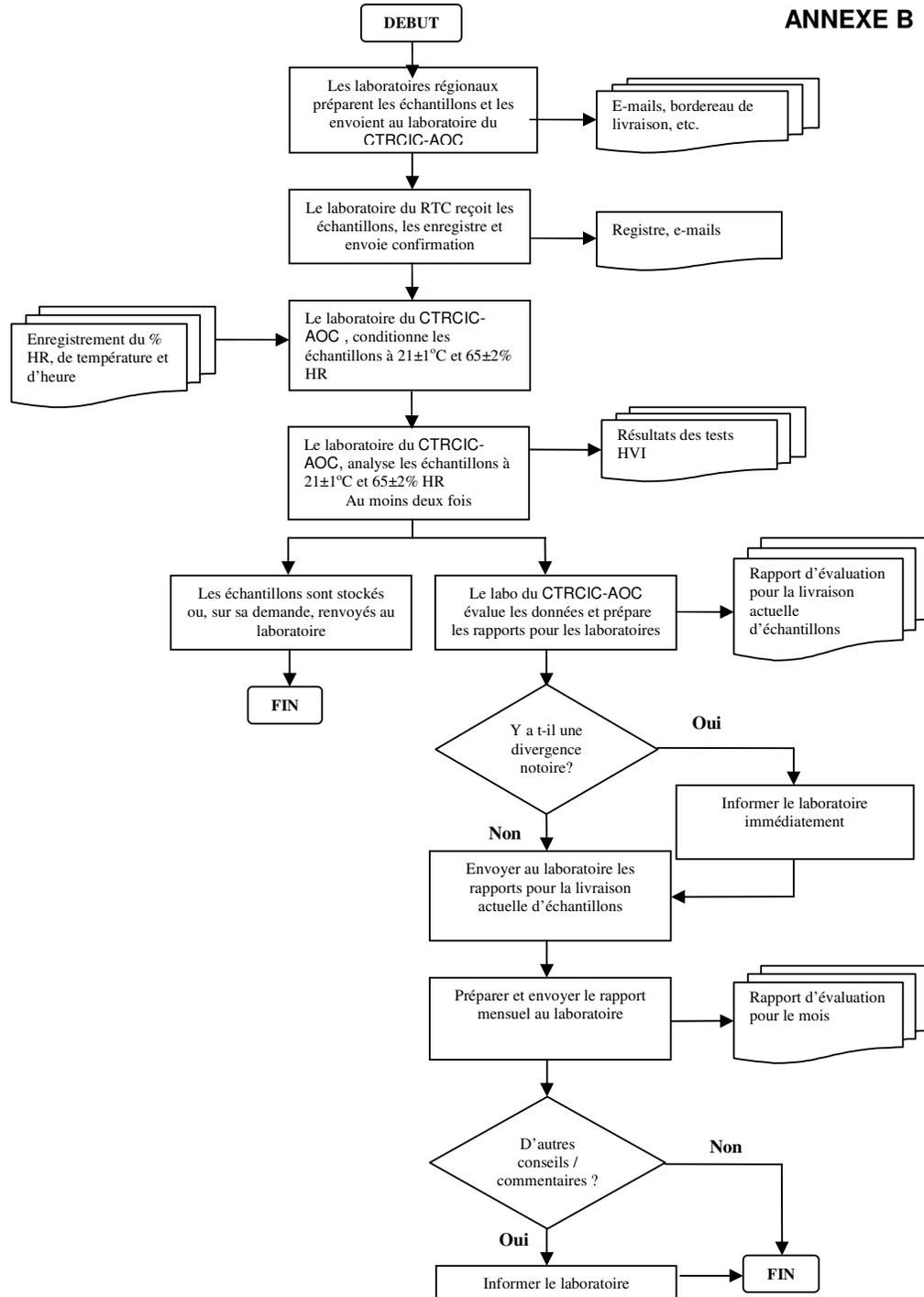
- Les tests sont gratuits durant le projet CFC/ICAC/33 (jusqu'en novembre 2011),
- Les laboratoires doivent prendre en charge les frais de transport,
- Après la fin du projet un montant défini sera facturé pour les tests de contrôle sur les échantillons,
- Après la fin du projet des dispositions seront prises pour réduire le nombre des échantillons à revérifier afin de minimiser le coût pour des laboratoires.

A.8) Participation aux contre-essais du CTCIC-AOC

La participation des laboratoires au programme de contre-essai du CTCIC-AOC est recommandée, mais pas obligatoire. Cependant, nous encourageons chaque laboratoire de la région à y prendre part car la participation fournit des informations importantes sur la reproductibilité des résultats du laboratoire.

La participation peut être éditée comme « revérifié par le CTCIC-AOC sur la reproductibilité ».

ANNEXE B



PROCEDURE DE TESTS INTER-LABORATOIRES REGIONAL DU CTCRIC-AOC

1. But:

Le but de la procédure est d'assurer que

- 2) Les échantillons sont préparés correctement pour le test inter-laboratoires quant à :
 - i) La taille de l'échantillon
 - ii) L'emballage approprié
 - iii) La logistique de transport
- 3) Les échantillons sont correctement envoyés par les laboratoires du CTCRIC-AOC à tous les laboratoires participants, soit :
 - i) Code d'identité/identification de la balle.
 - ii) Communication efficace aux laboratoires participants de la date d'envoi et du moyen de transport utilisé.
- 4) Les échantillons sont correctement reçus et enregistrés par le laboratoire du CTCRIC-AOC et que les laboratoires régionaux respectifs en soient informés.
- 5) Les échantillons sont correctement conditionnés à 21 ± 1 °C et $65 \pm 2\%$ d'humidité relative, et testés dans les temps.

2. Domaine d'application:

La procédure s'applique au test inter-laboratoires exécuté par le Centre Technique Régional de Classement Instrumental du Coton d'Afrique de l'Ouest du Centre.

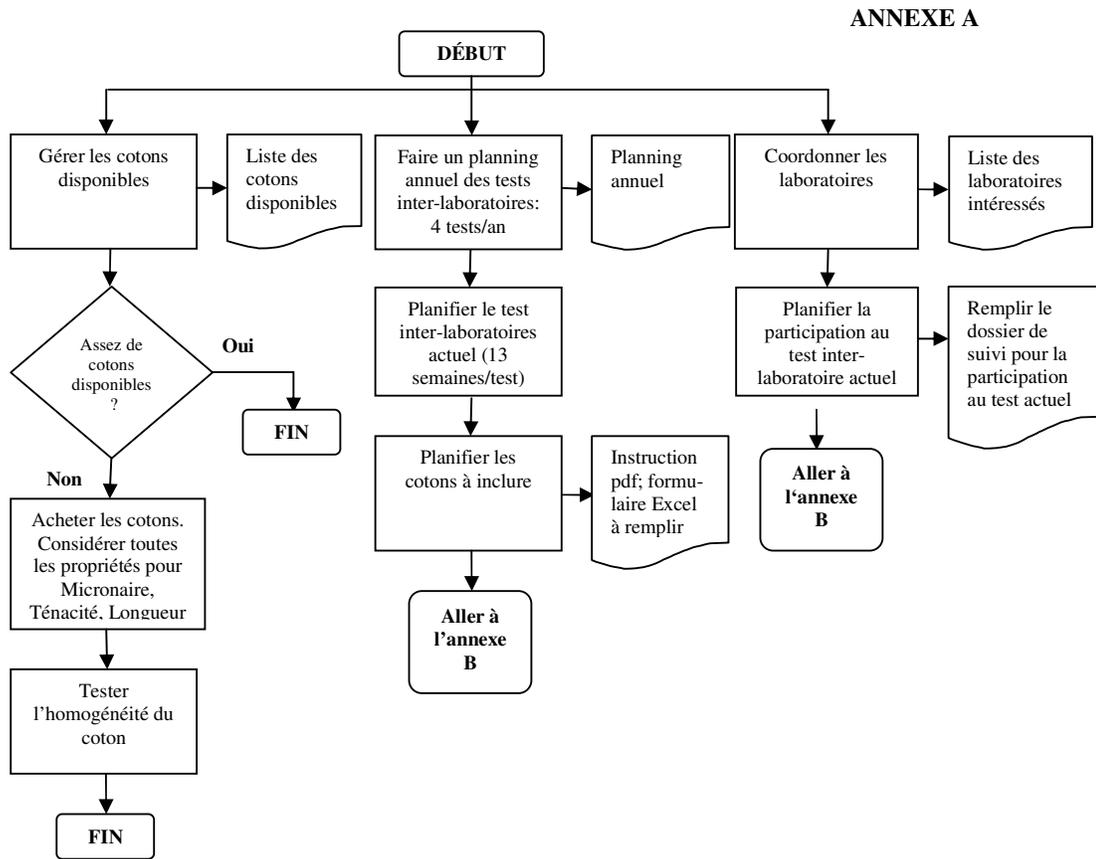
3. Responsabilités et autorités

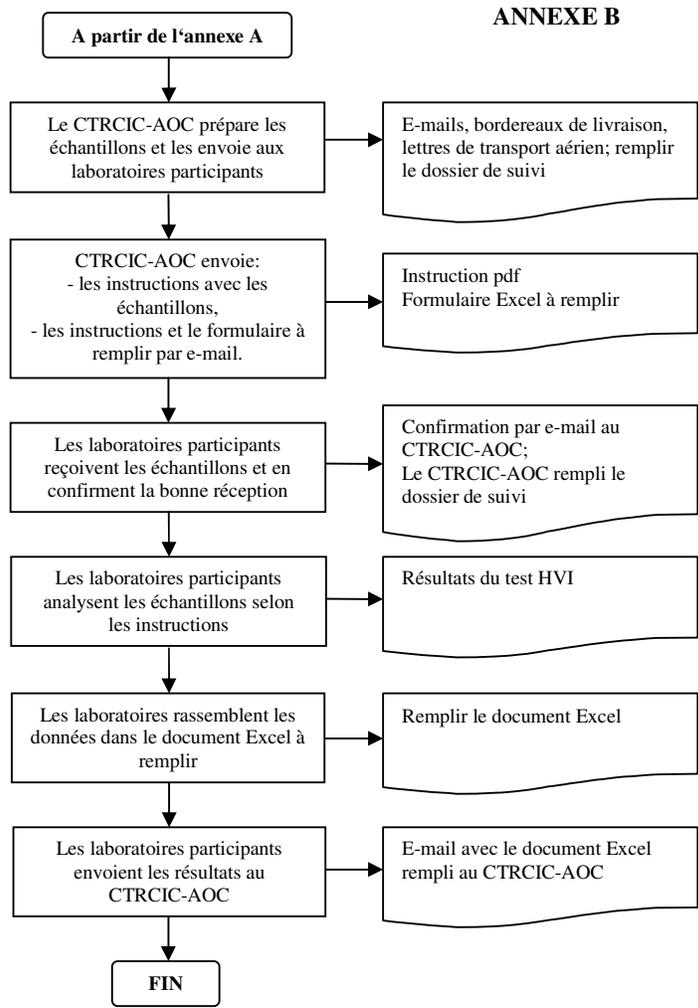
Il est de la responsabilité des experts et du personnel du CTCRIC-AOC d'appliquer et de maintenir cette procédure.

4. Référence:

- 2) F01/RTW003 : Registre des échantillons de tests inter-laboratoires

5) Description des activités





PROCEDURE D'ANALYSE DES ECHANTILLONS DE COTON SUR CMI

1. But

L'objet de la présente procédure est de :

- décrire un mode opératoire bien déterminé pouvant aboutir à des résultats de mesure fiables sur la Chaîne de Mesures Intégrées (CMI); étapes allant des conditions atmosphériques du laboratoire à la réalisation des analyses de caractérisation sur des échantillons de fibres de coton.
- Fournir aux utilisateurs les gammes de valeurs constituant l'information de base concernant les résultats d'analyse auxquels ils peuvent s'attendre.
- S'assurer que les recommandations pour l'utilisation de la CMI sont respectées (voir annexe A)

2. Domaine d'application :

La procédure s'applique aux échantillons à tester provenant des sociétés cotonnières, des centres de recherche et des acteurs de la filière coton d'Afrique de l'Ouest et du Centre.

3. Responsabilités et autorités:

Il est de la responsabilité des techniciens (opérateurs CMI) du Centre Technique Régional de Classement Instrumental du Coton d'Afrique de l'Ouest et du Centre (CTRCIC-AOC) sous l'autorité de l'expert du CTCRIC-AOC d'appliquer et de maintenir cette procédure.

4. Référence :

- 1) F01/RTW002 : Procédures d'essais HVI sur fibres de coton (RTC/PROC/02 - essai)
 - ASTM D5867-05
 - ASTM D1776-08
 - USDA HVI User Guide 2005
 - ITMF Guideline for HVI Testing 2001

ANNEXE A : DESCRIPTION DETAILLEE

A.1) Recommandations générales concernant le laboratoire

Les informations qui suivent sont fournies afin de donner aux techniciens de laboratoire un guide pour obtenir les meilleurs résultats avec la CMI.

Le manuel d'instruction doit être lu avec soin et les détails d'utilisation de la CMI bien compris.

Les pratiques suivantes aident à améliorer la qualité des résultats dans le laboratoire:

- le laboratoire doit être conditionné aux standards ASTM 24 heures par jour, 7 jours par semaine durant la saison de classement.
- le dispositif de climatisation doit être examiné régulièrement par des enregistreurs indépendants dans différents endroits du laboratoire pour assurer l'exactitude et l'uniformité de distribution dans tout le laboratoire de la température et de l'humidité relative de l'air aux normes ASTM.

Il ne devrait y avoir aucun manquement dans n'importe quel endroit du laboratoire dû au dispositif de climatisation, en particulier près de la CMI.

- l'équilibre de la balance micronaire étant sensible aux courants d'air, elle doit être protégée par une visière en plastique.
- les échantillons doivent être stockés ouverts dans le laboratoire conditionné, sur des étagères car il est nécessaire que l'air puisse pénétrer les échantillons par tous les côtés ; l'usage du papier ou des sacs plastiques est interdit.

A.2) Personnel

Pour atténuer la valeur de l'incertitude associée aux résultats de l'essai ou de l'étalonnage, il faut s'assurer que le technicien qui effectue les analyses:

- soit qualifié sur la base d'un niveau d'études, d'une formation, d'une expérience appropriées et/ou de compétences démontrées et doit avoir une connaissance satisfaisante des analyses entreprises selon ce qui est exigé.
- ait une connaissance pertinente de la technique employée sur les échantillons, ainsi que les défauts ou les dégradations pouvant survenir lorsqu'ils sont soumis aux essais.
- ait une compréhension de l'importance des écarts de résultats d'essais décelés par rapport à la normale.

A. 3) Installations et conditions ambiantes

La salle de classement du laboratoire doit respecter des conditions précises pour produire des résultats fiables de caractérisation.

Le système de conditionnement de l'air ambiant doit être puissant et respecter des tolérances strictes.

Le laboratoire est tenu de respecter les caractéristiques de la norme ASTM (*American Standard for Testing and Materials*) D 1776-08, qui décrit les caractéristiques standardisées de l'air ambiant comme suit :

- Température : 21°C +/-1°C
- Humidité relative 65 % +/- 2% en tout endroit du laboratoire où une mesure est réalisée par un enregistreur indépendant du système de régulation.

Afin de prouver la stabilité des conditions de l'air ambiant, les mesures doivent être :

- contrôlées et enregistrées avec des enregistreurs très sensibles (0,1°C ou mieux pour la température, 0,1 % pour l'humidité relative ou mieux),
- réalisées, contrôlées et enregistrées périodiquement ou en permanence
- réalisées 24 heures sur 24 et enregistrées pour vérifier l'aptitude du dispositif de conditionnement à respecter les tolérances de manière permanente,
- visualisées graphiquement pour s'assurer de l'aptitude du dispositif de conditionnement à respecter les tolérances de manière permanente,
- stockées en lieu sûr pour pouvoir éventuellement les examiner en cas de contestation des résultats produits par le laboratoire,
- acquises par des enregistreurs à raison d'un enregistreur par 50 m3 répartis dans la salle par référence à ISO 139.

A.4) Analyse des échantillons : modes opératoires

Les différentes mesures effectuées par la CMI sont enchaînées dans l'ordre suivant par l'opérateur pour minimiser le risque d'erreur et optimiser le rendement :

1. Prendre l'échantillon à tester de l'étagère placée à droite et retirer l'étiquette.
2. Scanner l'étiquette ou saisir le code au clavier.

3. Mettre approximativement 10g sur la balance pour la mesure du micronaire.
4. Placer 2 échantillons d'une épaisseur supérieure à 5 cm au centre des réceptacles du plateau couleur/Trash et presser le bouton couleur/trash.
5. Retirer 2 échantillons de 8 à 12 grammes pour effectuer la mesure longueur / ténacité. Les placer dans les tambours échantillonneurs et presser le bouton longueur/ ténacité.
6. Ceci permettra à la balance de se stabiliser. Si le poids n'est pas dans les limites permises, ajuster le poids de coton disposé sur la balance.
7. Vérifier que le poids afficher sur la balance correspond au poids afficher sur l'écran de la CMI.
8. Insérer tout le coton dans la chambre micronaire avec les deux doigts et fermer la porte du micronaire.
9. Placer l'échantillon testé dans l'étagère placée à gauche et remettre l'étiquette
10. Répéter la même séquence avec les échantillons qui suivent...

NB : Pour assurer la traçabilité des résultats, un enregistrement : les listings de résultats d'analyse ainsi que les fiches de résultats envoyées aux laboratoires (clients) doivent être conservés pour apporter la preuve de la réalisation des analyses.

Le technicien chargé d'effectuer les analyses **enregistrera ses mesures** sous forme informatique ou sous forme papier. Ces actions permettront de garantir une certaine **traçabilité**. Ces enregistrements permettront au laboratoire de remettre au client un rapport d'essai validé et dont les résultats seront sous assurance qualité.

Les résultats doivent être soumis au contrôle de l'expert du CTCIC-AOC, responsable du laboratoire. Ces résultats doivent être envoyés par email sous forme de fichier (dat, csv, Excel ou similaire) ou en version imprimée aux sociétés cotonnières, centres de recherche et aux particuliers.