



BURKINA FASO  
Unité – Progrès – Justice



MINISTRE DES ENSEIGNEMENTS  
SECONDAIRE ET SUPERIEUR  
(MESS)

MINISTRE DE L'INDUSTRIE DU  
COMMERCE ET DE L'ARTISANAT  
(MICA)

UNIVERSITÉ POLYTECHNIQUE DE  
BOBO – DIOULASSO  
(UPB)

HUILERIE ET SAVONNERIE DU  
FASO  
(HSF)

UNITÉ DE FORMATION ET DE  
RECHERCHE EN SCIENCES ET  
TECHNIQUES  
(UFR/ ST)

# MEMOIRE DE FIN DE CYCLE

## THEME

CONTRIBUTION A L'AMELIORATION DE  
LA QUALITE DE L'HUILE DE GRAINES DE  
COTON PAR LA MAITRISE DU SYSTEME  
DE RAFFINAGE : CAS DE L'HUILE FATIM

Présenté par :  
DRABO Emile

POUR L'OBTENTION DE LA LICENCE  
PROFESSIONNELLE EN GENIE-BIOLOGIQUE OPTION AGRO-ALIMENTAIRE

Maître de stage  
Mr Issa SANOU

Directeur de Mémoire  
Dr Jacques KABORE

## DEDICACE

Je dédie le présent document à :

*Mon Père DRABO Prospère*

*Ma Mère DRABO Salamata Angel*

*Mes frères en particulier Pascal et Pierre*

*Mes sœurs en particulier Marthe et Joséphine*

## REMERCIEMENTS

La réussite de nos activités et la rédaction du présent document ont été l'œuvre des efforts conjugués de plusieurs personnes à qui nous adressons de plein cœur tous nos sincères remerciements.

Nos remerciements vont particulièrement :

- ✓ au Docteur Jacques KABORE, notre Directeur de mémoire pour ses apports multiples à l'établissement du document ;
- ✓ à Monsieur Issa SANOU, Responsable qualité de HSF, notre Maître de stage pour ses nombreuses aides financières, morales, mais aussi pour ses bonnes formations professionnelles et pratiques ;
- ✓ à Monsieur Siaka BARRO, Directeur général de HSF de nous avoir accepté dans sa société dans le cadre de notre stage de fin de cycle;
- ✓ à Monsieur Moumouni BARRO, Chef d'usine pour sa clémence, ses encouragements, ses conseils, son partage d'expériences professionnelles ;
- ✓ à Monsieur Daouda BARRO, Comptable à HSF, pour ses conseils et ses encouragements ;
- ✓ au Professeur Sado TRAORE, Directeur de l'Unité de Formation et de Recherche en Sciences et Techniques (UFR/ST) pour sa détermination à la bonne formation des étudiants ;
- ✓ au Docteur Paulin OUOBA, Directeur Adjoint de l'Unité de Formation et de Recherche en Sciences et Techniques;
- ✓ au Docteur Lassina OUATTARA, Responsable du Département de Génie-biologique, pour nous avoir familiarisés aux manipulations de laboratoire ;
- ✓ à l'ensemble du corps professoral et administratif de l'Unité de Formation et de Recherche en Sciences et Techniques, en particulier les enseignants de la filière Génie-biologique ;
- ✓ à tous nos camarades étudiants pour leur bonne collaboration.

## RESUME

L'huile raffinée de coton est un produit alimentaire utilisé au quotidien. Il est alors important qu'elle soit de bonne qualité. C'est dans ce contexte que notre accueil à l'Huilerie et Savonnerie du Faso nous a permis de détecter des problèmes, de chercher et trouver certaines solutions, de les appliquer afin d'améliorer la qualité de l'Huile Fatim. En appliquant le système HACCP (Hazard Analysis Critical Control Point), nous avons constaté que le point critique du diagramme de production de l'huile de coton était le raffinage. Après quelques jours de suivi, nous avons remarqué que le problème de l'Huile Fatim découlait d'un défaut de maîtrise du processus et du matériel de raffinage. En effet six (6) paramètres dont trois chimiques et trois organoleptiques ont été ciblés. Le premier paramètre chimique était l'indice d'acide qui a connu une amélioration par une prise de contrôle sur la neutralisation à travers la quantité de soude, la température, le temps et sur la production d'huile brute en jouant sur les graines. Ensuite, la teneur en savons a été améliorée par une maîtrise du processus de lavage de l'huile neutre et des emballages récupérés. L'indice de peroxyde, troisième paramètre chimique, a été amélioré après la création du vide du désodoriseur, l'obtention de la température recommandée par le fabricant, le refroidissement nécessaire de l'huile désodorisée. La mission sur la couleur a été réussie grâce à des modifications sur le dispositif de mise sous vide, des contrôles permanents des points d'aspiration possible, la maîtrise de la température et du mécanisme de décoloration, l'évaluation permanente de la quantité de terre, une connaissance du temps de décoloration et des essais au laboratoire. Notre apport à l'amélioration de l'odeur a consisté à la maîtrise de la décoloration, la création du vide du désodoriseur et de la cuve de décoloration par de nombreuses modifications réussies des dispositifs de mise sous vide, de l'obtention des températures recommandées, du contrôle continu des points d'aspiration ou de fuite et des essais au laboratoire. L'aspect fut amélioré par l'utilisation de la terre décolorante, la nouvelle méthode de filtration, l'atteinte de la température demandée avant le polissage grâce au perfectionnement du système de refroidissement.

Ces améliorations ont été faites suite à l'apparition progressive d'un certain nombre de problèmes ou anomalies suivis de plusieurs tentatives de résolution. Elles ont conduit à un réaménagement du diagramme de production notamment le processus de raffinage. Elles ont permis d'obtenir une huile dont les paramètres ciblés répondent aux normes en vigueur (AOCS, ISO, AFNOR, FASONORM, ...). Cependant des améliorations sont en cours et d'autres encore sont à envisager.

## SIGLES ET ABREVIATIONS

<b>AFNOR :</b>	Association Française de Normalisation
<b>AOCS Official Method :</b>	the American oil Chemists' Society Official Method
<b>°C :</b>	degré Celsius
<b>FAO :</b>	Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture
<b>g :</b>	gramme
<b>HACCP :</b>	Hazard Analysis Critical Control Point (Analyse des Risques et Maîtrise des Points Critiques)
<b>HSF :</b>	Huilerie et Savonnerie du Faso
<b>IRSAT :</b>	Institut de Recherche en Sciences Appliquées et Technologiques
<b>ISO :</b>	International Standards Organization (organisation International de Normalisation)
<b>Kg :</b>	Kilogramme
<b>l :</b>	litre
<b>LNSP :</b>	Laboratoire National de Santé Publique
<b>mmHg :</b>	millimètre de mercure
<b>N :</b>	Normalité
<b>NBF 01-140-2009 :</b>	référence de la norme homologuée par FASONORM sur l'huile de coton (spécifications) pendant le premier trimestre 2009. Elle est élaborée par le réseau de Normalisation et Francophonie (RNF)
<b>ppm :</b>	partie par million
<b>SN Citec :</b>	Société Nouvelle Huilerie et Savonnerie Citec
<b>SOFITEX :</b>	Société burkinabé des Fibres Textiles

### Liste des figures

Figure 1 : processus de production par l'ancien système de raffinage.....	22
Figure 2: processus de production par le nouveau système avant les améliorations .....	24
Figure 3: processus de production par le nouveau système après les améliorations .....	36
Figure 4: La courbe d'évolution de l'indice d'acide.....	37
Figure 5: la courbe d'évolution de 'indice de peroxyde.....	42

### Liste des images

Image 1 : l'évolution de la couleur en fonction de la température .....	31
Image 2: l'évolution de la couleur en fonction de la quantité de terre décolorante .....	32
Les images .....	50

### Liste des tableaux

Tableau 1: la détermination de la quantité de soude.....	28
Tableau 2: l'évolution du vide de la cuve de décoloration .....	30
Tableau 3: l'évolution de la couleur en fonction de la température .....	31
Tableau 4: l'évolution de la couleur en fonction de la quantité de terre décolorante.....	32
Tableau 5: l'évolution du vide du désodoriseur.....	34
Tableau 6: résultats d'évolution de l'indice d'acide.....	38
Tableau 7: résultats d'évolution de la teneur en savons .....	39
Tableau 8: résultats d'évolution de l'indice de peroxyde .....	42
Tableau 9: les résultats d'évolution de la couleur .....	43
Tableau 10: résultats d'évolution de l'odeur.....	45
Tableau 11: les résultats d'évolution de l'aspect .....	46

## SOMMAIRE

DEDICACE.....	1
REMERCIEMENTS.....	2
RESUME.....	3
SIGLES ET ABREVIATIONS .....	4
INTRODUCTION GENERALE.....	8
CHAPITRE 1 : LES GENERALITES .....	9
I. La description systématique du coton.....	9
II. L'écologie relative au coton.....	10
III. L'historique du coton.....	11
IV. Le coton au Burkina.....	11
CHAPITRE 2 : LA PRODUCTION DE L'HUILE DE GRAINES DE COTON.....	12
I. La production de l'huile brute .....	12
II. Les connaissances sur le processus de raffinage de l'huile de coton .....	12
III. Composition de l'huile raffinée de coton .....	14
CHAPITRE 3 : LA STRUCTURE D'ACCUEIL.....	16
I. Son historique et son fonctionnement.....	16
II. Son organisation .....	17
1. L'Administration.....	17
2. Le laboratoire .....	17
3. Le pressoir.....	17
4. La raffinerie .....	18
CHAPITRE 4 : LA METHODOLOGIE.....	19
I. Les Matériels .....	19
1. Les matériels de raffinage .....	19
2. Les matériels de laboratoire .....	19
II. Les Méthodes.....	20
1. Les méthodes de raffinage .....	20
a. Le processus de raffinage par l'ancien système.....	20
b. Processus de raffinage par le nouveau système avant les améliorations .....	23
2. Les méthodes d'analyse au laboratoire .....	25
a. La détermination de l'odeur .....	25
b. La détermination de la couleur .....	25
c. La détermination de l'aspect.....	26
III. Les améliorations.....	26
1. Les traces de savon .....	26
2. L'acidité .....	27
3. L'indice de peroxyde .....	29
4. La couleur .....	29
5. L'odeur.....	33

6. L'aspect.....	34
CHAPITRE 5 RESULTATS ET DISCUSSION.....	37
I. L'indice d'acide des huiles raffinées .....	37
II. La teneur en savons des huiles raffinées.....	39
III. L'indice de peroxyde .....	41
IV. La couleur .....	43
V. L'odeur .....	45
VI. L'aspect.....	46
CONCLUSION ET SUGGESTIONS .....	48
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	49
I. les images.....	50
II. La fiche d'analyse .....	50
III. La détermination de la teneur en savons.....	52
IV. Détermination de l'indice d'acide.....	53
V. Détermination de l'indice de peroxyde.....	54



## INTRODUCTION GENERALE

Le Burkina Faso est un pays émergent où l'agriculture et l'élevage occupent une place importante. En effet, la culture du coton a connu un développement rapide surtout après 2005 et a fourni une quantité de graines de plus en plus élevée. Cela a conduit à l'implantation et à l'ouverture d'unités de transformation de ces graines. Ainsi, des unités artisanales, semi-industrielles et industrielles se sont installées dans les régions cotonnières en particulier dans les villes comme Bobo-Dioulasso, Koudougou et Dédougou. Vu cette explosion dans le domaine des huileries, un problème de qualité de l'huile s'est posé. On entend parler d'huiles frelatées et différentes couleurs, différentes odeurs, différents aspects d'huiles sont rencontrés sur le marché. Or en Génie-Biologique option agroalimentaire à l'Université Polytechnique de Bobo-Dioulasso, nous avons appris pendant trois (03) années de manière théorique mais aussi pratique à produire, à conserver et à contrôler la qualité des produits alimentaires. Pour apporter notre contribution à la résolution de ce problème de qualité d'huile de coton, nous avons eu l'occasion d'effectuer notre stage de fin de cycle dans l'une des grandes huileries du pays. Cette entreprise a tous les atouts pour produire une huile de coton de qualité supérieure. Cependant des difficultés se sont présentées à elle dans ses tentatives à produire la qualité supérieure. Ces problèmes peuvent être regroupés autour de 06 (six) paramètres de qualité : l'indice d'acide, la teneur en savon, l'indice de peroxyde, l'odeur, la couleur et l'aspect. Tous ces problèmes sont liés au raffinage. Aussi le point critique du digramme de production d'huile de coton est le « raffinage » selon le système HACCP.

En fonction des moyens dont la société dispose et des problèmes auxquels elle fait face, nous nous sommes fixé pour objectif de contribuer à l'amélioration de la qualité de l'huile de graines de coton.

Nous avons eu comme objectifs spécifiques de connaître le processus de raffinage, de déterminer les six (06) paramètres de qualité, de trouver et d'interpréter les problèmes, de chercher des solutions à ces problèmes, d'étudier la faisabilité des actions correctives afin d'appliquer les solutions et de suivre l'évolution des paramètres de qualité.

## Chapitre 1 : Les généralités

### I. La description systématique du coton

Le cotonnier a des feuilles lobées et échancrées. Il y a diverses variétés : *Gossypium hirsitium*, *Gossypium barbadense*, .... Du nom scientifique de *Gossypium herbaceum*, de famille *Malvaceae* et de catégorie arbuste ligneux, le cotonnier pousse dans les régions tropicales et subtropicales arides. Au Burkina Faso, il est exploité sous forme de plante annuelle. A la floraison, apparaissent de grandes fleurs blanches ou jaunes à cinq (05) pétales. Ensuite les capsules aux parois épaisses et rigides se développent. Lorsqu'elles s'ouvrent, elles laissent s'échapper des graines et des bourres de coton recouvertes d'une houppe de fibres blanchâtres et soyeuses pouvant mesurer 1,3 à 6 cm de long. De 1 à 1,5 m de hauteur et de feuillage persistant ou caduc, le cotonnier est cultivé en hivernage.

Le coton graine contenu dans la capsule est constitué de graines recouvertes de leurs poils épidermiques. Les fibres de coton s'allongent sur les ovules avant que ceux-ci ne se transforment en graines. Après la fécondation, les 3 à 5 carpelles qui, à l'origine, caractérisaient l'ovaire, se développent en valves ou loges du fruit qui contiennent chacune un certain nombre de graines couvertes de poils ou de fibres. Ces graines proviennent des 8 à 12 ovules présents dans chaque carpelle. Il n'y aura que 6 à 9 graines par loge car certains ovules ne seront pas fécondés.

Après la fibre, l'huile est le deuxième produit de la graine du cotonnier. En effet, cette graine contient une amande riche en lipides et en protéines. Cette amande comme toutes les parties de la plante sauf la racine, est parsemée de glande contenant un alcaloïde toxique, le gossypol. Débarrassée du gossypol, l'huile extraite des graines du cotonnier, est comestible et très riche. Dégagée de la coque, l'amande est entourée d'une membrane fragile qui laisse apparaître la radicule dépourvue de glandes internes. L'amande débarrassée de la coque qu'elle remplissait complètement est une plantule en miniature complètement repliée sur elle-même. Les cotylédons, la radicule, la tigelle et la gemmule prennent quasiment toute la place. Le tout, riche en huile peut, après l'extraction de celle-ci être utilisé comme tourteaux ou farines alimentaires.

## II. L'écologie relative au coton

La partie inférieure de chaque feuille du cotonnier comporte un nectaire, petite structure en forme de coupe contenant du nectar, ce qui en fait une plante attirante pour nombre d'insectes nuisibles. Le plus dangereux est l'anthonome du cotonnier. Le ver du coton, larve d'un petit papillon probablement originaire d'Inde, parasite aujourd'hui les cotonniers partout dans le monde. Les larves creusent dans les fruits pour manger les graines. La quarantaine, la fumigation des graines et la destruction des résidus du coton dans les égreneuses sont des mesures de contrôle efficaces. Le ver des bourgeons du tabac est également l'un des insectes nuisibles les plus destructeurs. La chenille, le thrips, la punaise et l'araignée rouge sont les autres insectes nuisibles les plus importants.

Parmi les maladies graves auxquelles les plants de coton sont sujets, on trouve la flétrissure causée par un champignon des racines. Aucun traitement n'est connu, mais des variétés de cotonnier résistantes à la flétrissure ont été mises au point. Il existe d'autres maladies du coton telles que la fusariose, la verticillose, la maladie bleue à virus.

La culture du cotonnier nécessite une saison végétative longue, beaucoup de soleil et un total de 120 jours arrosés pour assurer la croissance puis un temps sec en fin de cycle végétatif pour permettre la déhiscence des capsules et éviter le pourrissement de la fibre. Ces conditions climatiques se rencontrent généralement sous les latitudes tropicales et subtropicales. Le cotonnier supporte les climats tempérés à condition qu'il ne gèle pas (Sément, 1986).

La culture du cotonnier est majoritairement pluviale. La culture pluviale est théoriquement possible dès 400 mm de précipitations annuelles. Pourtant, dans les faits, le cotonnier ne peut être cultivé sans irrigation qu'avec une pluviométrie supérieure à 700 mm/an, afin de pallier à la variabilité interannuelle des pluies et les irrégularités de leur distribution. Ainsi, 40 % des surfaces cultivées en coton (Égypte, Ouzbékistan, Pakistan, Syrie) sont irriguées, ce qui peut poser des problèmes de pollution par les pesticides.

Pour lutter contre les parasites du cotonnier, et pour d'effaner chimiquement le cotonnier avant récolte, les cultivateurs des États-Unis ont longtemps utilisé et utilisent encore une grande quantité de pesticides contenant de l'arsenic, ce qui a contribué à une pollution et une dégradation croissante des sols dans les régions de grande culture du cotonnier (Hauchart., 2005). Les producteurs du cotonnier bio n'utilisent pas ces produits, mais ont une production moindre et plus coûteuse en main d'œuvre.

### **III. L'historique du coton**

L'âge de fragments de fibre et de fruit du cotonnier découverts dans la vallée du Tehuacán au Mexique, est estimé à près de 7000 ans. Le coton était également employé dans l'Antiquité par les Chinois, les Égyptiens et les habitants de l'Amérique du Nord et du Sud. Des fragments de tissus, dont l'âge est estimé à 5000 ans environ, ont été découverts dans la vallée de l'Indus (actuel Pakistan). L'Europe a connu le coton par l'intermédiaire des conquêtes d'Alexandre de Macédoine. Hérodote écrivait qu'en Inde, poussaient des arbustes dont les fruits avaient une laine plus belle que celle des moutons. Le coton, dont le nom actuel vient de l'arabe (*el kutun*), fut l'une des premières cultures des colons européens en Amérique, dont la première plantation dans la colonie de Jamestown date de 1607.

### **IV. Le coton au Burkina**

Le coton occupe une place de choix dans l'économie du Burkina Faso. Le coton est un élément clé du Cadre Stratégique de Lutte contre la Pauvreté, car permettant à près de 20% de la population de vivre directement ou indirectement de ses retombées. Le Burkina Faso a été le premier exportateur africain de coton en 2008. Les fibres sont exportées ou transformées localement, les graines sont de véritables sources de lipides. La culture du coton est pilotée par la SOFITEX. La SOFITEX fournit les graines de coton aux unités de production d'huile de coton.

## **Chapitre 2 :La production de l'huile de graines de coton**

### **I. La production de l'huile brute**

Les graines de coton sont versées aux pieds des élévateurs qui à leur tour les déversent dans un canal distributeur à l'aide d'une chaîne continue de boîtes métalliques. Le canal distributeur sert sept (07) bacs reliés chacun à un cuiseur d'une presse. Après la cuisson qui doit libérer au maximum la matière grasse et précipiter les protéines, les graines entrent dans la presse proprement dite. A cette étape, les graines subissent un pressage progressif : plus elles avancent, plus elles sont pressées. L'huile brute s'échappe alors par le bas, coule sur un premier tamis qui bloque les particules. Cette huile traverse ensuite un second tamis plus fin pour la rétention d'une partie des pieds de presse, puis tombe dans un bac collecteur. Les bacs collecteurs d'huile brute des presses sont reliés au bac décanteur par des tuyauteries. Ce bac comprend deux compartiments où s'effectue une décantation afin de réduire les pieds de presse de l'huile brute qui passera ensuite dans le tank de stockage d'huile brute. C'est cette huile qui sera pompée et le raffinage commence.

Notons que l'huile brute peut avoir une couleur rouge brune, rouge noire ou noire. Sa couleur dépend de la nature et de la qualité des graines pressées. Elle a une odeur caractéristique qui peut être influencée par la qualité des graines.

### **II. Les connaissances sur le processus de raffinage de l'huile de coton**

Le processus de raffinage comporte plusieurs étapes allant du dégommeage au polissage.

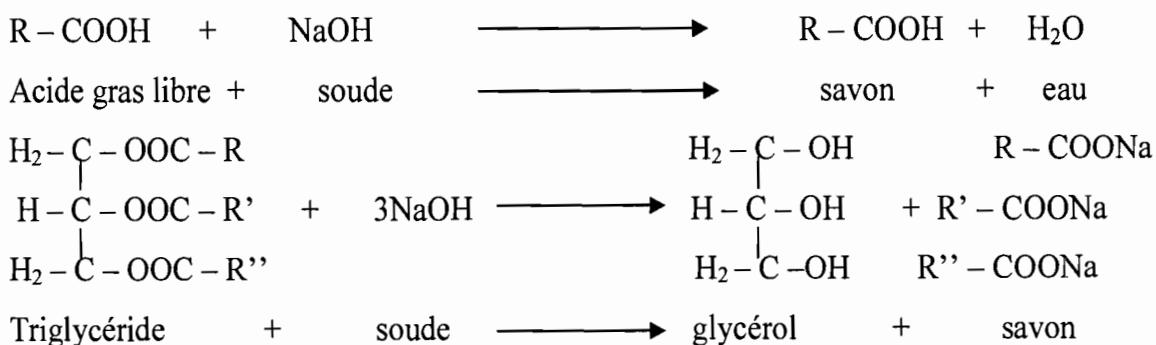
La déémucilagination ou le dégommeage élimine les phospholipides. Les huiles brutes contiennent des substances chimiques sous diverses formes regroupées sous le nom de mucilages. Leur présence gênerait les opérations de neutralisation.

La déémucilagination se fait à l'aide de l'acide phosphorique ou de l'acide citrique ou tout simplement de l'eau tiède. Elle permet de débarrasser les huiles des gommes après leur hydrolyse par un acide.

La neutralisation débarrasse le corps gras des acides gras libres qu'il contient. Au cours de la neutralisation une partie des phospholipides, des substances colorantes et odorantes sera également éliminée. La neutralisation est une réaction chimique qui utilise un alcali (soude caustique) pour transformer les acides gras libres de l'huile en savon. Après

neutralisation les savons (ou soapstocks) sont séparés de l'huile par décantation puis par soutirage en ce moment le taux résiduel en savons est très élevé.

La neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. L'équation chimique de la réaction de saponification s'écrit de la façon suivante :



Le Lavage élimine les substances alcalines (savons, excès de soude, ...) ainsi que diverses traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés présents dans l'huile neutre. Le lavage se fait à plusieurs étapes en fonction de la température et de la quantité de l'eau. Si les traces de savons sont trop élevées, la décoloration devient inefficace. Un lavage comprend : arrosage avec de l'eau chaude, malaxage, soutirage d'eau avec les impuretés.

Le séchage élimine le maximum d'eau contenue dans l'huile lavée.

Le blanchiment ou la décoloration consiste en l'utilisation d'un adsorbant pour fixer les substances colorantes (pigments dissouts,...) et certaines impuretés mineures de l'huile. En même temps qu'il enlève les substances colorées, il élimine les traces de savons, améliore le goût et l'odeur du corps gras traité. Les adsorbants sont des argiles activées à l'aide d'un acide pour accroître leur adsorbance. Outre les conditions de travail, une bonne décoloration est fonction de la quantité de terre décolorante, de l'humidité de l'huile, des cires et du savon.

La Filtration élimine la terre utilisée pour la décoloration qui contiendrait les pigments colorés, les traces de savons, les gommes et d'autres impuretés.

La désodorisation extrait les substances odoriférantes de l'huile décolorée. Ces substances sont des composés chimiques volatiles de concentration très faible dans l'huile. Une partie de ces substances est éliminée en amont par la neutralisation et le blanchiment. Dans la pratique on procède d'abord à une désaération de l'huile, ce qui permet de prévenir l'oxydation et les phénomènes de polymérisation au cours de la montée en température.

Le refroidissement consiste à ramener la température de l'huile désodorisée à la température ambiante. L'huile ainsi refroidie traversera des filtres presses pour être débarrassée des traces de terre décolorante et d'autres impuretés.

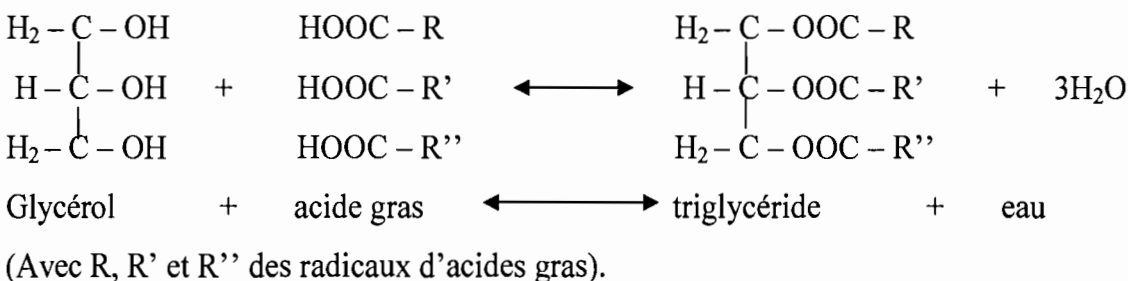
Le polissage ou décirage ou wintérisation est la dernière filtration et la dernière étape du raffinage. Après la désodorisation, l'huile est refroidie à température ambiante avant d'être mise au contact avec l'air. Cette précaution est prise pour éviter l'oxydation qui surviendrait aux fortes températures et qui brunirait l'huile de façon irréversible. L'huile est filtrée pour retenir les gommages et les cires qui altèrent l'aspect visuel de l'huile.

### III. Composition de l'huile raffinée de coton

L'huile de coton est une substance à densité plus faible que l'eau. Elle provient de la sécrétion des tissus végétaux. C'est un mélange de substances chimiques composées essentiellement de triglycérides. Elle serait composée approximativement de 22% d'acides gras saturés, 23% d'acides gras mono-insaturés, 55% d'acides gras polyinsaturés.

L'huile brute contient en plus des composés mineurs (les acides gras libres), des stérols, les tocophérols, les phospholipides, les hydrocarbures, les pigments (gossypol, chlorophylle, xanthophylle, carotène), les vitamines (carotènes), les fragments protéiques, les résines, les mucilages, les traces de pesticides et les traces de métaux. En s'altérant, l'huile contient des peroxydes, des aldéhydes et des cétones.

Les molécules de corps gras sont constituées de bases organiques, la glycérine combinée à de l'acide gras. Le glycérol ayant trois (03) groupes hydroxyles est en effet susceptible de se combiner à une, deux, ou trois molécules d'un acide gras quelconque pour former des mono, di, ou triglycérides avec élimination d'une, de deux, ou de trois molécules d'eau. Les glycérides sont aussi appelés ester glycérique neutre ou encore corps gras neutre. La réaction d'estérification ou la synthèse d'un triglycéride s'écrit de la façon suivante :



Les triglycérides simples comportent trois radicaux identiques et les triglycérides mixtes comportent deux ou trois radicaux différents.

Les mono et les diglycérides ne se rencontrent qu'exceptionnellement dans les corps gras de formation récente ; ces esters qui sont des échelons intermédiaires dans l'hydrolyse

progressive des triglycérides, ont respectivement une ou deux fonctions alcools non estérifiées. Les autres fonctions peuvent l'être par un même ou par deux acides gras différents saturés ou non.

L'huile de graines de coton contient des tocophérols (vitamine E liposoluble) qui sont des antioxydants naturels : ainsi s'explique sa stabilité et sa conservation à long terme. La vitamine E ou  $\alpha$ -tocophérol est la vitamine de la fertilité. En plus, elle est naturellement hydrogénée en raison du taux d'acides oléique, palmitique et stéarique qu'elle contient. Elle retarde aussi la progression de maladies rénales et intervient dans la prévention de l'accumulation des triglycérides. Ses propriétés régénératrice, nourrissante, adoucissante et assouplissante sont remarquables.



## **Chapitre 3 :La structure d'accueil**

### **I. Son historique et son fonctionnement**

La société Huilerie et Savonnerie du Faso (HSF) fût créée le 22 Mars 2007 par Monsieur Siaka BARRO, transporteur ayant une longue expérience dans le domaine des transports de marchandises et d'hydrocarbures. Elle a commencé ses activités de production le 09 Janvier 2009 suite à un essai de démarrage effectuée le 26 Décembre 2008.

Sur une superficie de deux (02) hectares et située à environ 12 Km de Bobo-Dioulasso dans le village de Samagan sur la route de Orodara, cette unité est l'une des plus grandes du Groupement des Transformateurs des Produits Oléagineux du Burkina (GTPOB) de par son chiffre d'affaire, sa productivité et son organisation.

La capacité de production journalière fixée est de 60 tonnes d'aliment de bétail et 7000 litres d'huile raffinée. Cette entreprise a pour perspective l'extension et la diversification de ses activités à travers la création d'une unité de savonnerie.

La société HSF est plus connue sur le marché international que national. Ses principaux clients sont la Mauritanie, le Mali, le Sénégal. Ses produits se retrouvent aussi sur le marché burkinabé et ivoirien.

L'aliment bétail ou tourteau est conditionné dans des sacs de 40 Kg ou de 50 Kg marqués du logo et des contacts de l'entreprise. L'huile raffinée est commercialisée sous le nom « Huile Fatim » dans des bidons de 20 L et de 5 L. Les étiquettes comportent les références de la société, le numéro du lot, la date de production, la mention « à consommer de préférence avant ... », les conseils d'utilisation et de conservation. Le savon noir est commercialisé dans des barriques de 200 L puisqu'il n'y a pas encore une unité de fabrication de savon à partir du soapstock.

La société a été installée sur fonds propres associés. La valeur des investissements pour sa mise en place est égale à 555 500 000 francs CFA dont 190 000 000 F CFA pour le matériel d'exploitation et 366 500 000 francs CFA pour les bâtiments et le terrain de l'entreprise. En 2012, plus de 200 000 000 de francs CFA ont été déboursés pour la suite des constructions et l'achat de nouveaux équipements plus performants.

## **II. Son organisation**

### **1. L'Administration**

L'administration de la société HSF se compose comme suit :

- ✓ Le Directeur Général : Il est en même temps le promoteur. Il a la lourde tâche de définir les grandes orientations stratégiques, de gérer le personnel, de s'assurer de la bonne exécution de la production, de représenter la société à l'égard des tiers et de prendre des décisions d'ordre financier.
- ✓ Une secrétaire qui intervient dans l'accueil et l'orientation des étrangers, la rédaction des correspondances, la récupération des courriers et leur enregistrement, la gestion des communications internes et externes de l'entreprise.
- ✓ Un comptable qui est chargé de la gestion financière de la société en contrôlant les entrées et les sorties de fonds, les dépôts et les retraits bancaires, le paiement du personnel.
- ✓ Un chef d'usine qui est un élément clé de l'entreprise car c'est à lui que revient la maîtrise des ouvriers, la commercialisation des produits de l'entreprise, les achats de matières premières. Il est aussi chargé de surveiller toute la chaîne de production et de faire un rapport sur la production.

### **2. Le laboratoire**

Les activités du laboratoire sont assurées par un responsable qualité. Le responsable qualité est chargé de contrôler la qualité des produits entrants jusqu'aux produits sortants de la société ; autrement dit, des graines de coton jusqu'à l'huile raffinée et au tourteau. En effet, il doit être capable d'effectuer des analyses sur les graines, les pieds de presse, les tourteaux, l'huile brute, l'huile neutre, l'huile lavée, l'huile décolorée, l'huile désodorisée et même l'huile conditionnée. Après les analyses, le responsable du laboratoire interprète les résultats et donne les directives pour d'éventuelles corrections ou améliorations. Le produit fini ne doit être commercialisé qu'après autorisation du responsable qualité. Le laboratoire est donc le cerveau de la chaîne de production. Il reçoit des stagiaires et nous y avons été dans le cadre de notre stage.

### **3. Le pressoir**

Il est sous la commande du Chef d'usine et bénéficie du plus grand nombre d'ouvriers regroupant des mécaniciens, des soudeurs, des électriciens et de nombreux journaliers. Il comprend deux (2) élévateurs débouchant sur un distributeur de graines, 7 presses, des

bascules électriques pour la pesée des sacs de tourteaux, des machines électriques pour coudre ces sacs et des espaces de stockage de l'aliment de bétail. L'extraction de l'huile brute se fait au pressoir qui est essentiellement composé de 3 grands bâtiments : un magasin de stockage de graines à presser où sont les élévateurs, un magasin de stockage d'aliment bétail et le pressoir proprement dit. En plus du magasin de stockage, nous avons 5 aires de stockage de graines d'une capacité d'accueil avoisinant 1320 tonnes.

#### **4. La raffinerie**

C'est le local le plus important de l'entreprise. On y trouve des tanks, des cuves, des bacs, des pompes et le local de conditionnement. La porte du laboratoire débouche directement dans l'atelier de raffinage pour faciliter la collaboration. La raffinerie transforme l'huile brute en huile raffinée. A côté de la raffinerie, se trouvent les emballages qui sont : soit neufs, soit récupérés sur le marché. Les derniers subissent un processus de nettoyage interne et externe à chaud avec de la soude, puis ils sont rincés. L'atelier est ravitaillé en eau chaude et en vapeur grâce à 3 chaudières dont 2 anciennes et une nouvelle plus performante. Les eaux froides sont obtenues par l'activité de 2 aéro-refroidisseurs installés sur des bassins.

Un chef raffineur et 3 aides raffineurs s'occupent du raffinage, 2 agents sont chargés du conditionnement de l'huile, 2 autres s'occupent de la propreté de l'atelier, 3 ouvriers travaillent au niveau des chaudières.

## Chapitre 4 : La Méthodologie

### I. Les Matériels

#### 1. Les matériels de raffinage

Un grand nombre d'instruments est utilisé lors du raffinage. Les plus importants sont :

- Les aéro-refroidisseurs : l'ancien refroidisseur met en contact l'eau chaude et l'air ambiant. Le nouveau refroidisseur est formé de deux aéro-refroidisseurs très efficaces. Tous deux interviennent dans le refroidissement de l'huile. Le nouveau sert aussi dans la création du vide.

- Les chaudières : trois chaudières dont deux anciennes et une nouvelle qui peut être alimentée par du combustible liquide (gasoil) ou solide (bois, coques, ...), ravitaillent la raffinerie, le pressoir et le nettoyage des emballages en vapeur et en eau chaude.

- Les tanks : ils comprennent un tank de décantation d'huile brute, un tank de stockage d'huile décolorée et un autre le plus volumineux réservé au stockage d'huile raffinée.

- Les cuves : la cuve de neutralisation, la cuve de lavage, la cuve de séchage-décoloration-désodorisation, la cuve de refroidissement, la cuve de séchage-décoloration, la cuve de désodorisation-refroidissement,...

- Les bacs : le bac à soude; le bac à eau chaude; les bacs d'eaux usées; les bacs du filtre Niagara.

- Les filtres : le filtre Niagara; deux filtres presses; deux filtres poches

- Les pompes : sont très utilisées pour faire passer les fluides d'un milieu à un autre.

Notons aussi la présence d'un local de conditionnement d'huile finie, très bien équipé avec un conditionnement semi-programmable.

Certains matériels de raffinage sont présentés en annexe.

#### 2. Les matériels de laboratoire

Les appareillages et les matériels suivants sont utilisés au laboratoire de la société Huilerie et Savonnerie du Faso. Ce sont : agitateur magnétique, balance électronique, étuve, plaque chauffante, bécher, burette, erlenmeyer, entonnoir, éprouvette graduée, fiole (jaugée), pipette, flacons d'échantillonnage, pissette, barreaux aimantés, papier filtre, papier aluminium, gants, éponge.

Des réactifs et d'autres substances sont aussi utilisés: les échantillons d'huile, l'eau de robinet, l'éthanol, la phénolphthaléine, la solution de soude (NaOH), la solution d'acide acétique/ chloroforme, la solution d'iodure de potassium (KI), la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ ), la solution d'amidon, l'acétone, la solution d'acide chlorhydrique, le bleu de bromophénol.

Quelques matériels de laboratoire sont présentés en annexe.

## **II. Les Méthodes**

### **1. Les méthodes de raffinage**

#### **a. Le processus de raffinage par l'ancien système**

Le processus se compose comme suit :

Dégommage-neutralisation : la soude est dissoute pour être versée doucement sur l'huile brute pour la neutralisation (70° à 80°C). La fin de la réaction peut être détectée par une méthode sensorielle : les mousses blanches noircissent et disparaissent, l'huile devient cassante et chargée d'une forte émulsion de savons noirs. Le malaxeur est alors arrêté. La surface est arrosée avec de l'eau et un bref temps de décantation est accordé pour permettre au savon en émulsion de regagner le fond de la cuve pour être soutiré et envoyé dans la fosse aux savons ; l'eau est envoyée dans la fosse aux eaux usées. L'opération dure deux à trois heures et l'huile qui en résulte est appelée huile neutre et est de couleur brune foncée, d'odeur de savon, d'aspect très trouble. Elle doit subir le lavage.

Le lavage : l'huile neutre est arrosée par de l'eau chaude à 60°C à 80°C, un temps de décantation est observé puis l'eau chargée de savons et d'autres impuretés sont soutirées. Trois à quatre lavages sont effectués. A la fin du lavage, l'huile est jaune, légèrement rouge ou jaune rouge, sans odeur de savon mais très troublée par la présence de l'eau.

Séchage-décoloration-désodorisation : la vapeur chauffe l'huile jusqu'à une température comprise entre 130°C et 140°C confirmée par un thermomètre. Le malaxeur a pour rôle d'équilibrer la température et d'exposer au maximum toutes les substances volatiles afin de faciliter leur aspiration par la pompe à vide. Ces substances sont ensuite envoyées dans l'eau d'un bassin pour y être dissoutes. Cette étape dure environ sept à neuf heures.

Le refroidissement : l'huile séchée, décolorée, désodorisée est ramenée entre 50°C et 80°C. Cette étape dure sept à dix heures puisque le système de refroidissement est inadapté.

La filtration : le filtre est constitué de plusieurs plaques métalliques séparées deux à deux par deux tissus fins. C'est entre les deux tissus qu'arrive l'huile. La filtration se fait de

l'espace inter tissulaire vers les plaques dont la surface cramponnée empêche le colmatage des tissus et facilite du même coup l'écoulement de l'huile. La filtration s'effectue sur toute la surface des tissus sous la pression de la pompe. L'huile est collectée à la partie inférieure des plaques et coule vers l'extérieur par des têtes de robinet. A la sortie, l'huile s'écoule dans un canal qui débouche sur une conduite vers le tank de stockage-conditionnement. La figure 1 ci-après résume le processus de raffinage par l'ancien système.

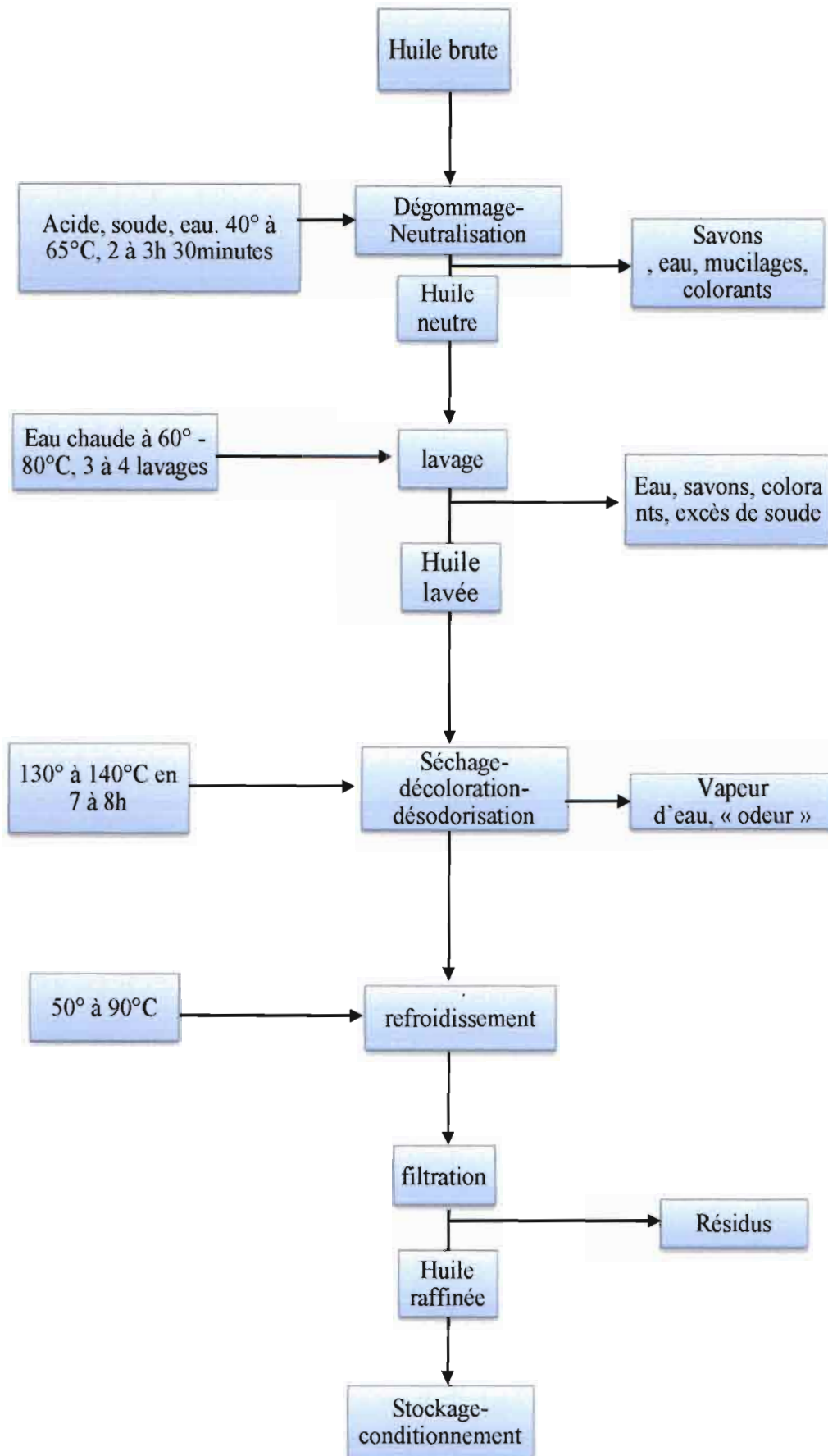


Figure1: processus de production par l'ancien système de raffinage

## **b. Processus de raffinage par le nouveau système avant les améliorations**

Le dégommage-neutralisation, le lavage et la filtration avec le filtre presse se font comme dans le précédent processus, mais l'eau de lavage est entre 70° à 90°C.

Séchage-Décoloration : une pompe charge la cuve de séchage-décoloration en huile lavée. Le malaxeur et la pompe à vide sont mis en marche et le chauffage commence. Il faudra attendre que la température s'élève de 45°-60°C jusqu'à 120°-140°C pour introduire la terre décolorante dans la cuve par aspiration sous l'effet de la pompe à vide. Le malaxeur homogénéise le mélange pendant 15 à 30 minutes puis la filtration est lancée

La filtration avec le filtre Niagara : une pompe est déclenchée pour envoyer l'huile en blanchiment vers le filtre Niagara. Au niveau du filtre, l'entrée est en bas de la sortie. Le mélange entre et remplit le tank du filtre où se trouvent six plaques portant chacune deux tamis latéraux très fins. La filtration se fait de l'intérieur du tank vers l'espace inter-tamis. La terre décolorante reste sur les tamis, l'huile passe pour être collectée et conduite vers l'extérieur du filtre pour être stockée dans un tank.

Désodorisation-Refroidissement : l'huile décolorée et filtrée stockée est envoyée dans la cuve de désodorisation-refroidissement (ou désodoriseur). Elle est chauffée jusqu'à 140° à 160° C et le condenseur secondaire et le thermo-condenseur sont amorcés. C'est en ce moment que l'aiguille du vacuomètre commence à monter mais restera toujours entre -0 et -50 mmHg. Le secondaire et le thermo permettraient d'évacuer les odeurs. 15 à 20 minutes après l'arrêt du chauffage, l'eau froide est mise en circulation dans les serpentins. Le refroidissement progresse jusqu'à 60° à 90° C avant de passer à une prochaine filtration avec le filtre presse.

Refroidissement : après les filtres presses, l'huile tombe dans l'ancienne cuve de refroidissement où elle sera refroidie jusqu'à 40° à 60° C. Ce refroidissement survient quand l'huile n'a pas été bien refroidie dans le désodoriseur. Si non une possibilité existe pour de la filtration au polissage. Il se fait de la même manière que dans l'ancien système.

Polissage de l'huile : le transfert du refroidisseur vers les filtres poches ou filtres de sécurité est assuré par une pompe. L'huile arrive sous pression et traverse le tissu de la poche du filtre. Elle s'écoule directement dans le tank de stockage-conditionnement. Elle est appelée huile finie ou huile raffinée donc prête à être conditionnée tout en ayant un meilleur éclat avec une température voisine de 40° C. Les nouveaux équipements ont permis d'établir un diagramme (figure 2) qui doit être amélioré.



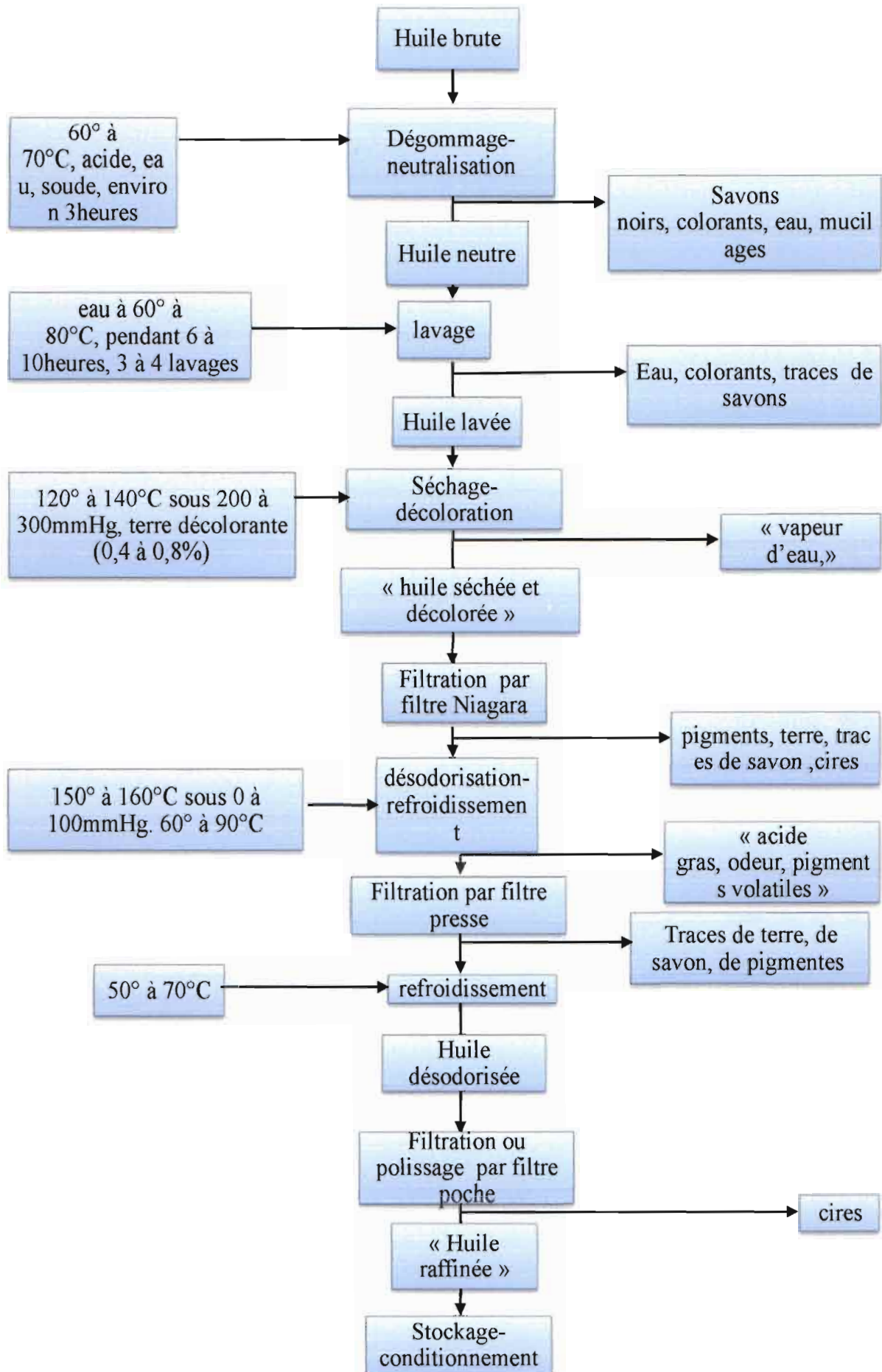


Figure2: processus de production par le nouveau système avant les améliorations

## **2. Les méthodes d'analyse au laboratoire**

La méthode de détermination de la teneur en savon est basée l'AOCS Officiel Method Cc 17-79. L'indice d'acide est déterminé grâce à l'AOCS Officiel Method Ca 5a-40. L'indice de peroxyde se détermine en faisant recours à l'AOCS Officiel Method Cd 8-53. Les valeurs obtenues devraient répondre aux exigences de FASONORM. Ces trois méthodes sont plus détaillées en annexe.

### **a. La détermination de l'odeur**

C'est un paramètre organoleptique qui se détecte par l'odorat. L'huile raffinée de graines de coton de bonne qualité a une odeur caractéristique très faible. Toute autre odeur différente de celle-ci présente dans l'huile, indique un défaut de qualité. Elle doit être exempte d'odeur étrangère et de toute autre rancidité.

L'analyse sensorielle de l'odeur comme celle de la couleur nécessite au moins 5 personnes non enrhumées. Chacune d'entre elles cherchera à sentir à plusieurs reprises afin de donner son appréciation. Il n'y a pas de valeurs pour quantifier un tel paramètre en ce qui concerne notre méthode d'analyse. Les appréciations peuvent être différentes mais convergent généralement vers le même résultat puisque le degré d'odorat varie d'une personne à une autre. Enfin, le laboratoire donne une appréciation finale.

Cette analyse joue un rôle important dans la production. Elle permet non seulement de détecter les odeurs qui se sont développées lors du raffinage, mais aussi de signaler le degré d'efficacité du dispositif et du procédé de désodorisation.

### **b. La détermination de la couleur**

L'analyse est basée sur une méthode sensorielle. Le résultat de toutes les observations donne une idée approximative de la couleur de l'huile. Des échantillons sont prélevés, observés et appréciés.

Le principe de cette analyse sensorielle est la détection des couleurs : jaune or, rouge, brune, noire ou étrangère. La détection de cette couleur facilite la découverte des dysfonctionnements de certaines étapes du raffinage à savoir la neutralisation, le lavage et la décoloration. La couleur influence beaucoup le client puisque c'est l'un des paramètres de référence pour les commerçants. Le paramètre de couleur de l'huile lavée nous guide dans certaines opérations, dont la détermination de la quantité de terre décolorante à utiliser. En effet, plus l'huile est colorée rouge, plus la quantité de terre à utiliser est élevée.

### **c. La détermination de l'aspect**

L'aspect est l'un des paramètres organoleptiques fondamentaux de l'huile raffinée de coton. Il se détermine par la vue comme la couleur. L'huile raffinée doit être exempte de corps étrangers tels que les particules en suspension, les substances troublantes, et doit présenter un bon éclat. Cette analyse est basée sur une méthode sensorielle qui s'intéresse à la fluidité, à la transparence, à la limpidité et à la brillance. La fluidité s'apprécie par rapport à l'écoulement de l'huile. La transparence et la brillance quant à elles s'observent à la lumière. Aussi la limpidité se détermine minutieusement à la lumière. Les observations peuvent se faire à plusieurs reprises et même pendant des heures voir des jours. Il est très important de déterminer l'aspect car cet aspect permet d'évaluer l'efficacité du système de refroidissement, de filtration et de séchage.

## **III. Les améliorations**

### **1. Les traces de savon**

Le premier problème qui s'est présenté et qui était le plus fréquent avant le stage est la présence de traces de savons dans l'huile Fatim. Les sources possibles de ce problème ont été immédiatement recherchées. La première source proviendrait du lavage de l'huile neutre. En effet, des observations sur le processus de lavage ont été faites. Il a été constaté que l'eau de lavage était tiède, le nombre de lavage se limitait à 3-4 lavages et il n'y avait pas de temps de décantation.

Des actions correctives ont été recherchées et trouvées. Selon la société DJENE DIOR, le procédé de lavage utilise de l'eau chaude à 90°-95° C et à 10-15 % du volume d'huile traitée avec utilisation du chlorure de sodium (NaCl). L'ajout de la solution de NaCl permettrait une meilleure décantation des restes de phospholipides, de métaux lourds par augmentation de leurs densités. Trois lavages en discontinu sont réalisés. Aussi, d'après KASSAMBA (2002), l'huile neutre devrait subir plusieurs lavages à l'eau chaude (90°C).

Il a été alors décidé que :

- L'eau de lavage avoisinerait 90°C ;
- Le nombre de lavage augmenterait à 4-5 voir plus ;
- Le temps de décantation serait de 20 minutes.

Après application de ces nouvelles propositions, l'huile finie répondait négativement au test de savon. Pour se rassurer d'avantage de l'efficacité de la méthode de lavage, une

solution de phénolphtaléine 1 % a été déposée au niveau du point de soutirage d'eau de lavage. La phénolphtaléine donne une coloration violette en présence de traces de savons et reste incolore en l'absence ou en cas de teneur négligeable de trace de savons. Ainsi des tests sont effectués sur l'eau issue des différents lavages. Dès que le test est négatif, il est utile d'ajouter un dernier lavage pour s'assurer de l'élimination du maximum de traces de savons.

Pour aller plus en profondeur, des échantillons d'huile conditionnée dans des bidons de 20 L ont été prélevés. Des traces de savons y ont été détectées. Or le même lot prélevé avant le conditionnement donnait une réponse négative. Il y aurait certainement des traces de savons dans les emballages. C'est ainsi qu'après un constat sur la place de lavage de bidons, il a été remarqué que les bidons ne sont pas suffisamment rincés. Des explications ont été données aux équipes chargées du lavage afin qu'elles puissent rincer suffisamment les bidons. Elles ont suivi les recommandations et de bons résultats commençaient à réapparaître.

Pour plus de rigueur, la valeur maximale de la teneur en savons a été fixée à 30ppm. Après quelques lots, des valeurs de traces de savons apparurent et pourtant, les tests sur l'eau de lavage sont négatifs et les emballages sont assez bien rincés. Il fallait alors se rendre sur le terrain pour vérifier tout ce qui pourrait avoir une relation avec le lavage. Après vérification, la solution phénolphtaléine, le nombre de lavage (4 à 6), la quantité et la température de l'eau ne sont pas les sources du problème ; par contre le mécanisme de lavage présenterait une défaillance.

L'eau chaude à travers un tuyau perforé placé diamétralement au-dessus de la cuve, coule simplement sur l'huile. Le malaxeur étant à l'arrêt, elle balaie seulement les traces de savon se trouvant sur son chemin. Ce qui veut dire que les deux grandes parties situées de part et d'autre du tuyau ne sont pas arrosées donc gardent leurs savons. Quelle que soit le nombre de lavage et la quantité d'eau, il serait très difficile d'éliminer suffisamment les savons.

La solution a été immédiatement trouvée : « mettre le malaxeur en marche durant toutes les coulées d'eau chaude et observer un temps de décantation avant de soutirer l'eau de lavage ». Le mélange permettrait un meilleur contact de l'eau avec l'huile afin de lui arracher les savons. Le temps de décantation favoriserait la descente de l'eau chargée de savon au fond de la cuve. C'est en ce moment que le test à la phénolphtaléine aura un rôle à jouer.

## **2. L'acidité**

Il est nécessaire de déterminer l'acidité qui permettra de calculer la quantité de soude nécessaire pour la neutralisation. Le premier problème rencontré sur l'acidité était lié à un lot

de mauvaises graines. Parmi ces graines on pouvait trouver des graines humides, pourries, moisies. L'huile brute qui en sortait était très noire et dégageait une odeur désagréable. La teneur en huile de ces graines était faible puisqu'il ne coulait qu'une petite quantité.

Après prélèvement et dosage de cette huile brute, l'indice d'acide était de 21,4 mg de KOH/ g d'huile alors que la valeur maximale était fixée à 8 mg de KOH/ g d'huile. La société disposait également de graines de qualité irréprochable. Il a fallu procéder à des mélanges progressifs jusqu'à l'obtention d'un indice d'acide égal à 13,84 mg de KOH/ g d'huile. Les calculs de détermination de la quantité de soude s'effectuent de la façon suivante :

6000 L = 5460 Kg (avec 1 L d'huile = 0,91 Kg) sont généralement neutralisés à la fois.

$$1 \text{ g} \longrightarrow 21,4 \text{ mg} \quad \text{alors } Q_1 = \frac{5460 \times 21,4 \times 1000}{1000000} = 116,844 \text{ Kg de soude solide}$$

$$5460 \text{ Kg} \longrightarrow Q_1 ?$$

De la même façon, pour 13,84 mg de KOH/ g d'huile, on a  $Q_2 = 75,566$  Kg de soude solide. Une forte perte en soude est enregistrée pour la neutralisation de l'huile brute des mauvaises graines. Par contre, pour le mélange, non seulement la soude est économisée, mais aussi l'odeur, la couleur et l'acidité se sont améliorées. Ces mélanges sont faits dans le but d'obtenir une valeur d'indice d'acide d'huile finie acceptable. Quelques analyses ont été effectuées.

**Tableau 1: la détermination de la quantité de soude**

Dates	Indice d'acide $I_a$ (mg de KOH/ g d'huile)	Quantité de soude (solide en Kg)
19 – 06 – 2013	21,4	116,844
20 – 06 – 2013	13,84	75,566
13 – 08 – 2013	8,24	44,99
19 – 10 – 2013	7,99	43,625

Le premier échantillon du tableau 1 est prélevé de l'huile brute des graines de Diébougou qui se trouve dans une zone humide. Le deuxième échantillon du tableau 1 correspond au mélange des graines de Diébougou et des graines de l'une des aires de stockage bien protégées depuis décembre. Le troisième échantillon du tableau 1 est issu des graines de Dédougou et de Koudougou. Ces graines sont des semences donc de meilleure qualité, mais ce serait la durée de conservation qui aurait augmenté l'acidité. Le dernier provient des graines de la dernière aire de stockage. Ce sont les premières graines stockées dans de bonnes

conditions mais elles y sont restées pendant longtemps et auraient subi des réactions chimiques.

### **3. L'indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est aussi un paramètre sérieux à prendre en compte parce qu'il est un indice de stabilité. Cette stabilité de l'huile ne peut être confirmée que si l'huile a été soumise à une désodorisation réunissant certaines conditions : température de chauffage = 180° à 200° C ; mise sous vide = -700 à -760 mmHg ; température de refroidissement = 40° à 50° C.

Avant les améliorations il n'y avait pas de vide à aucun niveau de la production. La température de désodorisation de l'ancien système était située entre 135° et 145° C sans le vide. Celle du refroidissement était entre 60° et 90° C. Aussi avec le nouveau système au départ, il n'y avait pas de vide. La température de chauffage est comprise entre 150° à 160° C et celle du refroidissement va de 40° à 70° C. Après les améliorations avec le nouveau système le chauffage était de 155° à 170°C, 40° à 65° C pour le refroidissement sous -700 à -740 mmHg. Seule la température de chauffage est restée éloigner de ses valeurs ciblées.

Le but des améliorations dans le cas de l'indice de peroxyde est d'éviter l'oxydation de l'huile. En effet le vide extrait tout l'air (oxygène) de la cuve. Quant au refroidissement, il ramène toutes les molécules du corps gras à l'état stable. En ce moment, la mise au contact de l'huile avec l'air n'est plus très risquée puisque les molécules sont déjà stables et l'oxydation est possible mais lente.

### **4. La couleur**

Dès le début des travaux il est apparu une couleur indésirable de l'huile. La couleur de l'huile brute de coton est liée à des pigments colorants responsables des couleurs rouges, jaunes, noires, brunes,... Elle dépend de la qualité des graines et, en fonction de cette couleur, le processus de raffinage est modelé, surtout la phase de décoloration. En principe, la neutralisation devrait éliminer la couleur noire, le lavage enlève la couleur brune et la décoloration éliminerait le rouge, les traces du noir et du brun tout en laissant du jaune or. La couleur recherchée est alors le jaune or, mais une couleur jaune brune se présentait.

Lors de la recherche des sources du problème, il a été trouvé que :

- Les graines (en provenance de Diébougou et de Banfora) étaient à près du quart, moisies ou pourries et dégageaient une odeur anormale ;

- L'huile lavée était jaune légèrement rouge ;
- La quantité de terre décolorante utilisée était faible ;
- La température de décoloration était autour de 120° C et sans le vide.

Un changement de terre décolorante a été d'abord effectué en remplaçant le Tonsil (sud-africain) par le Seagull (chinois), mais aucune amélioration n'a été constatée. Des recherches sur la technologie de décoloration ont donné les résultats suivants:

- La société DIENE D'IOR : séchage pendant 10 - 15 minutes à 140° - 160° C puis décoloration à 90° - 110° C pendant 30 minutes avec 0,6 à 0,9% de Tonsil ;
- Huilerie Konsa : séchage à 105° C sous 7 – 8 bars puis attendre 10 - 15 minutes pour ramener la température à 90° C et ajouter la terre à 0,6 - 0,9 % ;
- Huilerie Loudoun : la décoloration se ferait à 600mmHg à 115° C ;
- SN Citec : 100° à 115° C sous 600 à 700 mmHg avec environ 0,8 % de Tonsil;
- La maison GOYUM (fabricant des équipements) : cette cuve travaille efficacement à 95° C sous un vide de 600 mmHg.

Avant de prendre une décision sur un éventuel réaménagement du procédé de décoloration, nous avons procédé à des modifications et à des tests.

### a. Le vide

Le dispositif de mise sous vide de la cuve de séchage-décoloration a subi des modifications. En effet, le ballon a été déplacé. L'entrée et la sortie de la pompe à vide ont été permutées. Le malaxeur, les joints, les vannes ont connu des apports techniques. Des essais ont été effectués avec et sans huile.

**Tableau 2: l'évolution du vide de la cuve de décoloration**

Dates	Vide (mmHg)	Opération	Observations	Température (°C)
04 – 06 – 2013	- 271	décoloration	instable	138
05 – 06 – 2013	-292	décoloration	instable	132,5
22 – 06 – 2013	-239,5	décoloration	instable	124
05 – 07 – 2013	-282	essai	instable	-----
12 – 07 – 2013	-285	essai	instable	-----
18 – 07 – 2013	-310	essai	instable	-----
22 – 07 – 2013	-370	décoloration	instable	84
22 – 08 – 2013	-630	décoloration	stable	110
05 – 10 – 2013	-640	décoloration	stable	105
06 – 10 – 2013	-640	décoloration	stable	86
07 – 10 – 2013	-630	décoloration	stable	75
08 – 10 – 2013	-640	décoloration	stable	70

Les observations qualifiées d'instable dans le tableau 2 sont les cas où l'aiguille du vacuomètre n'avait pas de position déterminée. Elle chute ou remonte de façon incontrôlée. Ceci serait lié à des fuites ou à des aspirations anormales qui empêchaient du même coup l'atteinte du vide. Les valeurs stables correspondent aux opérations lors desquelles l'aiguille reste autour d'un point donné pendant des heures même après arrêt de la pompe à vide puisqu'il n'y a pas d'aspiration ni de fuite. C'est-à-dire que les vannes, les points de soudure et les joints ont été bien contrôlés et réparés ou remplacés. Le problème du vide de décoloration est alors résolu.

### b. La décoloration par variation la température

Des échantillons d'huile lavée-séchée d'un même lot ont été prélevés pour des essais de décoloration. Ces essais permettraient de découvrir ce qui se passait lors des décolorations qui donnaient des huiles de couleur anormale. Pour chaque test, 100 g d'huile lavée est prélevé dans un bécher qui sera mis à l'étuve programmée à une température donnée. Une fois la température atteinte, la terre est ajoutée sous agitation. Une filtration et une observation sont effectuées par la suite. Les données du tableau et des images suivantes résultent de nos essais.

Tableau 3: l'évolution de la couleur en fonction de la température

échantillons	1	2	3	4	5	6	7	8	9
T° (°C)	ambiante	60	70	80	90	100	120	130	140
couleur	Jaune rouge	Jaune légèrement rouge	Jaune or	Jaune or	Jaune or	Jaune or un peu brune	Jaune or brune	Jaune brune	Jaune brune

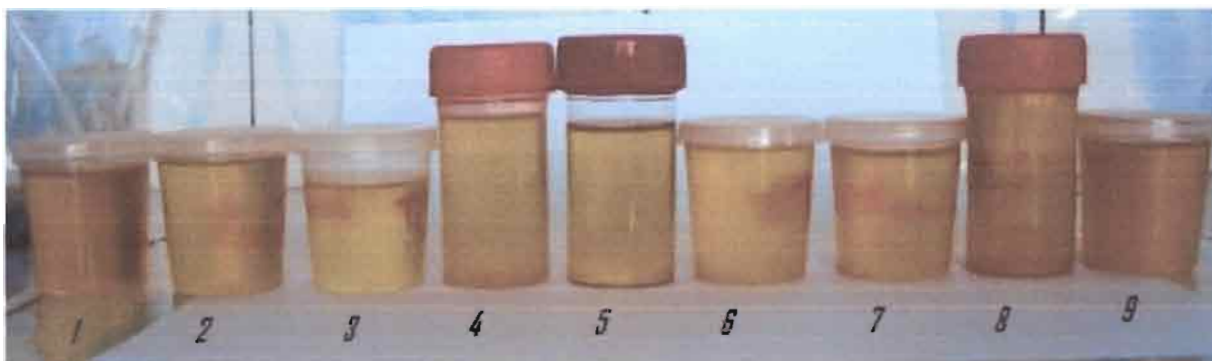


Image 1 : l'évolution de la couleur en fonction de la température

Le tableau 3 et l'image 1 montrent que la couleur idéale s'observe de 70° à 90° C, c'est-à-dire qu'avec le vide, elle pourrait s'observer aussi vers 100° C. Après 100° C, la couleur se dégrade. Une nouvelle couleur apparaît puisqu'il n'y avait pas de couleur brune



dans l'huile lavée-séchée. Après 100° C, le mélange huile-terre bout, puis noircit. Après filtration, l'huile était jaune brune. Ce serait la haute température qui provoquerait une réaction entre la terre et l'huile en présence d'air.

### c. La décoloration par variation de la quantité de terre

Dans la suite des expériences, la température est maintenue entre 70° et 95° C en faisant varier la quantité de terre décolorante. Après filtration le tableau et l'image suivants ont été obtenus.

Tableau 4: l'évolution de la couleur en fonction de la quantité de terre décolorante

échantillons	A	B	C	D	E	F	G	H
Proportion en terre (%)	0,6	0,8	1	1,2	1,4	1,6	2	2,4
couleurs	Jaune rouge	Jaune or un peu rouge	Jaune or	Jaune or	Jaune or	Jaune	Jaune claire	Jaune très claire

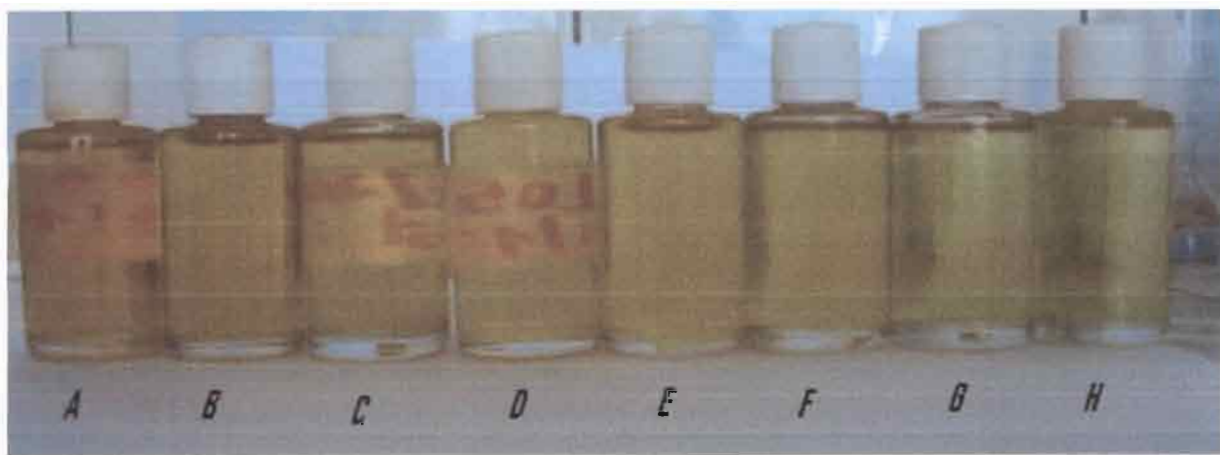


Image 2: l'évolution de la couleur en fonction de la quantité de terre décolorante

L'analyse du tableau 4 et de l'image 2 permettent de constater que de 0,6 % à 0,8 %, la quantité de terre serait faible pour la décoloration des échantillons. De 1 % à 1,4 % la couleur s'améliore : la quantité de terre est acceptable. Mais de 1,4 % à 1,6 %, la couleur or commençait à disparaître. Après 2 %, la couleur jaune disparaissait : la quantité de terre dépasse la quantité nécessaire. Rappelons que la quantité de terre est fonction de la couleur de l'huile séchée ; plus elle est rouge, plus elle nécessite une quantité importante de terre pour sa décoloration et inversement.

#### **d. La séparation du séchage de la décoloration**

Dans le nouveau système, le séchage et la décoloration se faisaient dans la même cuve, or cette cuve n'avait pas de dispositif efficace d'évacuation de vapeur d'eau (des gouttes d'eau se forment sur les viseurs et retombent dans la cuve). Sous 120° à 140° C, le mélange huile-terre-eau pourrait subir des réactions chimiques. En plus de ça, la température de séchage (90° à 120° C) est supérieure à celle de la décoloration (60° à 115° C). Cela veut dire qu'il y aurait un refroidissement entre le séchage et la décoloration. Ainsi, après le séchage (90° à 110°C) dans l'ancienne cuve, l'huile perd de la chaleur lors de son transfert vers la nouvelle cuve.

### **5. L'odeur**

Une odeur désagréable très forte se dégageait de l'huile finie en conditionnement. Plusieurs causes ont été proposées :

- \* Les graines, les débris, les produits utilisés, le processus de décoloration ;
- \* L'inefficacité de la désodorisation : peut-être que la température, le vide et le temps ne sont pas respectés. Il est possible qu'il y ait un défaut d'installation de tout le dispositif de désodorisation.

Le premier constat a été fait sur l'huile lavée. Cette huile n'avait pas d'odeur anormale donc les graines n'auraient pas d'effet sur cette odeur. Ensuite, la soude et l'acide de la neutralisation sont éliminés avant et pendant le lavage. Mais les processus de décoloration et de désodorisation comportent des défauts. En effet, c'est à partir de la décoloration que l'odeur apparaissait. C'est après les modifications faites lors de l'amélioration de la couleur, que l'odeur s'est suffisamment améliorée. Ce qui se laissait sentir est l'odeur naturelle d'huile de coton à éliminer par la désodorisation. Pour ce faire, des recherches sur les paramètres de désodorisation ont permis de recueillir les réponses suivantes:

- KASSAMBA (2002) : température = 180° à 274° C sous vide -1 à -6 mmHg avec une quantité de vapeur de 15 à 100Kg/ tonne d'huile ;
- R. ABOUTAYEB (2011) : température = 220° à 260° C sous vide pendant 2 heures ;
- Maison GOYUM India : température = 160° à 165° C sous un vide de -760 mmHg ;
- Huilerie Loudoun : température = 160° C sous vide -760mmHg ;
- SN Citec : température = 200°C sous un vide situé entre -600 et -760 mmHg.

Pour bien améliorer cette odeur, l'essentiel du dispositif de désodorisation a été démonté et réinstallé afin de créer le vide. Les données du tableau suivant ont été obtenues au cours des améliorations.

**Tableau 5: l'évolution du vide du désodoriseur**

Dates	Vide en mmHg	Vapeur en bars	Températures en °C	conséquence
03 – 06 – 2013	-70	8	150	Huile non désodorisée
05 – 07 – 2013	-410	8,5	-----	essai
10 – 07 – 2013	-150	8	-----	essai
15 – 07 – 2013	-408	8	-----	essai
17 – 07 – 2013	-420	9	-----	essai
20 – 07 – 2013	-465	8,5	-----	essai
20 – 07 – 2013	-445	8,7	-----	essai
22 – 07 – 2013	-445	7,6	155	Huile désodorisée
24 – 07 – 2013	-530	8	135	Huile désodorisée
22 – 08 – 2013	-630	10	-----	essai
05 – 10 – 2013	-710	11	153	Huile désodorisée avec de l'eau dans le ballon acide gras
06 – 10 – 2013	-710	10	155	Huile désodorisée sans eau dans le ballon acide gras
06 – 10 – 2013	-650	9	160	Huile désodorisée sans eau dans le ballon acide gras

Plus la pression de la vapeur est forte, plus le vide est poussé. Les défauts de vide sont aussi liés aux aspirations d'air au niveau des vannes, des coudes, des brides, des joints et des points de soudure. L'eau retrouvée dans le ballon acide gras provient de l'aspiration d'eau des condenseurs vers le ballon sous l'effet du vide de la cuve. C'est après un contrôle permanent et beaucoup de réparations que le vide du désodoriseur a été obtenu. Mais, la température reste loin de 200°C.

## 6. L'aspect

Le lundi 24 – 06 – 2013, il a été détecté une sortie d'huile de caractéristiques anormales au niveau du filtre presse. Cette huile avait presque les mêmes caractéristiques que l'huile lavée. A la suite d'un contrôle, il se trouvait que l'huile lavée se mélangeait à l'huile refroidie pour être filtrée. Ce mélange a été recyclé et des directives ont été données aux raffineurs : s'assurer que toutes les vannes non concernées par le transfert sont bien fermées et vérifier que seules les vannes concernées sont ouvertes. Ce qui facilite la résolution de ce problème est le système d'installation des conduites d'huiles dans la raffinerie. A toutes les étapes, un recyclage est possible même entre l'ancienne installation et la nouvelle.

Du 10 au 12 – 09 – 2013, des particules en suspension ont été détectées dans l'huile en conditionnement. La poche de l'un des filtres de polissage était déchirée sous l'effet de la pression et de la température assez élevée de l'huile. Cette huile se troublait à la température ambiante, présente des précipités après 3 jours et ces précipités se déposent au fond du flacon après 5 heures de repos. Elle a été produite par l'ancien système. Il n'y avait qu'une seule filtration ; cela a facilité le passage des cires et des particules. Les filtres de polissage ont été réparés. L'amélioration de l'aspect a été renforcée par la maîtrise du fonctionnement automatique du filtre Niagara qui était exploité comme filtre « simple ». La température (120° C) et les démontages répétés détruisaient le filtre. Avec la nouvelle technique de décoloration, la température de filtration se trouvait entre 60° et 100° C.

### **7. Le diagramme final de raffinage**

La résolution des 6 principaux problèmes nous a permis de dresser un diagramme assez complet. Les conditions d'utilisation données par le fabricant sont respectées. Aussi, les conditions favorables aux différentes réactions chimiques ont été offertes. La figure 3 suivante résume le processus de raffinage.

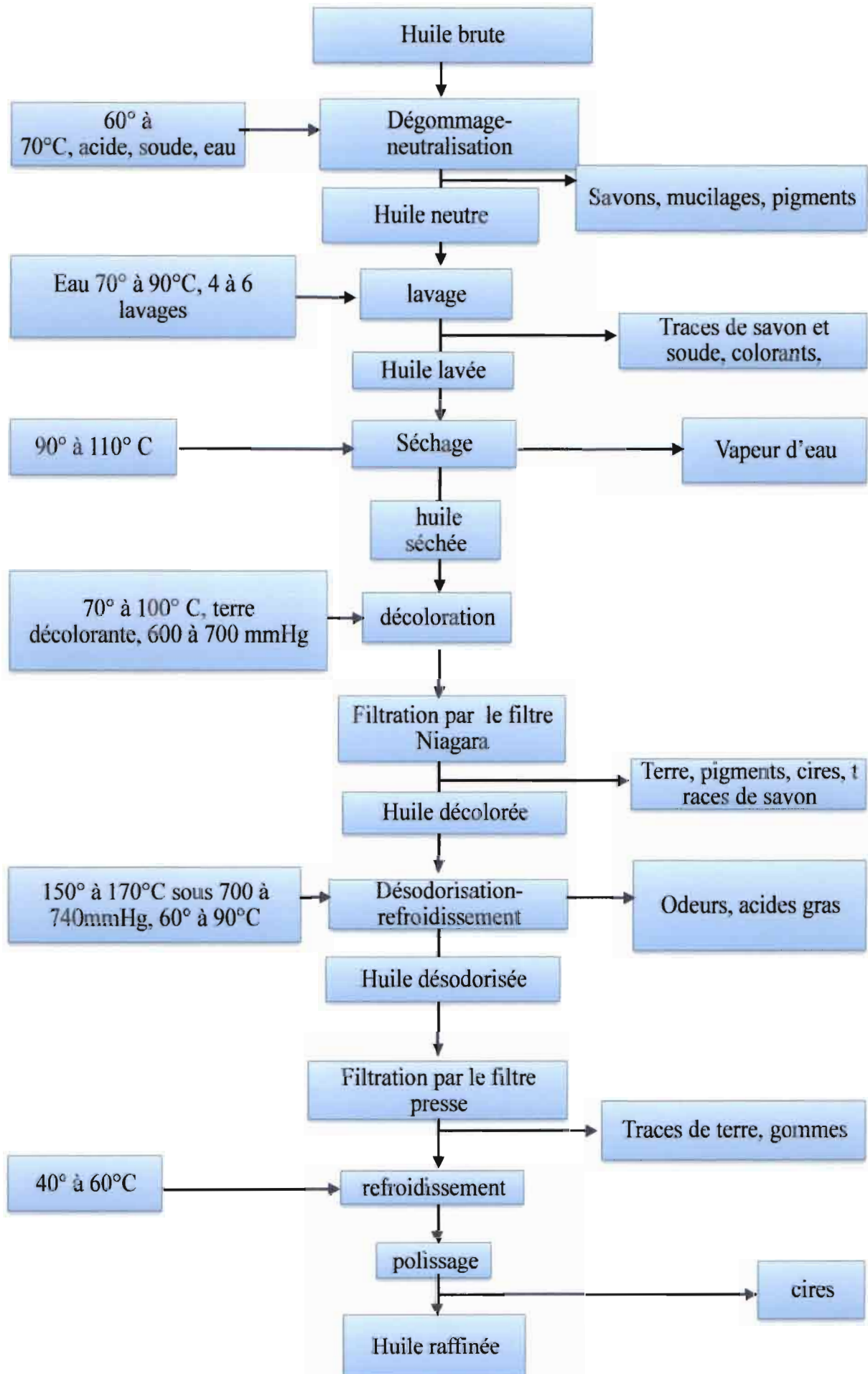


Figure3: processus de production par le nouveau système après les améliorations

## Chapitre 5 : Résultats et discussion

### I. L'indice d'acide des huiles raffinées

L'indice d'acide (Ia) doit être conforme aux normes internationales dont la valeur limite :  $Ia \leq 0,6$  mg de KOH / g d'huile, selon AOCS Ca 5a-40, ISO 660 1996 et SOP AN AM 07-01.

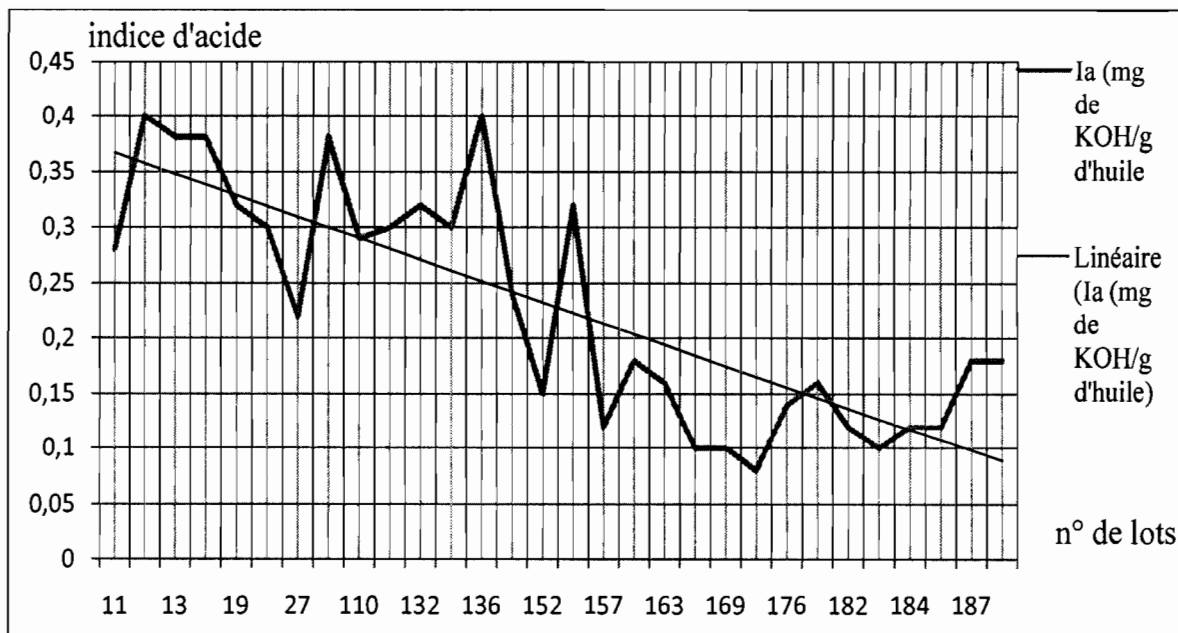


Figure4: La courbe d'évolution de l'indice d'acide

**Tableau 6: résultats d'évolution de l'indice d'acide**

<b>Dates</b>	<b>Lots (échantillon)</b>	<b>Ia (mg de KOH/g d'huile)</b>	<b>Décisions</b>
08/01/2013	11	0,28	conforme
09/01/2013	12	0,4	conforme
10/01/2013	13	0,38	conforme
13/01/2013	15	0,38	conforme
16/01/2013	19	0,32	conforme
25/01/2013	25	0,3	conforme
26/01/2013	27	0,22	conforme
29/01/2013	28	0,38	conforme
09/05/2013	110	0,29	conforme
22/05/2013	121	0,3	conforme
25/05/2013	132	0,32	conforme
03/06/2013	135	0,3	conforme
26/06/2013	136	0,4	conforme
13/07/2013	151	0,24	conforme
15/07/2013	152	0,15	conforme
16/07/2013	153	0,32	conforme
05/09/2013	157	0,12	conforme
09/09/2013	160	0,18	conforme
11/09/2013	163	0,16	conforme
14/09/2013	166	0,1	conforme
18/09/2013	169	0,1	conforme
21/09/2013	171	0,08	conforme
27/09/2013	176	0,14	conforme
04/10/2013	181	0,16	conforme
05/10/2013	182	0,12	conforme
08/10/2013	183	0,1	conforme
09/10/2013	184	0,12	conforme
10/10/2013	185	0,12	conforme
17/10/2013	187	0,18	conforme
22/10/2013	190	0,18	Conforme

Toutes les valeurs du tableau 6 sont inférieures à 0,6 mg de KOH/ g d'huile donc elles sont conformes. De l'échantillon du lot 11 à celui du lot 28 la valeur moyenne de l'indice d'acide se situe autour de 0,33 mg de KOH/ g d'huile. Cette valeur moyenne est proche de

0,26 en partant du lot 107 au lot 120. Ces valeurs moyennes sont obtenues avant toute amélioration. Du 03 au 16/06/2013 nous avons obtenu une valeur moyenne d'environ 0,29 mg de KOH/ g d'huile, mais à partir du lot 157, toutes les valeurs sont restées en bas de 0,2 mg de KOH/ g d'huile.

Le premier et le deuxième groupe ont des valeurs assez élevées en indice d'acide. Ce fait était lié à des défauts d'estimation de la quantité d'huile brute : la quantité d'huile brute dépassait la quantité utilisée pour effectuer les calculs. En ce moment, la quantité de soude devenait insuffisante pour neutraliser au maximum les acides gras libres.

Le troisième groupe correspond à la période de tentative d'amélioration. C'est pourquoi on remarque un grand écart entre les valeurs.

Cependant, le dernier groupe, c'est-à-dire du lot 157 à 190, donne des valeurs relativement basses. Les estimations, les mesures, les calculs et la technique de neutralisation sont maîtrisés à tel point que les concentrations en moles d'hydroxyde de sodium et en moles d'acides gras libres se rapprochaient. La courbe linéaire de la figure 4 montre que les valeurs moyennes ont régressé de 0,35 à 0,15 mg de KOH/ g d'huile. Soulignons que ces résultats ont été obtenus après analyse des huiles finies produites par l'ancien système ou par le nouveau système.

## II. La teneur en savons des huiles raffinées

La teneur en traces de savons est comparée à des valeurs fixées par certaines normes. En effet, elle doit être :  $\leq 50$  ppm selon AOCS Cc 17 – 79, NBF 01 – 140 – 2009, Méthode interne tirée du Manuel d'analyse des huileries de Compagnies Françaises de Développement Textile (CFDT)

**Tableau7: résultats d'évolution de la teneur en savons**

Dates	lots	savon (ppm)	Décision
08/01/2013	11	37,8	conforme
09/01/2013	12	37	conforme
10/01/2013	13	47	conforme
13/01/2013	15	32,8	conforme
16/01/2013	19	48,3	conforme
25/01/1900	25	22,63	conforme
26/01/1900	27	30,68	conforme
29/01/2013	28	22,68	conforme
09/05/2013	110	7,34	conforme
22/05/2013	121	3,8	conforme
03/06/2013	132	7,58	conforme
25/06/2013	135	néant	conforme



26/06/2013	136	néant	conforme
02/07/2013	140	15,04	conforme
06/07/2013	142 et 144	néant	conforme
11/07/2013	147 à 150	néant	conforme
08/07/2013	145	34	conforme
13/07/2013	151	18,17	conforme
15/07/2013	152	7,43	conforme
16/07/2013	153	36,4; IRSAT: 10; LNSP: 36	conforme
22/07/2013	155	néant	conforme
25/07/2013	156	néant	conforme
05/09/2013	157	néant	conforme
06/09/2013	158	néant	conforme
07/09/2013	159	néant	conforme
09/09/2013	160	néant	conforme
10/09/2013	161 et 162	néant	conforme
11/09/2013	163	néant	conforme
12/09/2013	164	néant	conforme
13/01/1900	165	30,29	conforme
14/09/2013	166	22	conforme
16/09/2013	167	30	conforme
17/09/2013	168	36	conforme
18/09/2013	169	37,8	conforme
20/09/2013	170	<b>68</b>	<b>non conforme</b>
21/09/2013	171	<b>76</b>	<b>non conforme</b>
23/09/2013	172	29,8	conforme
25/09/2013	175	29,4	conforme
27/09/2013	176	<b>75,4</b>	<b>non conforme</b>
30/09/2013	177 et 178	19,93	conforme
01/10/2013	179	néant	conforme
02/10/2013	180	néant	conforme
04/10/2013	181	néant	conforme
05/10/2013	182	néant	conforme
08/10/2013	183	néant	conforme
09/10/2013	184	néant	conforme
10/10/2013	185	néant	conforme
17/10/2013	187	néant	conforme
22/10/2013	190	néant	conforme

Le tableau 7 nous laisse voir différentes valeurs.

Du lot 11 au lot 28 les teneurs en savons sont assez élevées. Ces résultats découlent de la production de l'ancien système. Le problème est lié à un défaut de lavage lors duquel l'eau de lavage était tiède et le nombre de lavage était insuffisant.

Les lots 110, 121 et 132 présentent des traces de savons assez faibles. Ils sont issus des productions du nouveau système qui utilise de la terre décolorante mais, à une faible

proportion (0,4 % à 0,6 %). Cette quantité ne pourrait pas éliminer la totalité des traces de savons. En plus, les bidons n'étaient pas rigoureusement rincés.

C'est après un temps d'observation, de recherche de solution et d'amélioration que les échantillons des lots 135 et 136 ont été négatifs au test de savon.

Du lot 145 au lot 153, les analyses révèlent une présence de traces de savons dans les huiles. Le lot 153 du 16/07/2013 a été analysé par trois (03) laboratoires : le laboratoire de l'entreprise (où nous avons travaillé), le LNSP/Ouagadougou et le laboratoire du Département de Technologie Alimentaire (DTA) de l'IRSAT/ Bobo. Les résultats des deux premiers laboratoires sont très proches tandis que celui obtenu par le dernier est très éloigné des deux autres. Cette différence serait causée par un défaut de réactif (la solution préparée de vert d'acétone) du côté de l'IRSAT.

Du lot 155 au lot 164 les échantillons sont négatifs au test de savons tant avec l'ancien qu'avec le nouveau système. Le nombre de lavage est maintenant suffisant, la température de l'eau est respectée de telle sorte que sans la terre de bons résultats sont obtenus. Tous ces échantillons étaient prélevés avant tout conditionnement.

Les échantillons représentatifs du lot 165 au lot 178 présentent des teneurs en savon relativement élevées. Ce qui est déplorable est l'apparition de trois (03) valeurs non conformes. Ces échantillons ont été prélevés dans les bidons, c'est-à-dire après conditionnement. Toutes ces valeurs sont liées non seulement aux traces de savons contenues dans les bidons, mais aussi l'application d'un processus de lavage inadapté (le lavage sans agitation). C'est après résolution de ces deux problèmes que les échantillons des lots 179 à 190 ont été négatifs lors de la détermination de la teneur en savons. Le résultat « néant » signifie que la teneur en savons est si faible qu'elle ne peut pas être dosée.

### **III. L'indice de peroxyde**

Les valeurs des indices de peroxyde obtenues sont comparées à des valeurs normées fixées par certaines normes internationales en vigueur. Pour ce faire chaque valeur d'indice de peroxyde doit être :  $\leq 10$  meq d'O<sub>2</sub>/ Kg d'huile selon l'AOCS Official Method Cd 8 – 53, ISO 3960, NBF 01 – 140 – 2009 et SOP AN AM 08 – 01.

Tableau 8: résultats d'évolution de l'indice de peroxyde

Date	Lots	Ip (meq/ Kg d'huile)	Décision
08/01/2013	11	3,7	conforme
09/01/2013	12	5,7	conforme
10/01/2013	13	5	conforme
10/01/2013	14	5,8	conforme
13/01/2013	15	3,7	conforme
13/01/2013	16	4,99	conforme
15/01/2013	18	3,2	conforme
16/01/2013	19	3,7	conforme
25/01/2013	25	3,98	conforme
29/01/2013	28	2,7	conforme
09/05/2013	110	3,72	conforme
20/05/2013	120	2,72	conforme
22/05/2013	121	3,2	conforme
03/06/2013	132	3,34	conforme
25/06/2013	135	3,92	conforme
02/07/2013	140	2,95	conforme
08/07/2013	145	6,5	conforme
15/07/2013	152	3,47	conforme
16/07/2013	153	4,5	conforme
08/10/2013	182	3,8	conforme
09/10/2013	184	4,2	conforme
10/10/2013	185	4,2	conforme
17/10/2013	187	4,2	conforme
22/10/2013	190	5,2	conforme

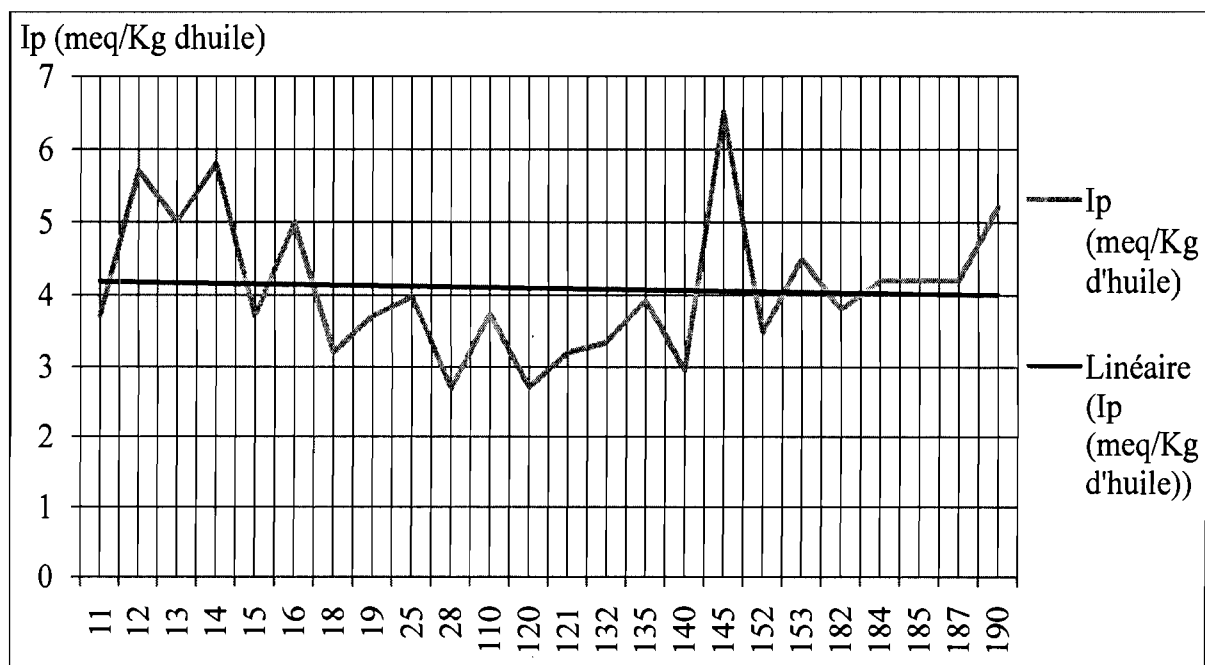


Figure5: la courbe d'évolution de 'indice de peroxyde

Tous ces résultats dans le tableau 8 sont conformes aux normes citées puisque les valeurs des indices de peroxyde sont toutes inférieures à 10 meq d'O<sub>2</sub>/ Kg d'huile. Les données enregistrées avant le 03/06/2013 correspondent aux lots produits par l'ancien système avant toute amélioration. Dans ce groupe d'échantillons, les valeurs sont situées entre 2,7 et 5,8 meq d'O<sub>2</sub>/ Kg d'huile. Malgré l'absence du vide dans le désodoriseur, les valeurs indiquaient une certaine stabilité des huiles. La température de désodorisation était insuffisante (130° à 140° C au lieu de 180° à 200° C) pour créer une instabilité de ces huiles. Aussi les lots 156 à 182 ont été produits par l'ancien système et présentent des résultats semblables aux précédents ; ils sont obtenus dans les mêmes conditions. Le lot 145 donne la valeur la plus élevée en indice de peroxyde. Cela s'expliquerait par le fait qu'il a le plus été au contact avec l'air à une température assez élevée (plus de 85° C à la filtration au filtre presse). La température et l'oxygène influencent beaucoup l'indice de peroxyde. Les lots 183, 184, 185 et 190 ont été produits par le nouveau système où le vide du désodoriseur était poussé mais la température était insuffisante. Les valeurs correspondantes se rapprochent les unes des autres. Le dernier lot a rencontré un problème de refroidissement et a été filtré à 85° C, puis envoyé en deuxième refroidissement. Par contre, le lot 187 résulte de l'ancien système, mais sa valeur est voisine de celle des précédents. La courbe des moyennes (linéaire) montre une faible diminution des valeurs de 4,2 à 4 meq d'O<sub>2</sub>/ Kg d'huile.

Si la température atteignait 200° C et le vide était poussé, tout l'oxygène, les acides gras nocifs et d'autres substances volatiles s'en iraient lors de la désodorisation et l'indice de peroxyde s'annulerait simplement parce qu'il n'y a plus d'oxygène disponible pour une éventuelle oxydation. C'est pourquoi il faudrait refroidir suffisamment l'huile avant de la mettre au contact de l'air.

#### IV. La couleur

Des analyses sensorielles ont permis d'apprécier la couleur des échantillons de différents lots. La couleur idéale recherchée est la couleur « jaune or ».

**Tableau 9: les résultats d'évolution de la couleur**

Dates	lots	Couleurs	Décisions
<b>Du 03 au 29/06/2013</b>	132 à 136	Jaune or légèrement brune	Conforme
<b>Du 02 au 16/07/2013</b>	140 à 153	Jaune or légèrement rouge	Conforme
<b>22/07/2013</b>	155	Jaune or légèrement brune	Conforme
<b>Du 25/07 au 06/09/2013</b>	156 à 158	Jaune légèrement rouge	conforme
<b>Du 07 au 13/09/2013</b>	159 à 165	Jaune or légèrement rouge	conforme

<b>Du 14 au 21/09/2013</b>	166 à 171	Jaune or	conforme
<b>25/09/2013</b>	172 à 174	Jaune or légèrement rouge	conforme
<b>25/09/2013</b>	175	Jaune rougeâtre	« conforme »
<b>27/09/2013</b>	176	Jaune rougeâtre	« conforme »
<b>30/09/2013</b>	177 et 178	Jaune rougeâtre	« conforme »
<b>01/10/2013</b>	179	Jaune rougeâtre	« conforme »
<b>02/10/2013</b>	180	Jaune rouge	Non conforme
<b>04/10/2013</b>	181	Jaune rouge	Non conforme
<b>05/10/2013</b>	182	Jaune rouge	Non conforme
<b>08/10/2013</b>	183	Jaune or	conforme
<b>09/10/2013</b>	184	Jaune or	conforme
<b>10/10/2013</b>	195	Jaune or	conforme
<b>17/10/2013</b>	187	Jaune rouge	Non conforme
<b>22/10/2013</b>	190	Jaune or	conforme

Le tableau 9 présente les différentes couleurs rencontrées lors de nos travaux. La couleur jaune rouge est détectée dans des huiles issues de mauvaises graines (qui devraient être déclassées) dont l'huile brute a subi un raffinage par l'ancien système qui ne comportait pas réellement une étape de décoloration. C'est pour cela que la couleur rouge demeure. Cette huile est déclarée non conforme puisque par rapport au paramètre de la couleur, l'huile est impropre à la consommation humaine car chargée de pigments indésirables, mais peut être recyclée ou utilisée en savonnerie ou dans d'autres domaines.

Aussi la couleur jaune rougeâtre est obtenue presque dans les mêmes conditions. La seule différence est que les graines sont un peu meilleures par rapport aux précédentes. La couleur de ces huiles est déclarée conforme parce que des clients la préfèrent surtout pour des fritures et elle n'est pas très loin de la couleur désirée. Il manquait la terre décolorante pour éliminer les pigments rouges.

Par contre les graines qui donnent les couleurs jaune légèrement rouge et jaune or légèrement rouge sont de bonne qualité, mais comme leur huile brute est raffinée par l'ancien système, les pigments rouges restent dans l'huile finie. Ces couleurs peuvent être jugées conformes du fait qu'elles soient très proches de l'idéale.

La couleur jaune or est l'idéale recherchée. Elle est obtenue après le raffinage par le nouveau système qui utilise la terre décolorante. Cette couleur peut être aussi obtenue si les graines sont de qualité irréprochable, par exemple la couleur jaune or des lots 166 à 171 est issue de l'ancien système. L'huile séchée avait déjà une couleur jaune or, il n'était plus nécessaire d'utiliser la terre décolorante si ce n'est pour éliminer les cires et d'autres substances. Ce serait grâce à cela que la SN Citec produit toujours des huiles de couleur jaune

or : elle n'utilise que des graines de bonne qualité. Or dans la société d'accueil, des graines de mauvaise qualité sont parfois traitées et c'est ce qui complique la tâche.

La couleur jaune or légèrement brune est un cas particulier. Elle est liée à un problème de maîtrise du processus et de la technique de décoloration avec le nouveau système. Beaucoup de paramètres rentrent en ligne de compte : la quantité de terre était faible, la température de décoloration était dépassée, il n'y avait pas de vide, le mécanisme de décoloration n'était pas maîtrisé, l'huile n'était pas séchée. Toutes ces conditions anormales contribueraient à brunir le mélange et par conséquent l'huile finie. C'est après résolutions de tous les défauts de décoloration que la couleur jaune or a été obtenue au niveau des lots 183, 184, 185 et 190 qui avaient une huile séchée de même couleur que celle du lot 187.

## V. L'odeur

Pour être conforme, l'huile de coton doit être exempte d'odeur et de toute rancidité.

**Tableau 10: les résultats d'évolution de l'odeur**

Dates	N° du lot	Odeurs	Décisions
<b>03/06/2013</b>	132	Très forte	« conforme »
<b>25/06/2013</b>	135	forte	« conforme »
<b>02/07/2013</b>	140	faible	conforme
<b>06/07/2013</b>	144	forte	« conforme »
<b>Du 08 au 18/07/2013</b>	145 à 154	faible	conforme
<b>22/07/2013</b>	155	Très faible	conforme
<b>25/07/2013</b>	157	faible	conforme
<b>Du 05/09 au 01/10/2013</b>	167 à 179	Caractéristique de l'huile de coton	conforme
<b>02/10/2013</b>	180	faible	conforme
<b>04/10/2013</b>	181	forte	« conforme »
<b>05/10/2013</b>	182	Assez forte	conforme
<b>Du 08 au 10/10/2013</b>	183 à 185	Caractéristique de l'huile de coton	conforme
<b>17/10/2013</b>	187	faible	conforme
<b>22/10/2013</b>	190	Caractéristique de l'huile de coton	conforme

Les odeurs ont connu une amélioration pendant notre étude. Elles sont regroupées dans le tableau 10 où le numéro du lot indique l'échantillon représentatif du lot correspondant. Les odeurs qualifiées de très forte proviennent du nouveau système où la température de décoloration était très élevée en l'absence du vide. Des réactions se seraient produites entre les molécules en présence pour dégager des odeurs désagréables puisque ces odeurs ne se faisaient pas sentir dans l'huile lavée. En plus le désodoriseur ne fonctionnait pas normalement.

Les odeurs fortes et assez fortes sont obtenues lors des améliorations du nouveau système qui ont débouché sur l'obtention de l'odeur recherchée : l'odeur caractéristique de l'huile de coton sentie au niveau des échantillons des lots 183 à 185 et 190. Mais cette odeur recherchée a été obtenue avec l'ancien système après analyse sensorielle des échantillons des lots 167 à 179. Ces huiles provenaient de graines de meilleure qualité. Depuis l'huile brute, l'odeur était déjà normale et comme il n'y a pas une étape dans le processus qui pourrait dégrader cette odeur (au contraire elle est améliorée), nous obtenons une huile presque inodore ; néanmoins une odeur très légère reste à éliminer. C'est-à-dire que si elle était produite par le nouveau système après les améliorations, elle allait avoir une odeur très proche de l'huile savor de la SN Citec qui provient uniquement de graines de coton de qualité supérieure. Par conséquent, plus la graine est bonne, plus elle est facile à transformer et plus elle donne de bonnes huiles. Les odeurs faibles sont des résultats des productions de l'ancien système. Ce qui se faisait sentir devrait être éliminé par une bonne désodorisation.

## VI. L'aspect

L'aspect idéal est exempt de corps étrangers.

**Tableau 11: les résultats d'évolution de l'aspect**

Dates	lots	Aspects	décision
<b>25/06/2013</b>	135	Trouble, mais transparent, brillant et limpide après recyclage	conforme
<b>10/09/2013</b>	162	Un peu trouble avec des particules en suspension	-----
<b>11/09/2013</b>	163	Un peu trouble avec des particules en suspension	-----
<b>12/09/2013</b>	164	Un peu trouble avec des particules en suspension	-----
<b>26/09 au 02/10/2013</b>	175 à 182	Légèrement trouble après refroidissement	conforme
<b>08 au 10/10/2013</b>	183 à 185	Fluide, transparent, brillant, limpide	conforme
<b>17/10/2013</b>	187	Légèrement trouble après refroidissement	conforme
<b>22/10/2013</b>	190	Fluide, transparent, brillant, limpide	conforme

L'aspect trouble du lot 135 était lié au problème de manipulation lors de la filtration. Le bon aspect est obtenu après un recyclage surveillé. Tous les aspects fluide, transparent, brillant et limpide venaient du nouveau système qui comporte trois (03) filtrations et une utilisation de terre décolorante. Ce système élimine efficacement les substances troublantes (cires ou gommes) et les particules. L'aspect un peu trouble avec des particules en suspension correspond à la période durant laquelle la poche du filtre de polissage était déchirée. En plus

ces lots venaient de l'ancien système qui n'avait que cette seule étape de filtration. Aussi l'huile était à une température de refroidissement assez élevée. Tout le contenu (particules, cires, ...) de l'huile séchée se retrouve dans l'huile « raffinée ». Mais, au bout de 3 à 5 jours de repos, toutes les particules et substances troublantes se sont déposées au fond du flacon ou du bidon offrant ainsi à l'huile un très bon éclat ; l'huile devient donc bien transparente, brillante et limpide.

L'aspect « légèrement trouble » après refroidissement est lié aux difficultés de refroidissement rencontrées avec l'ancien système. La température restait entre 50° et 90° C et empêchait les cires de précipiter. Ces substances traversent alors le filtre poche, précipitent à la température ambiante et troublent l'huile.



## CONCLUSION ET SUGGESTIONS

La société Huilerie et Savonnerie du Faso a été un endroit idéal pour la réalisation de notre stage de fin de cycle : l'harmonie, la communication, la collaboration, la détermination du promoteur à faire la qualité, la disponibilité de la main d'œuvre qualifiée ont donné à notre thème d'étude des résultats satisfaisants. D'abord, nos connaissances théoriques acquises en classe sur les huiles ont été largement mises en pratique. Ensuite, nous nous sommes familiarisés avec le milieu professionnel surtout avec l'ensemble du personnel, les équipements, les matériels et les manipulations de laboratoire. En effet, nous avons participé activement à la réadaptation des installations et du processus de raffinage, aux productions, aux tests et aux analyses de laboratoire. Ainsi, les six (06) paramètres sur lesquels portaient nos travaux à savoir l'indice d'acide, la teneur en savons, l'indice de peroxyde, la couleur, l'odeur et l'aspect ont connu une amélioration considérable. Après ces travaux, l'entreprise pourrait produire la qualité d'huile qu'elle désire en fonction du besoin du client puisqu'elle peut jouer sur tous les paramètres de qualité dans le but d'obtenir ce qu'elle souhaite.

Cependant, d'autres améliorations sont en cours notamment l'enrichissement en vitamine A dont le dispositif est déjà installé et le renforcement des compétences du laboratoire.

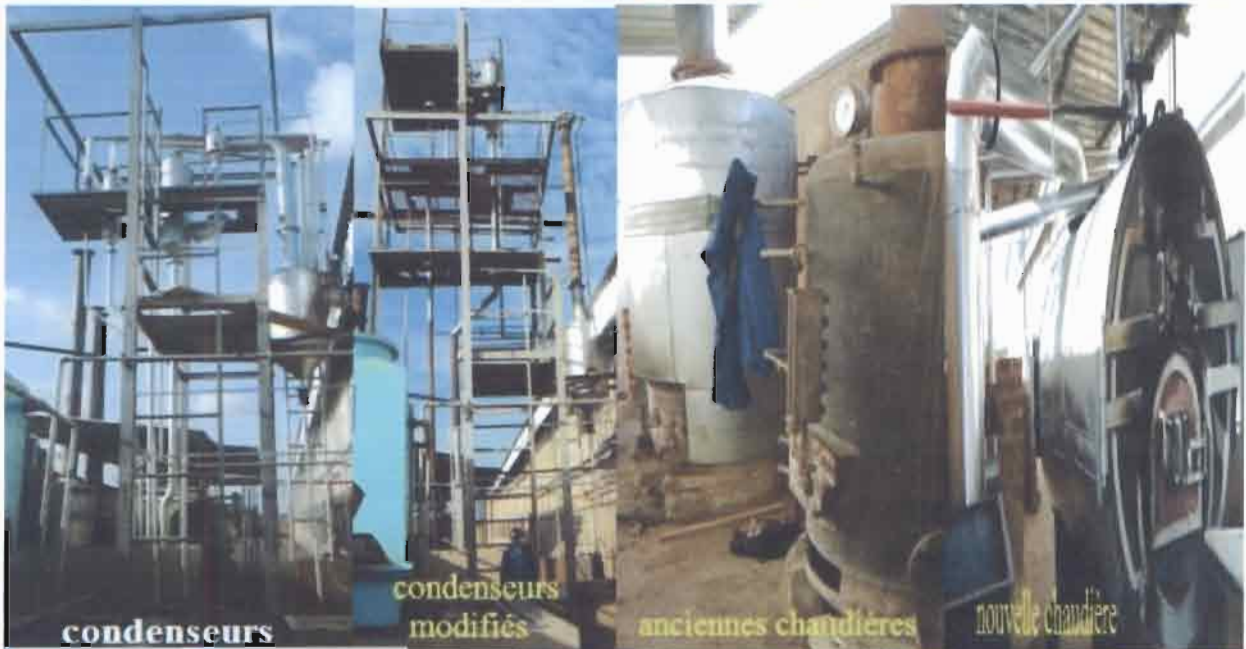
Des besoins d'amélioration se font sentir encore au niveau du raffinage. D'abord, il serait intéressant d'effectuer une phase de dégommage distincte de la neutralisation pour éviter les problèmes de cires. Ensuite, un thermo échangeur doit être inséré entre le séchage et la décoloration afin d'obtenir en tout moment la température requise pour la décoloration. Aussi, l'étude sur l'élévation de la température de la désodorisation est à poursuivre. En dehors du raffinage, un contrôle continu et une étude sur le séchage des emballages récupérés sont à envisager afin de réduire les pertes en huile et éviter l'humidification. Pour maintenir et/ ou parfaire les améliorations faites et réussir celles à venir, un besoin en chef de service production et une permanence au laboratoire s'imposent. La société doit alors recruter un chef de service production qui maîtrise le matériel, le processus et l'équipe de raffinage. A cela s'ajoute le besoin en aide-laborantin auprès du responsable qualité pour permettre d'assurer une permanence au laboratoire afin de réaliser un contrôle continu lors de la production.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ✓ aifo-uemoa.org : Association Industrielle de la Filière Oléagineuse UEMOA (AIFO/ UEMOA) nous a permis d'avoir une idée sur l'historique du cotonnier ;
- ✓ André CORNU, Nutritionniste, ORSTOM en service à l'ONAREST IMPM – CEPM, BP : 193 YAOUNDE/ CAMEROUN dans son œuvre intitulée « conservation de la valeur nutritionnelle de la graine de coton utilisée en alimentation humaine » nous a été utile par rapport au problème du gossypol ;
- ✓ azaquar.com : « Sciences et Techniques des Aliments » soumis par R. ABOUTAYEB le mercredi 19/01/2011, 15 : 36 a été exploité pour ses données intéressantes sur le processus de raffinage et le fonctionnement du filtre Niagara ;
- ✓ formation continue – Article de synthèse, un Manuscrit soumis le 11 Janvier 2010. Ann. Méd. Vét.2011.155.61-82 : « les coproduits de la graine de coton en alimentation du poulet de chair » nous a offert des détails sur la composition de l'huile de coton ;
- ✓ Hauchart V., 2005. *Culture du coton et dégradation des sols dans le Mouhoun (Burkina Faso)*, thèse de géographie, GEGENA (EA3795), université de Reims-Champagne-Ardenne, 428 p.
- ✓ « les bonnes pratiques de laboratoire et le contrôle de qualité en huilerie » de M. BakariKASSAMBA, Juillet 2002 est un document qui a été largement consulté pour la pertinence de son contenu sur le corps gras, le processus de raffinage et les protocoles ou méthodes d'analyse.
- ✓ Ucciani, E. Nouveau dictionnaire des huiles végétales: Composition en acides gras. Lavoisier, Tec et Doc, Paris, 1995.
- ✓ UICPA (Union International de Chimie Pure et Appliquée). Méthodes d'analyses des matières grasses et dérivées. 6<sup>e</sup> éd. Lavoisier, Tec. et Doc., Paris, 1979.
- ✓ Sément G., 1986. *Le Cotonnier en Afrique tropicale*, Édition Maisonneuve-Larose, Paris, Coll. Le technicien de l'agriculture, 133 p.
- ✓ [www.aocs.org](http://www.aocs.org) est le site internet de la norme AOCS Official Method utilisée au laboratoire. AOAC (Association of Official Analytical Chemists). In Official methods of analysis. K Helrich. (Ed.), Fifteenth edition. Virginia (USA), 1990. pp. 963-964
- ✓ [www.word-docphytoplus.com](http://www.word-docphytoplus.com), coton : Réaction de son contrôle sur la spermatogénèse et fonction ovarienne. Ce site apporte un plus sur les actions du coton sur les fonctions testiculaires et ovarienne.

# ANNEXE

## I. Les images



## II. La fiche d'analyse



**HUILERIE ET  
SAVONNERIE DU FASO**  
**DIRECTION DE LA QUALITE**  
**Laboratoire et Contrôle Qualité**  
01 BP : 162 Bobo-Dosso (BF)  
Tél : (00226) 20 97 09 75  
Cél : (00226) 78 23 88 99



# RAPPORT D'ANALYSES

Référence client	Huilerie et Savonnerie du Faso		
Désignation de l'échantillon	Huile de coton		
N° du lot	Date de production	Date de péremption :	
But des analyses : <b>Contrôle de Qualité</b>			
Date de prélèvement de l'échantillon :			

Paramètres	Résultats	Valeurs limites	Méthodes utilisées	Décision
Indice d'acide		$\leq 0,6$ mg de KOH/ g d'huile	AOCS Ca 5-40	
Traces de savon		$\leq 50$ ppm	AOCS Cc 17-79	
Indice de peroxyde		$\leq 10$ méq de O <sub>2</sub> actif/ kg d'huile	AOCS Cd 8-53	
<b>Analyses Organoleptique</b>				
↕ Aspect		Exempt de corps étrangers	Méthode sensorielle	
↕ Couleur		-----	Méthode sensorielle	
↕ Odeur		Exempt d'odeur étrangère et de toute rancidité	Méthode sensorielle	
<b>Décision</b>				

Le responsable qualité

### III. La détermination de la teneur en savons

La teneur en savons est le taux résiduel de savon de neutralisation de l'huile ou de toute autre alcalinité d'un échantillon d'huile défini en ppm (partie par million) de savon.

La méthode permet de déterminer l'alcalinité d'un échantillon d'huile en ppm de savon. La méthode est basée sur celle de l'AACS Officiel Method Cc 17-79 avec les modifications suivantes :

- ✓ La prise d'essai est ramenée de 100 g à 50 g ;
- ✓ Le volume du solvant acétonique est ramené de 100 g à 50 g ;
- ✓ 6 gouttes de bleu de bromophénol sont utilisées au lieu de 0,5ml.

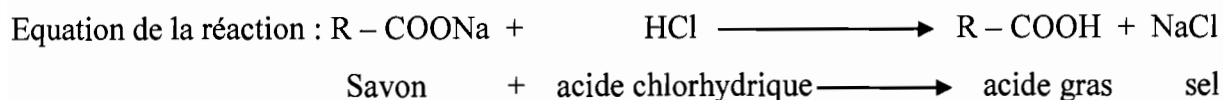
Les réactifs suivants sont utilisés :

- \* Acétone en solution hydrique : 2 % d'eau dans l'acétone. Prendre 20 ml d'eau distillée dans une fiole de 1 l et compléter avec de l'acétone grade analytique ;
- \* Solution d'acide chlorhydrique 0,01 N ;
- \* Indicateur coloré : bleu de bromophénol, 0,4 % de bromophénol dans de l'eau distillée.

Mode opératoire comprend plusieurs étapes:

- Préparer le solvant en ajoutant 6 gouttes de bleu de bromophénol à 50 ml d'acétone à 2 % d'eau ;
- Neutraliser le mélange solvant en titrant avec le HCl 0,01 N à la coloration jaune du montre une dominance en acide, il faudra alors titrer avec du NaOH 0,1 N. la coloration bleue foncée ou violette indique un milieu alcalin. Au point équivalent le mélange est de couleur jaune verdâtre on parle alors de vert d'acétone ;
- Peser approximativement 50,0 g d'huile dans un erlenmeyer de 250 ml et ajouter la solution de vert d'acétone. Agiter pour dissoudre l'échantillon (le poids de l'échantillon peut être modifié en fonction de la teneur en savon).
- Titrer en ajoutant graduellement l'HCl 0,01 N sous agitation constante. Une fois commencée, le titrage devra se faire rapidement. Le point équivalent est déterminé par la coloration jaune persistante pendant 30 secondes.

Le résultat de l'analyse s'exprime ainsi:



$$\text{Oléate de sodium} = \frac{304 \cdot N \cdot V \cdot 1000}{PE} = \frac{304 \times 0,01 \cdot V \cdot 1000}{PE} = \frac{3040 \cdot V}{PE}$$

$$\text{On a alors : savons (ppm)} = \frac{3040 \cdot V}{PE}$$

V = volume de HCl titrant (en ml)

PE = prise d'essai (en g)

N = normalité de HCl = 0,01 N

304 = masse molaire d'oléate de sodium (g/ mol)

#### IV. Détermination de l'indice d'acide

L'acidité est la mesure du taux de ces acides gras libres. Il se définit en % de l'acide gras majoritaire du corps gras. Quant à l'indice d'acide, c'est la quantité en mg de KOH nécessaire pour neutraliser 1g d'huile.

Ces acides gras libres lorsqu'ils sont présents dans l'huile, ils sont responsables de beaucoup de désagréments dont les principaux sont l'odeur, le goût désagréable, les pertes énormes au raffinage. L'acidité de l'huile brute est une grandeur importante car elle permet de prévoir la quantité de soude à utiliser pour la neutralisation. Elle doit être comprise entre 1,5 et 4 %. L'indice d'acide est égal à 1,99 fois l'acidité. L'acidité de l'huile désodorisée est une bonne indication pour s'assurer de la bonne conduite des opérations. Une huile bien raffinée doit avoir l'acidité la plus basse possible : inférieur ou égale à 0,3 % c'est-à-dire un indice d'acide inférieur ou égal à 0,6 mg de KOH/ g d'huile. L'indice d'acide est un indice d'altération.

La détermination de l'acidité permet le dosage des acides gras libres présents dans l'huile. L'acidité prend en compte tout l'acide présent dans l'huile.

La méthode est basée sur l'AOCS Official Method Ca 5a-40 avec les modifications suivantes :

- ✓ L'indicateur coloré (solution de phénolphthaléine) sera ajouté dans la préparation d'alcool 95 % neutre servant au dosage plutôt que dans chaque échantillon ;
- ✓ La prise d'essai serait de 28,2 au lieu de 56,5 g.

Les réactifs utilisés sont:

- \* L'alcool neutralisé : éthanol 95 % + 0,04 à 0,05 % de phénolphthaléine (ou 4 à 5 % de phénolphthaléine préparée dans l'alcool à 1 %), neutralisé avec du NaOH 0,1 N jusqu'à la coloration légèrement rose ;

- \* La phénolphthaléine grade analytique ;
- \* La solution de soude NaOH 0,1 N.

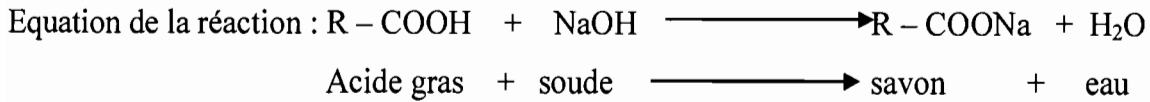
Le mode opératoire est le suivant :

- Peser 28,2 g à  $\pm 0,2$  g près d'huile et introduire dans un erlenmeyer, puis ajouter 50 ml d'alcool neutralisé bouillant ;

➤ Titrer avec le NaOH 0,1 N jusqu'au point d'équivalent, c'est-à-dire à la coloration rose persistante de même intensité que celle de l'alcool neutralisé. La coloration doit persister 30 secondes.

Le principe est basé sur une réaction acido-basique entre un acide faible et une base faible.

L'expression du résultat de l'acidité et l'indice d'acide est:



$$\text{On a : Acidité (\% acide oléique)} = \frac{V \cdot N \cdot PM}{10 \cdot PE} = \frac{V \cdot N \cdot 28,2}{10 \cdot PE} = \frac{V \cdot N \cdot 28,2}{PE} = A$$

$$\text{On a aussi : } I_a = \frac{56,1 \cdot V \cdot N}{PE} = \frac{1,99 \times 28,2 \cdot V \cdot N}{PE} = 1,99 \cdot A$$

V = volume de NaOH titrant (ml)

N = normalité de NaOH = 0,1 N

PE = prise d'essai en g

PM = masse molaire de l'acide oléique = 28,2 g/ mol

56,1 = masse molaire de KOH en g/ mol

I<sub>a</sub> = indice d'acide en mg de KOH/ g d'huile

A = acidité (% acide oléique) en %

Si l'on n'a besoin d'exprimer le résultat en indice d'acide, il suffit de multiplier l'acidité par 1,99 pour l'obtenir en mg de KOH/ g d'huile.

## V. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une grandeur qui mesure le degré d'oxydation de l'huile (désodorisée). Les produits d'oxydation qui sont mesurés sont généralement assimilés aux peroxydes ou à des produits similaires. Lorsque l'huile est parfaitement désodorisée, au sortir du désodoriseur, l'indice de peroxyde est nul. Au fil du temps, le contact avec l'air fait remonter la valeur. Expérimentalement, la méthode permet de doser toutes les substances en termes de milliéquivalents de peroxydes pour 1000 g d'huile (meq. /1000 g d'huile), oxydés par l'iodure de potassium (KI) dans les conditions opératoires. Ces substances sont généralement assimilées aux peroxydes ou à des produits similaires provenant de l'oxydation des corps gras. La méthode est basée sur celle de l'AOC Official Method Cd 8-53 avec les modifications suivantes :

- ✓ La méthode ne s'applique pas à l'indice de peroxyde de la margarine ;

✓ L'iodure de potassium (KI) n'est pas obligatoirement préparé quotidiennement. Les préparations précédentes sont réfrigérées pour les besoins ultérieurs ;

✓ Le KI est préparée si le titrage du blanc donne un volume de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$  supérieur à 0,25 ml ;

✓ Il n'est pas nécessaire de tester le degré de sensibilité de la solution d'amidon ;

✓  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$  à 0,01 N est utilisé au lieu de 0,1 N.

Les réactifs cités ci-dessous sont utilisés:

\* La solution d'acide acétique/chloroforme (3 : 2 V/ V) : mélanger 3 volumes d'acide acétique glacial avec 2 volumes de chloroforme grade analytique ;

\* La solution d'iodure de potassium (KI) saturée : dissoudre de l'iodure de potassium dans de l'eau fraîchement distillée jusqu'à saturation. Des cristaux de KI doivent persister dans la solution. Cette solution doit être conservée dans un flacon sombre et au réfrigérateur s'il n'est pas en utilisation ;

\* La solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ ) à 0,01 N ;

\* La solution d'amidon.

Le mode opératoire est le suivant :

➤ Peser 5,00 g à  $\pm 0,05$  g près d'échantillon dans un erlenmeyer de 250 ml et ajouter 30 ml de la solution d'acide acétique/ chloroforme. Agiter pour dissoudre l'échantillon ;

➤ A l'aide de la pipette, ajouter 0,5 ml de la solution de KI saturée à l'échantillon et agiter doucement pendant exactement une minute. Ajouter immédiatement 30 ml d'eau distillée à l'éprouvette graduée et approximativement 0,5 ml de la solution d'amidon ;

➤ Titrer avec le  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ , ajouter graduellement en agitant à l'aide de l'agitateur magnétique. A proximité du point d'équivalent, ajouter le thiosulfate goutte par goutte jusqu'à disparition totale de la coloration indigo ;

➤ Préparer et titrer un essai à blanc dans les mêmes conditions. Si le volume titrant du blanc dépasse 0,25 ml de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ , préparer à nouveau une solution de KI et reprendre le dosage.

L'indice de peroxyde s'exprime ainsi qu'il suit : 
$$I_p \text{ (meq. / Kg d'huile)} = \frac{(V - V_0) \cdot N \cdot 1000}{PE}$$

V = volume titrant de l'échantillon en ml ;

$V_0$  = volume titrant du blanc en ml ;

N = normalité du sulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O} = 0,01$  N,

PE = prise d'essai en g.