



L'année 2018 a été marquée par la soutenance de la thèse de Doctorat de Mme Zeineb NHOUCHI au sein de l'équipe Qualité et Sécurité des Aliments (QSA) de l'Institut Charles VIOLLETTE ICV-site-Artois.

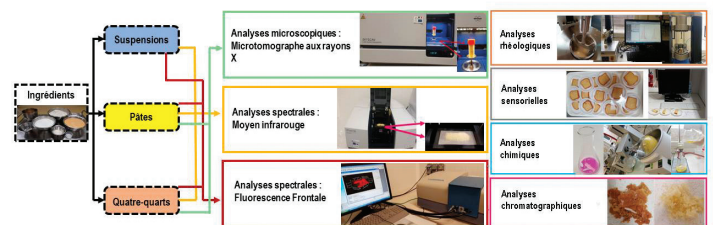
L'équipe Qualité et Sécurité des Aliments (QSA) de l'ICV Site-Artois met en œuvre depuis maintenant plusieurs années des méthodes spectroscopiques, telles la spectroscopie de fluorescence frontale (SFF) et la spectroscopie dans le moyen infrarouge (MIR), pour étudier l'impact de la structure sur les qualités de différentes matrices alimentaires comme le lait et produits dérivés, viande et ovo-produits, les produits céréaliers, etc. [1,2]. Ces techniques autorisent l'enregistrement des spectres directement sur les échantillons.

Dans l'industrie de boulangerie, pâtisserie et viennoiserie (BPV), les graisses végétales (huile de palme) et les graisses obtenues par hydrogénation (margarine) sont couramment utilisées et préférées par les industriels grâce à leurs diverses fonctionnalités technologiques. Elles permettent entre autres une bonne incorporation de l'air dans les produits de BPV, une lubrification optimale et un transfert de chaleur idéal participant ainsi à la production des matrices céréaliers à structure alvéolaire caractérisées par une texture moelleuse et une sensation d'intégrité en bouche. Ces graisses sont aussi soutenues par la bonne stabilité oxydative qu'elles offrent aux produits finis. Aujourd'hui, ces graisses font l'objet de polémiques à cause des controverses liées (i) aux effets antinutritionnels suscités par les acides gras saturés (AGS) et les AG trans qu'elles contiennent et (ii) aux impacts environnementaux provoqués par la production de l'huile de palme. L'état de l'art focalisé sur les produits céréaliers à structure alvéolaire a montré une abondance de travaux de recherche abordant l'effet de la substitution partielle et/ou totale de l'huile de palme et des margarines par des huiles végétales riches en acides gras mono-insaturés (AGMI) et des acides gras polyinsaturés (AGPI) sur la qualité finale de ces matrices. Ces travaux avaient comme objectif principal la compréhension des mécanismes chimiques qui sont à l'origine de la dégradation de la qualité des produits de BPV [3].

Malgré l'importance des techniques d'analyses de référence (analyses physico-chimiques, biochimiques, texturales) utilisées dans la plupart des travaux de recherche portant sur la qualité des produits céréaliers à structure alvéolaire, ces méthodes d'analyse sont destructives, onéreuses, polluantes et surtout très lourdes à mettre en œuvre lorsque de nombreux échantillons doivent être analysés comme dans l'industrie céréalière. Il est donc souhaitable de trouver des **méthodes alternatives moins laborieuses, moins coûteuses et plus rapides**. Les techniques spectroscopiques (MIR, SFF, etc.) sont devenues de plus en plus utilisées pour la caractérisation des produits alimentaires. Elles ont été utilisées avec succès pour l'évaluation de la qualité des huiles, du lait et des produits dérivés, des œufs et poissons [1-4]. Les principaux avantages résident principalement dans l'acquisition rapide des données et la possibilité de déterminer plusieurs paramètres simultanément permettant d'investiguer les interactions physico-chimiques

ayant lieu à l'échelle moléculaire. C'est dans ce cadre que la thèse de Mme Z. NHOUCHI soutenue le 04 décembre 2018 et intitulée «Apport des spectroscopies de fluorescence et dans le moyen infrarouge pour le suivi de la qualité des quatre-quarts formulés avec différentes huiles végétales : relation structure – qualité », a été menée au sein de notre laboratoire (Figure 1).

Figure 1 : Approche multi-échelles utilisée pour l'étude des suspensions, pâtes et quatre-quarts



La première partie de ce travail de thèse consistait à comprendre l'effet de la substitution de l'huile de palme par des huiles végétales liquides riches en AGPI et AGMI sur la qualité des quatre-quarts. C'est pourquoi, un plan d'expériences a été mis en place et échelonné dans un ordre croissant de complexité d'ajout d'ingrédients. Ledit plan d'expérience catégorisait les formulations élaborées en deux grandes familles (suspensions et pâtes). Ces milieux modèles ont été caractérisés sur trois échelles : (i) macroscopique en utilisant les techniques rhéologiques (micro-visco-amylographe et rhéomètre), microscopique (microtomographe à rayon X) et moléculaire (SFF et MIR). L'incorporation des huiles végétales (huile de colza, huile de tournesol et huile de mélange enrichie en vitamine D) dans les formulations augmentait significativement ($P < 0,05$) la température de gélatinisation (> 90 °C) en comparaison avec un mélange simple composé de farine et d'eau (63 °C). L'agent épaississant (jaune d'œuf + amidon natif) entraînait sur les structures secondaires des protéines : **une augmentation des structures du feuillet β (de 1,2 à 52,8 %) et de l'hélice α (de 9,6 à 10,9 %) et une diminution des structures désordonnées (de 18,9 à 18,5 %) et des coudes (de 20,2 à 17,9 %) (Figure 2). Les pourcentages de ces structures secondaires ont été mis en relation avec le phénomène de gélatinisation de l'amidon dans les pâtes et quatre-quarts. Ces résultats ont été confirmés au moyen de la microtomographie à rayons X qui a montré que la cuisson augmentait le volume des alvéoles et induisait la formation des interconnexions entre les pores (Figure 3).**

La deuxième partie portait sur une étude approfondie relative à l'évolution des réactions physico-chimiques dans les quatre-quarts fabriqués à l'huile de palme en comparaison à ceux formulés avec l'huile de colza durant 2 mois

Figure 2 : Spectres du MIR des suspensions et pâtes avant et après gélatinisation des pâtes et suspensions

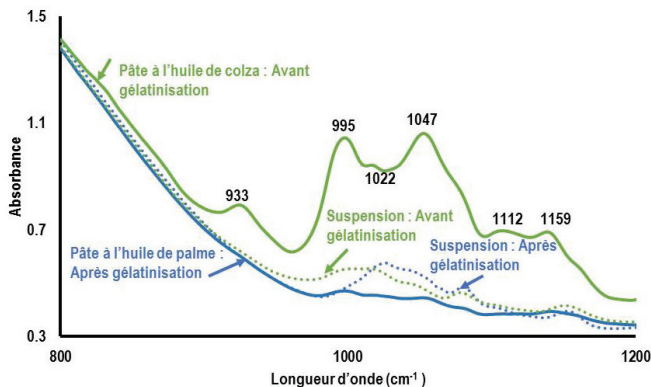
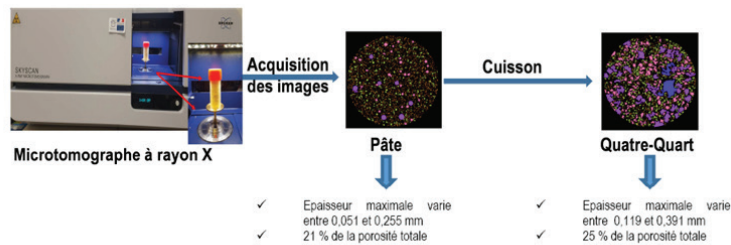


Figure 3 : Détermination de la porosité des pâtes et quatre-quarts par microtomographie à rayons X



d'entreposage à 20 °C et 65% d'humidité relative. L'application de la régression des moindres carrés partiels aux données spectrales acquises dans le MIR (4000 - 700 cm^{-1}) et aux données issues des analyses macroscopiques (texture, indicateurs d'oxydation) a fourni une excellente prédiction de : (i) la fermeté ($R^2 = 0,91$), (ii) l'indice d'acide ($R^2 = 0,97$) et (iii) l'indice de peroxyde ($R^2 = 0,87$) [5]. Les concentrations en hydroxyméthylfurfural étaient plus élevées pour les quatre-quarts formulés à l'huile de colza que ceux formulés à l'huile de palme (38,35 et 31,63 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ respectivement après 2 mois d'entreposage).

La troisième partie a été consacrée à l'investigation de l'effet de la thermo-oxydation de l'huile de colza sur la qualité des quatre-quarts. Cette étude a été entamée par une production de différents lots de quatre-quarts dont un lot formulé avec une huile de colza fraîche (indice de peroxyde (IP)=2 ; lot 1) et trois autres lots formulés avec des huiles ayant subi au préalable un traitement thermique leur permettant d'atteindre trois niveaux d'oxydation (IP = 9,9 (lot 2), IP = 23 (lot 3) et IP = 54 (lot 4)). L'intensité de fluorescence de l'émission maximale du tryptophane (394 nm) diminuait pendant le stockage des quatre-quarts en raison des changements de l'environnement moléculaire du tryptophane induits par la variation des interactions protéines-protéines, protéines-eau et protéines-lipides.

Références

1. Botosoa, E.P., Chéné, C., & Karoui, R. (2013). Front face fluorescence spectroscopy as a tool for the monitoring of cake throughout ageing at the temperature of 20°C and 65 % relative humidity. *Food Chem.*, 6, 2687-2375.
2. Karoui, R., Laguet, A., & Dufour, E. (2003) Fluorescence spectroscopy: A tool for the investigation of cheese melting- correlation with rheological characteristics. *Lait*, 83, 251-264.
3. Nhouchi, Z., Botosoa, E & Karoui, R. (2018) Critical assessment of formulation, processing and storage conditions on the quality of alveolar baked products determined by different analytical techniques: a review. *Trends Food Sci. Technol.* 81, 159-171
4. Karoui, R., Hammami, M., Rouissi, H., & Blecker, C. (2011). Mid infrared and fluorescence spectroscopies coupled with factorial discriminant analysis technique to identify sheep milk from different feeding systems. *Food Chemistry*, 127, 743-748.
5. Nhouchi, Z., Botosoa, E., Chéné, C., & Karoui, R. (2019). Potentiality of front-face fluorescence and mid-infrared spectroscopies coupled with partial least square regression to predict lipid oxidation in pound cakes during storage. *Food Chem.* 275, 322-332

Contact : Romdhane KAROUI, Laboratoire Régional en Agroalimentaire et Biotechnologie Charles Viollette, Université d'Artois
 9 rue du Temple 62000 Arras
 03 21 24 81 03 - romdhane.karoui@univ-artois.fr

Les résultats obtenus au sein de l'équipe QSA site-Artois de l'ICV ont montré que, de par leur rapidité, le MIR et la SFF couplées aux méthodes chimiométriques présentent un potentiel intéressant pour la caractérisation des produits céréaliers à structure alvéolaire. En outre, le spectre de fluorescence et /ou dans le MIR d'un quatre-quarts pourrait être considéré comme une empreinte digitale de celui-ci permettant de déterminer son état de fraîcheur.