



Procédé de traitement des huiles végétales pour l'amélioration de leur stabilité à froid.

La présente invention a pour objet un procédé de traitement des huiles végétales pour l'amélioration de leur stabilité à froid. Ce procédé permet de clarifier (par exemple par décirage, wintérisation) des huiles et notamment des huiles alimentaires, telles que par exemple, l'huile de tournesol, de maïs, ou d'arachide.

Il est bien connu que certaines huiles alimentaires deviennent troubles à cause de la présence de composés à haut point de fusion tels que cires, glycérides partiels, etc... qui cristallisent. Or, la présence de tels composés, si elle n'affecte en aucune façon la qualité de l'huile, altère nettement son aspect, et donc diminue son attrait pour le consommateur.

En conséquence, il est courant de faire subir à ces huiles, avant de les commercialiser, une opération de clarification, ayant pour but de parvenir à l'élimination des composés cristallisés.

Pour effectuer cette opération de clarification, on utilise habituellement deux procédés de type classique.

Selon le premier de ces procédés, l'huile est refroidie pendant quelques heures à une température appropriée, permettant d'obtenir des cristaux pouvant être séparés par filtration. On utilise souvent un adjuvant de

filtration (par exemple terres filtrantes).

Selon le second de ces procédés, après précipitation des cristaux comme ci-dessus, on procède à une centrifugation d'un mélange de cette huile avec une solution aqueuse d'agent mouillant. De cette façon, on favorise le passage des cristaux dans la solution aqueuse, qui se sépare de l'huile par centrifugation.

Toutefois, ces procédés ne sont pas sans présenter de nombreux inconvénients.

En effet, pour le premier procédé cité :

- la difficulté d'obtenir des cristaux filtrables nécessite des cycles de refroidissement et de maturation de longue durée,

- la capacité de production est fonction de la teneur en cristaux, elle peut diminuer d'environ 20 à 30 % lorsque la teneur en cristaux double, ce qui est courant dans la pratique industrielle,

- ce procédé nécessite, en outre, l'emploi de terres filtrantes coûteuses qui en plus donnent des gâteaux de filtration pouvant contenir jusqu'à 60 % d'huile entraînée d'où des pertes importantes en huile raffinée. Ces gâteaux posent un problème de pollution de l'environnement (danger d'une inflammabilité spontanée à la suite de l'oxydation des graisses contenues et pollution de la nappe phréatique par la matière grasse par entraînement de celle-ci dans les eaux pluviales).

Par ailleurs, le deuxième procédé cité exige l'emploi d'une quantité de solution d'agent mouillant importante (5 à 10 %) et l'emploi d'un matériel de séparation coûteux et nécessitant des frais d'entretien élevés.

La présente invention a pour objet de pallier à ces inconvénients en proposant un procédé permettant d'obtenir des huiles claires même à partir d'huiles ayant des taux importants de constituants à point de fusion élevé (cires, glycérides partiels, etc..) sans utilisation de

terres de filtration ni de centrifugation.

Ce procédé est caractérisé en ce que, dans une première étape, on refroidit l'huile à traiter à une température choisie de manière à permettre la cristallisation des composés à éliminer, puis dans une seconde étape, on amène l'huile ainsi traitée dans un récipient de décantation et on la soumet à l'action de fines bulles d'un gaz neutre qui se fixe à ces composés cristallisés de façon à produire une mousse de masse volumique inférieure à celle de l'huile. Le complexe cristaux-bulles de gaz formé monte à la surface du récipient, permettant ainsi d'obtenir à la partie inférieure de ce dernier, après décantation, une huile clarifiée ayant une teneur inférieure à 30 ppm de cristaux et avec un rendement supérieur à 90 %.

Les performances d'un tel procédé dépendent essentiellement de la formation de cristaux d'une taille appropriée, d'une quantité suffisante de fines bulles de gaz, dans le liquide, et de l'adhésion des bulles sur les particules solides.

Selon l'invention, on a obtenu des résultats particulièrement intéressants, en soumettant au moins une partie de l'huile refroidie préalablement jusqu'à précipitation quantitative des cristaux, à une pression de 4 à 10 bars de gaz neutre, et ensuite à une détente à la pression atmosphérique. Ces conditions particulières permettent d'obtenir des bulles de gaz dont la quantité et le diamètre sont tels qu'ils favorisent la formation quantitative d'un complexe bulles-cristaux de masse volumique inférieure à celle de l'huile.

Selon une variante du procédé, on ajoute à l'huile à traiter une faible quantité d'adjuvant de clarification permettant de diminuer l'affinité des cristaux vis-à-vis de la phase huileuse.

Selon une autre caractéristique de l'invention, l'huile à traiter est une huile neutralisée contenant des

savons, ces derniers remplissant la fonction d'adjuvants de clarification. En effet, on s'est aperçu que la présence d'eau et de tension-actifs (savons) favorise l'adhésion des cires aux bulles d'air.

5 D'une façon préférentielle, le contactage gaz-huile sous pression s'effectue sous agitation pendant une durée d'environ 30 mn.

10 Par ailleurs, et selon une autre caractéristique de l'invention, le procédé comporte une étape de retraitement des cires permettant de récupérer les huiles qui y sont contenues.

15 Le procédé qui fait l'objet de l'invention peut fonctionner en continu ou en discontinu et sera décrit plus en détail en se référant à la figure annexée qui est un schéma de principe du fonctionnement en continu.

20 Selon la figure, on amène l'huile à traiter selon la flèche A dans un refroidisseur 1 comportant un agitateur 2. Dans ce refroidisseur 1, l'huile à traiter est amenée à la température appropriée, choisie selon le type d'huile à traiter. A la sortie de ce refroidisseur, l'huile est ensuite amenée à un maturateur 3 où elle est maintenue à la même température de manière à permettre la cristallisation quantitative des composés à éliminer, dans des conditions appropriées selon le type d'huile. Pendant  
25 cette étape de maturation, l'huile est également soumise à une agitation au moyen d'un agitateur 4.

30 Au sortir du maturateur 3, on amène l'huile selon la flèche D à la partie inférieure d'un récipient de décantation 5 et, on la soumet à l'action de fines bulles d'un gaz neutre, qui se fixent aux cristaux à éliminer de façon à produire un complexe gaz-cristaux sous la forme d'une mousse de masse volumique inférieure à celle de l'huile. Ce complexe se rassemble dans la zone 6 du récipient, où il est éliminé par raclage selon la flèche C.

35 La production des fines bulles de gaz neutre est

obtenue en prélevant une fraction E d'huile clarifiée qui est amenée dans un saturateur 8, où elle est soumise à l'action d'un gaz neutre tel que l'air ou l'azote arrivant selon la flèche F sous une pression comprise entre 4 et 10 bars, avant d'être détendue à la pression atmosphérique, la durée du contactage gaz-huile dans le saturateur 8 étant approximativement égale à 30 mn. Ainsi, il se produit dans la fraction E', au sortir du saturateur 8, une formation de fines bulles d'air ou d'azote qui se dégagent dans le récipient 5 et viennent se fixer aux particules de solides en suspension dans l'huile. Selon une variante du procédé, on peut pressuriser la totalité de l'huile sortant du maturateur 3 en la faisant passer par le saturateur 8 avant de l'introduire dans la partie inférieure du récipient 5.

Ainsi, on récupère, à la partie inférieure 7 du récipient 5, une huile clarifiée G dont une fraction E est recyclée vers le saturateur 8. Comme indiqué ci-dessus, le débit de cette fraction peut aller jusqu'à 300 % du débit de l'huile à traiter sortant du maturateur 3.

Par ailleurs, après destruction des mousses par chauffage, par exemple, on récupère environ 1,5 à 5 % d'huile contenant 1 % de cires.

Cette huile enrichie en cires peut être traitée par le procédé selon l'invention ou par des procédés habituels (décantation, centrifugation, filtration).

#### EXEMPLE 1.

La matière première de départ est une huile de tournesol contenant 800 ppm de cires. On prend 3 kg de cette huile qui a été soumise préalablement à une neutralisation et contient 0,4 % d'eau et 1 080 ppm de savon de soude, on l'introduit dans un béccher de 5 litres, équipé d'un agitateur, le tout placé dans une enceinte réfrigérée à 5°C pendant une durée d'environ 10 heures sous agitation continue. On transfère cette huile dans un saturateur de

4 litres équipé d'un agitateur. On soumet le saturateur à une pression de 10 bars.

La durée de contactage est de 30 mn sous agitation permanente, la température de l'huile étant maintenue à 5°C par un serpentin se trouvant à l'intérieur du réacteur. A l'issue de cette opération, l'huile est détendue à la pression atmosphérique par transfert direct dans un bêcher de 4 litres. Après une heure de décantation à + 5°C, on obtient une séparation de deux phases. A la partie inférieure du récipient, on récupère environ 2 850 g de l'huile décirée qui ne contient plus que 20 ppm de cires et 0,1 % d'eau. A la partie supérieure du récipient, on récupère environ 150 g d'une mousse constituée par un complexe cires-fines bulles de gaz.

L'huile décirée peut être soit soumise aux stades suivants de raffinage, soit soumise à un nouveau cycle de traitement afin de parfaire le processus de décirage.

#### EXEMPLE 2.

2 kg d'huile décirée obtenue selon l'exemple 1 sont traités de la même façon que pour l'exemple 1. L'huile entrant dans le cycle contenait 29 ppm de cires, 0,1 % d'eau et environ 50 ppm de savon. Après décantation, on obtient une huile dont la teneur en cires a été abaissée à 9 ppm. Cette huile est soumise aux stades suivants de raffinage (lavage, séchage).

#### EXEMPLE 3.

La matière première de départ est une huile de tournesol contenant 85 ppm de cires. On prend 3 kg de cette huile préalablement neutralisée et contenant 0,3 % d'eau et 1 400 ppm de savon de sodium. En appliquant le procédé de l'exemple 1, on obtient une huile décirée contenant 7 ppm de cires, 0,05 % d'eau et 52 ppm de savon. Le rendement en huile décirée est de 98,4 %.

#### EXEMPLE 4.

L'huile de départ est une huile de tournesol neu-

tralisée et décolorée, contenant 700 ppm de cires, moins de 0,05 % d'eau et moins de 2 ppm de sodium. On procède de la même manière que dans l'exemple 1. On obtient une huile décirée contenant environ 60 ppm de cires résiduelles avec un rendement supérieur à 93 % d'huile décirée.

EXEMPLE 5.

L'huile de départ est une huile brute de maïs contenant 150 ppm de cires. On procède comme indiqué dans l'exemple 1. On obtient une huile décirée contenant 50 ppm de cires résiduelles et dont les matières en suspension telles que mucilages, particules solides, etc.. sont en même temps partiellement éliminées.

Il va de soi que ces exemples n'ont pas un caractère limitatif. Ce procédé pouvant s'appliquer à d'autres types d'huiles et à tous les stades de raffinage.

RENDEMENT.

Le rendement en huile décirée après clarification est donc de 95 % et peut aller jusqu'à environ 98,5 %.

Stabilité au froid des huiles obtenues aux exemples 1 à 5.

Les huiles obtenues aux exemples 1 à 5 sont soumises aux opérations classiques de raffinage selon le cas, jusqu'au stade avant désodorisation.

Les échantillons ainsi obtenus sont entreposés à + 5°C pendant 24 heures ou plus.

Les résultats sont exposés dans le tableau ci-dessous :

| EXEMPLES   | 1       | 2       | 3       | 4       | 5       |
|--|---------|---------|---------|---------|---------|
| Teneur en cires initiales en ppm                         | 800     | 29      | 85      | 700     | 300     |
| Teneur en cires résiduelles en ppm dans l'huile raffinée | 29      | 9       | 7       | 60      | 50      |
| Limpidité après 24 h                                     | Limpide | Limpide | Limpide | Trouble | Trouble |
| Limpidité après 3 jours                                  | Trouble | Limpide | Limpide | Trouble | Trouble |

EXEMPLE 6. - Traitement des mousses -

Une huile contenant 1 % de cires provenant des mousses de décirage obtenues par le procédé selon l'invention est refroidie à 25-30°C pendant une nuit puis centrifugée. La phase lourde contenant les cires représente 12 % de l'huile ainsi traitée. La fraction légère représente environ 88 % d'huile partiellement décirée à 400 ppm de cires, pouvant être recyclée en mélange avec l'huile à traiter.

10 On voit donc que par un traitement complémentaire des huiles provenant des mousses, on peut améliorer le rendement au décirage.

RE V E N D I C A T I O N S

1°) Procédé de traitement des huiles végétales pour l'amélioration de leur stabilité à froid, caracté-  
risé en ce que, dans une première étape, on refroidit  
5 l'huile à traiter à une température choisie de manière à  
permettre la cristallisation des composés à éliminer, puis  
dans une seconde étape, on amène l'huile ainsi traitée  
dans un récipient de décantation et on la soumet à l'ac-  
tion de fines bulles d'un gaz neutre qui se fixent à ces  
10 composés cristallisés de façon à produire une mousse de  
masse volumique inférieure à celle de l'huile constituée  
par un complexe cristaux-bulles de gaz qui monte à la  
surface du récipient, permettant ainsi d'obtenir à la  
partie inférieure de ce dernier, après décantation, une  
15 huile clarifiée ayant une teneur inférieure à 30 ppm de  
cristaux et avec un rendement supérieur à 90 %.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé  
en ce que l'on soumet au moins une partie de l'huile re-  
froïdie préalablement jusqu'à précipitation quantitative  
20 des cristaux à une pression de 4 à 10 bars de gaz neutre  
puis à une détente à la pression atmosphérique.

3°) Procédé selon l'une quelconque des revendica-  
tions 1 et 2, caractérisé en ce que l'on ajoute à l'huile  
à traiter une faible quantité d'adjuvant de clarification  
25 permettant de diminuer l'affinité des cristaux vis-à-vis  
de la phase huileuse.

4°) Procédé selon l'une quelconque des revendica-  
tions 1 à 3, caractérisé en ce que l'huile à traiter est  
une huile neutralisée contenant des savons, ces derniers  
30 remplissant la fonction d'adjuvant de clarification.

5°) Procédé selon l'une quelconque des revendica-  
tions 1 à 4, caractérisé en ce que l'on effectue le con-  
tactage par huile sous pression pendant une durée d'envi-  
ron 30 mn.

35 6°) Procédé selon l'une quelconque des revendica-

tions 1 à 5, caractérisé en ce que l'on effectue l'ensemble des différentes étapes à une température comprise entre 0 et 10°C, de préférence approximativement égale à 5°C.

5 7°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'on recycle une partie de l'huile clarifiée obtenue à la partie inférieure du récipient vers l'étape de traitement par un gaz neutre sous une pression de 4 à 10 bars.

10 8°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comporte une étape de retraitement des cires permettant de récupérer les huiles qui y sont contenues.

