

Uzzan A., Le Barban-
chon N., Fabry H.,
France

LES TOURTEAUX DE TOURNESOL
MATIÈRE PREMIÈRE POUR
L'OBTENTION DE PROTÉINES
ISOLÉES*

On sait que l'isolement des protéines de tournesol, à partir de tourteaux, pose quelques problèmes techniques liés à: la coloration des protéines isolées dont la couleur est provoquée par la présence d'acide chlorogénique et de ses dérivés d'oxydation ou de combinaison, la non-répétabilité des essais de filage de ces protéines due à la présence de certains mucilages et oligosaccharides qui sont transformés dans le tourteau au cours des opérations technologiques huilières.

En 1971, démarrait en France une série d'études animées par le Comité de Technologie Agricole et Alimentaire de la D.G.R.S.T. ayant pour but la production de protéines isolées et filées pour l'alimentation humaine à partir du tournesol et de la fève, notamment.

Dans le cadre de cette étude PETIT et DAVIN, de l'I.N.R.A., ont développé et breveté un procédé d'isolement de protéines de tournesol conduisant à des produits acceptables du point de vue couleur et qualité de filage. (Brevets français n^{os} 7 329 327 et 7 435 595).

Notre Institut est intervenu en fin 1974 pour étudier l'incidence de l'origine agronomique des graines de tournesol et de la technologie industrielle subie sur la qualité des tourteaux en tant que matière première pour l'ob-

* Ce travail a bénéficié d'une Aide de la D.G.R.S.T. - Action Concertée TAA. n^o 74-7-1218.

tention de protéines isolées. Nous devons, en même temps, préparer des lots homogènes de tourteaux dont les variables agronomiques et technologiques seraient précisés et les caractéristiques chimiques déterminées.

Une étude bibliographique de la question avait montré qu'aucune publication n'avait été faite sur ce sujet.

1. Identification des lots de tourteaux de tournesol étudiés

Cette partie du travail a été réalisée en liaison avec les entreprises huilières françaises triturant du tournesol. Les lots ont été sélectionnés en fonction de critères agronomiques et technologiques.

A. Les critères agronomiques connus de l'huilier se ramènent à l'origine des graines. En effet, sauf exception, l'huilier ne connaît pas les variétés cultivées, les techniques culturales, les modes de séchage, stockage, etc...

Nous avons cependant sélectionné les lots avec, autant que faire se peut, la connaissance de leur pays d'origine: U.S.A. pour les tourteaux T_1 et T_2 (voir tableau 1), Australie pour les tourteaux T_3 et T_5 , France pour le T_4 .

Les critères technologiques étaient variables en nature et en intensité (v. tableau ci-après).

On peut déjà remarquer à ce niveau la bonne représentativité des lots sélectionnés. Cependant nous n'avons pas pu nous procurer tout ce qu'il aurait été souhaitable d'avoir:

- pas de graines d'origine bulgare, roumaine ou russe souvent triturées en France,
- 1 seul lot de graines métropolitaines,
- pas de renseignement sur les variétés,
- pas de lot de graines entièrement décortiquées. On sait, cependant, qu'industriellement le décortiquage total n'est pas pratique.

Tableau 1

Identification des tourteaux de tourmesol sélectionnés

Origine et opérations technologiques	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
Origine des graines	U S A	U S A	Australie	France	Australie
Décorticage	néant	néant	oui	oui	néant
Broyage	par éclatement des graines	éclatement des graines	Laminage	n.p.	éclatement des graines
Cuisson	40' dont 10' à 90°C H ₂ O : 6%	40' dont 10' à 95°C H ₂ O : 5,2%	30' à 80-90°C	n.p.	40' dont 10' à 95°C
Pression	à 85-90°C	à 90°C	conditions non précisées	n.p.	à 90°C
Cuisson (2 ^e)	-	-	30' à 90-110°C	-	-
Pression (2 ^e)	-	-	oui mais conditions non précisées	-	-
Extraction par solvant	par percolation	par percolation	par d'extraction	extraction à l'hexane	par percolation
Désessencement	40' dont 10' à 100°C	40' dont 20' à 100-110	-	n.p.	40' dont 20' à 100-110°C
Toasting	non	oui (poussé)	-	n.p.	oui (poussé)
Refroidissement	20'	-	-	-	-
Broyage	poussé	poussé	-	-	poussé
Blutage	Semouline 45% Farine 55%	Semouline 45% Farine 55%	-	-	Semouline 45% Farine 55%

L'étude des tourteaux a porté sur les caractéristiques classiques suivantes:

- teneur en humidité,
- teneur en huile,
- teneur en N et en protéine,
- teneur en cellulose, selon WENDE et VAN SOEST, avec la répartition lignine - cellulose vraie.

Nous y joignons des déterminations moins classiques en huilerie et plus représentatives de la qualité des tourteaux en tant que matière première pour l'isolement des protéines:

- teneur en acide chlorogénique,
- insoluble calcique brut et corrigé,
- couleur de l'extrait clarifié.

L'acide chlorogénique est considéré comme responsable de la couleur foncée des protéines isolées de tournesol. Les traitements de purification de ces protéines permettent d'en améliorer la couleur; mais il est important et utile d'en connaître la teneur dans les tourteaux, car l'on peut admettre que plus cette teneur est faible plus, toutes choses égales par ailleurs, la couleur des protéines est claire.

La teneur en insoluble calcique brut et corrigé est proposée comme moyen d'évaluation de la quantité d'"impuretés mucilagineuses" qui, en milieu alcalin, précipitent et bouchent les filières au cours du filage des protéines isolées. La nature de ces impuretés n'est pas connue. Il aurait été intéressant de la déterminer afin de les doser par une méthode objective directe. PETIT et son équipe ont préféré utiliser une méthode empirique reproduisant les conditions mêmes du procédé de purification mis au point. On dose ainsi vraiment ce qui précipite et est éliminé au cours de la purification. Il s'agit donc plus d'un test que d'un véritable dosage. L'emploi de cette technique, nécessite une bonne pratique. La répétabilité non satisfaisante des essais effectués dans

notre laboratoire indique que le mode opératoire devra être perfectionné ou mieux précisé.

La couleur de l'extrait clarifié E.C. obtenu au cours de l'insolubilisation calcique est un moyen rapide et aisé de prévision de la couleur de l'isolat.

Pour l'analyse et l'interprétation des résultats il faut prendre d'abord en considération la teneur en N et en protéines et celle en cellulose;

La teneur en N et protéine varie dans une large gamme:

- 4,1% à 7,6% sur tourteau sec pour N
- 25,4% à 47,6% " " " pour les protéines.

Les valeurs les plus faibles (T_1 , T_2), correspondent aux tourteaux provenant de graines non décortiquées. Inversement, T_4 , tourteau deshuilé provenant de graines partiellement décortiquées, présente la teneur la plus élevée. T_3 et T_5 sont intermédiaires.

La teneur en cellulose - tant WENDE que VAN SOEST - suit des variations opposées. C'est dans T_1 et T_2 que les pourcentages sont les plus élevés et dans T_4 la plus faible, T_3 et T_5 étant dans la fourchette.

Si l'on admet qu'un tourteau sera d'autant meilleur comme matière première pour l'obtention d'isolat que sa teneur en N ou protéine sera élevée et sa teneur en cellulose faible, toutes choses égales par ailleurs, c'est donc T_4 qui arrive en tête, suivi de T_3 puis T_5 , T_2 et T_1 .

Acide chlorogénique. Les valeurs obtenues varient de 1,23 (T_1) à 3,25 (T_4). Aucune relation apparente avec les traitements industriels.

Notons, toutefois, que les tourteaux de graines non décortiquées (T_1 , T_2) ont les valeurs les plus faibles. De plus, il semble que la teneur soit liée à l'origine des graines: valeurs les plus faibles pour les graines U.S., et la plus forte pour les graines métropolitaines.

Couleur de l'extrait clarifié. Les variations sont du même ordre que celles observées pour l'acide chlorogénique et semblent liées au décorticage et à l'origine des graines. Cette observation renforce l'hypothèse du rôle de l'acide chlorogénique sur la couleur de l'isolat et de l'extrait clarifié dont il est issu.

Insoluble calcique brut et corrigé.

Plusieurs remarques peuvent être faites:

- les valeurs brut et corrigé varient dans le même sens bien qu'il n'y ait pas de proportionnalité. Le classement des tourteaux par valeur croissante de ces teneurs est le même dans les deux cas, soit T_1 , T_4 , T_5 , T_2 , T_3 ;
- le décorticage a peu d'incidence (comparaison de T_4 et T_5),
- le toasting augmente la teneur (comparaison de T_1 non toasté et T_2 toasté);
- l'extraction au solvant diminue la valeur (comparaison de T_3 et les quatre autres tourteaux).

Pour le moment il paraît possible d'indiquer que le tourteau le plus apte à l'isolement des protéines est le tourteau d'extraction ayant subi un toasting faible ou nul.

Les tourteaux T_1 , T_2 et T_5 ont été broyés et blutés. Deux fractions sont obtenues: semoule et farine.

L'analyse des fractions issues de T_1 apparaît dans les deux dernières colonnes du tableau 2.

Comme on pouvait s'y attendre, la farine est plus riche en protéine que la semoule; l'augmentation de la teneur est de près de 50% par rapport au tourteau de départ T₁:

37,5% et 25,4%. On peut donc considérer la farine comme une matière première meilleure. Cette amélioration est cependant, en partie, compensée par la valeur moins bonne - car plus élevée - des teneurs en acide chlorogénique et en insoluble calcique.

Pour mieux déterminer l'incidence de fragments de coques - ou de leurs constituants - sur les caractéristiques des tourteaux, il a été procédé sur les graines correspondant au tourteau T₃ à un décorticage manuel et à la constitution de trois produits:

1 amandes

2 coques

3 mélange 2/3 amandes 1/3 coques.

Après deshuilage au soxhlet, les trois farines ont été analysées pour déterminer les teneurs en insoluble calcique brut et corrigé et en acide chlorogénique ainsi que la couleur de l'extrait clarifié.

Les résultats montrent que:

- les caractéristiques de la farine du mélange sont peu différentes de celles du tourteau industriel - T₃ - issu des mêmes graines;
- la teneur en acide chlorogénique est plus faible dans la coque que dans l'amande;
- de même, la couleur de l'extrait provenant des coques est plus basse que celle provenant des amandes. Cette observation, déjà signalée plus haut et assez inattendue, rejoint celle faite par B.J. BRUMMETT, (1972), qui estime que les fractions de coque présentes dans le tourteau ne sont pas les principaux

Tableau 2

Caractéristique des tourteaux de tournesol

	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	Fari- ne T ₁	Semoule T ₁
Humidité %	9,1	8,1	8,2	7,7	8,3	8,65	8,2
Teneur en huile %	1,2*	0,8*	6,6*	0,65	0,8*	-	-
Azote %	3,7	4,2	5,8	7,05	5,6	5,38	3,1
	4,1	4,6	6,3	7,6	6,1	6,0	3,4
Protéines (Nx6,25) %	23,1	26,3	36,1	43,9	34,8	34,25	19,5
	25,4	28,6	39,3	47,6	37,9	37,5	21,2
Acide chlorogénique %	1,12	1,16	2,0	3,0	2,0	2,0	1,17
	1,23	1,26	2,17	3,25	2,18	2,19	1,277
Insoluble calcique brut %	10,3	13,25	16,7	12,0	12,0	14,8	aucune
	11,3	14,4	18,2	13,0	13,1	16,2	répéta- bilité
Insoluble calcique corrigé %	3,5	5,7	7,3	3,5	4,75	5,65	"
	3,85	6,2	7,95	3,8	5,2	6,2	"

Tableau 2 (suite)

1	2	3	4	5	6	7
Couleur (E.C.) E ₁ ¹	0,205	0,185	0,32	0,26	0,21	
Cellulose WENDE %**	26,8	23,5	15,6	14,2	22,4	
- sur sec	29,5	25,6	17,0	15,4	24,4	
Cellulose Van SOEST**	34,4	32,6	24,5	23,5	28,7	
- sur sec	37,8	35,5	26,7	25,5	31,3	
Lignine % (sur sec)	11,4	10,7	9,9	7,5	9,6	
	12,5	11,6	10,8	8,1	10,5	
Cellulose % (sur sec)	23	21,9	14,6	16,0	10,1	
	25,3	23,9	15,9	17,4	20,8	

* Donnée fournie par le fabricant

** Valeurs déterminées par M^{lle} Colette BLOCH.

responsables de la couleur foncée des protéines extraites.

Les extraits de WENDE et de VAN SOEST obtenus du tourteau T₁ pour le dosage de "la cellulose" ont donné les résultats suivants

T ₁ - Extrait WENDE:	39,8%	de lignine
	58,9%	de polysaccharides hydrolysés
dont	46,7%	de glucose
	11,6%	de xylose
	0,4%	de mannose
- Extrait VAN SOEST:	11,4%	de lignine comprenant
	94%	de lignine vraie
	2%	de polysaccharides hydrolysés
dont	0,8%	de glucose
	1,2%	de xylose.

L'isolement des protéines est en cours au moment de la rédaction de ce rapport. Il n'est donc pas possible d'établir une corrélation entre ces caractéristiques, d'une part, et le rendement de l'isolement et la qualité de l'isolat, d'autre part.

Nous pensons toutefois que:

- teneurs en protéines et en cellulose sont à relier au rendement de l'isolement,
- teneur en acide chlorogénique, couleur de l'extrait et insoluble calcique sont à relier à la qualité de l'isolat.

Résumé

Les études d'isolement et de filage des protéines de tournesol réalisées en France n'ont, jusqu'à présent, été effectuées que sur un nombre limité de tourteaux dont l'"histoire agronomique et technologique" n'était pas connue. On se doute cependant que ces facteurs ont de l'importance sur le rendement de l'iso-

Tableau 3

Caractéristiques de farines de fractions de graines de tournesol
(Correspondant à T₃)

Caractéristiques	Amandes (1)	Coques (2)	Mélange 2/3 de (1) + 1/3 de (2)	T ₃ (rappel)
Insoluble calcique % brut	16,1	16,5	16,8	18,2
corrigé	10,7	9,6	10,7	7,95
Acide chlorogénique	3,31	<u>0,20</u>	2,80	2,17
Couleur (E.C.)	0,33	<u>0,175</u>	0,30	0,32

lement et la qualité des protéines isolées.

L'objet de la présente étude a été de combler cette lacune et, pour ce faire:

a. d'apporter des données précises sur la nature et les caractéristiques des tourteaux de tournesol industriellement produits en France;

b. de fournir les plus représentatifs de ces tourteaux aux équipes de recherche réalisant l'isolement des protéines et leur filage;

c. de dégager enfin les corrélations éventuelles entre les caractéristiques de ces tourteaux - par conséquent les traitements technologiques qui ont permis de les obtenir - et les rendements et qualité des protéines en résultant.

5 lots de tourteaux de tournesol représentatifs, produits industriellement à partir de graines d'origines différentes et par des procédés technologiques légèrement différents, ont été réunis et étudiés.

Les caractéristiques chimiques suivantes ont été déterminées: Humidité % - Teneur en huile % - Azote % - Protéines (N x 6,25) % - Acide chlorogénique % - Insoluble calcique brut % - Insoluble calcique corrigé % - Couleur (E.C. E₁) - Cellulose de WENDE % -

Lignine % - Cellulose %.

La validité et la signification des résultats obtenus sont discutées.

3 des lots aux caractéristiques extrêmes et médianes ont été remis au laboratoire chargé de l'isolement des protéines.