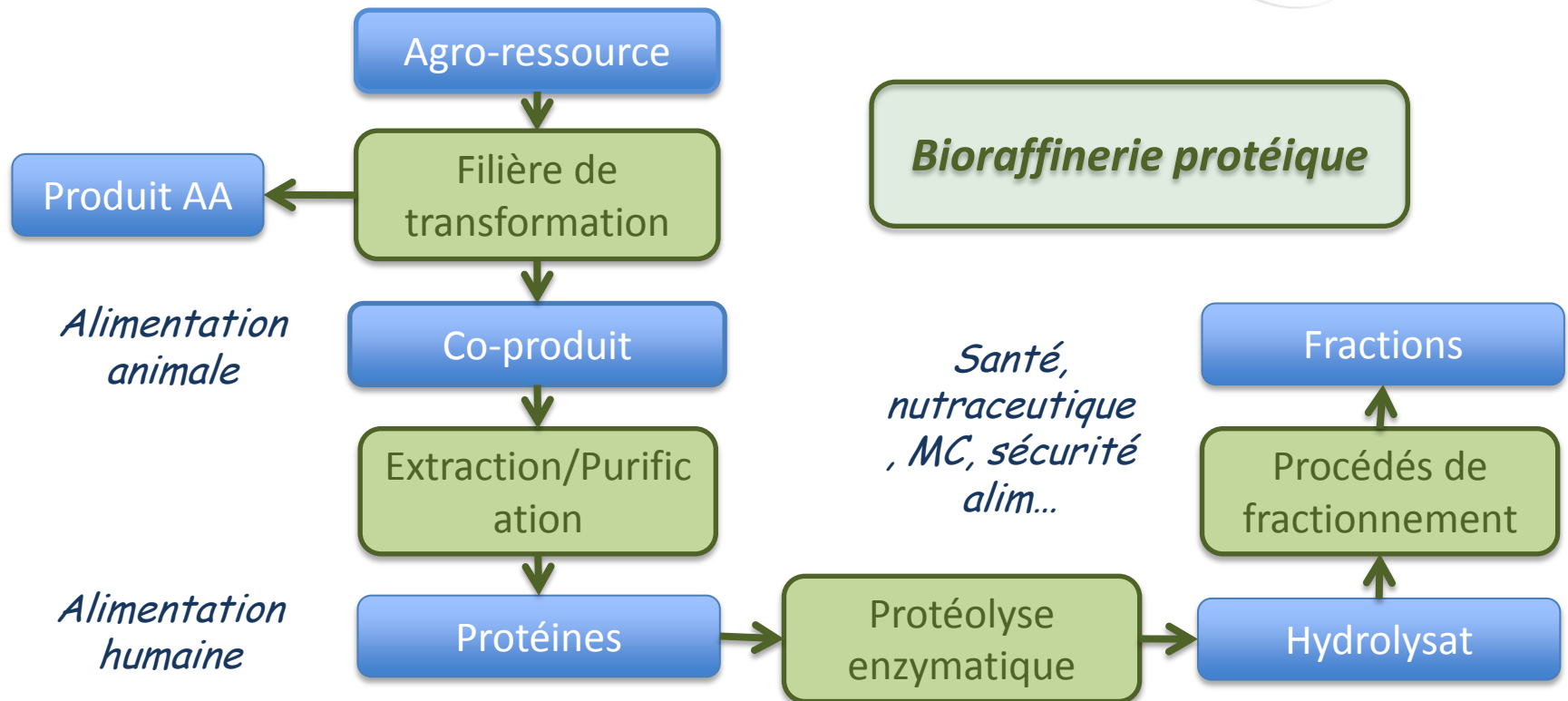


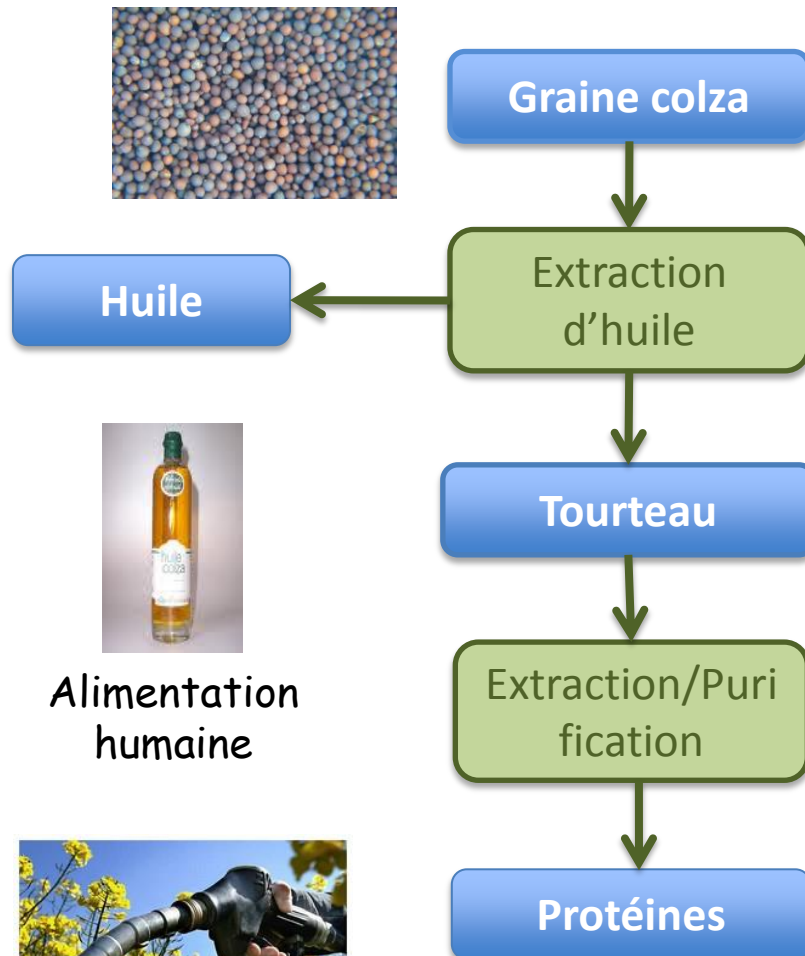
Optimisation multicritère d'une étape d'extraction solide/liquide de la fraction albumine d'un tourteau de colza

*Romain KAPEL, L.R.G.P.- U.M.R. C.N.R.S. 7274
Université de Lorraine, Nancy*



Valorisation plus globale et rationnelle de la matière première
Génération de bio-molécules renouvelables

Verrous scientifiques en terme de procédés à chaque étape du traitement (extraction/purification)



Graine colza

Extraction
d'huile

Huile



Alimentation
humaine

Tourteau

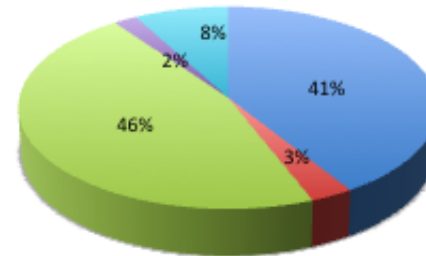
Extraction/Purification

Protéines

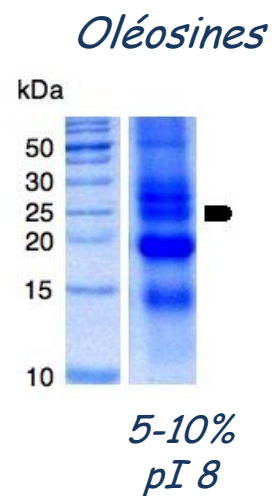
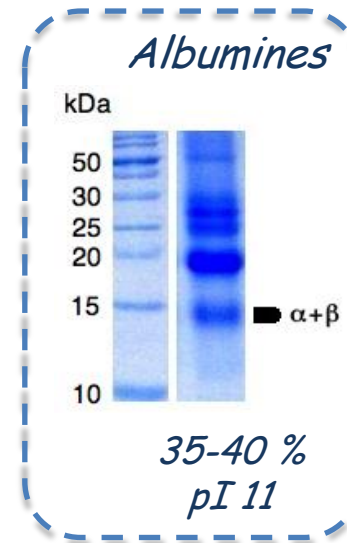
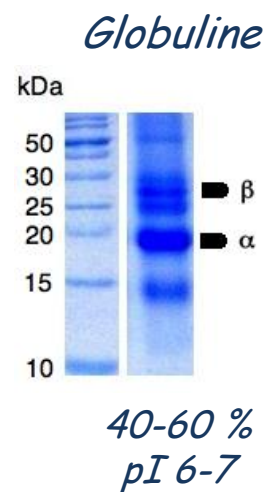


Agro-
carburants/chimie
verte

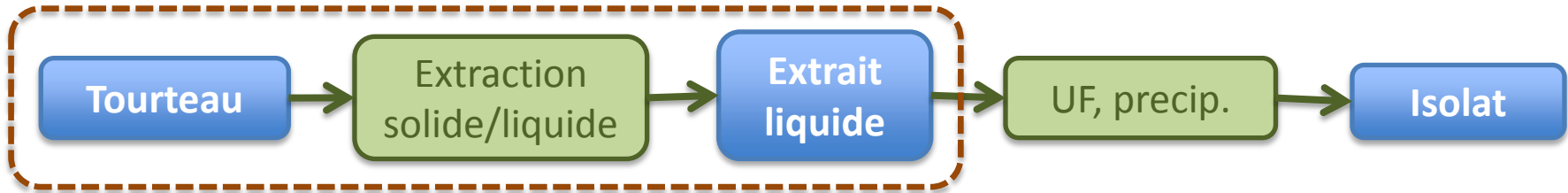
Filière Oléo-protéagineux (colza)



■ Proteins
■ Lipids
■ total sugars
■ polyphenols
■ Ashes



Extraction/purification des protéines de tourteau



Caractéristiques de l'extraction S/L de protéines

Nombreux paramètres

pH d'extraction

Ratio S/L

Force ionique

Temperature

...



Nombreux critères...

Rendement

Pureté sur MS

Concentration

Structure

Complex. phenol.

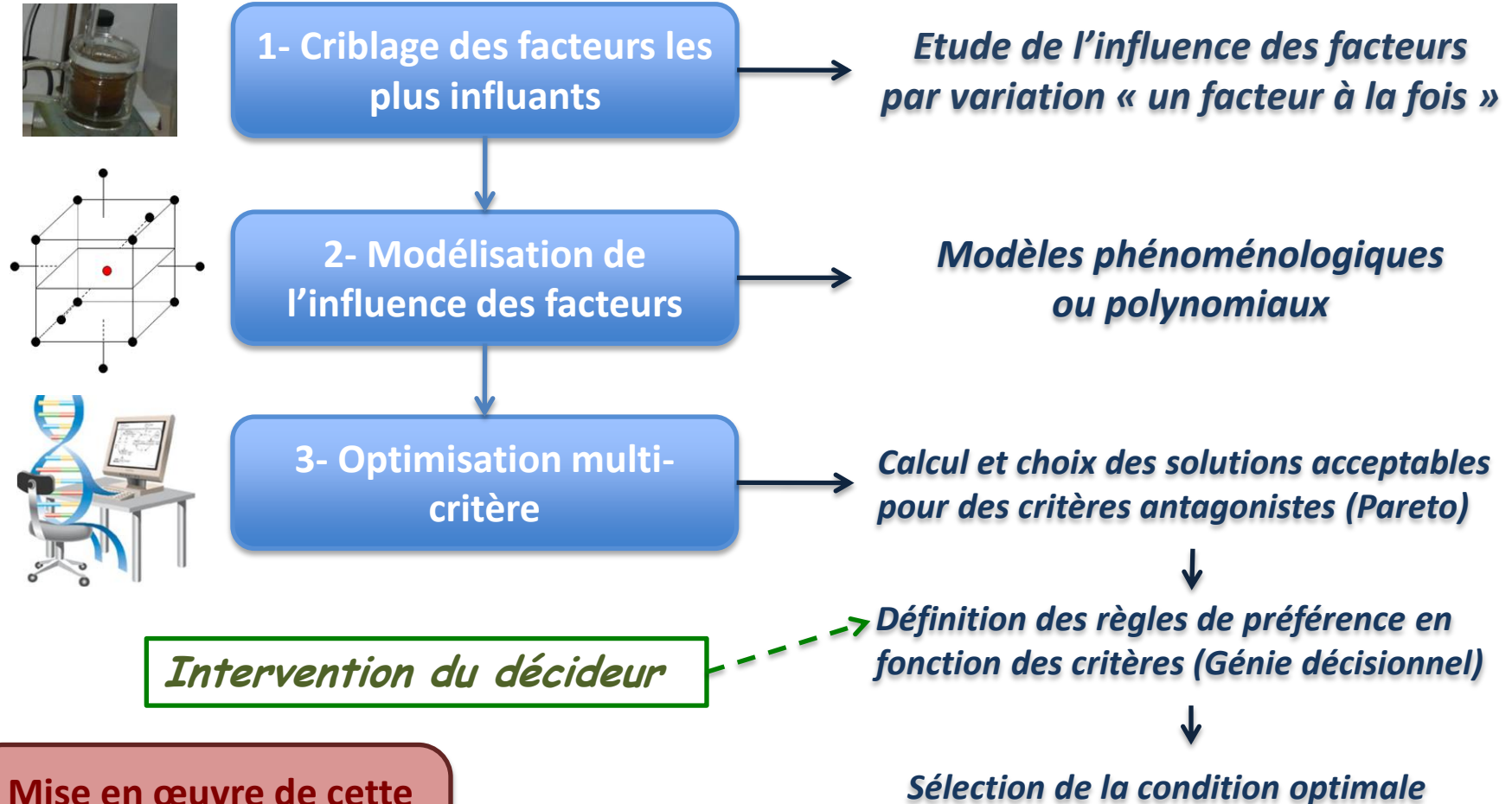
Quantitatifs

Qualitatifs

...souvent antagonistes !

Optimisation difficile !

Méthodologie d'optimisation multicritère

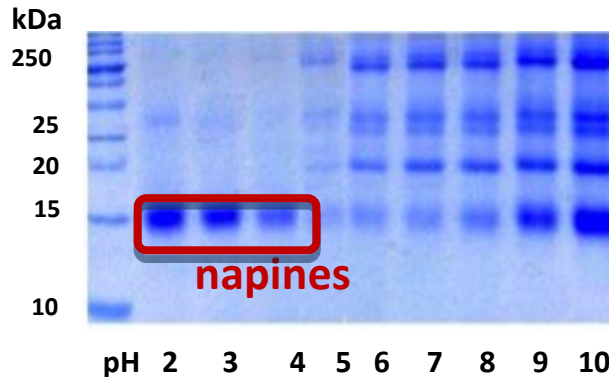


Criblage des facteurs les plus influents

Approche : « Un facteur à la fois »

Influence du pH (2-10)

Tourteau/eau = 5 % (p/p); durée 30 mn; $T^{\circ}\text{C} = T_{\text{ambiante}}$

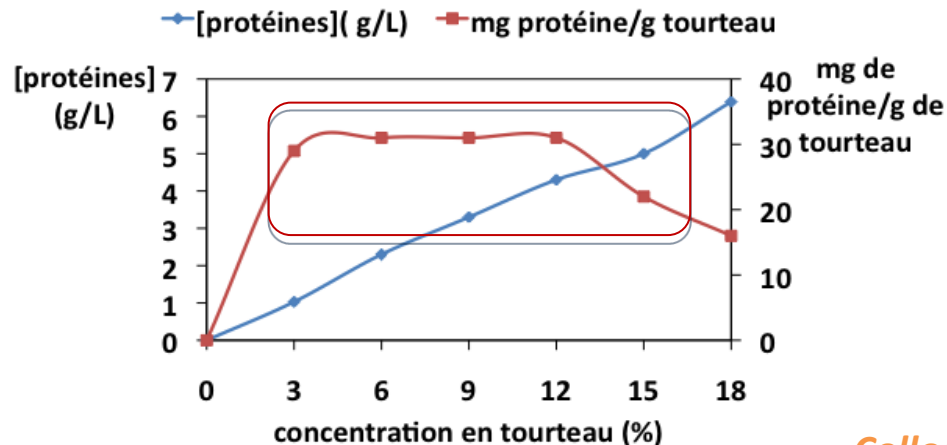


$2 < \text{pH} < 4$
extraction sélective



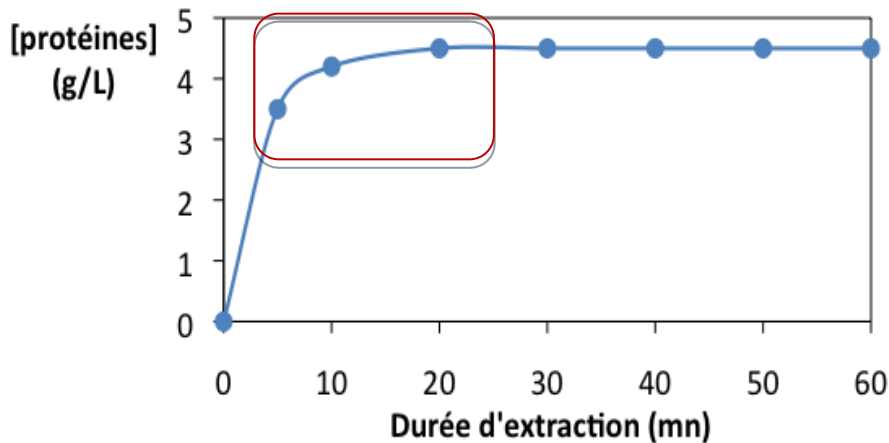
Influence du ratio S/L sur la concentration et le rendement

$\text{pH } 2$; durée 30 mn; $T^{\circ}\text{C} = T_{\text{ambiante}}$



$3 \% < \text{tourteau / eau} < 15 \%$
meilleur compromis pour
attendre la plus haute [napines]
et rendement élevé

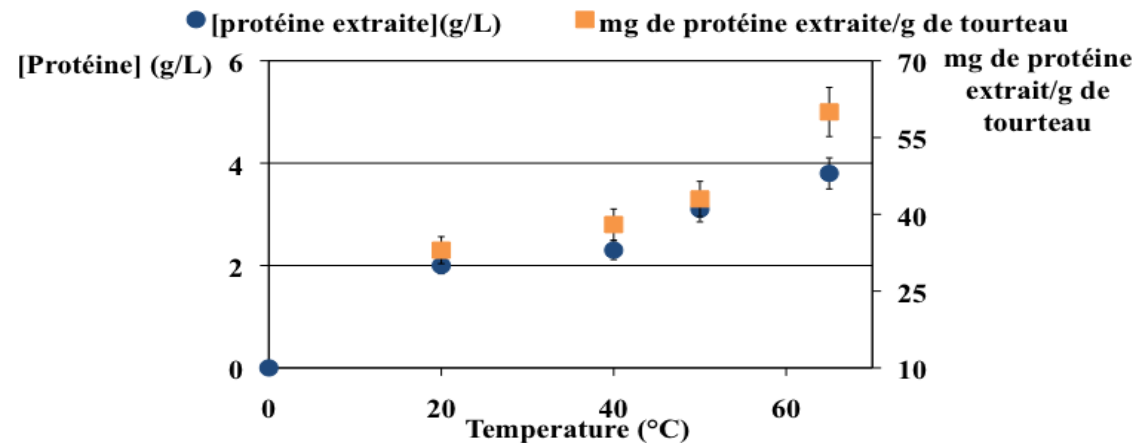
Influence de la durée d'extraction sur la concentration



pH = 2; Tourteau/eau = 12 % (p/p); T °C = T ambiante

10 mn < durée < 20 mn
suffisante pour atteindre
l'équilibre

Influence de la température sur la concentration et le rendement



25 °C < T < 65 °C
favorise la quantité de
protéines extraites ainsi que
le rendement du procédé

Modélisation : plan d'expériences (MCCC)

Choix des facteurs et des niveaux

Facteurs	Niveau		
	(-1) faible	(0) centre	(+1) élevé
pH	2	3	4
Solide/liquide (%)	3	9	15
T (°C)	25	45	65
Durée (mn)	10	15	20

Choix des critères

- Rendement, pureté, concentration
- Consommation HCl
- Association phenols-protéines

Mesure/analyses

- Kjeldahl (quantité protéines, F=5,7)
- V HCl
- MS
- Analyse CLHP (A_{280}/A_{325})

Modélisation polynomiale (logiciel)

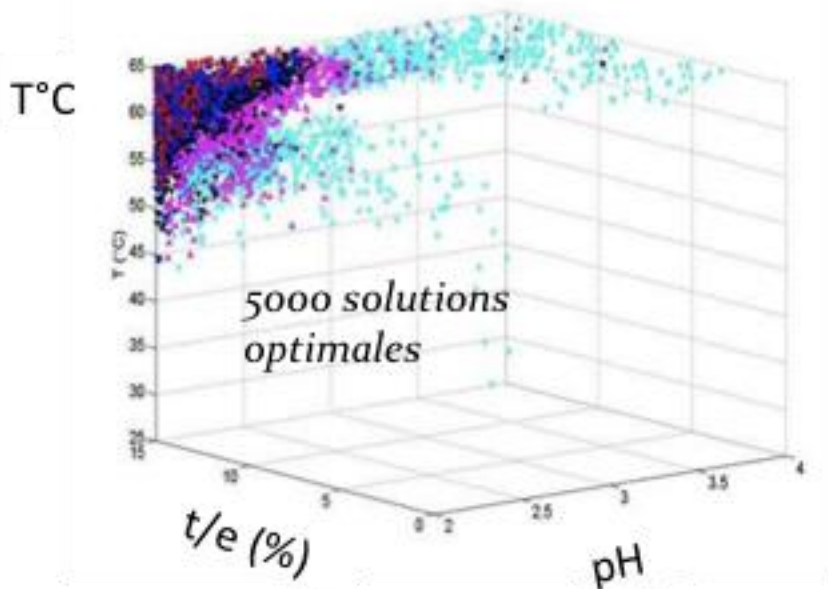
$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{i=1}^n a_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{i,j=1 \\ j < i}}^n a_{ij} X_i X_j$$

- Pas d'influence sur l'association prot./phen.
- Le pH, la T et ratio solide/liquide = influence majeure
- La durée d'extraction influence surtout la quantité d'HCl ajoutée

Optimisation multi-critère

Identification des solutions « non dominées » (*Pareto*)

- Considération de T, S/L et pH, durée > 11 mn
- Critère rend., pureté, conc., V_{HCl}



Tous les compromis entre objectifs antagonistes!

Définition des règles des préférence en fonction des critères (Génie décisionnel)

Classement :
1° = Pureté, [napines],
2° = rendement
3° = HCl

Sélection des solutions (20 %)
« Trade off »

Sélection de la solution optimale

Sur les valeurs de niveaux des facteurs

Résultat: condition optimale

Condition opératoire

conditions opératoires	
pH	2
tourteau/eau (%)	13
T (°C)	57
Durée (mn)	15



Valeur des critères dans ces conditions

	[napines]g/L	Pureté (%)	Rendement	HCl (5N)
Théorique	2,1	8,2	9,9	8,6
Expérimental	2,5 ± 0,5	9,8 ± 0,65	11 ± 0,40	8,8 ± 0,21

pH 2 : dans ces conditions opératoires il garantit la sélectivité de l'extraction

13 % : meilleur compromis entre [napines extraite] et rendement

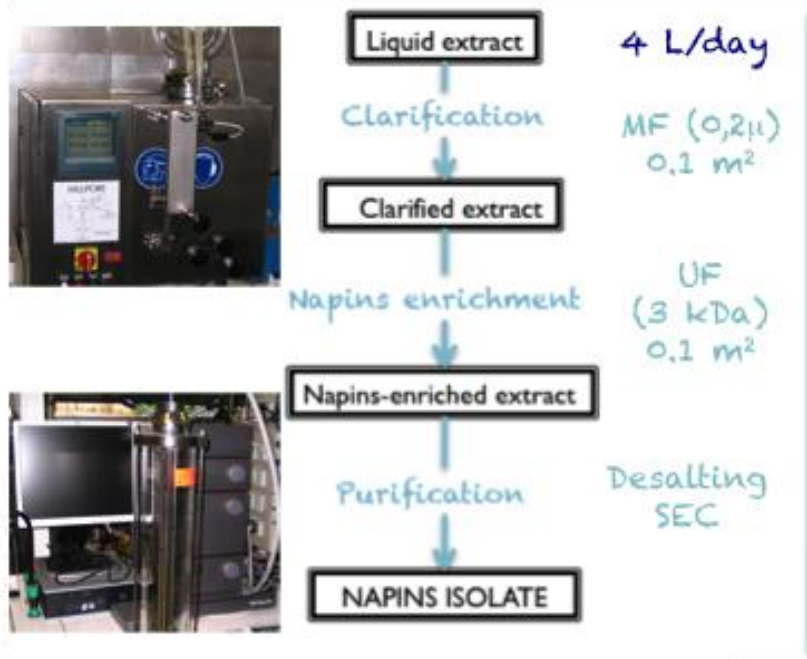
57 °C : ↗ [napines extraites] / coût

15 mn : [napines extraites] / HCl

Bonne adéquation
mesure/expérience

Caractérisation des albumines extraites

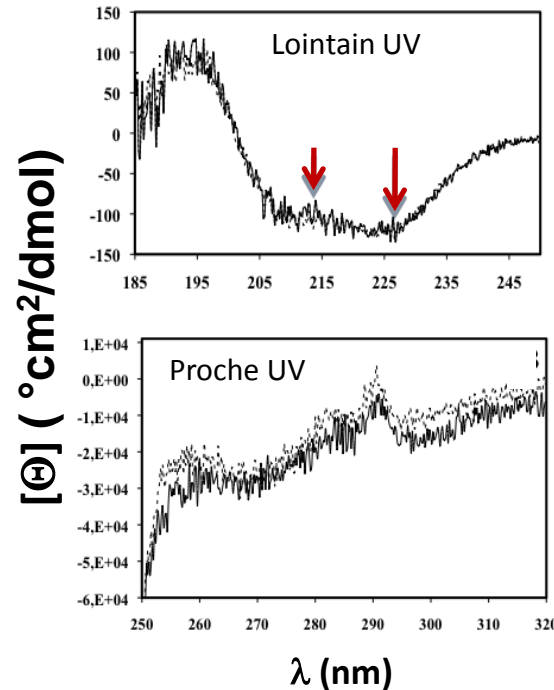
Purification des albumines



Pilot-scale

	Yield (%)	Purity (%)	
Liquid extract	100	8.2	
Clarified extract	91	8.7	
Napins-enriched extract	90	35	productivity (g/day)
Napins isolate	90	92	2.5

Etude structurale



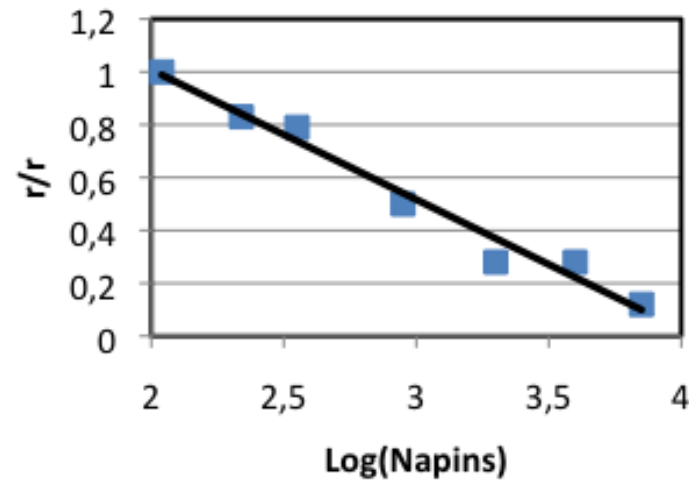
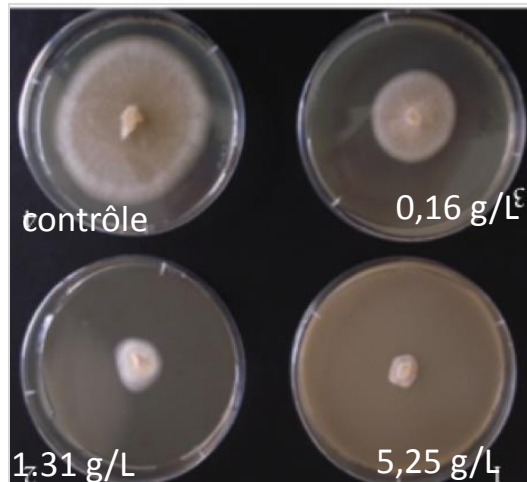
Structure riche en
hélice α

Structure 3^{aire}
comparable à celle
de napines natives

Le procédé d'extraction (purification) ne
modifie pas la structure 2^{aire} et 3^{aire} de la
protéine

Activité anti-microbienne (*Fusarium langsethiae*)

Milieu solide, Boite de Petri \varnothing 9 cm, milieu YM, 23 °C, 5 j à différentes concentrations en albumines



$$CI_{50} = 70 \mu M$$

Activité anti-*Fusarium langsethiae* intéressante (à valider à plus grande échelle)

Conclusion

- *Optimisation multicritère d'une étape d'extraction sélective des albumines de tourteau de colza*
- *Prise en compte de 4 conditions opératoires et 5 critères de performances (3 « quantitatifs », 1 « qualitatif » (polyph./prot.), 1 « environnemental » (HCl consommé)*
- *Les conditions optimales ne dénaturent probablement pas ou peu la structure protéique*
- *Activité anti-microbienne (*F.langsethiae*) importante*

Perspectives

- *Fraction globuline, Protéines totales, Protéolyse enzymatique...*