

BURKINA FASO

Unité – Progrès - Justice

MINISTERE DES ENSEIGNEMENTS
SECONDAIRE ET SUPERIEUR

SECRETARIAT GENERAL

UNIVERSITE POLYTECHNIQUE
DE BOBO-DIOULASSO



UNITE DE FORMATION ET DE
RECHERCHE EN SCIENCES TECHNIQUES

FILIERE : GENIE BIOLOGIQUE
OPTION : AGRO-ALIMENTAIRE

MINISTERE DE L'INDUSTRIE DU
COMMERCE ET DE L'ARTISANAT

SECRETARIAT GENERAL

HUILERIE NIDOR



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE
Pour l'obtention de la
LICENCE PROFESSIONNELLE EN GENIE BIOLOGIQUE
OPTION : Agro-alimentaire

THEME

**HUILE DE COTON RAFFINEE NIDOR : ANALYSE
DE QUELQUES PARAMETRES DE QUALITE**

Présenté par **KOANDA Balawendé Pauline Safiétou**

Maître de stage :
Mr Firmin BAGNOA

Directeur de mémoire :
Pr Aboubacar TOGUYENI

Table des matières

DEDICACE	iii
REMERCIEMENTS	iv
SIGLES ET ABREVIATIONS.....	v
LISTE DES TABLEAUX	vi
LISTE DES FIGURES	vi
LISTE DES PHOTOGRAPHIES.....	vi
RESUME	vii
Introduction générale.....	1
Objectifs de l'étude.....	2
1. Objectif général	2
2. Objectifs spécifiques.....	2
Chapitre I : Etude Bibliographique	3
A. Présentation de la structure d'accueil	3
B. Synthèse bibliographique	4
I. La production de coton au Burkina Faso.....	4
II. Transformation de la graine de coton	5
II.1. Unités de transformation de la graine de coton au Burkina Faso	5
II.2. Structure et composition biochimique de la graine de coton	6
II.3. Composition nutritionnelle de l'huile	7
II. 4. Production de l'huile raffinée par l'huilerie NIDOR.....	8
Chapitre II : Matériels et Méthodes.....	15
A. Matériel	15
I. Matériel biologique	15
I.1. La graine de coton.....	15
I.2. L'huile de coton raffinée	15
II. Matériel de production et de laboratoire	15
II.1. Matériel de production	15
II. 2. Matériel de laboratoire	16
B. Méthodologie.....	16
I. L'échantillonnage.....	16

II. Analyse physico-chimique	17
II.1. La détermination du taux d'humidité.....	17
II.2. L'indice d'acide	18
II.3. L'indice de Peroxyde	19
II.4. L'indice de saponification	20
II.5. L'indice d'ester	21
II.6. Les impuretés insolubles	22
II.7. Les traces de savon	22
II.8. L'indice d'iode.....	23
II.9. Les matières insaponifiables.....	24
II.10. Les cendres totales	25
II.11.L'huile minérale.....	26
III. Analyse des données	27
Chapitre III : Résultats et Discussion	28
I. Taux d'humidité, indice de peroxyde, indice d'acide, indice d'iode.....	28
II. Indice de saponification, indice d'ester, traces de savon et impuretés insolubles.....	30
III. Recherche de matières insaponifiables, d'huiles minérales et de cendres totales.....	32
Conclusion	34
Perspectives et recommandations.....	35
Références bibliographiques	36

DEDICACE

A

LA MEMOIRE DE MON PERE

A MA MERE pour les efforts endurés
pendant tant d'années

A TOUTE LA FAMILLE KOANDA

REMERCIEMENTS

Tout d'abord je rends grâce à Dieu pour ses bienfaits à mon égard.

Ce présent travail est le fruit des efforts conjugués de plusieurs personnes à qui je dois l'expression de toute ma reconnaissance et ma profonde gratitude. Ainsi je profite adresser tous mes sincères remerciements particulièrement :

A Mme **AOUBA** née **TRAORE Assetou** Directrice de l'huilerie **NIDOR** pour m'avoir accueillie au sein de son entreprise ;

A mon directeur de mémoire Pr **Aboubacar TOGUYENI** pour son encadrement scientifique, son écoute attentive et ses conseils malgré ses multiples charges administratifs et pédagogiques ;

A mon maître de stage M. **Firmin BAGNOA** pour son encadrement, son soutien et son assistance tant pendant les manipulations que ses conseils lors de la rédaction du rapport ;

Merçi à tout le personnel de l'huilerie **NIDOR** ;

A Dr **Constantin DABIRE** pour ses conseils et encouragement ;

A M. **Yacouba DAO** pour son soutien et assistance lors de mes analyses ;

Au personnel enseignant de l'unité de formation et de recherche en sciences et technique (**UFR/ST**) en particulier au corps professoral de la filière Génie Biologique;

Et vous mes frères, sœurs, amis, camarades, merci pour la fraternité et la bonne collaboration.

Que **DIEU** bénisse chacun de vous.

Milles excuses à tous ceux et toutes celles qui, par inadvertance, j'ai eu à blesser de quelques manières que ce soit.

SIGLES ET ABREVIATIONS

AGL : acide gras libre

AOAC: Association of Official Analytical Chemists International

AOCS : American oil chemists'society

FASOTEX : Faso textile

FILSAH : Filature du Sahel

GHH : Groupement des Huileries du Houet

GTPOB : Groupement des Transformateurs de Produits Oléagineux du Burkina

HCl : acide chlorhydrique

INERA : Institut National de l'Environnement et de la Recherche Agricole

ISO : International Standard Organization (Organisation International de Normalisation)

KI : iodure de potassium

KOH : hydroxyde de potassium

NaOH : hydroxyde de sodium

NBF: Norme du Burkina Faso

NIDOR: Nina Doriane – huilerie

PIB : Produit Intérieur Brut

PL : phospholipide

**SN.CITEC : Société Nouvelle - Huileries et Savonneries, Compagnie de l'Industrie Textile
Cotonnière**

SOCOMA : Société Cotonnière du Gourma

SOFITEX : Société des Fibres textiles

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Composition en acide gras de l'huile de coton (pourcentage d'acide gras totaux).....	7
Tableau II : Composition de l'huile brute de coton en tocophérols	8
Tableau III : Composition de l'huile raffinée de coton en tocophérols.....	8
Tableau IV : Taux d'humidité, indice de peroxyde, indice d'acide et indice d'iode des échantillons d'huile raffinée analysés.....	29
Tableau V : La repartition en masse molaire par acide gras	31
Tableau VI : Indice de saponification, indice d'ester, traces de savon, et impuretés insolubles des échantillons d'huile raffinée analysés.....	32
Tableau VII : Matières insaponifiables, huiles minérales, et cendres totales	33

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Organigramme de la société NIDOR.....	4
Figure 2 : L'évolution de la production de coton graine au Burkina Faso	5
Figure 3 : Diagramme d'extraction de l'huile brute de coton.....	9
Figure 4 : Le diagramme de raffinage de l'huile de l'huile de coton à l'huilerie NIDOR.	14

LISTE DES PHOTOGRAPHIES

Photo 1 : la raffinerie	3
Photo 2 : les presses à vis.....	9
Photo 3 : la neutralisation	11
Photo 4 : le lavage de l'huile brute.....	11
Photo 5 : les filtres presses.....	12
Photo 6 : le conditionnement	13
Photo 7 : l'étuve	17
Photo 8 : le dessicateur	18
Photo 9 : le four à moufle	26

RESUME

Au regard du nombre croissant des huileries au Burkina, et la présence d'huile frelatée sur le marché, l'analyse des huiles s'avère importante. En effet les huiles frelatées résultent d'un mauvais raffinage qui entraîne la présence de produits toxiques comme le gossypol dans le produit fini. Ces produits toxiques sont sources de maladies cardio-vasculaires et même, de cancer. Il devient impératif de contrôler la qualité de ces huiles alimentaires afin de préserver la santé des consommateurs. Ainsi l'objectif de notre étude est d'apprécier la qualité de l'huile raffinée produite par la société NIDOR à travers le contrôle de quelques paramètres de qualité de l'huile produite. Pour ce faire, nous avons utilisé les normes Burkinabè NBF en concordance avec les normes du *Codex Alimentarius*.

Après contrôle des différents paramètres, on a obtenu des résultats qui dans l'ensemble sont conformes à ceux établis soit par les normes nationales NBF, soit par celles du *Codex Alimentarius*. C'est le cas de l'indice d'acide dont les valeurs extrêmes sont 0,08 mg de KOH/g pour deux échantillons 1 et 4, et 0,15 mg de KOH/g pour le troisième échantillon 5. Il en est de même pour l'indice de peroxyde où l'on enregistre une valeur moyenne de $0,48 \pm 0,45$ méq d'O₂ actif/kg d'huile. Les traces de savon de même que le taux d'humidité sont également conformes aux valeurs établies par le *Codex*. D'autres paramètres à l'instar des impuretés et de l'indice de saponification présentent des valeurs très proches de celles autorisées par le *Codex Alimentarius*. Toute fois, il convient de conserver ces huiles à l'abri de l'air qui est un facteur pouvant altérer la qualité des huiles à travers l'oxydation des acides gras.

Mots clés : huile, qualité, norme, coton, NBF, *Codex Alimentarius*

Introduction générale

Le Burkina Faso est un pays à économie essentiellement agricole. La culture du coton (*Gossypium spp*) occupe 10 à 15% des terres cultivables estimés à environ 4.400.000 à 6.000.000 ha et 20% de la population active ([www.unpei.org/sites/default/files/dm_documents/Burkina Faso-évaluation économique-coton study.pdf](http://www.unpei.org/sites/default/files/dm_documents/Burkina_Faso-évaluation_économique-coton_study.pdf)). Au plan économique, le coton représente 60% des exportations nationales et contribue pour 5% au PIB. Avec une production estimée à 630.000 tonnes pour la campagne agricole 2012-2013, le Burkina Faso est le premier producteur en Afrique et le 10^{ème} sur le plan mondial. Le coton récolté est entièrement égrené localement et génère des sous-produits ; le plus important est la graine qui est utilisée dans la fabrication d'huile cosmétique, de savon, d'huile alimentaire et de tourteaux.

L'huile de coton raffinée est la 1^{ère} consommée au Burkina et représente 40% des besoins en huile du pays (www.agecon.purdue.edu/staff/masters/ImpactCD/.../Coton-Burkina.doc). La consommation moyenne nationale d'huile est estimée à 58.500 tonnes d'huile par an (Fao, 2013).

Sur le plan national, l'industrie productrice d'huile de coton est dominée par la SN-CITEC avec une production annuelle moyenne de 20.000 tonnes. A côté de cette industrie, il existe de nombreuses petites et moyennes unités à Bobo-Dioulasso qui transforment également les graines de coton en huile alimentaire telle que l'huilerie NIDOR (notre structure d'accueil). Ces unités sont souvent organisées dans des associations comme le Groupement des Transformateurs de Produits Oléagineux du Burkina (GTPOB). L'huilerie NIDOR a une production annuelle d'environ de 7600 bidons de 20 litres d'huile. Elle dispose d'un laboratoire d'analyse fonctionnel, et œuvre au respect du cahier de charge notamment à la recherche d'amélioration de la qualité de l'huile raffinée produite.

L'huile de coton doit être extraite et raffinée de sorte à garantir au consommateur un produit de qualité optimale donc conforme à la norme Burkinabé NBF et celle du *Codex Alimentarius*. C'est dans cette perspective que notre étude se rapporte au thème : «Huile de coton raffinée NIDOR : analyse de quelques paramètres de qualité ».

Objectifs de l'étude

1. Objectif général

Notre étude a pour objectif général l'analyse de la qualité de l'huile raffinée produite par l'entreprise NIDOR. Dans l'atteinte de l'objectif général, des objectifs spécifiques sont à envisager.

2. Objectifs spécifiques

Ils se déclinent comme suit :

- Etudier la méthode de production de l'huile raffinée ;
- Analyser quelques paramètres de qualité de l'huile produite ;
- Vérifier la conformité des valeurs des paramètres analysés avec celles des normes nationale NBF et /ou internationale du *Codex Alimentarius*.

Ces objectifs reposent sur les hypothèses suivantes :

- Le mode de traitement et les conditions de stockage des graines de coton pourraient avoir un impact sur la qualité de l'huile raffinée ;
- Le mode d'extraction de même qu'une non maîtrise du procédé de raffinage pourraient avoir un impact sur la qualité de l'huile raffinée ;
- Le matériel de conditionnement de l'huile raffinée pourraient jouer sur la qualité de l'huile ;
- Les huiles produites à NIDOR respectent les normes du *Codex Alimentarius*.

La présente étude sera structurée en trois grands chapitres :

- Le premier consacré à l'étude bibliographique ;
- Le deuxième présente les matériels et méthodes ;
- Le troisième présente et discute les résultats.

Chapitre I : Etude Bibliographique

A. Présentation de la structure d'accueil

L'huilerie NIDOR est membre du Groupement des Transformateurs de Produits Oléagineux du Burkina (GTPOB). Elle a été créée et construite en 2005 sous le régime juridique de Société A Responsabilité Limité (SARL) couple AOUBA. Le nom NIDOR a été donné à l'huilerie en souvenir de leurs 2 filles Nina et Doriane. La décision d'implantation a été accordé par l'arrêté N°07-184/MCPEA/SG/IGAE du 20/05/2007 et la décision de production d'huile alimentaire a été accordé en 2012 par l'arrêté N° 2012_060/MICA/SG/CGU du ministère de l'industrie du commerce et de l'artisanat assortit d'un nouveau cahier de charge. L'huilerie NIDOR est située au secteur 19 de Bobo-Dioulasso dans la zone industrielle, sur la route de Banfora, côté gauche de la station TOTAL.

L'huilerie NIDOR est organisée selon un organigramme hiérarchico-fonctionnel qui se présente comme suit :

- La direction avec une directrice assistée d'une secrétaire, d'une caissière, et d'un comptable ;
- Le service administratif comprend un gestionnaire et un magasinier ;
- Le service technique comprend le service presserie avec 24 employés, le service raffinerie (**Photo 1**) avec 2 employés pour le raffinage et 2 employés pour le conditionnement, et le service laboratoire avec un laborantin (**Figure 1**).



Photo 1 : la raffinerie

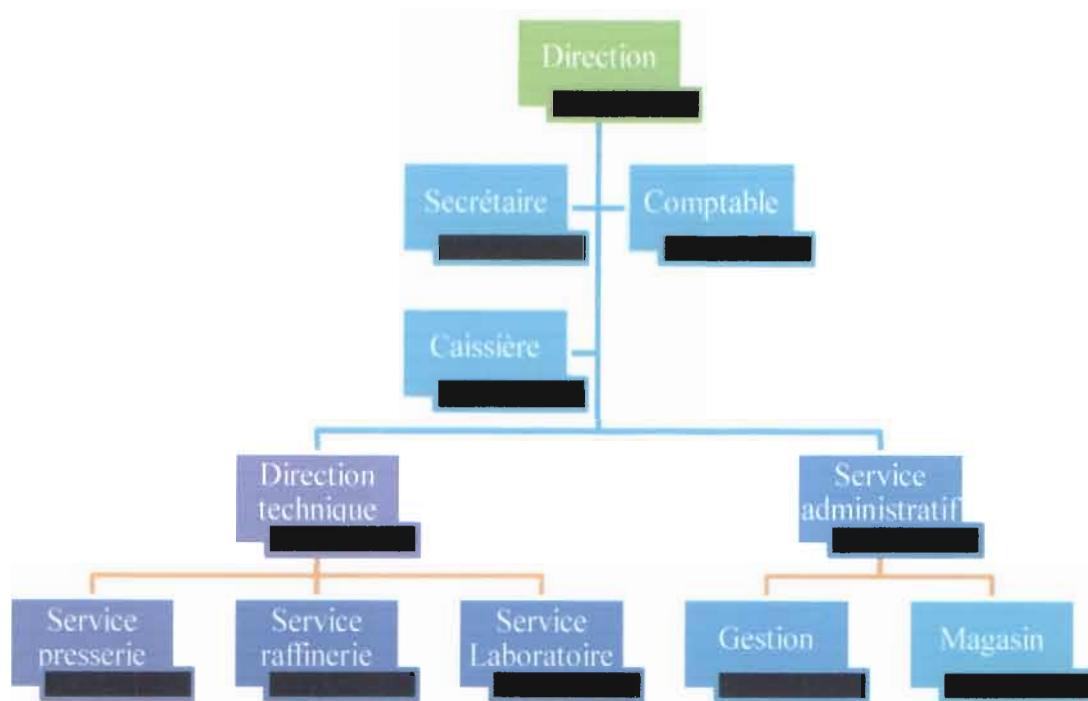


Figure 1 : Organigramme de la société NIDOR

B. Synthèse bibliographique

I. La production de coton au Burkina Faso

La culture du coton a commencé pendant la colonisation entre 1924-1929; et était obligatoire car il contribuait au développement du pays à travers l'exportation. La culture du coton fut introduite dans les régions du Nord, du Centre Nord; et de la Boucle du Mouhoun ; après l'indépendance, elle s'est propagée dans les régions du Sud-ouest, des Hauts Bassins; et de l'Est. La culture du coton a été relancée en 1949 par la Compagnie Française pour le Développement des fibres Textiles (CFDT). Cette compagnie distribuait des intrants aux producteurs, les formaient et amélioraient les techniques de culture et cela aboutit à la création de la SOFITEX officiellement le 29 juin 1979.

Il y a trois principales zones de production et de commercialisation de coton graine au Burkina Faso:

- La zone de l'Ouest avec 80% ;
- La zone de l'Est avec 12% ;
- La zone du Centre avec 7%.

La production du coton a connu une évolution au cours des années 1995 à 2005 et la variation connaît une progression oscillatoire (**Figure 2**).

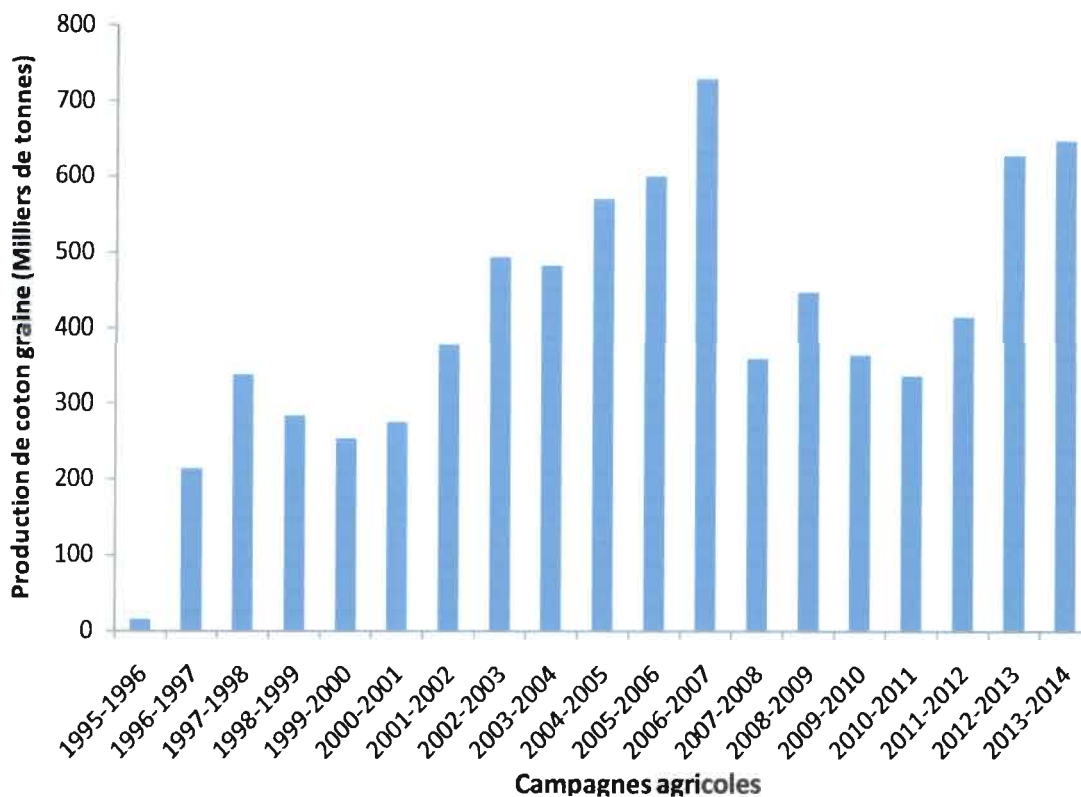


Figure 2 : L'évolution de la production de coton graine au Burkina Faso

Source : Les données des sociétés cotonnières (SOFITEX, Faso Coton, SOCOMA)

II. Transformation de la graine de coton

II.1. Unités de transformation de la graine de coton au Burkina Faso

La transformation locale du coton reste une faiblesse au niveau national car la quasi-totalité de la fibre est exportée.

Après l'égrenage par les sociétés cotonnières, les graines de coton sont transférées essentiellement vers les unités de production d'huile. La transformation de la graine de coton en huile alimentaire au Burkina Faso a débuté en 1980 par la SN-CITEC qui avait ouvert en 1941 une usine de production d'huile d'arachide et de traitement de beurre de karité. Ensuite en 1984 s'insère la SOFIB et la JOSSIRA en 2001. En 2013, il existe de nombreuses petites entreprises et semi entreprises. En effet les petites unités industrielles se sont associées en plusieurs groupements :

- Le Groupement des Transformateurs de Produits Oléagineux du Burkina Faso (GTPOB) créé en 2005 qui comptait en 2009, 42 huileries membres, et en 2013, 48 membres;

- Le Groupement des Huileries du Houet (GHH) créée en 2008 qui regroupe 11 huileries membres ;
- La Coopérative des Producteurs de Produits Oléagineux et Divers (CPPOD) qui est composée de 6 huileries membres en 2009.

Le nombre officiel des petites entreprises de transformation de la graine de coton du Burkina Faso n'est pas connu car certaines unités ne sont pas affiliées à ces associations (Baffes, 2010).

II.2. Structure et composition biochimique de la graine de coton

La graine de coton est un organisme vivant dont la finalité est de perpétuer l'espèce à partir de son embryon contenu dans le germe en permettant le développement d'une nouvelle plante. Elle se compose de 3 parties :

- Le péricarde ou coque : c'est la pellicule cellulosique qui protège le grain pendant sa formation, au cours de sa conservation et aussi pendant la levée dans le sol, en limitant l'entrée des moisissures et des bactéries. Il concentre en faible quantité les pigments et les vitamines ;
- L'endosperme ou amande constitue presque tout l'intérieur du grain et se compose d'éléments principaux tel que les glucides (cellulose), les lipides (matière grasse), et les protides (acide aminée, protéine) et d'éléments secondaires comme les pigments, les minéraux, les vitamines, les enzymes et l'eau ;
- Le germe ou embryon comprend la plantule et le cotylédon.

La graine de coton est constituée d'une amande (60% de son poids) et d'une coque cellulosique (40% de son poids). De la graine est extraite de l'huile et des tourteaux riches en protéines. Certaines variétés de graines de coton peuvent contenir jusqu'à 20% d'huile, 22% de protéine et 28% de cellulose brute (Tran, 1994). Le cotonnier contient naturellement du gossypol (un sesquiterpène) toxique pour les êtres humains et les animaux monogastriques. Le gossypol est présent dans l'amande et le tégument de la graine. Les traitements d'extraction de l'huile (broyage, chauffage) provoquent la rupture des glandes à gossypol, libérant le pigment dont une partie se lie alors aux acides aminés, et en particulier à la lysine. Les formes liées ne sont pas toxiques (Tran, 1994). Des recherches ont prouvé que c'est un acide faible liposoluble et thermolabile (Diaw, 2010 ; Pillette, 1948 ; Denise, 1982). Aussi les fortes températures durant le développement de la plante et la période de maturation des graines diminuent la teneur en gossypol (Diaw, 2010). L'huile extraite des graines est raffinée et

utilisée dans la consommation humaine. Les tourteaux produits sont eux destinés aux animaux poly-gastriques. La détoxification des graines et des tourteaux se fait par traitement thermique. Le gossypol peut aussi être éliminé par voie chimique en utilisant un solvant, ou en inactivant le gossypol libre par l'addition d'un sel métallique : l'incorporation de fer sous forme de sulfate de fer (Tran, 1994).

II.3. Composition nutritionnelle de l'huile

L'huile raffinée, tout comme les céréales, est importante dans l'alimentation humaine. En effet, elle rentre dans la consommation alimentaire et apporte des acides gras (Tableau I) et des vitamines (Tableau II) à l'organisme. Elle fournit de l'énergie (9,5 kcal/g), contribue à la régulation de la température corporelle, permet la synthèse des hormones, améliore la fertilité de par les tocophérols (vitamine E), et joue le rôle d'élément de structure par la protection extra- et intracellulaire (Denise, 1982). Elle procure aussi des sentiments de satiété, rehausse la saveur et la texture des aliments et donne de l'éclat au teint et à la chevelure.

II. 3. 1. Les acides gras

L'huile de coton est riche en acide linoléique indispensable à l'organisme et parfois considérée comme des vitamines ; il contient également d'autres acides gras représentés dans le Tableau I.

Tableau I : Composition en acide gras de l'huile de coton (pourcentage d'acide gras totaux)

Nom commun de l'acide gras	Nomenclature biochimique	Répartition (%)
Acide myristique	C14-0	0,6 -1,0
Acide palmitique	C16-0	21,4 - 26,4
Acide stéarique	C18-0	2,1 -3,3
Acide oléique	C18-1	14,7 -21,7
Acide linoléique	C18-2	46,7 - 58,2
Acide arachidique	C20-0	0,2 - 0,5

Source : Commission du *Codex Alimentarius* (consulté le 25/01/2014)
Norme Burkinabè NBF 01-140 : 2009

II. 3. 2. La vitamine E

La composition de l'huile brute et de l'huile raffinée de coton en tocophérols (vitamine E) est présentée respectivement dans le Tableau II et le Tableau III. Dans cette huile, les

tocophérols représentent 0,11% de l'huile brute et 0,09% de l'huile raffinée. Ce sont des agents conservateurs de l'huile de par leur pouvoir antioxydants (Pillette, 1948).

Tableau II : Composition de l'huile brute de coton en tocophérols

Tocophérols	Composition (mg/kg)
Alpha	136 - 674
Gamma	138 - 746

Source : Commission du *Codex Alimentarius* (consulté le 25/01/2013)
Norme Burkinabè NBF 01-140 : 2009

Tableau III : composition de l'huile raffinée de coton en tocophérols

Tocophérols	Composition (mg/kg)
Alpha	111,27 – 551,45
Gamma	112,90- 610,36

Source : Commission du *Codex Alimentarius* (consulté le 25/01/2013)
Norme Burkinabè NBF 01-140 : 2009

II. 4. Production de l'huile raffinée par l'huilerie NIDOR

II. 4.1 Extraction de l'huile brute

L'opération d'extraction permet d'obtenir l'huile brute contenue dans les graines. Les 3 procédés d'extraction les plus utilisés pour l'extraction :

- L'extraction par pression : elle est faite par les presses hydrauliques, et /ou les presses à vis (Bilgo, 2011), (Bagnoa, 2011)
- L'extraction par cuisson : elle s'effectue par chauffage de la pâte de graines moulues permettent ainsi une libération de l'huile (Bilgo, 2011)
- L'extraction par un solvant : elle consiste au lessivage ou percolation à contre courant des collets à déshuiler grâce à de l'hexane chauffé entre 50 et 60°C ; Le miscella (huile + hexane) est distillé pour séparer l'huile du solvant ou procédé DE SMET (Traoré, 2009), (Soma, 2009), (Bilgo, 2009). Les collets sont obtenus à partir des graines oléagineuses après nettoyage, décorticage des graines, aplatissage des amandes, cuisson, puis pression à vis continue.

L'extraction réalisée par la société NIDOR est l'extraction par pression (Figure 3). L'huile brute est extraite une seule fois, à l'aide de machines dotées de presses à vis, sans

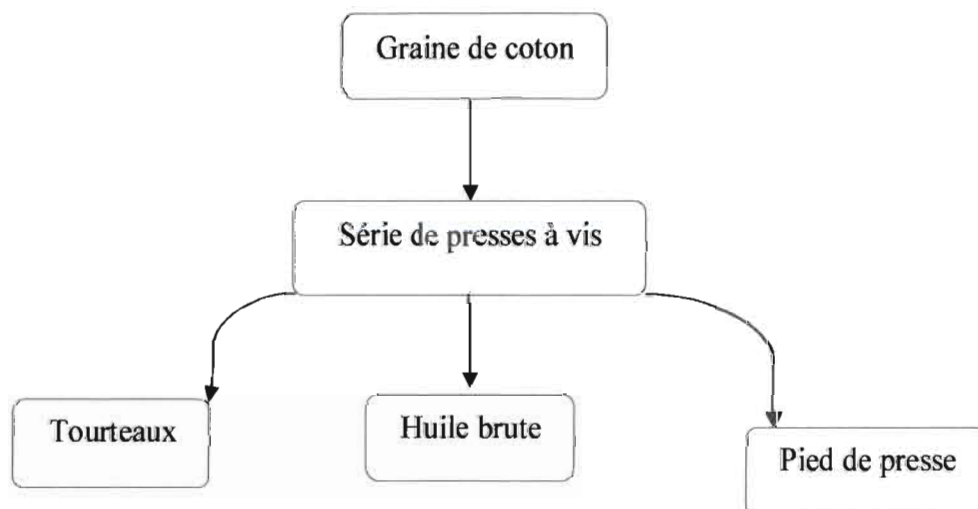
prétraitement des graines, c'est à dire sans nettoyage, ni décortilage, ni chauffage. Cette extraction s'effectue au moyen d'un convoyeur de graines qui remplit trois machines presses de type indien et chinois (photo 2).



Photo 2 : les presses à vis

Ces presses à vis sont constituées chacune d'une cage. Dans ces cages, la graine est fortement et progressivement comprimée par des éléments de la vis qui est animé d'un lent mouvement de rotation. Le bout de la cage est obturé par un cône qui permet de modifier, par effet de son déplacement, la grandeur de l'ouverture annulaire d'évacuation du tourteau. Plus cet orifice est réduit, plus la pression est grande sur la matière d'extraction.

L'huile brute extraite des graines, s'écoule entre les intervalles ou fentes de la cage, et tombe sur le tamis vibrant de la presse qui sépare l'huile des résidus de pression appelés « pieds de presse ». L'huile tombe ensuite dans la cuvette de la presse et subie une décantation. A ce niveau une canalisation permet l'écoulement de l'huile vers le bac de stockage.



II. 4.2. Raffinage de l'huile brute

Le raffinage consiste à traiter l'huile brute chargée, afin de la débarrasser de substances toxiques comme le gossypol, de certains acides gras libres, des matières mucilagineuses et gommeuses et/ou l'adapter à l'emploi désiré. Après le raffinage, on obtient une huile neutre, résistant à l'oxydation et de qualité requise pour un bon usage et une bonne conservation. Il améliore ainsi les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires. Il existe deux types de raffinage : le raffinage chimique ou alcalin encore appelé épuration alcaline et le raffinage physique.

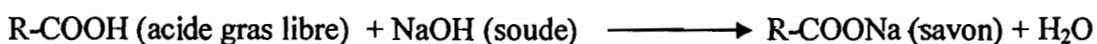
Le raffinage utilisé par NIDOR est le raffinage alcalin (Figure 4). Il comprend le dégommeage ou déémucilagination, la neutralisation alcaline, le lavage, le séchage/décoloration, la filtration 1 la désodorisation, la filtration 2, le refroidissement, la filtration 3 et le conditionnement.

- Le dégommeage

C'est une opération qui élimine les phospholipides. Il se fait dans une cuve contenant un malaxeur et muni d'un système d'arrosage d'eau. La matière utilisée pour le dégommeage est de l'eau. L'huile brute est chauffée à environ 80°C puis on y ajoute environ 3% d'eau chaude à environ 50 à 60°C. On laisse malaxer pendant 30 minutes. Il se forme ainsi des flocons qui sont récupérés après décantation.

- La neutralisation

Il se fait dans la cuve où a lieu le dégommeage. L'opération permet d'éliminer les acides gras libres (AGL), les phospholipides résiduels extraits, les matières colorantes réduites, les composés protidiques réduits, à travers leur transformation en savon. On utilise la soude caustique pour la neutralisation. Cette base débarrasse l'huile brute des acides gras libres, et de la quasi-totalité des phospholipides. Elle élimine également les traces de métaux lourds (le fer, le cuivre...) qui sont des catalyseurs de certaines réactions d'oxydation. La neutralisation (Photo 3) détruit les mycotoxines (aflatoxines), un grand nombre de pigments et les produits phytosanitaires phosphorés. C'est ainsi que l'huile brute de couleur rouge très prononcée ou noirâtre devient complètement neutre de coloration jaune. La neutralisation produit des savons suivant la réaction ci-après:



La quantité de soude à utiliser est calculée à partir de l'acidité de l'huile brute titrée exprimée en acide oléique. Puis par la relation acidité, densité et degré Baumé, on détermine la

concentration de la solution neutralisante et par conséquent la masse de soude à utiliser. Après soutirage de soap stocks (savon), on procède à une deuxième neutralisation appelée rinçage de l'huile neutre par une solution de soude moins concentrée que la première. Cette solution alcaline élimine les restes d'AGL ainsi que les restes de pigments et métaux lourds.



Photo 3 : la neutralisation

- Le lavage

Il a lieu dans une autre cuve muni d'un malaxeur et d'un système d'arrosage d'eau. On arrose l'huile avec de l'eau chaude (60°C-80°C) 4 à 5 fois voir plus jusqu'à obtention de coloration jaune claire. Puis on arrose avec de l'eau chaude et on laisse malaxer pendant 45 à 60 minutes. On répète l'opération 4 à 5 fois et plus, jusqu'à élimination de traces de savon. Après chaque opération, on laisse l'émulsion se décanter. La décantation permet une séparation de phase solide/liquide. La phase solide, sous forme de boue sombre, est un mélange, des eaux résiduelles de lavage et de savon tandis que la phase liquide est l'huile jaunâtre. La décantation permet de soutirer les eaux de lavage. L'opération de lavage (**photo 4**) s'effectue également jusqu'à élimination complète du savon et des impuretés.



Photo 4 : le lavage de l'huile brute

- Séchage et décoloration

Après lavage, l'huile neutre est transvasée dans la cuve de séchage. Cette cuve est munie d'un malaxeur et d'un système d'échangeur de chaleur sous forme de serpentins qui assure le transfert de chaleur en provenance de la chaudière à l'huile (vapeur d'eau à 7-8 bars). Dans cette cuve l'huile est portée à une température maximale de 130°C pour faire évaporer l'eau et certaines substances volatiles. A 10-15 minutes de la fin du séchage, la température est ramenée entre 90-110°C et on ajoute 0,6 à 0,9% en poids de terre décolorante qui est le TONSIL puis on met le malaxeur en marche pour permettre un meilleur contact terre-huile et optimiser la décoloration pendant 30 minutes. Cette opération élimine les pigments analogues au gossypol, la chlorophylle et de ses produits de décomposition extraits.

-Filtration1

Après le séchage/décoloration une filtration est effectuée au moyen d'un filtre-presse (photo 5). Cette première filtration débarrasse l'huile de la terre décolorante ainsi que les résidus de savon, de métaux lourds, de pigments et de phospholipides.

A la fin de la filtration, l'huile est directement recueillie dans la cuve de désodorisation.



Photo 5 : les filtres presses

- Désodorisation

Elle consiste à injecter de la vapeur d'eau dans l'huile chauffée à haute température (environ 200°C) et sous vide très poussé. Par entraînement à la vapeur d'eau, les composés volatiles responsables des saveurs de l'huile (aldéhydes, cétone, ...), sont éliminés ainsi que les résidus de pesticides et de mycotoxines éventuellement présents. Au terme de cette étape,

l'huile présente un goût neutre (technologie des corps gras iterg.com/spip.php?page=itergCont&id_rubrique=26&id_article=40).

-Filtration 2

Après la désodorisation, on effectue une seconde filtration à l'aide d'un filtre-pressé (**Photo 5**) ; l'huile filtrée est directement recueillie dans la cuve de pré-finition tampon.

-Refroidissement

Dans la cuve de pré-finition, on laisse l'huile se refroidir jusqu'à température ambiante pendant 24h.

-Filtration 3

On effectue une troisième filtration de sécurité à l'aide d'un filtre de sécurité de l'huile raffinée. L'huile aussi filtrée est alors acheminée au niveau de la cuve de conditionnement.

-Conditionnement

L'huile est conditionnée à partir d'un robinet relié à une cuve de conditionnement (**Photo 6**). Il se fait dans des bidons de 20 litres préalablement étiquetés.



Photo 6 : le conditionnement

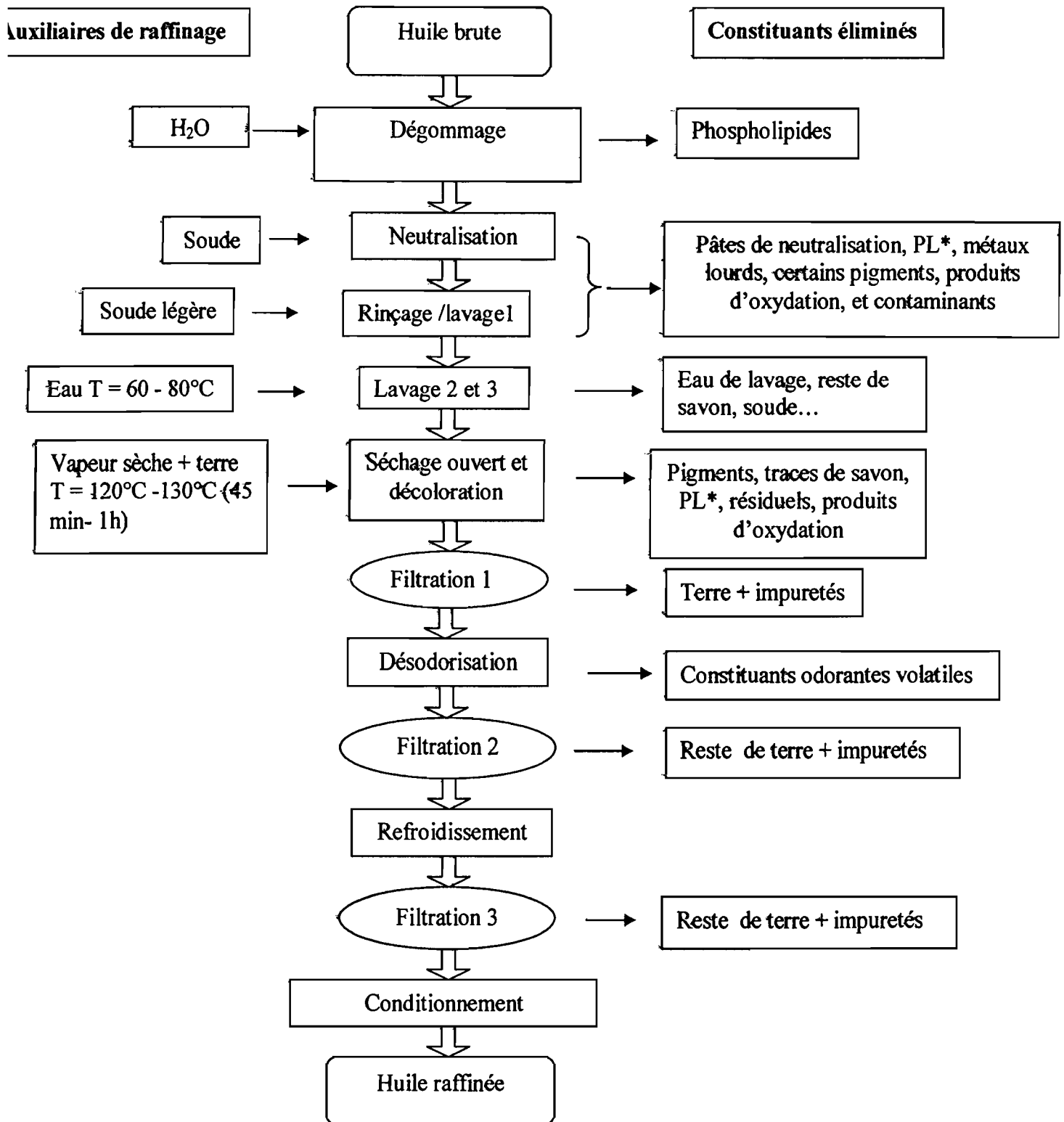


Figure 4 : Le diagramme de raffinage de l'huile de l'huile de coton à l'huilerie NIDOR.

PL* : phospholipides

Chapitre II : Matériels et Méthodes

A. Matériel

I. Matériel biologique

I.1. La graine de coton

Les graines de coton (*Gossypium spp* variétés commerciales) utilisées proviennent de la SOFITEX qui est le principal fournisseur en matières premières de la zone de Bobo-Dioulasso. Les graines sont acheminées en véhicule dans l'entreprise où elles sont mises en sacs de 100 kg et stockées sous des tentes en attendant leur utilisation dans la production. La qualité des graines varie d'une production à l'autre suivant le rapport temps / température lors du stockage.

I.2. L'huile de coton raffinée

L'huile de coton est préparée à partir de graines de diverses espèces cultivées de *Gossypium spp*.

L'huile est un corps gras ou lipide, à l'état liquide et est constituée d'esters du glycérol et d'acides gras appelés triglycérides. L'huile raffinée est de l'huile brute qui a subi le raffinage (traitements physico-chimique de purification) pour améliorer sa stabilité et ses caractéristiques organoleptiques.

II. Matériel de production et de laboratoire

II.1. Matériel de production

La transformation de la graine de coton en huile raffinée utilise plusieurs matériels tels que :

- Des machines presses à vis qui extraient l'huile brute par pression ;
- Un convoyeur de graine qui déverse les graines dans les presses à vis;
- Une cuve à neutraliser ;
- Une cuve à laver ;
- Une cuve à sécher et décolorer ;
- Une cuve à désodoriser ;
- Une cuve de refroidissement
- Une cuve à conditionner ;

- Des filtres presse et un filtre de sécurité;
- Une chaudière où est chauffée l'eau;
- Une pompe à eau ;
- Une pompe à soude ;
- Des pompes de transfert ;
- Un bac à soude ;

II. 2. Matériel de laboratoire

Il s'agit essentiellement du matériel de laboratoire et des réactifs d'analyse.

➤ Le matériel d'analyse

Il se compose d'une étuve, une balance de précision 10^{-3} , une plaque chauffante, un dessiccateur, un four à moufle, un soxhlet, des béchers, des erlenmeyer, des burettes, des creusets, des ampoules à décanter, des pipettes, des éprouvettes, une spatule, des entonnoirs, des papiers filtres.

➤ Les réactifs d'analyse

Il s'agit essentiellement de chloroforme, d'acide acétique, d'éther de pétrole, d'éthanol, d'iodure de potassium, d'hexane, d'acide chlorhydrique, d'empois d'amidon, de phénolphaléine, du bromo-phénol, d'hydroxyde de sodium, d'hydroxyde de potassium, d'acétone, d'eau distillée, de thiosulfate de sodium.

B. Méthodologie

I. L'échantillonnage

Les échantillons destinés à l'analyse physico-chimique au laboratoire, ont été prélevés dans la cuve de conditionnement, de l'huile raffinée produite. Les productions ont lieu au cours de la journée. A l'issue de chaque production, nous prélevons l'échantillon au niveau de la cuve de conditionnement qui sont transvasés dans des bouteilles et fermées. Chaque échantillon est enregistré avant l'analyse suivant un système de codification.

II. Analyse physico-chimique

Les méthodes d'analyse utilisées sont ceux données par l'ISO, l'AOCS et l'AOAC de la norme du *Codex Alimentarius* Codex Stan 210 (amendé 2003, 2005) en concordance avec les normes Burkinabè 1^{ère} édition juillet 2009 NBF 01-140 : 2009

Le contrôle des paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile raffinée de coton porte sur la détermination de l'humidité, des indices d'acide, de peroxyde, de saponification, d'ester, d'iode, des impuretés insolubles, des traces de savon.

Il s'agit également de la recherche de matières insaponifiables, des cendres totales, et d'huile minérale.

II.1. La détermination du taux d'humidité

➤ *Définition et objectif*

L'humidité se définit comme étant la quantité d'eau résiduelle retrouvée dans l'huile après évaporation à l'étuve (Photo 7) à 105°C. L'analyse de ce paramètre se fait suivant la méthode ISO 662.1998.



Photo 7 : l'étuve

➤ *Principe*

La détermination de l'humidité se fait par la différence de pesée d'un échantillon avant et après passage à l'étuve.

➤ *Mode opératoire*

Des nacelles vides sont introduites dans une étuve à 105°C pendant 1h. Après elles sont refroidies pendant 25 minutes environ dans un dessiccateur (Photo 8) : avant de les peser (P₀).

Après la pesée à vide, il est mis dans chaque nacelle 5 g (P_e) d'huile. Après elles sont introduites à nouveau dans l'étuve pendant 1h. Les nacelles sont ensuite sorties, refroidie au

dessiccateur et elles sont pesées (pf1). Après il y a un deuxième passage des nacelles dans l'étuve à 105°C pendant 30 minutes et dans les mêmes conditions que précédemment. La pesée (pf2) est obtenue. Si $pf1 = pf2 \Rightarrow pf = \text{constante}$ et est considéré comme le poids final (pf). L'humidité est donnée par la relation :

$$H (\%) = \frac{Pe - (Pf - Po)}{Pe} \times 100$$

Pe : poids de l'échantillon

Pf : poids final constant

Po : poids de la nacelle vide



Photo 8 : le dessiccateur

II.2. L'indice d'acide

➤ Définition et objectif

L'indice d'acide de l'huile est la quantité de potasse exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité contenue dans un gramme d'huile. La teneur en acides gras libres des huiles augmente avec le temps. Il donne donc une évaluation sur la quantité d'acides libres et de la qualité du raffinage. Ces acides sont responsables d'une plus grande facilité au rancissement. L'analyse de ce paramètre est réalisée selon la méthode ISO 660. 1996.

➤ Principe

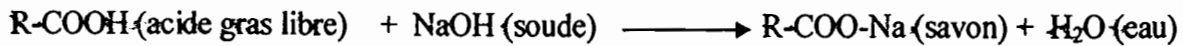
L'indice d'acide est déterminé par titrimétrie en milieu éthéro-alcoolique des acides gras libres contenus dans l'huile avec une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaléine.

➤ Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 100 ml, on pèse une masse M_o de $10 \pm 0,05$ g d'huile. Puis, on ajoute à volume égaux l'éthanol et de l'éther de pétrole à raison de 25 ml, et quelques gouttes de phénolphthaléine. Ensuite le mélange obtenu est titré lentement avec du NaOH contenu dans

une burette et de normalité N égale à 0,1N tout en agitant jusqu'à apparition d'une coloration rose persistante. Un témoin est réalisé dans les mêmes conditions mais sans matière grasse.

L'équation de la réaction est la suivante :



L'indice d'acide est déterminé selon la relation suivante :

$$I_a = \frac{\text{PM} \times \text{N}(\text{Ve} - \text{Vo})}{\text{Pe}}$$

Ve : chute de la burette pour l'échantillon

Vo : chute de la burette pour le blanc

PM : poids molaire de NaOH (56,102 g/mol)

N : titre de NaOH (0,1)

Pe : prise d'essai de l'échantillon

II.3. L'indice de Peroxyde

➤ Définition et objectif

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'huile (exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme) qui oxydent l'iodure de potassium. L'indice de peroxyde permet de mesurer le degré d'oxydation des corps gras. La méthode d'analyse utilisée est la méthode ISO.3960.2001.

➤ Principe

L'indice de peroxyde est déterminé par titrimétrie des peroxydes contenus dans l'huile avec une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon.

➤ Mode opératoire :

On introduit dans un erlenmeyer de 250 ml, 2 g d'huile. On ajoute à la prise d'essai, 15 ml d'acide acétique, 10 ml de chloroforme, et 1 ml de solution d'iodure de potassium. La solution obtenue est agitée et placée à l'abri de la lumière pendant 5 minutes. Après on ajoute immédiatement quelques gouttes d'empois d'amidon (l'indicateur coloré) et 80 ml d'eau distillée. La solution obtenue est titrée avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,01N jusqu'à décoloration totale de la solution. On effectuera en même temps un témoin.

L'indice de peroxyde s'exprime en milliéquivalents d'oxygène actif par kg de corps gras et selon la formule :

$$I_p = \frac{(V_e - V_0) \times N \times 1000}{P_e}$$

I_p : indice de peroxyde

V_0 : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

V_e : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée (0,01 N) ;

P_e : masse en gramme de la prise d'essai (2g).

II.4. L'indice de saponification

➤ *Définition et objectif*

L'indice de saponification de l'huile est la quantité de potasse exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et pour saponifier les acides gras combinés présents dans 1 g de cette huile. L'indice de saponification d'un corps gras varie nécessairement avec la masse molaire des acides gras constituant le corps gras : plus la masse molaire est élevée, plus l'indice de saponification est faible, et inversement. C'est la mesure indirecte de la masse molaire moyenne des corps gras analysés. Il s'exprime en mg de KOH / g d'huile. La méthode d'analyse utilisée est l'ISO 3657.2002.

➤ *Principe*

L'indice de saponification est déterminée par titrimétrie indirect des acides gras libres saponifiés, avec de l'acide chlorhydrique en présence de phénolphtaléine.

➤ *Mode opératoire*

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on pèse avec précision une masse M_0 de $1 \pm 0,05$ g d'huile. Puis on ajoute 10 ml de KOH éthanolique 0,5 N. L'erlenmeyer est connecté au réfrigérant et est chauffé sur une rampe pendant 30 minutes, jusqu'à saponification complète de l'huile. Après chauffage, l'erlenmeyer est refroidi. On ajoute quelques gouttes de phénolphthaléine au mélange contenu dans l'erlenmeyer. Ce mélange est titré avec de l'acide chlorhydrique de normalité 0,5 N contenu dans une burette. Un témoin est réalisé dans les mêmes conditions mais sans matière grasse.

L'indice de saponification est donné par la relation :

$$I_s = \frac{N \times (V_0 - V) \times 56,102}{M_0}$$

N : normalité de l'acide chlorhydrique ;

V₀ : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai du blanc

V : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour l'échantillon

M₀ : masse de la prise d'essai (1 g)

56,102 : masse molaire de la potasse

II.5. L'indice d'ester

➤ Définition et objectif

L'indice d'ester de l'huile est la quantité de potasse exprimée en milligrammes, nécessaire pour saponifier les acides gras combinés présents dans 1 gramme de cette huile. L'indice d'ester permet de déterminer la masse molaire moyenne des acides gras constitutifs d'un triglycéride (triacylglycérol) et le nombre moyen d'atomes de carbones présents dans chaque molécule d'acide gras.

➤ Principe

L'indice d'ester est déterminé par la différence entre l'indice de saponification et l'indice d'acide

➤ Mode de calcul :

$$I_e = I_s - I_a$$

I_e : indice d'ester

I_s : indice de saponification

I_a : indice d'acide

L'indice d'ester permet de déterminer la masse molaire moyenne des acides gras selon la formule ci-dessous :

$$\text{Masse molaire} = \frac{56,102 \times 3 \times 1000}{I_e}$$

56,102 : masse molaire de la potasse

1000 : masse en gramme

3 : nombre de molécule de potasse

II.6. Les impuretés insolubles

➤ Définition et objectif

Les impuretés ou corps étrangers sont constitués par l'ensemble des substances autres que l'eau et les solvants. La méthode d'analyse utilisée est l'ISO 663. 2000.

➤ Principe

La détermination des impuretés insolubles est basée sur le principe de la relation de proportionnalité de l'indice d'acide sur l'indice de saponification.

➤ Mode opératoire :

Il faut commencer par déterminer l'indice d'acide et celui de saponification selon les protocoles précédemment décrits. Puis on effectue le calcul suivant :

$$\%I = \frac{I_a}{I_s} \times 100$$

II.7. Les traces de savon

➤ Définition et objectif

Les traces de savon correspondent à la quantité de savon contenue dans l'huile raffinée, qui est déterminée suivant la méthode AOCS Cc 17-95.

➤ Principe

Les traces de savon sont titrées avec l'acétone en présence de bleu de bromophénol. Si l'huile contient du savon, le bromophénol garde sa couleur bleue. Dans ce cas, on réalise un titrage par une solution d'acide chlorhydrique acétonique 0,01N jusqu'au virage jaune.

➤ Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on pèse 20 g d'huile. Puis on ajoute 25 ml d'acétone 3% neutre de couleur jaune claire. En présence de savon, on observe une coloration bleue superficielle. La solution obtenue est neutralisée avec du HCl acétonique à 0,01N jusqu'à coloration jaune.

La réaction est la suivante :



Les traces de savon sont exprimées en partie par million (ppm) et selon la formule suivante:

$$\text{Oléate de Na} = \frac{304 \times N \times V \times 1000}{M}$$

304 : masse équivalente d'oléate de sodium (281+ 23)

V : volume en ml d'HCl

N : normalité de HCl (0,01N)

M : Masse en g de la prise d'essai

II.8. L'indice d'iode

➤ Définition et objectif

L'indice d'iode d'un corps gras est la masse d'iode, exprimée en gramme que l'on peut fixer sur 100 g de ce corps gras. L'indice d'iode permet de déterminer le nombre de doubles liaisons présentes dans un acide gras. C'est donc une mesure de l'insaturation du corps gras. En effet, seuls les composés insaturés sont susceptibles de fixer l'iode par addition. Cet indice augmente en même temps que la proportion des acides gras insaturés. En d'autres termes, c'est une évaluation de sa facilité à rancir. En effet, plus une huile contient des insaturations plus il sera sensible à l'oxygène de l'air. L'indice d'iode est constant pour une matière grasse donnée. La méthode ISO 3961 :1996 a été utilisée pour la détermination.

➤ Principe

L'indice d'iode est déterminé par titrimétrie indirecte de l'iode contenu dans l'huile avec une solution de thiosulfate de sodium.

➤ Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer de 100 ml, on pèse une masse M_0 de $0,1 \pm 0,05$ g d'huile. Puis, on ajoute 15 ml de tétrachlorure de carbone et 15 ml de réactif de Wijs. Le mélange est ensuite conservé pendant 15 minutes à l'obscurité avant d'y introduire 10 ml d'iodure de potassium et 30 ml d'eau distillée à l'intervalle de 5 minutes.

La solution est alors titrée lentement avec du thiosulfate de sodium de normalité $N = 0,2N$ jusqu'à apparition d'une couleur jaune pâle. On ajoute 0,5 ml d'empois d'amidon à 1% et on continue le titrage jusqu'à la disparition complète de la coloration bleue.

En suivant le même protocole, mais sans l'huile, le blanc est réalisé.

L'indice d'iode est donné par la relation :

$$I_i = \frac{N \times (V_0 - V_1) \times 12,69}{M_o}$$

V_0 : volume de thiosulfate de sodium versé au blanc

V_1 : volume de thiosulfate de sodium versé à l'essai

M_o : masse de la prise d'essai

12,69 : masse molaire de 0,1g d'iode

II.9. Les matières insaponifiables

➤ *Définition et objectif*

Il s'agit d'un mélange des stérols, des pigments, des vitamines, des cires ... l'insaponifiable est la fraction résiduelle non glycérique (lipidique) des huiles (0,3 à 2% de la masse de l'huile) qui est insoluble dans l'eau mais soluble dans les solvants organiques après saponification. La méthode d'analyse utilisée est l'ISO-3596 :2000.

➤ *Principe*

Les matières insaponifiables sont déterminées par saponification de l'huile par traitement à l'ébullition à reflux avec une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium. L'extraction de l'insaponifiable de la solution de savon est réalisée au moyen de l'éther de pétrole. Le solvant est ensuite évaporé et le résidu est pesé après séchage à 103°C.

➤ *Mode opératoire*

Dans un erlenmeyer, on pèse 5g d'huile. Puis on ajoute 50 ml d'hydroxyde de potassium éthanoïque 0,5N et on laisse saponifier au bain marie et sous réfrigérant à reflux.

Dès que la saponification est complète, on ajoute 50 ml d'eau distillé. On chauffe jusqu'à complète dissolution et on transfère ensuite le mélange dans une ampoule à décanter. On nettoie l'erlenmeyer avec de l'alcool 50% puis on transvase dans l'ampoule à décanter. On ajoute 50 ml d'alcool 95% et 50 ml d'eau distillée dans l'ampoule. Après refroidissement, on ajoute au mélange 50 ml d'éther de pétrole. Après repos, le mélange se sépare en deux phases.

Une couche inférieure formée par la matière grasse saponifiée, et une couche supérieure constituée par la solution étherée de matières insaponifiables.

On transfère la matière grasse saponifiée dans une seconde ampoule à décanter. On lave 2 fois la solution étherée avec de l'alcool à 50%. Puis on sépare la matière grasse et on filtre l'éther dans un erlenmeyer.

On distille l'éther de pétrole et on enlève les dernières traces d'éther par séchage. On élimine les dernières traces en y ajoutant quelques cm³ d'alcool absolu et on chauffe jusqu'à évaporation complète de l'alcool.

Après refroidissement, on procède au pesage.

Le pourcentage de matières insaponifiables s'obtient par la relation suivante :

$$\%M_{ins} = (Pr \times 100) / Pe$$

M_{ins} : matière insaponifiable

Pr : poids après refroidissement

Pe : poids de l'échantillon

II.10. Les cendres totales

➤ Définition et objectif

On appelle cendre, le résidu minéral incombustible après incinération du produit dans des conditions déterminées et à une température comprise entre 550°C et 900°C. Le dosage des minéraux dans les aliments répond à une double préoccupation : la connaissance de la valeur nutritionnelle de l'aliment, et permet de vérifier si l'aliment contient des minéraux en quantité dangereuse pour la santé du consommateur. La méthode d'analyse utilisée est ISO 2171.2007 (F).

➤ Principe

Les cendres totales sont déterminées par pesée différentielle avant et après incinération au four à moufle.

➤ Mode opératoire

Dans un creuset en porcelaine propre et sec, on pèse (2g) grammes d'huile. L'huile est ensuite soumise à une incinération au four à moufle (Photo 9) à 600°C pendant 3 heures. A la fin de l'incinération, le creuset est retiré du four et refroidi au dessiccateur pendant 30 minutes avant d'être pesé.

Le pourcentage de cendre est donné par la relation suivante :

$$\% \text{cendres totale} = \frac{M(\text{cendres}) \times 100}{M(\text{éch. sec})}$$

M (cendres) : masse de cendre

M (éch.sec) : masse d'échantillon d'huile à séché



Photo 9 : le four à moufle

II.11.L'huile minérale

➤ *Définition et objectif*

Une huile minérale est un hydrocarbure liquide de formule HC. Elles sont obtenues par distillation de la houille, du pétrole et servent essentiellement à lubrifier les pièces mécaniques des machines et des moteurs. Elle est déterminée suivant la méthode AOAC : 945.102, 17th éd.

➤ *Principe*

Les huiles minérales sont déterminées par titrimétrie qualitative basée sur la saponification complète de l'huile par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium (3/2) en présence d'éthanol 95%.

➤ *Mode opératoire*

On prélève 1 ml d'huile dans un erlenmeyer de 250 ml. On ajoute 1 ml d'hydroxyde de potassium et 25 ml d'éthanol. Le mélange est porté à ébullition sous reflux en agitant de temps en temps jusqu'à saponification complète (soit environ 5 mn). On ajoute 25 ml d'eau distillée à la solution obtenue. En présence d'au moins 0,5% d'huile minérale, une turbidité se développe.

III. Analyse des données

Toutes les données ont été organisées à l'aide du logiciel MICROSOFT EXCEL 2007 et les calculs de moyennes ainsi que des écart-types ont été effectués avec ce même logiciel.

Chapitre III : Résultats et Discussion

I. Taux d'humidité, indice de peroxyde, indice d'acide, indice d'iode

Les résultats des analyses du taux d'humidité, des indices de peroxyde, d'acide, indice d'iode sont présentés dans le Tableau IV.

L'analyse des échantillons a révélé des taux d'humidité variant de 0 à 0,059% pour une moyenne de $0,024 \pm 0,02$ % (Tableau IV). Ces taux obtenus pour chacun des échantillons analysés sont conformes à la norme NBF et du *Codex Alimentarius* qui indiquent que les valeurs doivent être inférieures à 0,2%. Les valeurs observées révèlent toutefois une variabilité entre les échantillons, qui pourrait s'expliquer par un séchage ou/et une désodorisation insuffisante pour certains d'entre eux. Le taux humidité contrôle l'étape de la désodorisation qui, au cas où elle est maîtrisée, contribue à la stabilité et à la conservation de l'huile. Les valeurs du taux d'humidité obtenues au cours de cette étude sont conformes à celles trouvées par Traoré (2009) et Soma (2009) qui ont travaillé à la SN-CITEC sur l'huile de coton extrait par percolation à contre courant grâce à l'hexane puis après distillation, est raffinée.

Pour l'ensemble des échantillons d'huile analysés, l'indice de peroxyde varie de 0 à 1,49 meq d'O₂ actif/kg (Tableau IV). Bien que les valeurs individuelles des échantillons soient toutes très inférieures à la valeur indiquée par la norme NBF (\leq à 10 meq d'O₂ actif/kg) et celle du *Codex Alimentarius* pour les huiles extraites à froid (\leq 15 meq d'O₂ actif/kg), elles se révèlent très variables d'une production à l'autre. L'indice de peroxyde contrôle les étapes de neutralisation, de séchage/décoloration et de désodorisation, qui, lorsqu'ils sont maîtrisés, contribue à l'amélioration de la variabilité des résultats et par là, la stabilité oxydative de l'huile (Rombaut, 2013). L'indice de peroxyde indique le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse, responsables du phénomène de rancissement. En effet, plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est oxydée (M'Baye et al, 2011) et lorsqu'il est faible, cela pourrait s'expliquer également par une faible teneur de ses échantillons en pigments (Chatigre, 2011). La conformité des résultats aux normes a l'avantage d'une bonne conservation de l'huile. Les valeurs des résultats sont conformes à celles trouvés par Bilgo (2009) qui a travaillé sur les huiles alimentaires consommées au Burkina Faso. Les valeurs ainsi obtenues sont aussi conformes à celles trouvés par Traoré (2009) et Soma (2009) qui ont travaillé à la SN-CITEC sur l'huile de coton raffinée.

En ce qui concerne l'indice d'acide (Tableau IV), les résultats montrent également une variabilité entre les différents échantillons prélevés (valeur comprises entre 0,08 mg KOH/g et 0,15 mg KOH/g). Toutefois, les valeurs obtenues pour l'ensemble des échantillons sont conformes à la norme NBF ($\leq 0,6$ mg KOH/g) et à celle du *Codex Alimentarius* pour les huiles extraites à froid (≤ 4 mg KOH/g). La détermination de l'indice d'acide a pour objectif la connaissance de la conduite à tenir pour les opérations de neutralisation, de décoloration et de désodorisation des huiles. Les valeurs des résultats sont également conformes à ceux trouvés par Bilgo (2009). Les valeurs faibles de nos résultats de l'indice d'acide seraient caractéristiques de la pureté et de la stabilité des échantillons (M'Bayes et al, 2011).

Contrairement aux autres paramètres, les valeurs de l'indice d'iode ont très peu varié entre les différents échantillons. Les valeurs sont comprises entre 37,34 g d'iode/100g d'huile et 42,13 g d'iode/100g d'huile pour une moyenne de $40,474 \pm 2,53$ g d'iode/ 100 g d'huile. Ces valeurs des résultats sont très inférieures à celles de la norme NBF (100-123g/100g d'huile) et du *Codex Alimentarius* (100- 123g/100g d'huile) donc conforme aux normes. Cela serait dû au manque d'enrichissement en iode. L'indice d'iode permet d'évaluer le degré d'insaturation des acides gras (Baaziz et al, 2005). Le degré d'insaturation des acides gras conditionne la stabilité des huiles. Plus les huiles sont riches en acides gras insaturés, plus l'huile sera sensible à l'oxydation (Rombaut, 2013).

Tableau IV : Taux d'humidité, indice de peroxyde, indice d'acide et indice d'iode des échantillons d'huile raffinée analysés

Code échantillon	Humidité (%)	Indice de peroxyde (még d'O ₂ /kg)	Indice d'acide (mg KOH/g)	Indice d'iode (g/100g)
1	0,059	0,7	0,08	38,16
2	0,019	0,73	0,1	42,13
3	0,039	0,24	0,1	37,34
4	0	1,49	0,08	42,94
5	0,014	0	0,15	41,8
Moyenne	$0,024 \pm 0,02$	$0,632 \pm 0,57$	$0,102 \pm 0,028$	$40,474 \pm 2,53$
Norme NBF	$\leq 0,2$	≤ 10	$\leq 0,6$	100-123
Résultats	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme

II. Indice de saponification, indice d'ester, traces de savon et impuretés insolubles

Les résultats des analyses de ces différents paramètres physico-chimiques sont présentés dans le Tableau VI.

L'analyse des échantillons a révélé des indices de saponification variant de 190,74 à 222,18 mg KOH/g pour une moyenne de $208,252 \pm 11,985$ mg KOH/g (Tableau VI). Ces indices de saponification pour chacun des échantillons analysés sauf l'échantillon 2 qui est conforme, ne sont pas conformes à la norme NBF et du *Codex Alimentarius*. Ces normes indiquent que les valeurs doivent être comprises entre 189-198 mg de KOH/g. La variabilité des résultats d'analyse pourrait se justifier soit par une mauvaise séparation du savon au cours de la neutralisation, soit par un mauvais lavage, soit des défaillances lors des manipulations. L'indice de saponification est un paramètre qui renseigne la longueur de la chaîne des acides gras (Bayilli, 2009). Sa valeur est plus élevée que les acides gras sont de plus faibles poids moléculaire (Baaziz, et al, 2005). Les valeurs des résultats de l'indice de saponification montrent que la majorité des acides gras contenus dans l'huile raffinée sont constitués par de courtes chaînes.

Pour l'ensemble des échantillons d'huile analysés, l'indice d'ester varie dans le même sens que l'indice de saponification, de 190,64 à 222,03 mg KOH/g pour une moyenne de $208,15 \pm 11,97$ mg KOH/g (Tableau VI). C'est à partir de cette moyenne que la masse molaire moyenne des acides gras constitutifs d'un triglycéride de l'huile raffinée est calculée à partir de la formule ci-dessous et ainsi obtenir la répartition en masse molaire des acides gras (Tableau V) :

$$\text{Masse molaire} = \frac{56,102 \times 3 \times 1000}{I_e} = \frac{56,102 \times 3 \times 1000}{208,15}$$

56,102 : masse molaire de la potasse

1000 : masse en gramme

3 : nombre de molécule de potasse

I_e : indice d'ester

Masse molaire = 808,58 g/mol

La masse molaire moyenne des acides gras permet de déterminer les proportions en acides gras constituant l'huile raffinée de coton à partir du Tableau I.

Tableau V : La répartition en masse molaire par acide gras

Nom commun de l'acide gras	Répartition (%)	Moyenne	Répartition en masse molaire par acide (g/mol)
Acide myristique	0,6 -1,0	0,8	6,46
Acide palmitique	21,4 - 26,4	23,9	193,25
Acide stéarique	2,1 -3,3	2,7	21,83
Acide oléique	14,7 -21,7	18,2	147,16
Acide linoléique	46,7 - 58,2	52,45	424,10
Acide arachidique	0,2 - 0,5	0,35	2,83

D'après les résultats du **Tableau V**, l'huile de coton serait riche en acide gras insaturé et sera ainsi sensible à l'oxydation. D'où l'importance d'une bonne conservation de l'huile produite. L'acide linoléique est indispensable à l'organisme et est apporté seulement par l'alimentation. C'est un facteur alimentaire obligatoire, nécessaire en petite quantité d'où l'importance nutritive de l'huile de coton.

Les valeurs des traces de savon ont beaucoup variées entre les différents échantillons (tableau VI). Les teneurs sont comprises entre 0 et 37,6 ppm pour une moyenne de $13,522 \pm 18,709$ ppm. Cet écart-type très élevé traduit cette grande variabilité dans les concentrations des différents échantillons. C'est dans les échantillons 1 et 2 que les plus fortes teneurs en traces de savons de 37,6 ppm et 30,01 ppm respectivement ont été trouvées. Cette variabilité des valeurs des résultats pourrait s'expliquer par à un raffinage non maîtrisé notamment à l'étape de neutralisation, de désodorisation, soit par une mauvaise filtration, ou une mauvaise séparation des eaux de lavage, soit à des erreurs de manipulation lors de l'analyse au laboratoire ou à un rinçage insuffisant des bouches d'échantillonnage après leur lavage au savon. Toutefois, on note que tous les échantillons présentent des valeurs inférieures à 50 ppm avec une moyenne de $13,522 \pm 18,709$ donc conformes à la norme NBF et à celle du *Codex Alimentarius* (≤ 50 ppm). Les valeurs des résultats sont également conformes à ceux trouvés par Bilgo (2009).

Pour ce qui concerne l'ensemble des échantillons d'huile analysés, les impuretés insolubles varient de 0,03 à 0,06% pour une moyenne de $0,042 \pm 0,013\%$ (**Tableau VI**). Les valeurs individuelles des échantillons sont conformes à la valeur indiquée par la norme NBF et celle du *Codex Alimentarius* ($\leq 0,05\%$) sauf pour l'échantillon 5 qui présente une valeur supérieure à la norme. Les impuretés insolubles se révèlent variables d'une production à l'autre. Cette variabilité pourrait s'expliquer par une mauvaise filtration de l'huile décolorée ou à un manque de bonne pratique d'hygiène et de fabrication.

Tableau VI : Indice de saponification, indice d'ester, traces de savon, et impuretés insolubles des échantillons d'huile raffinée analysés

Code échantillon	Indice de saponification (mg KOH/g)	Indice d'ester (mg KOH/g)	Traces de savon (ppm)	Impuretés insolubles (%)
1	202,74	202,66	37,6	0,03
2	190,74	190,64	30,01	0,05
3	213,85	213,75	0	0,04
4	211,75	211,67	0	0,03
5	222,18	222,03	0	0,06
Moyenne	208,252 ± 11,985	208,15 ± 11,97	13,522 ± 18,709	0,042 ± 0,013
Norme NBF	189-198	-	< 50	< 0,05
Résultats	Non conforme	-	Conforme	Conforme

III. Recherche de matières insaponifiables, d'huiles minérales et de cendres totales

Les résultats des recherches de matières insaponifiables, d'huile minérale et de cendres totales dans les échantillons d'huile raffinée sont présentés dans le Tableau VII.

Concernant, les matières insaponifiables, l'analyse des échantillons a révélé des teneurs variant entre 0,99 à 14,31g/ kg pour une moyenne de $7,22 \pm 4,73$ g/ kg (Tableau VII). Ces valeurs obtenues pour chacun des échantillons analysés sont conformes à la norme NBF et celle du *Codex Alimentarius* qui indiquent une valeur inférieure à 15 g/kg. Cette différence de résultats pourrait s'expliquer soit par une mauvaise filtration au cours du raffinage, soit par la qualité des graines. Il faut signaler que la teneur en matière insaponifiable donne la composition de la fraction non lipidique contenue dans la graine, qui est retrouvée dans l'huile après le raffinage. Elle peut être constituée de tocophérols (vitamine E) et de traces de pigments.

Pour ce qui est des huiles minérales, les teneurs sont inférieures à 0.05% dans tous les échantillons et sont donc toutes conformes à la norme NBF et celle du *Codex Alimentarius* qui préconise moins de 0,05% d'huile minérales dans l'huile raffinée produite. Ce résultat traduit une non contamination de l'huile alimentaire par le carburant (gasoil) ou les lubrifiants des pièces mécaniques des machines au cours de la fabrication. Des résultats analogues ont

été trouvés par Bilgo (2009) qui a travaillé sur la qualité des huiles alimentaires au Burkina Faso.

Les cendres totales recherchées révèlent une variation de 0 à 0,09 % pour une moyenne de $0,054 \pm 0,049$ % (Tableau VII). Ces résultats sont conformes à la valeur de la norme NBF (1,1%). Ces valeurs pourraient indiquer la présence de minéraux provenant de la graine, soit la présence de corps étrangers (traces de terre, débris des cuves de raffinage).

Tableau VII : Matières insaponifiables, huiles minérales, et cendres totales

Code échantillon	Quantité de matières insaponifiables ² (g/kg)	Quantité d'huiles minérales (%)	Taux de cendres totales (%)
1	6,77	<0,05	0,09
2	14,31	<0,05	0,09
3	0,99	<0,05	0,09
4	7,36	<0,05	0
5	6,67	<0,05	0
Moyenne	$7,22 \pm 4,73$	<0,05	$0,054 \pm 0,049$
Norme NBF	< 15	<0,05	1,1
Résultats	Conforme	Conforme	Conforme

D'une manière générale, les paramètres de qualité analysés (humidité, indice d'acide, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, impuretés insolubles, traces de savon, matières insaponifiables, huiles minérales, cendres totales), suggèrent que les huiles raffinées de coton produites par l'huilerie NIDOR respectent les normes NBF et celles du *Codex Alimentarius*. Les huiles de coton raffiné produites sont donc de qualité acceptable.

Conclusion

Notre étude a été menée dans le but d'apprécier la qualité de l'huile raffinée produite par l'entreprise NIDOR et des analyses physico-chimiques ont été réalisées à cet effet. Les résultats de ces analyses physico-chimiques ont montré que les huiles produites par cette huilerie sont de qualité acceptable selon la norme Burkinabè 1^{ère} édition juillet 2009 NBF 01-140 : 2009 qui est en concordance avec la norme du *Codex Alimentarius Codex Stan 210* (amendé 2003, 2005) et celle de l'organisation internationale de normalisation (ISO).

Cependant l'entreprise pourrait travailler à réduire les teneurs de certains paramètres et se fixer des valeurs seuils à atteindre et travailler davantage à les respecter de façon stricte.

D'autres études, notamment sur la qualité organoleptique, la qualité toxicologique et microbiologique de l'huile raffinée, pourront contribuer à l'amélioration de la qualité au niveau cette huilerie.

Perspectives et recommandations

Afin de mieux répondre aux attentes des consommateurs, et améliorer la qualité de l'huile de coton raffinée nous recommandons et suggérons:

- Le nettoyage, le décorticage, le broyage, l'aplatissage et le chauffage ou cuisson des graines de coton avant l'extraction par pression car ces opérations préliminaires diminuent l'acidité, et l'humidité de la graine de coton ;
- Le nettoyage périodique des bacs de stockage pour éviter le dépôt des pieds de presse qui accélèrent l'acidification
- La filtration de l'huile brute avant la neutralisation pour retenir les impuretés solides;
- L'installation de séparateurs pour l'huile neutre, le savon, et eaux de lavage pour faciliter le séchage de l'huile et éliminer les traces de savon dans l'huile ;
- L'installation de système d'aspiration d'eau des bidons recyclés ;
- La formation continue des agents de la production de l'huile et du conditionnement sur l'hygiène.

Références bibliographiques

- Baaziz C, Baghouil N, Guffens N, Geerts J, Sternotte V, Stassin M, Theys A.** 2005. *Les matières grasses : Anges ou Démons ?* Université Catholique de Louvain.
- Baffes J.** 2010. *Marché des sous produits du coton.pdf* (http://www-wds.worldbank.org/servlet/WDSContentServer/WDSP/IB/2010/08/19/000158349_20100819151912/Rendered/PDF/WPS5355.pdf)
- Bagnoa F.** 2012. *Evaluation des procédés de production d'huile raffinée de graine de coton dans la société DJENE-DIOR.* Mémoire de licence professionnelle en Génie Biologique option Agro-alimentaire. Université Polytechnique de Bobo. 43 pp.
- Bayilli K.** 2009. *Production de beurre de karité dans l'unité pilote mécanisée de Pô : conformité des produits (amandes et beurre) aux normes Burkinabè.* Mémoire de licence professionnelle en Génie Biologique option Agro-alimentaire. Université Polytechnique de Bobo. 46pp.
- Bilgo H.** 2009. *Evaluation de la qualité des huiles alimentaires au Burkina Faso.* Mémoire de licence professionnelle en Génie Biologique option Agro-alimentaire. Université Polytechnique de Bobo. 30 pp.
- Bruneton J.** 1999. *Pharmacognosie phytochimie, plantes médicinales* 3^e édition 1120 pages
- Chatigre O.** *Caractérisation physico-chimique, biochimique et potentialité d'utilisation de la matière grasse des graines de *Canarium schweinfurthii* Engl.* Thèse de doctorat en Biochimie/ Option : Science et Technologie des Aliments. Université Nationale de Côte d'Ivoire. 147 pp.
- Codex stan 210** (amendé 2003, 2005). Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. Page 7/13.
(http://www.google.bf/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=5&ved=0CDoQFjAE&url=ftp%3A%2F%2Fftp.fao.org%2Fcodex%2FCircular_letters%2FCXCL2008%2Fcl08_29f.pdf&ei=H9rjUo7hK8bBhAen3oG4BA&usg=AFQjCNEkBmOjS43mcuLUt44H7Xwes5FZg&bvm=bv.59930103.d.bGQ) consulté le 29 janvier 2014
- Denise J.** 1983. *Le raffinage des corps gras.* Paris, Westbook, Beffrois, Paris ; 243p
- Diaw M.** 2009-2010. *La valorisation des coproduits de la graine de coton exempte de glandes a gossypol en production de poulets au Sénégal.* Thèse de docteur en sciences vétérinaires – orientations santé et productions animales. Université de Liège. 147 p.

FAO. 2013 (http://www.fao.org/fileadmin/templates/mafap/documents/technical_notes/Burkina/BURKINA_FASO_Technical_Note_COTTON_OIL_FR_July2013.pdf)

consulté le 18 novembre 2013

M'Baye B.K, Alouemine S.O. et Lô B.B. 2011. *Etude physico-chimique des huiles consommées en Mauritanie*. Vol 4. N°120101 ; 10 p.

Norme Burkinabè NBF 01-140 : 2009 , *Huile comestible de coton : spécifications*. 10 p

Pillette M. 1948. *Le raffinage de l'huile de coton*. Rue Paul Michiels, Jette-Bruxelles, Imprimerie Gutenberg. 250 pp

Rombaut N. 2013. *Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin*. Thèse de docteur de l'université technologie de Compiègne.

Soma R. 2009. *Raffinage de l'huile de coton : cas de la SN-CITEC*. Mémoire de licence professionnelle en Génie Biologique option Agro-alimentaire. Université Polytechnique de Bobo. 57 pp.

Traoré M. 2009. *Contribution à l'amélioration des paramètres de qualité de l'huile de coton raffinée de la SN-CITEC*. Mémoire de licence professionnelle en Génie Biologique option Agro-alimentaire. Université Polytechnique de Bobo. 50 pp.

[http : www.unpei.org/sites/default/files/dm_documents/Burkina Faso-évaluation économique-coton study.pdf](http://www.unpei.org/sites/default/files/dm_documents/Burkina_Faso-évaluation_économique-coton_study.pdf) consulté le 27 août 2013

Tran G. 1994. *Le coton et ses co-produits en alimentation animale*.

http://aifo-uemoa.org/aifo/index.php?option=com_wrapper&view=wrapper&Itemid=4

consulté le 27 août 2013

[http : www.agecon.purdue.edu/staff/masters/ImpactCD/.../Coton-Burkina.doc](http://www.agecon.purdue.edu/staff/masters/ImpactCD/.../Coton-Burkina.doc) consulté le 17 août 2013

<http://www.sofitex.bf/actu/evenement.php?num=176> consulté le 25 juillet 2013

Technologie des corps gras consulté le 23 septembre 2013
(http://iterg.com/spip.php?page=itergCont&id_rubrique=26&id_article=40)