



RÉDUIRE LES CONTAMINANTS CHIMIQUES
INDUITS PAR LES PROCÉDÉS
DE FABRICATION EN MAINTENANT LA QUALITÉ
ET LA SÉCURITÉ SANITAIRE
DES PRODUITS ALIMENTAIRES

COORDINATION

Actia (France)
Le réseau français des Instituts techniques
de l'agro-alimentaire

PARTENAIRES

ALLEMAGNE (UNIVERSITÉ TECHNOLOGIQUE DE BERLIN), **BELGIQUE** (FOODDRINKEUROPE),
ESPAGNE (CSIC, SIRO AGUILAR SL), **FRANCE** (ACTIA [CTCPA], CAPSULAE, EUROQUALITY,
NOUVELLES VAGUES, SPECTRALYS), **ITALIE** (UNIVERSITÉ DE NAPLES), **PAYS-BAS** (RIKILT),
RÉPUBLIQUE TCHÈQUE (INSTITUT DE TECHNOLOGIE CHIMIQUE DE PRAGUE-VSCHT),
ROYAUME-UNI (FERA), **TURQUIE** (ETI MAKIA SANAYI, UNIVERSITÉ HACETTEPE).

DURÉE

Mai 2011 - Mai 2014

1) STRATÉGIES DE SUIVI

1.1 FLUORESCENCE DIRECTE

La spectroscopie de fluorescence est un outil analytique de précision, sensible, non-destructif, en temps réel pouvant remplir des objectifs variés au niveau de la R&D et de la production.

Au niveau de la R&D, l'outil analytique Fluoralys développé par Spectralys dans le cadre de **PROMETHEUS** permet un gain certain de temps et d'argent. L'analyse globale et en temps réel de la qualité du produit permet un diagnostic rapide de l'effet de paramètres expérimentaux divers et de ne retenir que les paramètres d'intérêt. L'application des méthodes conventionnelles peut ensuite être réalisée pour avoir une compréhension précise et complète des paramètres influents.

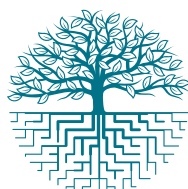
Elle permet par exemple :

- de réaliser un diagnostic rapide des facteurs positifs et négatifs influençant la formation de contaminants générés par le procédé;
- d'enregistrer une amélioration significative ou une réduction du niveau de qualité du produit final;
- d'optimiser la composition des produits et des paramètres du procédé, avec un gain important de temps.

L'approche multicritères permet de contrôler simultanément les critères de qualité positifs et négatifs, rendant possible la diminution des contaminants due aux procédés, tout en maintenant et améliorant la qualité microbiologique, sensorielle et nutritionnelle du produit. Une telle approche a été mise en place dans le cadre de la fabrication de biscuits, où la diminution des teneurs en acrylamide peut être obtenue sans changer la couleur du produit ni son contenu en eau.

Au niveau de la production industrielle, Fluoralys peut être utilisé sur le contrôle de la qualité en temps réel pour des paramètres pour lesquels le proche infrarouge ou d'autres outils analytiques basés sur la spectroscopie, n'offrent pas de corrélation suffisante avec la présence de contaminants des procédés, la qualité nutritionnelle et la qualité sensorielle. Un exemple d'application de Fluoralys est la mesure quantitative simultanée de l'acrylamide, l'humidité, la couleur et la texture dans les biscuits.

De plus, une utilisation de Fluoralys comme Pat (Process Analytical Technology) peut également être envisagée. Fluoralys peut être utilisé en ligne dans un four pour le contrôle de la qualité, en utilisant l'approche multicritères sur les paramètres de qualité, qui doivent être standardisés dans le produit final. Les actions correctives à



ACTIA



mettre en place afin d'atteindre la qualité standard basée sur la définition de points critiques au niveau du procédé doivent être définies en premier lieu.

C'est à la fois la compréhension des paramètres du procédé qui influencent la qualité, l'approche optimale décrite ci-dessus, l'évaluation de la qualité finale et des points critiques, qui permettent d'appliquer les paramètres nécessaires pour atteindre la qualité standard.

Contact : Inès Birlouez, Spectralys Innovation (France)

1.2 SPECTROMÉTRIE DE MASSE AMBIANTE

La technologie DART-HRMS présente un réel intérêt pour mesurer l'empreinte à haut débit d'échantillons de biscuits pour le contrôle de certains paramètres de qualité et de sécurité. L'analyse multivariée des données d'empreintes (spectres de masse d'extraits d'échantillons) a fourni des informations sur les différences de composition chimique de biscuits préparés selon des recettes différentes et a permis de suivre l'évolution de la composition chimique des échantillons pendant le procédé de cuisson.

Les concentrations d'acrylamide formées pendant la cuisson des biscuits peuvent être prévues avec une précision tout à fait acceptable sur la base de l'utilisation combinée de données multivariées obtenues par DART-HRMS (mode positif et négatif) et la modélisation chémométrique.

Le modèle de prédiction PLSR développé a démontré sa robustesse par rapport aux petites variations de recette dans les biscuits (présence/absence de NaCl avec des seuils de variation de 0,6 %).

Cependant la robustesse du modèle pourrait être poussée plus loin en étudiant les variations de composition chimique de matières premières comme la farine. Les études sur l'effet de la variation du contenu en asparagine et sucres réducteurs qui sont les principaux précurseurs de l'acrylamide peuvent être particulièrement utiles. Dans ce sens, un modèle de prédiction utilisable pour un screening rapide des biscuits, dans le but d'évaluer l'impact des variations des paramètres du procédé sur la formation de l'acrylamide, est idéal.

Contact : Jana Hajslova, VSCHT (Republique tchèque)

1.3 L'ANALYSE D'IMAGE BASÉE SUR LA VISION PAR ORDINATEUR

L'objectif était de développer un outil d'analyse d'image, basé sur la vision par ordinateur pour contrôler le développement du brunissement des biscuits, et donc prévoir les variations des teneurs en contaminants des procédés comme l'acrylamide et l'hydroxyméthylfurfural (HMF) dans les biscuits pendant le procédé de fabrication.

Deux algorithmes d'analyse d'image basés sur la vision par ordinateur ont été développés pour extraire de l'information sur la couleur principale (CIE a value) et sur les autres couleurs importantes (ratio marron) à partir des images « digitales » des biscuits. À partir de ces algorithmes, un prototype de caméra a été développé pour la mesure et le contrôle en ligne de la formation de l'acrylamide et de l'HMF pendant la fabrication des biscuits. En utilisant les modèles de calibration pour une recette donnée, la couleur de surface peut être contrôlée au moyen d'une caméra prototype pour prévoir la formation des contaminants des procédés en conditions réelles. Les modèles de calibration sont spécifiques pour une recette donnée. Tout changement ou modification de la recette nécessite la validation des modèles de calibration existants ou bien une nouvelle calibration.

En conclusion, l'analyse d'image basée sur la vision par ordinateur peut être considérée comme une méthode d'analyse rapide, précise, sans contact et non-destructive. D'un coût peu élevé, elle possède une grande flexibilité et une forte capacité de rendement. Elle peut être installée en ligne et intégrée à un four de cuisson pour contrôler en temps réel la qualité du produit.

Contact : Vural Gökmen, Hacettepe University (Turquie)

2) LES STRATÉGIES DE DIMINUTION

2.1 LA CUISSON SOUS-VIDE

On part de l'hypothèse que réduire l'énergie thermique pendant la cuisson devrait limiter la formation des contaminants des procédés dans les biscuits. Cependant, l'objectif dans ce projet était de développer la cuisson sous vide en tant que nouvelle technologie permettant de diminuer les contaminants dans les biscuits et particulièrement l'acrylamide.

Les résultats montrent que la cuisson sous vide permet la production de biscuits avec un taux très faible de contaminants des procédés, corrélé à la couleur du biscuit.

Bien que le manque de couleur en surface apparaisse comme un inconvénient de la technologie, cette couleur reste cependant un avantage dans le cas de biscuits recouverts de chocolat. De plus, l'utilisation combinée de la cuisson traditionnelle partielle avec la cuisson sous-vide, notamment en fin de procédé, permet d'améliorer le brunissement en surface.

Contact : Vural Gökmen, Hacettepe University (Turquie)

2.2 LA HAUTE PRESSION HYDROSTATIQUE

Les données rassemblées dans **PROMETHEUS** relatives à la stérilisation thermique haute pression (HPTS) pourraient être utilisées pour produire une meilleure qualité globale, tout en assurant la sécurité microbiologique des produits. Les résultats obtenus à l'échelle pilote (système 55 L haute pression, haute température) ont permis de vérifier les résultats obtenus à l'échelle du laboratoire (système 4 ml haute pression, haute température). Le changement d'échelle, depuis le laboratoire basé sur les données cinétiques d'inactivation de spores de souche *Bacillus amyloliquefaciens* résistantes aux hautes pressions et hautes températures, jusqu'à l'échelle pilote basée sur des combinaisons (temps, température) ($t \leq 10$ minutes) en connexion avec des essais de stockage et des produits alimentaires choisis, s'est montré tout à fait réalisable. Basés sur des calculs, des essais de stockage réussis, de produits de bonne qualité hygiénique, ont été obtenus pour une combinaison (temps, température) appropriée de 600 MPa. Au cas par cas et pour différents produits alimentaires, la détermination de conditions de traitement optimisées a été obtenue.

De plus, un surtraitement peut être évité si l'HPTS est utilisée également comme une technique de stérilisation permettant ainsi un double bénéfice tant sur le plan de la qualité que sur le plan de l'hygiène.

Dans le futur, davantage de travaux de recherche seront nécessaires, avec plus de produits et plus de micro-organismes pour valider ce procédé HPTS. De même, depuis que l'échelle pilote et les petits systèmes industriels sont disponibles, ces derniers ont besoin d'être optimisés afin de garantir un procédé rentable pour l'industrie agro-alimentaire. Cela signifie que la ligne de fabrication doit être finement réglée en termes de rendement de production, de temps de chauffage du matériel qui doit être raccourci ; de même, il faut développer des outils afin de garantir un couple pression/température constant pour le produit alimentaire emballé traité.

En conséquence, le procédé HPTS pourrait conduire à un nouveau principe d'application du procédé haute pression, les bénéfices de cette technologie émergente permettant d'obtenir à la fois des produits d'une plus grande qualité hygiénique, nutritionnelle et gustative.

Contact : Robert Sevenich, Technische Universität Berlin (Allemagne)

2.3 LE CHAUFFAGE OHMIQUE POUR LES PURÉES POUR BÉBÉS

Dans ce projet, l'objectif était d'utiliser le chauffage ohmique pour diminuer la teneur en contaminants des procédés (PCs), comme le furane et l'HMF qui sont générés pendant le procédé de stérilisation de l'aliment. Un pilote semi-industriel (200 to 1 000 L/h) a été utilisé pour réaliser ces essais. Les principaux résultats obtenus sont une réduction (de deux à six fois) de l'apparition de ces contaminants issus des procédés, en comparaison avec le procédé traditionnel (autoclavage statique ou agité).

De plus, on observe que le chauffage ohmique préserve de façon significative les caroténoïdes et les composés polyphénoliques pendant la stérilisation. Avec cette technologie, il n'y a pas d'impact de l'intensité du traitement (valeur stérilisatrice) sur la diminution de la teneur en PCs et en composés nutritionnels. Tous ces résultats suggèrent qu'un procédé de longue durée est plus dommageable pour la matrice alimentaire que l'application d'une forte température sur une courte durée, ce qui confirme la pertinence du chauffage ohmique (température élevée, durée courte). Aucune évolution des molécules étudiées pendant six mois de conservation n'a été observée. Le chauffage ohmique est un traitement thermique pur et les premières applications industrielles ont été mises en place bien avant le renforcement de la directive européenne sur les « Novel Food ». Aussi, aucune autorisation préalable n'est requise pour l'utilisation de ce procédé.

Contact : Magali Wagner, CTCPA (Avignon - France)

2.4 LA MICROENCAPSULATION D'INGRÉDIENTS

La microencapsulation a été mise au point comme une méthode possible permettant de réduire l'exposition du consommateur à des composés indésirables formés pendant le procédé de transformation sans affecter la qualité et l'hygiène du produit.

Les stratégies de microencapsulation ont été appliquées à deux modèles d'aliments : des biscuits (avec microencapsulation de chlorure de sodium) et des formules infantiles (avec microencapsulation de l'acide ascorbique, de mélanges de minéraux contenant du fer, et des acides poly-insaturés).

Trois techniques de microencapsulation, adaptable à l'échelle industrielle, à savoir l'enrobage sur lit fluidisé, le refroidissement par pulvérisation (spray-cooling) et le séchage par atomisation (spray-drying), ont été sélectionnées. Les microparticules ont été produites avec des matériaux compatibles avec l'industrie agro-alimentaire, répondant à la réglementation. Le contenu de l'ingrédient en microparticules atteignait plus de 800 mg/g de poids total. La diminution de la formation en contaminants des procédés industriels a été atteinte avec succès grâce à l'encapsulation à la fois du chlorure de sodium et de l'acide ascorbique.

Pour conclure, la microencapsulation a permis la limitation du substrat disponible pour la formation des contaminants des procédés.

Contact : Samira El Mafadi Jian, Capsulae (France)

3) LA MODÉLISATION

3.1 LA MODÉLISATION CINÉTIQUE

La prévision cinétique de la formation de composés néoformés pendant le procédé est intéressante pour obtenir des informations précises sur les réactions chimiques mises en jeu, quant à leur formation, ainsi que sur les interactions possibles du procédé et des ingrédients sur leur formation. Ces connaissances peuvent être utilisées pour développer des techniques de diminution de la présence de contaminants néoformés dans les aliments.

Grâce à la prédiction cinétique multivariée, plusieurs composés chimiques (ingrédients, composés intermédiaires ou produits reliés à des composés d'intérêt) sont mesurés pour certains points du couple (temps, température) et leur cinétique est modélisée immédiatement. L'approche de cette prédiction cinétique a été appliquée dans ce projet afin de mieux comprendre le processus de formation de l'acrylamide et de l'HMF pendant la cuisson des biscuits.

Pendant ces essais, les biscuits ont été cuits à 200 °C pendant quinze minutes. Toutes les deux minutes, des échantillons de biscuits ont été prélevés et analysés par rapport à leur teneur en sept composés : saccharose, fructose, glucose, asparagine, acides aminés totaux, acrylamide et HMF. Les modèles cinétiques multivariés ont ensuite été appliqués aux données expérimentales pour obtenir le modèle le plus approprié.

Globalement, le modèle de prédiction suggère que :

1. les sucres réducteurs participent à la formation à la fois de l'acrylamide et de l'HMF;
2. le taux d'acrylamide produit à partir de la formation des acides aminés est légèrement supérieur pour le glucose que pour le fructose;
3. le taux de conversion du glucose en fructose est plus élevé que celui du fructose en glucose.

Les résultats obtenus ont contribué à l'amélioration des connaissances scientifiques sur la formation de l'acrylamide et de l'HMF dans les biscuits. En fait, ils représentent les premiers modèles cinétiques sur la formation de ces composés néoformés pour les biscuits produits en conditions réelles.

Contact : H.J. Van der Fels-Klerx, RIKILT Wageningen UR (Pays-Bas)