

T1972TECH10

QUELQUES PROBLEMES RELATIFS A LA FRIGELLISATION DES HUILES DE TOURNESOL

Marijan RAC (Yougoslavie)

Depuis l'introduction des variétés de tournesol russes, beaucoup plus riches en huile, dans les huileries yougoslaves, des difficultés ont été constatées dans la fabrication de l'huile. Les cires cristallisées se déparent difficilement des huiles.

Les sédiments minces et les mucilages gênent la filtration. Il a été montré que ces sédiments possédaient une quantité très importante de matières azotées. Les chromatogrammes sur couche mince ont montré que des concentrations faibles de lécithine, stérol, mono et diglycérides se trouvent dans l'huile après la frigellisation et que la plupart sont dans le sédiment des cires séparées. La plus grande partie des inhibiteurs de la cristallisation se trouve dans la fraction solide-oléomargarine.

Nous avons pu montrer l'effet des matières mucilagineuses à l'aide d'une solution modèle. La solution modèle est composée d'huile de tournesol dégommée très minutieusement, additionnée d'une préparation de cire pure jusqu'à 1 %. En ajoutant, par exemple, à cette solution 1 % de lécithine, on obtient après refroidissement à 20°C pendant 24 heures, des cristaux de 20 à 30 μ . Cependant que les cristaux de la solution pure étaient de 50 à 90 μ . La présence de lécithine a diminué la viscosité de la solution de 15,42 cP à 14,83 cP. En respectant les mêmes conditions de travail, le temps de filtrage était prolongé, avec l'addition de lécithine, de 15 à 37 heures. Le filtrage difficile des cristaux est dû aux mucilages et, en particulier, à la présence de lécithine.

Comme on peut le constater, la difficulté principale dans la frigellisation est due à la présence de matières mucilagineuses hydrophiles. C'est la raison pour laquelle nous avons essayé d'examiner la méthode de démulagination. Comme les expériences précédentes ont montré que la plus grande partie des mucilages se trouvent dans le sédiment de cires après la frigellisation, nous avons décidé de conduire la démulagination à basses températures. Les résultats de nos expériences ont montré que par hydratation à 20°C on élimine 42 à 52 % des mucilages présents contenant l'azote, tandis qu'à la température habituelle de 80°C on n'en élimine que 11 à 19 %. De meilleurs résultats ne peuvent être obtenus que par des solutions de soude caustique, sur terre décolorante et solution de polyphosphates. Des résultats semblables s'obtiennent en suivant l'élimination des phospholipides. Ce phénomène pourrait s'expliquer par le fait que la dissolution des mucilages et des phospholipides diminue aux températures basses, ce qui augmente leur hydrophilie, de telle façon qu'on peut les séparer plus facilement par l'eau ou les solutions aqueuses. Cette constatation est très intéressante, surtout qu'actuellement toutes les méthodes, comme l'hydratation, sont conduites à des températures comprises entre 70 et 90°C.

Cependant, par ces expériences, nous sommes entrés dans le cadre des travaux de M. R. GUILLAUMIN et de M. N. DROHIN, car en éliminant par l'eau les mucilages à des températures basses, on élimine aussi les cires. Nous avons effectué une série d'expériences en utilisant l'eau et des solutions aqueuses de polyphosphates, d'acide phosphorique, de soude caustique, etc... Des effets différents ont été constatés. L'effet de la frigidation a été mesurée en comparant la couleur des huiles obtenues avec des échantillons préparés par des mélanges d'huile complètement wintérisée (numéro 10 de la graduation de couleur) et d'huile brute (numéro 0 de la graduation de couleur) dans des proportions différentes.

Nous avons réalisé des chromatogrammes sur couche mince qui ont montré distinctement que l'huile élaborée de cette façon ne contient plus de mucilages et de phosphatides et que la quantité de stérols mono et diglycérides est réduite au minimum.

Dans cette série d'expériences, les meilleurs résultats ont été obtenus par les solutions de soude caustique et de polyphosphates ; il en était de même avec l'eau pure, quand l'expérience était conduite avec de l'huile brute non démulcinée. Il semble que pour l'huile brute, le comportement hydrophile soit dû essentiellement aux mucilages et à la lécithine, leur quantité étant importante dans l'huile brute par rapport à celle des cires (environ 0,1 %) variable selon le degré de décorticage. Cependant, l'eau pure n'a pas donné de résultat dans le cas d'huiles bien démulcinées après neutralisation et décoloration. En ce cas, ce rôle fût pris par les solutions de certaines matières additionnées.

Cependant, nous avons constaté, lors de la démulcination, que les paramètres de la frigidation sont plus importants que les solutions ajoutées. C'est surtout le cas pour la température et le temps de refroidissement avant le procédé d'émulsification. Si le refroidissement est conduit à 0°C pendant 24 heures, on a obtenu après séparation, des huiles qui, à 0°C, se sont montrées stables et limpides.

Dans le procédé même, pour obtenir les meilleurs résultats de séparation, la position des sédiments à séparer est d'une importance capitale. Quand on travaillait avec la solution modèle, sans lécithine, le sédiment de cires se trouvait dans la zone de contact entre l'eau et l'huile. Il était très important, lors du traitement technologique, d'avoir le sédiment de mucilages et de cires en suspension régulière dans la phase aqueuse ou formant une couche séparée au fond de cette phase. Cette disposition est souhaitable si on veut effectuer une séparation par centrifugation. Pour obtenir de meilleurs résultats, nous avons essayé de stabiliser la suspension aqueuse par addition de carboxyméthylcellulose. En utilisant une solution de soude caustique dans l'eau, le sédiment se trouvait toujours au fond de la couche aqueuse.

Nous avons essayé le même procédé avec des miscella, dans lesquels le rapport, en volume, entre l'huile et l'hexane était de 30/70. Dans ce cas, l'eau pure n'a pas donné de résultats, tandis que la solution de soude caustique s'est montrée très bonne. Les meilleurs résultats étaient obtenus en effectuant le refroidissement à basses températures. Nous avons décidé d'utiliser, dans cette série d'expériences, uniquement la solution de soude caustique car elle s'est montrée comme la plus valable lors des essais. L'utilisation de cette base a provoqué la neutralisation, ce qui rapproche ce procédé de la méthode de "De Laval", mais en diminuant beaucoup les pertes en huile neutre lorsqu'il s'agit de miscelle.

Selon l'exposé ci-dessus, il est évident que les difficultés principales lors de la frigidation de l'huile de tournesol sont dues aux mucilages, à la lécithine, aux stérols, etc... qui sont des inhibiteurs de la cristallisation. Etant donné qu'il y a une très petite quantité de cires dans l'huile, les petits cristaux de cire formés ont une très grande surface qui adsorbe ces matières. En conséquence, les matières adsorbées forment une couche de protection qui ralentit la croissance des cristaux et leur agglomération, ce qui serait nécessaire pour rendre la filtration plus facile.

Dans les procédés de démulcination à froid par frigidation, ces matières jouent un rôle spécial. M. R. GUILLAUMIN et M. N. DROHIN ont donné une explication à ce phénomène. Ils estiment qu'il existe une certaine hydrophilie des cires due à la présence du groupe ester. C'est ce qui explique la position des cristaux de cire à la surface de contact entre l'huile et l'eau. Nous l'avons montré en élaborant la solution modèle de cire pure en huile pure, le dépôt de cires se formant alors entre la couche d'eau et d'huile. Il nous semble, selon nos expériences, que les mucilages et autres matières hydrophiles, jouent un rôle plus grand dans cette méthode, car, d'après nos travaux, ces matières hydrophiles sont adsorbées sur la surface des cristaux de cires, ce qui rend possible leur mouillage (imbibition) par l'eau et leur suspension dans la couche aqueuse. Jusqu'à un certain point, cela peut être affirmé par le fait que l'émulsion résultante

peut être chauffée à une température plus haute, à 40°C par exemple, sans que les cires se dissolvent dans l'huile.

Toutes les expériences conduites jusqu'à présent ne permettent de fournir les conditions optimales de cette méthode qui pourrait satisfaire à l'élaboration de l'huile de tournesol. Il est nécessaire d'adapter ces conditions suivant la composition de chaque lot.