|  |  |
| --- | --- |
| **NORME CEDEAO** | **DHS ECOSTAND XX : 2022** |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  | **2022-10-31** |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | |  | |
|  | | **Produits à base de manioc - Éthanol à usage industriel - Spécifications** | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  |  | | **Numéro de référence**  **DHS ECOSTAND XX : 2022(F)**  **© ECOSTAND 2022** |
| AUCUNE COPIE SANS L'AUTORISATION DE LA COMMISSION DE L'ECOWAS, SAUF CE QUI EST PERMIS PAR LA LOI SUR LE DROIT D'AUTEUR | | | |

**Avant-propos**

La Communauté économique des États de l'Afrique de l'Ouest (CEDEAO) a été créée le 28 mai 1975 par les chefs d'État et de gouvernement de quinze (15) États membres en tant que Communauté économique de la région. Le traité a été réaffirmé en 1993.

L'un des mandats importants de la CEDEAO est de promouvoir l'établissement d'un marché commun, le développement et l'harmonisation des normes et des procédures et mesures d'évaluation de la conformité afin de réduire les barrières techniques au commerce, d'encourager le commerce intra et international et de renforcer l'industrialisation de la région.

Les normes CEDEAO sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le travail de préparation des normes CEDEAO est normalement effectué par les comités techniques de la CEDEAO. Chaque organisme membre intéressé par un sujet pour lequel un comité technique a été créé a le droit d'être représenté au sein de ce comité. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEDEAO, participent également aux travaux.

La tâche principale des comités techniques est de préparer les normes CEDEAO. Les projets de normes CEDEAO harmonisées adoptés par les comités techniques sont diffusés aux Etats membres pour vote. La publication en tant que norme CEDEAO nécessite l'approbation d'au moins 75% des Etats membres votants.

L'attention est attirée sur la possibilité que certains des éléments du présent document puissent faire l'objet de droits de brevet. La CEDEAO ne peut être tenue responsable de l'identification de tout ou partie de ces droits de brevet.

Le travail de préparation de cette norme a été effectué par le Comité Technique d'Harmonisation 3 (THC3) Chimie de la CEDEAO.

**NORME RÉGIONALE CEDEAO DHS ECOSTAND XX : 2022(E)**

**Éthanol à usage industriel - Spécifications**

1. **Champ d'application**

Cette norme spécifie les exigences et les méthodes d'échantillonnage et de test pour l'éthanol à usage industriel.

1. **Références normatives**

Les documents référencés suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document référencé (y compris les modifications éventuelles) s'applique.

1. *ECOSTAND XX, Produits à base de manioc - Bonnes pratiques de fabrication (BPF)*
2. *ECOSTAND XX, Produits à base de manioc - Emballage et étiquetage*
3. *ISO 759, Liquides organiques volatils à usage industriel - Détermination du résidu sec après évaporation au bain-marie - Méthode générale*
4. *ISO 1388-2, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 2 : Détection de l'alcalinité ou détermination de l'acidité à la phénolphtaléine*
5. *ISO 1388-3, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 3 : Estimation de la teneur en composés carbonylés présents en petites quantités - Méthode photométrique*
6. *ISO 1388-5, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 5 : Détermination de la teneur en aldéhydes - Méthode colorimétrique visuelle*
7. *ISO 1388-6, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 6 : Essai de miscibilité avec l'eau*
8. *ISO 1388-7, Éthanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 7 : Détermination de la teneur en méthanol (teneurs en méthanol comprises entre 0,01 et 0,20 % (V/V)) - Méthode photométrique.*
9. *ISO 1388-8, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 8 : Détermination de la teneur en méthanol (teneurs en méthanol comprises entre 0,10 et 1,50 % (V/V)) - Méthode colorimétrique visuelle.*
10. *ISO 1388-12, Ethanol à usage industriel - Méthodes d'essai - Partie 12 : Détermination du temps de permanganate.*
11. *ISO 2096, Glycérols à usage industriel - Méthodes d'échantillonnage*

**3. Termes et définitions**

Aux fins de la présente norme, les définitions et les termes suivants s'appliquent :

**3.1**

**Éthanol**

Liquide incolore, volatil et inflammable, produit par la fermentation naturelle des sucres.

**3.2**

**Corps étranger**

* Les matières inorganiques telles que le sable, le verre, le métal, les pierres, l'argile et la boue et
* les matières organiques telles que la paille, les mauvaises herbes, les graines et les insectes ou fragments d'insectes, les poils de rongeurs

**4. Exigences qualité**

**4.1 Exigences générales de qualité**

**4.1.1** L'éthanol doit être produit conformément à ECOSTAND XXX sur les bonnes pratiques de fabrication des produits à base de manioc.

**4.1.2** L'éthanol doit être :

a) liquide homogène clair et incolore, exempt de matières étrangères en suspension lors de l'évaluation visuelle ; et

d) exempts de toute odeur étrangère, odeur et/ou goût non caractéristique du produit.

* + 1. **Matière première**

L'éthanol doit être préparé à partir de racines de manioc conformes à ECOSTAND XXX et exemptes de toute contamination fongique ou bactérienne.

* 1. **Exigences physico-chimiques**

L'éthanol doit être conforme aux exigences du tableau 1, lorsqu'il est testé conformément à la méthode d'essai appropriée indiquée dans le tableau 1.

**Tableau 1 - Exigences physico-chimiques de l'éthanol**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Paramètres** | **Limites** | **Méthodes d'essai** |
| Teneur en éthanol à 200C, % (v/v), min. | 95 | Annexe A |
| Miscibilité avec l'eau (éthanol : eau), 1 :19 (v/v) | Aucune opalescence ne doit être observée | ISO 1388-6 |
| Acidité (en CH3COOH), % (m/m), max. | 0,005 | ISO 1388-2 |
| Résidu d'évaporation, % (m/m), max. | 0,005 | ISO 759 |
| Teneur en composés carbonylés (sous forme d'acétaldéhydes), % (m/m), max. | 0,01 | ISO 1388-5 |
| Alcalinité, % (m/m), max. | 0,005 | ISO 1388-2 |
| Temps de permanganate, minutes, min | 30 | ISO 1388-12 |
| Teneur en méthanol (CH3OH), % (v/v), max. | 0,01 | ISO 1388-7 or 8 |

1. **Emballage et étiquetage**
   1. **Emballage**

**5.1.1** L'emballage doit être effectué conformément aux exigences de la norme ECOSTAND XXX sur l'emballage et l'étiquetage des produits à base de manioc.

* + 1. Le type de matériaux d'emballage doit être convenu entre le fabricant et le client conformément à la réglementation régionale.
    2. Tous les récipients utilisés doivent être secs, propres et exempts de substances solubles dans l'éthanol.
    3. L'éthanol doit être conditionné dans un récipient bien fermé pour éviter l'évaporation et la contamination.

**5.2 Étiquetage**

Outre les exigences d'ECOSTAND XX (norme d'emballage et d'étiquetage des produits à base de manioc), les dispositions spécifiques suivantes s'appliquent :

* + 1. **Étiquetage des conteneurs de vente au détail**
* Le nom du produit à faire figurer sur l'étiquette est "éthanol" ;
* Le pourcentage de pureté ; et
* Précaution de sécurité avec les mots "hautement inflammable".
  + 1. **Étiquetage des conteneurs non destinés à la vente au détail**

Les informations relatives aux récipients non destinés à la vente au détail doivent figurer soit sur le récipient, soit dans les documents d'accompagnement, sauf que le nom du produit, l'identification du lot et le nom et l'adresse du fabricant ou de l'emballeur doivent figurer sur le récipient. Toutefois, l'identification du lot ainsi que le nom et l'adresse du fabricant ou de l'emballeur peuvent être remplacés par une marque d'identification, à condition que cette marque soit clairement identifiable avec les documents d'accompagnement.

1. **Méthodes d'analyse et d'échantillonnage**

L'échantillonnage doit être effectué conformément à la norme ISO 2096(à changer). Les essais doivent être effectués conformément aux méthodes indiquées pour chaque exigence ou à d'autres méthodes validées équivalentes.

**ANNEXE A**

**(Normatif)**

**DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ÉTHANOL**

**A-1 GÉNÉRALITÉS**

Deux méthodes ont été prescrites pour déterminer la teneur en éthanol ou la force éthanolique. Les deux méthodes peuvent être utilisées pour la détermination de la teneur en éthanol en routine. Toutefois, en cas de litige, la méthode 2 doit être traitée comme un arbitre.

**A-2 MÉTHODE 1- MÉTHODE ALCOOLOMÉTRIQUE UTILISANT L'HYDROMÈTRE**

Déterminez la teneur en éthanol de l'éthanol anhydre en utilisant la méthode ci-dessous :

Le tableau 3 ci-dessous donne la relation entre la densité dans le vide, la densité dans l'air et la force éthanolique, exprimée soit en pourcentage en volume, soit en pourcentage en masse, à 20°C. Les valeurs de la densité dans le vide sont tirées des "tables pratiques d'alcool", volume 2, publiées par la Commission des Communautés européennes. Les valeurs de la masse volumique dans l'air sont calculées à partir de la formule reliant les températures (en °C), le pourcentage en masse d'éthanol et les masses volumiques dans le vide (en kg/m3) figurant dans la "Recommandation Nº ...". 22" de l'Organisation internationale de métrologie légale. Les masses volumiques dans le vide ont été converties en masses volumiques dans l'air et en masses adoptées dans la "Recommandation Nº 1 3' de cette Organisation.

**Tableau A.1 : Relation entre la densité in vacuum, la densité dans l'air et la force éthanolique**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Force éthanolique  à 20 °C | | Densité dans le vide (kg/m3) comme indiqué  par un hydromètre en verre de type EEC à | | | | Densité dans l'air  (kg/m3)\* |
| %(V/V) | % (mlm) | 10 °C | 15 °C | 20 °C | 25 °C | 20 °C |
| 90,00 | 85,66 | 837,6 | 833,4 | 829,2 | 825,0 | 828,10 |
| 90,50 | 86,31 | 836,0 | 831,8 | 827,6 | 823,4 | 826,44 |
| 91,00 | 86,97 | 834,2 | 830,2 | 826,0 | 821,6 | 824,75 |
| 91,50 | 87,63 | 832,6 | 828,4 | 824,2 | 820,0 | 823,05 |
| 92,00 | 88,29 | 830,8 | 826,6 | 822,4 | 818,2 | 821,31 |
| 92,50 | 88,96 | 829,2 | 825,0 | 820,8 | 816,4 | 819,55 |
| 93,00 | 89,64 | 827,4 | 823,2 | 819,0 | 814,6 | 817,77 |
| 93,50 | 90,32 | 825,6 | 821,4 | 817,2 | 812,8 | 815,95 |
| 94,00 | 91,01 | 823,6 | 819,4 | 815,2 | 811,0 | 814,10 |
| 94,50 | 91,70 | 821,8 | 817,6 | 813,4 | 809,2 | 812,22 |
| 95,00 | 92,41 | 819,8 | 815,6 | 811,4 | 807,2 | 810,30 |
| 95,50 | 93,12 | 818,0 | 813,8 | 809,6 | 805,2 | 808,34 |
| 96,00 | 93,84 | 816,0 | 811,8 | 807,6 | 803,2 | 806.34 |
| 96,50 | 94,57 | 813,8 | 809,6 | 805,4 | 801,2 | 804,29 |
| 97,00 | 95,31 | 811,8 | 807,6 | 803,4 | 799,2 | 802,19 |
| 97,50 | 96,05 | 809,6 | 805,4 | 801,2 | 797,0 | 800,04 |
| 98,00 | 96,81 | 807,4 | 803,2 | 799,0 | 794,8 | 797,82 |
| 98,50 | 97,59 | 805,2 | 801,0 | 796,8 | 792,6 | 795,54 |
| 99,00 | 98,38 | 802,8 | 798,6 | 794,4 | 790,2 | 793,17 |
| 99,50 | 99,18 | 800,2 | 796,2 | 792,0 | 787,8 | 790,72 |
| 100,00 | 100,00 | 797,8 | 793,6 | 789,4 | 785,2 | 788,16 |
| **\*Les valeurs de la densité dans l'air sont indiquées avec cinq chiffres significatifs car il est possible de déterminer la densité dans l'air avec une plus grande précision que la densité dans le vide à l'aide d'un hydromètre.** | | | | | | |

**A-3 MÉTHODE 2- MÉTHODE CHROMATOGRAPHIQUE EN PHASE GAZEUSE**

**A-3.1 Généralités**

Cette méthode d'essai couvre la détermination de la teneur en éthanol et d'autres composants tels que l'aldéhyde, l'ester (comme l'acétate d'éthyle), l'alcool méthylique, le n-propanol et l'alcool iso-amylique de l'alcool rectifié dénaturé par chromatographie en phase gazeuse.

**A-3.1.1** L'analyse chromatographique présentée ici n'a qu'une valeur informative et indicative**.**

**A-3.1.2** L'eau ne peut être déterminée par cette méthode d'essai.

**A-3.1.3** Cette méthode d'essai est inappropriée pour les impuretés qui bouillissent à des températures supérieures à 225°C ou pour les impuretés qui provoquent une réponse faible ou nulle dans un détecteur à ionisation de flamme, comme l'eau.

**A-3.2 Résumé de la méthode d'essai**

**A-3.2.1** Une partie aliquote représentative de l'échantillon d'éthanol est introduite dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une colonne capillaire en silice fondue à phase liée au méthyle. Un gaz porteur approprié transporte l'aliquote vaporisée à travers la colonne où les composants sont séparés par le processus chromatographique. Les composants sont détectés par un détecteur à ionisation de flamme lorsqu'ils sont extraits de la colonne. Le signal du détecteur est traité par un système électronique d'acquisition de données. L'éthanol, le méthanol et les autres composants sont identifiés en comparant leurs temps de rétention à ceux identifiés en analysant des normes dans des conditions identiques. La concentration de tous les composants est déterminée en pourcentage de masse par normalisation des aires de pic.

**A-3.3 Appareillage**

**A-3.3.1** Chromatographe en phase gazeuse, capable de fonctionner dans les conditions énumérées ci-dessous. Un injecteur chauffé à vaporisation flash conçu pour fournir une injection linéaire de l'échantillon renversé (par exemple, 2;1) est nécessaire pour une introduction correcte de l'échantillon. Les contrôles du gaz porteur doivent être d'une précision suffisante pour assurer la reproductibilité des débits des colonnes et des rapports de division afin de maintenir l'intégrité analytique. Les dispositifs de contrôle de la pression et les jauges doivent être conçus pour atteindre la vitesse linéaire requise dans la colonne utilisée. Il faut un détecteur d'ionisation de flamme à l'hydrogène avec des contrôles de gaz associés et une électronique conçue pour une réponse optimale avec des colonnes tabulaires ouvertes.

**A-3.3.2** Introduction de l'échantillon –

On utilise une injection manuelle ou automatique de l'échantillon par seringue à liquide dans l'injecteur de fractionnement. Les appareils capables d'effectuer des injections de 0,1 à 0,5 ul conviennent. Il convient de noter qu'une conception inadéquate du séparateur, une mauvaise technique d'injection et une surcharge de la colonne peuvent entraîner une mauvaise résolution. Évitez la surcharge, en particulier du pic d'éthanol, et éliminez cette condition pendant l'analyse.

**A-3.3.3** Colonne –

Cette méthode d'essai utilise une colonne tabulaire ouverte en silice fondue avec un revêtement interne de phase non polaire liée au méthyl silicium (réticulée). Toute colonne présentant une efficacité et une sélectivité chromatographiques équivalentes ou supérieures à celles décrites en A-3.3.3.1 peut être utilisée.

**Tableau A-2 - Programme de température des colonnes**

|  |  |
| --- | --- |
| Colonne | Colonne capillaire revêtue de 6 % de cyanopropylphényle, 94 % de diméthylpoly-siloxane. |
| Longueur de la colonne | 30 m |
| Diamètre interne | 0.53 mm |
| Épaisseur du film | 3 µm |
| Température initiale | 40 ̊C |
| Temps de maintien initial | 5 min |
| Taux du programme | 30̊C/ min |
| Température finale | 230 ̊C |
| Temps de maintien final | 2 min |

|  |  |
| --- | --- |
| **Température de l'injecteur** | 140̊C |
| Rapport de fractionnement | 2 ;1 |
| Taille de l'échantillon | 0.1 to 0.5 µl |

**Détecteur**

|  |  |
| --- | --- |
| Type | Ionisation de la flamme |
| Température | 240̊C |
| Gaz porteur | Azote (3 ml/min) |

**Tableau A-3 Durée de rétention approximative**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| SI N° | Nom du composant | Temps de rétention (min) |
| i) | Acétaldéhyde | 3.96 |
| ii) | Alcool méthylique | 4,20 |
| iii) | Alcool éthylique | 5,65 |
| iv) | n- Propanol | 9,12 |
| v) | Acétate d'éthyle | 10,53 |
| vi) | Iso-Butanol | 12,75 |
| vii) | Benzène | 13,46 |
| viii) | Croton aldéhyde | 14,83 |
| ix) | n-Butanol | 15,50 |
| x) | Acétal | 17,78 |
| xi) | Alcool iso-amylique | 20,88 |

**A-3.4 Procédure**

Injecter séparément 0,5 µl de chacun des standards et des échantillons et enregistrer le chromatogramme. Calculez l'acétaldéhyde, le méthanol, l'acétate d'éthyle, le n-propanol et l'alcool iso-amylique dans l'échantillon par la méthode de normalisation de la surface. Un chromatogramme gazeux typique utilisant le FID montrant le temps de rétention est donné dans la Fig. A.1

NOTE- Le temps de rétention peut varier légèrement en fonction des conditions réelles de la CG.

