

19

ORGANISATION AFRICAINE  
DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE  
B. P. 887  
YAOUNDE (CAMEROUN)

11

N° 06946

51

NO. CP A 23 L 1/20

OAPI

12

## BREVET D'INVENTION

21

N° de dépôt 57542

22

Date de dépôt 14 novembre 1981 (14.11.81)

30

Priorité revendiquée FRANCE,  
14 novembre 1980 (14.11.80) N° 80/24235

Délivré le 31 décembre 1982 (31.12.82)

44

Publié le 31 juillet 1983 (31.07.83)

54

Titre de l'invention Procédé d'élimination de l'aflatoxine contenue  
dans des tourteaux d'arachide et produits obtenus.

71

Déposant INSTITUT DE RECHERCHE POUR LES HUILES ET OLEAGINEUX  
(I.R.H.O.) (France)

72

Inventeur Jean Emile Raymond GRAILLE

73

Titulaire .

74

Mandataire : Cabinet CAZENAVE, YAOUNDE (Cameroun)

L'invention concerne un procédé d'élimination de l'aflatoxine contenue dans des tourteaux d'arachide et les produits obtenus par ce procédé.

Les tourteaux d'arachide sont largement utilisés pour la préparation d'aliments complets pour animaux. Les tourteaux sont, cependant, parfois contaminés par de l'aflatoxine, une toxine produite par un champignon microscopique parasite de l'arachide, ce qui les rend impropres pour l'alimentation animale à moins d'être convenablement détoxifiés.

10 Ainsi, la réglementation française impose que les aliments complets pour animaux ne contiennent pas plus de 50 parties par milliard d'aflatoxine pour les ovins, caprins et bovins et pas plus de 20 parties par milliard d'aflatoxine pour les porcins, le bétail laitier et les volailles à l'exception

15 des canards. Les tourteaux susceptibles d'être décontaminés doivent contenir moins de 700 parties par milliard d'aflatoxine selon la législation française.

Divers procédés ont été proposés pour éliminer l'aflatoxine des tourteaux d'arachide, impliquant une destruction chimique de l'aflatoxine ou une extraction sélective de celle-ci au moyen de solvants polaires. Il semble qu'en pratique, seul le procédé par ammoniation à l'aide d'ammoniac gazeux sous pression permette d'obtenir un résultat convenable en tenant compte de tous les facteurs technologiques, biologiques et économiques. Ce procédé présente toutefois les inconvénients sérieux d'être relativement coûteux, difficile à mettre en oeuvre dans les pays en voie de développement et de diminuer la valeur nutritionnelle du tourteau par altération des protéines.

30 Un procédé d'une mise en oeuvre plus économique et plus sûr pour les protéines serait donc le bienvenu.

La présente invention a pour objet de fournir un procédé d'élimination de l'aflatoxine contenue dans des tourteaux d'arachide qui peut être mis en oeuvre beaucoup plus

35 simplement que le procédé par ammoniation à l'aide d'ammoniac gazeux.

L'invention a également pour objet de fournir un procédé d'élimination de l'aflatoxine qui, en même temps, en-

richit les tourteaux en lipides d'une bonne qualité nutritionnelle et permet la valorisation d'un sous-produit de faible valeur marchande.

Plus précisément, l'invention concerne un procédé d'élimination de la plus grande partie de l'aflatoxine contenue dans des tourteaux d'arachide, caractérisé en ce qu'on met en contact les tourteaux contaminés avec une pâte de neutralisation à l'ammoniaque à une température de 80 à 120°C pendant un temps suffisant pour obtenir un taux final d'aflatoxine admissible.

De préférence, la température de mise en contact est de 90 à 110°C. On a, en effet, trouvé que cette gamme préférée permettait d'opérer en des temps relativement brefs, allant par exemple de quelques minutes à 3 heures, tout en limitant au maximum la dégradation des protéines qui devient sensible au dessus de 110°C.

Avec le procédé de l'invention, on peut facilement réduire la teneur en aflatoxine d'un facteur de 10 à 20 et plus, ce qui correspond à des taux d'élimination de plus de 90%.

La pâte de neutralisation à l'ammoniaque utilisée dans le procédé de l'invention peut être obtenue de deux façons.

Selon une première façon, on prend une pâte de neutralisation à la soude (soapstock) résultant de l'étape de neutralisation à la soude effectuée au cours du raffinage des corps gras. Comme cela est bien connu, cette étape de neutralisation est réalisée par addition à l'huile démulcinée d'une quantité de lessive de soude en excès par rapport à l'acidité de l'huile. Les savons produits sont séparés en continu de l'huile en entraînant un peu de celle-ci. Le mélange savon plus huile entraînée constitue la pâte de neutralisation à la soude.

La quantité de pâte de neutralisation à la soude produite représente couramment 2 à 3% de l'huile démulcinée traitée et cette pâte de neutralisation à la soude constitue pour le raffineur un sous-produit de faible valeur marchande.

Aux fins de l'invention, on acidifie, par exemple

à l'aide d'acide sulfurique, la pâte à la soude, ce qui donne de l'huile acide constituée habituellement d'environ 90% d'acide gras libre et de 10% d'huile, puis on neutralise le tout avec de l'ammoniaque aqueuse en excès pour  
5 obtenir la pâte à l'ammoniaque utilisée dans le procédé de l'invention. Cette pâte contient de l'eau et des savons d'ammonium dans un rapport en poids pouvant varier de 35/65 à 65/35 selon les cas, mais on préfère habituellement un rapport approximativement égal à 50/50. La  
10 phase aqueuse contient un excès de 10 à 20%, de préférence d'environ 15%, d'ammoniaque par rapport à la quantité théorique de neutralisation des acides gras.

Selon une deuxième façon, on pourrait obtenir directement la pâte de neutralisation à l'ammoniaque en  
15 remplaçant, au cours du raffinage, la neutralisation à la soude par une neutralisation à l'aide d'une lessive d'ammoniaque. Cette variante permet d'éliminer l'étape d'acidification de la pâte au sodium qui est génératrice d'une eau résiduaire très acide et chargée en sulfate  
20 de soude, qui est très polluante pour les cours d'eau et doit donc être traitée avant rejet. Cette variante est donc avantageuse mais nécessite évidemment une modification du processus de raffinage. Les savons d'ammonium contenus dans la pâte de neutralisation déri-  
25 vent d'acides ayant au moins 13 atomes de carbone.

Les proportions de tourteaux et de pâte à l'ammoniaque à mettre en contact ne sont pas étroitement critiques. On a trouvé qu'on obtenait de bons résultats en utilisant des quantités sensiblement égales de tour-  
30 teaux contaminés et de pâtes à l'ammoniaque, mais on pourrait également utiliser un rapport en poids tourteaux/pâte allant de 40/60 à 60/40 environ.

Il est à noter qu'on n'est pas obligé d'utiliser une pâte de neutralisation à l'ammoniaque provenant du  
35 traitement d'arachides, mais qu'on peut utiliser des pâtes de neutralisation à l'ammoniaque provenant, par exemple, du traitement du colza, du tournesol, du soja,

d'huile de palmes, etc.. Les raisons de l'excellente efficacité du procédé de l'invention ne sont pas entièrement élucidées, mais cette efficacité pourrait résulter de la présence des savons d'ammonium qui exerceraient un effet tensio-actif favorable à l'action de l'ammoniaque en excès sur l'aflatoxine pour rupture du complexe aflatoxine-protéine.

Une composition typique de pâte de neutralisation à l'ammoniaque dérivant d'arachides est la suivante, cette composition étant indiquée sur la base des acides gras précurseurs;

	<u>Acides gras</u>	<u>% en poids</u>
	C <sub>14</sub> saturé	0,8
	C <sub>16</sub> saturé	11,0
15	C <sub>16</sub> monoinsaturé	0,3
	C <sub>18</sub> saturé	3,6
	C <sub>18</sub> monoinsaturé	60,5
	C <sub>18</sub> diinsaturé	15,9
	C <sub>18</sub> triinsaturé	0,7
20	C <sub>20</sub> saturé	1,4
	C <sub>20</sub> monoinsaturé	1,2
	C <sub>20</sub> triinsaturé	0,4
	C <sub>22</sub> saturé	3,0
	C <sub>24</sub> saturé	0,8
25	Autres	0,4

La composition peut, toutefois, varier largement suivant l'espèce botanique d'arachide.

Le procédé de l'invention permet de valoriser le sous-produit que constitue la pâte de neutralisation. En effet, il est certainement plus rentable pour les raffineurs d'incorporer la pâte aux tourteaux et d'enrichir ainsi ces derniers en lipides d'une bonne qualité nutritionnelle, ce qui permettra d'éviter cet enrichissement au cours de l'élaboration des aliments composés pour animaux, plutôt que de traiter la pâte par acidification pour obtenir l'huile acide qui était revendue à bas prix jusqu'à présent à l'industrie des acides gras.

Les exemples non limitatifs suivants sont donnés en vue d'illustrer l'invention.

EXEMPLE 1 :

Cet exemple illustre la mise en oeuvre en discontinu du procédé de l'invention.

On produit un mélange homogène à poids égaux de tourteaux contaminés par 500 parties d'aflatoxine B<sub>1</sub> par milliard et de pâte à l'ammoniaque dans un autoclave étanche. La pâte comprend 50% d'eau et 50% de savons d'ammonium, la phase aqueuse contenant 15% d'excès d'ammoniaque par rapport à la quantité théorique de neutralisation des acides gras. La température de l'autoclave est portée et maintenue à 90°C pendant 2 heures dans un premier essai et à 110°C pendant 1 heure dans un deuxième essai. Dans ces conditions, on trouve que 90 à 95% de l'aflatoxine B<sub>1</sub> sont détruits, c'est-à-dire que le taux d'aflatoxine est réduit à des valeurs comprises entre 25 et 50 parties par milliard.

Après détente et mise sous vide et séchage dans un appareil d'élimination des matières volatiles ("toaster"), on ne détecte plus de dégagement d'ammoniaque.

Les tourteaux finalement obtenus renferment 70% de farine d'arachide et 30% de lipides d'arachide par rapport à la matière sèche. Ce produit convient parfaitement comme base pour élaborer des aliments composés complets pour animaux.

EXEMPLE 2 :

Cet exemple illustre la mise en oeuvre en continu du procédé de l'invention.

On introduit dans un malaxeur des poids égaux de tourteaux à décontaminer et de la pâte de neutralisation à l'ammoniaque décrite à l'Exemple 1.

Le mélange résultant est introduit ensuite dans un dispositif à vis sans fin convergente exerçant un gradient de pression de 1 à 20 bars et assurant l'obtention d'un contact intime entre la pâte et les tourteaux. Le mélange est chauffé pendant sa migration

dans la vis. Le chauffage peut être effectué de diverses manières. Une première manière consiste à effectuer le chauffage par échange et conduction, c'est-à-dire par l'effet de pression et de frottement ainsi que par une circulation de fluide thermostatique (vapeur ou eau chaude) prévue dans le stator du dispositif. Le temps de séjour du mélange dans la vis peut être, par exemple, de 1 heure à 90°C. Une deuxième manière consiste à effectuer le chauffage par micro-ondes. Il faut, dans ce cas, utiliser une vis sans fin faite d'un matériau (par exemple matière plastique) ne réfléchissant pas les ondes électromagnétiques et installée dans un tunnel équipé de magnétrons. Avec un chauffage par micro-ondes, on peut utiliser un temps de séjour beaucoup plus court, par exemple de 5 à 10 minutes selon la capacité de la vis et la puissance disponible en micro-ondes. A l'échelle du laboratoire, on a obtenu des résultats satisfaisants en 5 minutes pour une puissance de 2500 W ( $f = 2450$  MHz,  $\lambda = 12,25$  cm), la température du mélange s'élevant de 25 à 90°C dans ce laps de temps. Le chauffage par micro-ondes présente, par rapport au chauffage classique par échange et conduction, l'avantage d'opérer un chauffage quasi instantané dans la masse du produit car l'eau est un excellent récepteur des micro-ondes assurant un chauffage isotrope et indépendant de l'ambiance car c'est le produit à chauffer qui convertit les micro-ondes en chaleur. Le chauffage par micro-ondes permet donc de réaliser des économies importantes d'énergie et de temps et constitue, par conséquent, le mode de chauffage préféré.

Le produit sortant du dispositif à vis peut être dévolatilisé et séché comme décrit à l'Exemple 1.

Il va de soi que les modes de réalisation décrits ne sont que des exemples et qu'il serait possible de les modifier, notamment par substitution d'équivalents techniques, sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

R E S U M E

1. Procédé d'élimination de la plus grande partie de l'aflatoxine contenue dans des tourteaux d'arachide, selon lequel on met en contact les tourteaux contaminés  
5 avec une pâte de neutralisation à l'ammoniaque à une température de 80 à 120°C pendant un temps suffisant pour obtenir un taux final d'aflatoxine admissible.
2. Procédé selon 1, dans lequel la température de mise en contact est de 90 à 110°C.
- 10 3. Procédé selon 1 ou 2, dans lequel la pâte de neutralisation à l'ammoniaque contient de l'eau et des savons d'ammonium dans un rapport en poids compris entre 35/65 et 65/35, la phase aqueuse contenant un excès de 10 à 20% d'ammoniaque par rapport à la quantité  
15 théorique de neutralisation des acides gras.
4. Procédé selon 3, dans lequel la pâte contient, en poids, environ 50% d'eau et 50% de savons d'ammonium.
5. Procédé selon 3, dans lequel on met en contact des tourteaux et de la pâte à l'ammoniaque en  
20 un rapport en poids compris entre 40/60 et 60/40.
6. Procédé selon 5, dans lequel on met en contact des quantités sensiblement égales de tourteaux et de pâte à l'ammoniaque.
- 25 7. Procédé selon l'un quelconque des paragraphes 1 à 6, dans lequel on effectue le chauffage du mélange à l'aide de micro-ondes.