



OPTIMISATION DU BLANCHIMENT DU TOURTEAU DE CANOLA PAR DU PEROXIDE D'HYDROGÈNE, EXTRACTION DES PROTÉINES ET CARACTÉRISATION DE LEURS PROPRIÉTÉS FONCTIONNELLES

Mémoire

MAMADOU NDIAYE

Maîtrise en génie agroalimentaire
Maître ès sciences (M. Sc.)

Québec, Canada

© Mamadou NDIAYE, 2013

Résumé

L'objectif de cette maîtrise était de développer une méthode qui permettra de trouver une formule de blanchiment efficace du tourteau de canola. Dans ce souci d'optimisation, la méthodologie basée sur les surfaces de réponse (MRS) a été utilisée pour déterminer le pH, les concentrations de tourteau de canola (CM) et de peroxyde d'hydrogène (HP) optimums qui procurent le meilleur profil chromatique au produit. La démarche expérimentale consistait à trouver les conditions optimales pour blanchir le tourteau. Nous avons trouvé les réponses suivantes: $L^*=83,46$; $a^*=-3,66$; $b^*=17,18$; $BI=18,05$, grâce à la combinaison : $pH=10$, $HP=10$ (v/v) et $CM = 2,65$ (p/v). La MSR nous a également permis de trouver une formule de blanchiment qui donne un profil chromatique identique à celui des farines de blé entier pâtissière et tamisée, d'avoine et de seigle. L'autre objectif était d'examiner les conditions d'extraction des isolats de protéines des tourteaux de canola blanchis (ITB) et non blanchis (ITNB) et d'étudier leurs propriétés fonctionnelles; à savoir le pouvoir moussant et émulsifiant qui sont très importants dans des applications alimentaires. L'étude de fonctionnalité des protéines du tourteau blanchi en présence et en absence de sel et leur comparaison avec les protéines du tourteau non blanchi dans les mêmes conditions ont démontré que les ITB ont de bonnes propriétés moussantes et émulsifiantes. Les capacités émulsifiantes des ITB avec ou sans sel sont respectivement 65,22 et 63,83% et restent supérieures à celles des ITNB ($\approx 50\%$); les stabilités des émulsions suivent aussi la même tendance. La capacité moussante et la stabilité des mousses des ITNB avec ou sans sel sont inférieures à celles des ITB avec et sans sel. Les résultats ont montré la bonne capacité de l'ITB à former une émulsion et une mousse en présence de sel. Le blanchiment optimal a eu un impact positif sur l'extractabilité de la matière sèche totale et les propriétés fonctionnelles des isolats.

Abstract

The objective of this research study was to develop a method to find a formula for effective bleaching of canola meal. Optimization methodology based on response surfaces (MRS) was used to determine the pH, the concentrations of meal (CM), and hydrogen peroxide (HP) which provide the optimum color profile. The experimental approach was to find the optimum conditions for bleaching canola meal. We found the following parameters: $L^* = 83.46$, $a^* = -3.66$, $b^* = 17.18$, $BI = 18.05$, with the combination of $pH = 10$, $HP = 10$ (v/v) and $CM = 2.6515$ (p / v). MSR also allowed finding a formula which gives a bleaching color profile identical to whole wheat pastry and sifted flour, oats and rye. The other objective was to analyse/investigate the extraction conditions of protein isolates bleached canola meal (ITB) and unbleached (ITNB) and study their functional properties. The study of protein functionality meal bleached in the presence and absence of salt and their comparison with the unbleached protein meal under the same conditions showed that the ITB have good foaming and emulsifying properties. Emulsifying capacities of ITB with or without salt are 65.22 and 63.83%, respectively, and remain higher than those of ITNB ($\approx 50\%$); the stabilities of emulsions also follow the same trend. The foaming capacity and foam stability of ITNB with or without salt are lower than those of ITB with and without salt. The results showed good ability of ITB to form an emulsion and foam in the presence of salt. The optimal bleaching had a positive impact on the extractability of dry matter as well as the functional properties of the isolates.

Remerciements

Louanges à ALLAH, le Tout Puissant, Le Miséricordieux paix et salut sur son prophète SEYDINA MOUHAMED (PSL)

Mes sincères remerciements à :

- ✚ Ma mère et ma famille qui ne se sont jamais senties fatiguées de me fournir tous les moyens nécessaires à ma réussite;
- ✚ Monsieur Chaouki AIDOUS pour son appui financier;
- ✚ Monsieur Yaya DJIM pour sa disponibilité et son aide qui m'ont été si précieuses ;
- ✚ Monsieur Demba Sow, Professeur à L'ESP de Dakar
- ✚ Monsieur Moussa DIAGNE pour ses conseils, ses orientations et sa disponibilité ;
- ✚ Monsieur Mohammed AIDER pour son temps qu'il a sacrifié pour moi ;
- ✚ Monsieur Mohamed Khelifi mon co-directeur de recherche;
- ✚ Tous mes ami (e) s qui m'ont toujours apporté leur soutien.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

- A Feu Mouhamadou Abdallah DIOUF, le frère et camarade de promotion qui nous a quitté en 2^e année d'ingénieur (ESP Sénégal), que la terre de Joal lui soit légère;
- A ma mère pour son amour, ses encouragements constants à persévérer et ses prières;
- A mes frères et sœurs;
- A ma famille;
- A tous mes amis.



Avant-Propos

Ce mémoire de maîtrise est composé de quatre chapitres principaux. Le premier chapitre est une revue de littérature détaillée qui présente d'abord des notions de base sur les propriétés des protéines végétales, le canola et son tourteau. Cette revue décrit le tourteau de canola qui est la matière résiduelle de l'industrie de production de l'huile de canola. La revue bibliographique a permis non seulement de bien comprendre le potentiel du tourteau de canola pour l'industrie alimentaire, mais aussi de bien identifier la problématique qui limite l'utilisation du tourteau de canola comme additif ou source d'ingrédients essentiels pour l'industrie alimentaire. Il s'agit de défauts organoleptiques comme la couleur foncée en milieu aqueux, le goût amer et l'odeur désagréable. D'une part, la revue bibliographique a permis d'identifier le blanchiment (décoloration) par du peroxyde d'hydrogène comme étant un moyen efficace et technologiquement faisable pour résoudre cette problématique qui limite de façon très significative l'exploitation du potentiel du tourteau de canola dans l'industrie alimentaire. D'autre part aussi, elle a permis de documenter une recherche sur l'optimisation par la méthode des surfaces de réponse du blanchiment du tourteau. Le deuxième chapitre a été consacré à définir l'hypothèse de recherche sur laquelle est basé le présent projet de maîtrise, l'objectif principal de recherche et les objectifs spécifiques qui permettront de confirmer ou d'infirmer l'hypothèse de recherche. Le troisième chapitre traite en deux volets le matériel et les méthodes utilisés pour faire un blanchiment dans des conditions optimales. Le dernier chapitre est aussi abordé en deux volets traitant de l'extraction et de la caractérisation des protéines issues des tourteaux.

Table des matières

| | |
|---|------|
| Résumé..... | iii |
| Abstract..... | v |
| Remerciements..... | vii |
| <i>Dédicaces</i> | ix |
| Avant-Propos..... | xi |
| Table des matières..... | xiii |
| Liste des tableaux..... | xvii |
| Liste des figures..... | xix |
| CHAPITRE 1: INTRODUCTION GENERALE..... | 1 |
| CHAPITRE 2: REVUE DE LITTERATURE..... | 3 |
| 2.1. Alimentation mondiale en protéines végétales..... | 3 |
| 2.1.1. Production mondiale de protéines végétales..... | 3 |
| 2.1.2. Conséquences de la malnutrition dans le monde..... | 3 |
| 2.2. Métabolisme des protéines..... | 4 |
| 2.3. Valeur nutritionnelle des protéines et méthodes de mesure : généralités..... | 5 |
| 2.3.1. Teneur en protéines..... | 5 |
| 2.3.2. Qualité de la protéines et disponibilité des acides aminés..... | 5 |
| 2.3.3. Facteurs pouvant influencer la digestibilité des protéines..... | 6 |
| 2.3.3.1. Interactions protéines-phytates..... | 6 |
| 2.3.3.2. Interaction protéines-composés phénoliques..... | 7 |
| 2.3.3.3. Interaction protéines-tanins..... | 8 |
| 2.3.3.4. Traitements thermiques..... | 10 |
| 2.3.3.5. Traitements alcalins..... | 11 |
| 2.3.3.6. Traitements mécaniques : le broyage..... | 12 |
| 2.4. CANOLA: Étude de cas..... | 12 |
| 2.4.1. Généralités..... | 12 |
| 2.4.2. Production de graines et d'huile de canola..... | 13 |
| 2.4.3. Sélections et modifications génétiques du colza..... | 13 |
| 2.4.4. Procédé d'extraction de l'huile des graines..... | 14 |
| 2.5. Tourteau de canola..... | 14 |
| 2.5.1. Matière première riche en protéines..... | 14 |
| 2.6. Blanchiment au peroxyde d'hydrogène..... | 15 |
| 2.6.1. Généralités sur le peroxyde d'hydrogène..... | 15 |
| 2.6.2. Principes de blanchiment par le peroxyde d'hydrogène..... | 16 |
| 2.7. Mesure de la couleur..... | 17 |
| 2.8. Méthode des surfaces de réponse (MSR)..... | 18 |
| 2.8.1. Définition et principe..... | 18 |
| 2.8.2. Historique de la méthode des surfaces de réponse..... | 19 |
| 2.9. Extraction et purification des protéines..... | 19 |
| 2.9.1. Principales étapes nécessaires à l'extraction des protéines..... | 20 |
| 2.9.2. Concentration/purification des protéines par précipitation..... | 20 |
| 2.9.3. Propriétés fonctionnelles des protéines..... | 21 |
| 2.9.3.1. Formation et stabilisation des émulsions..... | 22 |

| | |
|--|----|
| 2.9.3.2. La capacité émulsifiante (CE)..... | 22 |
| 2.9.3.3. Formation et stabilisation des mousses alimentaires..... | 23 |
| 2.9.4.4. Méthodes de détermination des propriétés moussantes des protéines | 23 |
| CHAPITRE 3 : HYPOTHESE ET OBJECTIFS..... | 25 |
| 3.1. Hypothèse..... | 25 |
| 3.2. Objectif principal..... | 25 |
| 3.3. Objectifs spécifiques | 25 |
| CHAPITRE 4 : MATERIEL ET METHODES | 27 |
| VOLET 4.1: METHODOLOGIE DE L'OPTIMISATION PAR LA MRS | 27 |
| 4.1.1. Tourteau de canola | 27 |
| 4.1.2. Peroxyde d'hydrogène..... | 27 |
| 4.1.3. Protocole de blanchiment | 27 |
| 4.1.4. Farines commerciales..... | 28 |
| 4.1.5. Mesure des paramètres trichromatiques..... | 29 |
| 4.1.6. Conception expérimentale..... | 30 |
| 4.1.7. Analyse statistique des données | 31 |
| VOLET 4.2: EXTRACTION ET CARACTERISATION DES | 37 |
| PROPRIETES FONCTIONNELLES DES PROTEINES | 37 |
| 4.2.1. Protocole d'extraction des protéines | 37 |
| 4.2.2. Protocole de concentration/purification par précipitation isoélectrique | 38 |
| 4.2.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions..... | 38 |
| 4.2.4. Capacité moussante et stabilité des mousses..... | 39 |
| 4.2.5. Indice de peroxyde | 39 |
| CHAPITRE 5: RESULTATS ET DISCUSSION | 41 |
| VOLET 5.1: OPTIMISATION PAR LA MSR DES PARAMETRES DE BLANCHIMENT DU TOURTEAU DE CANOLA ET IDENTIFICATION DU POTENTIEL D'INCORPORATION DANS DES FARINES PRESENTANT LES PROFILS CHROMATIQUES SEMBLABLES | 41 |
| 5.1.1. Variables expérimentales et réponses | 42 |
| 5.1.2. Mise en place du modèle..... | 43 |
| 5.1.3. Optimisation en 3D de L* | 45 |
| 5.1.4. Optimisation en 3D de a* | 47 |
| 5.1.5. Optimisation en 3D de b*..... | 49 |
| 5.1.6. Optimisation en 3D de BI..... | 51 |
| 5.1.7. Contours graphiques des réponses | 53 |
| 5.1.7.1. Contours des parcelles de L * | 53 |
| 5.1.7.2. Contours des parcelles de a * | 54 |
| 5.1.7.4. Contours des parcelles de BI..... | 56 |
| 5.1.8. Paramètres déterminants influençant l'efficacité de blanchiment | 57 |
| 5.1.9. Effet du pH..... | 58 |
| 5.1.10. Effet de la concentration de peroxyde d'hydrogène (HP) | 59 |
| 5.1.11. Combinaisons optimales et réponses prévues | 65 |
| 5.1.11.1. Cas du tourteau de canola seul | 65 |
| 5.1.11.2. Optimisation des réponses par rapport à la farine blanche..... | 67 |
| 5.1.11.3. Optimisation des réponses par rapport à la farine blanche non blanchie tout usage | 68 |

| | |
|---|----|
| 5.1.12.4. Optimisation des réponses par rapport à la farine pâtissière tamisée | 69 |
| 5.1.11.5. Optimisation des réponses par rapport à la farine d'Avoine | 70 |
| 5.1.11.6. Optimisation des réponses par rapport à la farine de Seigle..... | 71 |
| 5.1.11.7. Optimisation des réponses par rapport à la farine de Maïs..... | 72 |
| 5.1.12.8. Optimisation des réponses par rapport à la farine de blé entier pâtissière..... | 73 |
| VOLET 5.2: CARACTERISATIONS CHIMIQUE ET FONCTIONNELLE DES | |
| ISOLATS PROTÉQUES | 79 |
| 5.2.1. Extractabilité..... | 79 |
| 5.2.2. Profil chromatique des isolats de protéines | 80 |
| 5.2.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions..... | 81 |
| 5.2.4. Capacité moussante et stabilité des mousses | 81 |
| 5.2.5. Mesure de L'oxydation | 82 |
| Conclusion générale..... | 84 |
| Bibliographie | 81 |
| Annexes | 87 |

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| TABLEAU 2. 1: BESOINS HUMAINS EN ACIDES AMINÉS (FAO/WHO, 2007)..... | 5 |
| TABLEAU 4.1. 1: VALEURS MOYENNES DES TESTS CHROMATIQUES DES FARINES..... | 28 |
| TABLEAU 4.1. 2: VARIABLES INDÉPENDANTES MISES À L'ÉTUDE POUR L'OPTIMISATION DU BLANCHIMENT DU TOURTEAU DE CANOLA..... | 31 |
| TABLEAU 5.1. 1: VALEURS EXPÉRIMENTALES DES PARAMÈTRES DE COULEUR DU TOURTEAU DE CANOLA TRAITÉ AVEC DU PEROXYDE D'HYDROGÈNE | 42 |
| TABLEAU 5.1. 2: ANALYSE DE VARIANCE ET PARAMÈTRES STATISTIQUES DU MODÈLE | 44 |
| TABLEAU 5.2. 1: PROFIL CHROMATIQUE DES DIFFÉRENTS ISOLATS | 80 |
| TABLEAU 5.2. 2: TABLEAU RÉCAPITULATIF DES PROPRIÉTÉS FONCTIONNELLES..... | 81 |
| TABLEAU 5.2. 3: INDICES DE PEROXYDE (IP) OBTENUS | 82 |

Liste des figures

| | |
|--|----|
| FIGURE 2. 1: INTERACTION PROTÉINES-PHYTATES À pH ACIDE (A) ET À pH BASIQUE (B) | 7 |
| FIGURE 2. 2: RÉACTIONS DES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES (CAS DE L'ACIDE CAFÉIQUE) AVEC LES PROTÉINES (HURREL ET AL., 1982)..... | 9 |
| FIGURE 2. 3: RÉACTION DE FORMATION DES PRODUITS D'AMADORI ET DE HEYNS | 10 |
| FIGURE 2. 4: ÉQUATION DE FORMATION DE LA DÉHYDROALANINE (DHA) ET DE LA LYSINOALANINE. | 11 |
| FIGURE 2. 5: SCHÉMA DE LA FONCTION DE TRANSFERT..... | 18 |
| FIGURE 4.1. 1: COORDONNÉES DE COULEUR L*, A*, B*..... | 29 |
| FIGURE 5.1. 1: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET HP SUR L*..... | 45 |
| FIGURE 5.1. 2: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET pH SUR L*..... | 45 |
| FIGURE 5.1. 3: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES pH ET HP SUR L*..... | 45 |
| FIGURE 5.1. 4: GRAPHIQUES DES EFFETS PRINCIPAUX POUR L*..... | 46 |
| FIGURE 5.1. 5: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET HP SUR A*..... | 47 |
| FIGURE 5.1. 6: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET pH SUR A*..... | 47 |
| FIGURE 5.1. 7: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET pH SUR A*..... | 47 |
| FIGURE 5.1.8: EFFETS PRINCIPAUX S'EXERÇANT SUR A*..... | 48 |
| FIGURE 5.1. 9: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET HP SUR B*..... | 49 |
| FIGURE 5.1. 10: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET pH SUR B*..... | 49 |
| FIGURE 5.1. 11: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES HP ET pH SUR B*..... | 49 |
| FIGURE 5.1. 12: EFFETS PRINCIPAUX DES VARIABLES INDÉPENDANTES SUR B*..... | 50 |
| FIGURE 5.1. 13: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET HP SUR BI..... | 51 |
| FIGURE 5.1. 14: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES CM ET pH SUR BI..... | 51 |
| FIGURE 5.1. 15: SURFACE DE RÉPONSE (3D) DES VARIABLES HP ET pH SUR BI..... | 51 |
| FIGURE 5.1. 16: EFFETS PRINCIPAUX DES VARIABLES INDÉPENDANTES SUR BI..... | 52 |
| FIGURE 5.1. 17: CONTOURS DE L* EN FONCTION DES VARIABLES INDÉPENDANTES..... | 53 |
| FIGURE 5.1. 18: CONTOURS DE A* EN FONCTION DES VARIABLES INDÉPENDANTES..... | 54 |
| FIGURE 5.1. 19: CONTOURS DE B* EN FONCTION DES VARIABLES INDÉPENDANTES..... | 55 |
| FIGURE 5.1. 20: CONTOURS DE BI EN FONCTION DES VARIABLES INDÉPENDANTES..... | 56 |
| FIGURE 5.1. 21: GROUPEMENTS CHROMOPHORES..... | 60 |
| FIGURE 5.1. 22: PRINCIPAUX CHROMOPHORES DE LA LIGNINE..... | 61 |
| FIGURE 5.1. 23: RÉACTION DE HP AVEC LA LIGNINE LORS DU BLANCHIMENT (BAILEY ET DENCE 1969)..... | 62 |
| FIGURE 5.1. 24: RÉACTION DE HP EN MILIEU ALCALIN AVEC LES STRUCTURES CONIFÉRALDÉHYDES..... | 63 |
| FIGURE 5.1. 25: RÉACTION DE HP EN MILIEU ALCALIN AVEC LES STRUCTURES O-QUINONES..... | 63 |
| FIGURE 5.1. 26: RÉACTION DE HP EN MILIEU ALCALIN AVEC LES STRUCTURES P-MÉTHYLÈNE QUINONE (GIERER, 1986)..... | 64 |
| FIGURE 5.1. 27: ÉLIMINATION DES O-QUINONES AVEC LES IONS HYDROXYLES (GIERER, 1986)..... | 65 |
| FIGURE 5.1. 28: CONDITIONS OPTIMALES POUR LE BLANCHIMENT DU TOURTEAU DE CANOLA..... | 66 |

| | |
|---|----|
| FIGURE 5.1. 29: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE BLANCHE..... | 67 |
| FIGURE 5.1. 30: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE BLANCHE NON BLANCHIE TOUT USAGE..... | 68 |
| FIGURE 5.1. 31: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE PÂTISSÈRE TAMISÉE. | 69 |
| FIGURE 5.1. 32: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE D'AVOINE. | 70 |
| FIGURE 5.1. 33: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE DE SEIGLE..... | 71 |
| FIGURE 5.1. 34: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE DE MAÏS..... | 72 |
| FIGURE 5.1. 35: OPTIMISATION PAR RAPPORT AU PROFIL CHROMATIQUE DE LA FARINE DE BLÉ ENTIER PÂTISSÈRE. | 73 |
| FIGURE 5.2. 1: EXTRACTABILITÉ AVEC ET SANS AJOUT DE SEL DES PROTÉINES ISSUES DU TOURTEAU DE CANOLA NON BLANCHI (TNB) ET BLANCHI (TB) AVEC DU PEROXYDE D'HYDROGÈNE..... | 79 |
| FIGURE 5.2. 2: VARIATION DE L'INDICE DE PEROXYDE DE L'HUILE SUITE À UN CONTACT PROLONGÉ AVEC UN ISOLAT DE PROTÉINE EXTRAIT DE TOURTEAU DE CANOLA. | 83 |

CHAPITRE 1: INTRODUCTION GENERALE

Liées à une forte demande en huile végétale, les cultures de canola n'ont cessé d'augmenter au Canada, entraînant une production croissante du résidu de l'extraction de l'huile des graines de canola, appelé tourteau. Ce dernier, relativement riche en protéines (teneur d'environ 30-40% sur une base sèche), présente un potentiel considérable pour des applications alimentaires humaines. Selon les études statistiques, il existe une grande quantité de protéines estimée à 2,1 millions de tonnes de tourteau de canola (Statistiques Canada, 2010) de bonne qualité alimentaire et valorisables. Ainsi, il y a un intérêt majeur pour la filière végétale, à développer des solutions alternatives permettant la valorisation du tourteau de canola riche en protéines. Aussi, les tourteaux de canola/colza représentent le deuxième ingrédient protéiné le plus échangé dans le monde dans le secteur de l'alimentation animale, après le tourteau de soya (Statistiques Canada, 2010). Depuis 2006, la production est sur une pente ascendante et, en 2008, cette production a dépassé les 10 millions de tonnes (Statistiques Canada, 2010). Alors que la production de canola s'accroît et que davantage de tourteau est disponible, ce dernier pourrait être largement utilisé comme source de protéine renouvelable par d'autres secteurs de l'alimentation.

Peu cultivé au début, le colza était associé à des composés antinutritionnels tels que des polyphénols, de l'acide phytique, des glucosinolates et des inhibiteurs protéasiques qui altèrent les caractéristiques nutritionnelles, fonctionnelles ou organoleptiques du produit final (Schwenke, 1994 ; Xu et Diosady, 2002). Cependant, la solution est venue grâce au canola (abréviation de « Canadian oil ») qui a été mis au point par des phytogénéticiens en Saskatchewan et au Manitoba au cours des années 1960 et 1970. Par l'intermédiaire d'expériences de croisement traditionnelles, ils sont parvenus à réduire les quantités de composés indésirables et à créer des variétés produisant de l'huile de qualité alimentaire.

Dans les années 1980, le canola a remplacé le colza dans la production canadienne de graines oléagineuses. Comparativement aux protéines animales, les protéines du tourteau de canola sont beaucoup moins onéreuses, largement disponibles, renouvelables et

caractérisées par une composition équilibrée en acides aminés leur conférant une excellente valeur nutritionnelle (Jeejeebhoy, 2000).

En outre, comme le montrent de nombreuses études, développer la part de protéines végétales de qualité dans notre alimentation en réduisant la part de protéines animales aurait un impact sensible sur les risques de maladies dites de civilisation comme l'obésité ou les maladies cardiovasculaires, principalement dues à notre alimentation. Face aux enjeux industriels, économiques et pour la santé, il est tout à fait justifié d'étudier l'extractabilité des protéines du tourteau de canola et la caractérisation de leurs propriétés fonctionnelles. En plus de l'alimentation animale, le tourteau de canola est suggéré comme une alternative potentielle aux protéines végétales pour la consommation humaine (Uppstrom 1995).

De récents travaux ont étudié la possibilité de développer une technologie qui permet d'améliorer l'utilisation du tourteau de canola à des fins alimentaires (El Khadiri, 2012). Avec la décoloration du tourteau par du peroxyde d'hydrogène, un bon effet sur la couleur du produit, l'extractabilité de la matière sèche et la teneur en polyphénols du tourteau ont donné des excellents résultats (El Kadiri, 2012). Après avoir résolu le problème de la couleur du tourteau, il devient ainsi nécessaire d'optimiser le processus de blanchiment, de mettre au point un procédé d'extraction et de concentration des protéines et de caractériser leurs propriétés fonctionnelles pour une utilisation en tant qu'ingrédients fonctionnels pour nos aliments.

L'objectif de cette étude était d'optimiser les conditions de blanchiment du tourteau de canola par du peroxyde d'hydrogène de démontrer que les protéines du tourteau de canola obtenues par extraction en solution aqueuse à partir de tourteau blanchi possèdent des propriétés fonctionnelles (émulsifiantes, moussantes et solubilité) intéressantes pour une éventuelle application dans des matrices alimentaires.

CHAPITRE 2: REVUE DE LITTERATURE

2.1. Alimentation mondiale en protéines végétales

2.1.1. Production mondiale de protéines végétales

Les légumineuses, les oléagineux, les céréales et les algues sont les principales sources de protéines végétales. En 2005, la production mondiale en oléagineux tels que le soja, le colza, les noix de palme, l'arachide était de 219,6; 48,3; 42,5; 9,4 et 23,7 millions de tonnes, respectivement (Foster et al., 2009). Ces oléagineux sont cultivés pour la production d'huile à des fins alimentaires et industrielles. Le tourteau obtenu après extraction de l'huile est riche en protéines et est très apprécié en alimentation animale. Leur teneur représente respectivement 12,4; 6,9; 5,3 et 2,8% (Moure et al., 2006). La production en tourteaux est d'environ 270 millions de tonnes durant la même période. Le colza, le soja, le tournesol et l'arachide sont les sources protéiques les plus utilisées.

En 2005, le soja occupait la première place en termes de graines produites avec environ 182 millions de tonnes, soit plus de 57% de la production totale d'oléagineux, devant le colza (36,7 millions de tonnes), l'arachide (23,7 millions de tonnes) et le tournesol (21,4 millions de tonnes) (Montfort, 2005).

De tout le temps, les besoins en protéines sont énormes et les protéines végétales sont de plus en plus demandées. Le déficit mondial en protéines est chiffré en millions de tonnes (FAO, 2006 Il devient intéressant d'améliorer et d'intensifier les sources actuelles. L'étude de l'extractabilité des protéines du tourteau de canola/colza pourrait probablement contribuer à satisfaire les besoins en protéines rendus croissants par l'expansion de la population mondiale.

2.1.2. Conséquences de la malnutrition dans le monde

La malnutrition est généralement une nutrition non adéquate qui est causée par une suralimentation, une sous-alimentation ou un déséquilibre alimentaire. La malnutrition protéique est un déséquilibre de l'état nutritionnel dans lequel les protéines font défaut. Lorsque la carence en protéines est associée à un autre aliment énergétique, glucides et

lipides, on parle de malnutrition protéino-énergétique (Deen et al., 2003). Le kwashiorkor et le marasme sont deux exemples de malnutritions protéique et protéino-énergétique (OMS, 2000; Deen et al., 2003).

Dans les pays en voie de développement, l'apport en huiles et en protéines alimentaires demeure insuffisant. On note pour cela une répercussion sur la nutrition et la santé des populations. A cela s'y ajoute une absence d'entreprises de transformation des protéines végétales en milieu rural comme parfois en milieu urbain (FAO/WHO, 2007).

Un besoin s'impose alors pour réduire les carences chez les enfants et la consommation des protéines animales.

2.2. Métabolisme des protéines

Les protéines sont des polypeptides ayant un ordre déterminé de résidus d'acides aminés reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes appelées liaisons peptidiques. La fonction première des protéines présentes dans un aliment est d'apporter les acides aminés par des processus digestifs pour la synthèse des protéines corporelles et d'autres substances azotées (Godon, 1996).

Les protéines étant biopolymères d'acides aminés, les besoins en protéines se résument aux besoins en acides aminés. Parmi les acides aminés qui constituent les protéines, huit sont indispensables à l'homme et doivent provenir nécessairement des protéines alimentaires. Il s'agit de la lysine, la thréonine, la méthionine, la leucine, l'alanine, la phénylalanine, la valine et du tryptophane. En plus de ces huit acides aminés, le nourrisson a besoin d'un apport alimentaire en histidine. Ces besoins diminuent avec l'âge et représentent environ le 1/10 en poids chez l'adulte (FAO/WHO, 2007). Chez le jeune, une composante de croissance doit être ajoutée. La femme enceinte et la femme allaitante ont un besoin supplémentaire. Le **Tableau 2.1** indique chez l'être humain les teneurs en acides aminés essentiels conseillés par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) (FAO/WHO, 2007).

Tableau 2. 1: Besoins humains en acides aminés (FAO/WHO, 2007)

| Acides aminés essentiels | Besoins quotidiens (mg/kg/j) |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| Isoleucine | 30 |
| Leucine | 59 |
| Lysine | 45 |
| Méthionine + Cystéine | 22 |
| Phénylalanine + Tyrosine | 35 |
| Thréonine | 23 |
| Tryptophane | 6 |
| Valine | 39 |
| Histidine | 15 |

2.3. Valeur nutritionnelle des protéines et méthodes de mesure : généralités

La valeur nutritionnelle des protéines d'un aliment peut être définie comme étant l'aptitude de cet aliment à satisfaire aux besoins quantitatifs et qualitatifs de l'organisme en matières azotées. En période d'entretien, les apports en protéines servent essentiellement à couvrir les dépenses azotées entraînées par le renouvellement des tissus et la synthèse de certains composés dans le bon fonctionnement de l'organisme (enzymes, hormones). Il existe une relation étroite entre la valeur nutritionnelle d'une protéine et ses propriétés physico-chimiques et fonctionnelles. Il s'agit de la teneur en protéines, la qualité des protéines, la disponibilité des acides aminés qui elle, dépend de la digestibilité des protéines.

2.3.1. Teneur en protéines

Le besoin en protéines est de 14 à 25% de la matière sèche du régime suivant l'espèce et l'état physiologique. Les protéines ne peuvent être remplacées par d'autres nutriments comme les glucides et les lipides.

2.3.2. Qualité de la protéines et disponibilité des acides aminés

La qualité, la valeur ou l'équilibre d'une protéine alimentaire dépend de sa composition en acides aminés. Une protéine équilibrée ou de haute qualité contient tous les acides aminés essentiels en proportions correspondant aux besoins de l'organisme humain. Les protéines d'origine animale sont généralement de meilleures qualités que celles d'origine végétale

(Godon, 1996). En effet, les matières protéiques animales ne renferment presque pas de substances antinutritionnelles par rapport aux protéines végétales.

La moins bonne digestibilité de certaines protéines peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que la conformation de la protéine, les interactions protéines-substances antinutritionnelles, les interactions protéines-lipides et les effets de traitements thermiques et de traitements alcalins (Johannes et al., 2003).

2.3.3. Facteurs pouvant influencer la digestibilité des protéines

Les facteurs qui influencent la digestibilité des protéines sont classés en deux catégories : les facteurs intrinsèques et les facteurs extrinsèques. Les facteurs intrinsèques sont ceux propres à l'aliment. Ce sont des facteurs qui font partie des constituants de l'aliment. Parmi ces facteurs, on peut citer les substances antinutritionnelles présentes dans l'aliment et la conformation de la protéine.

Les substances antinutritionnelles limitant la digestibilité des protéines sont dites antiprotéinogéniques. Elles agissent sur les protéines en formant des interactions avec elles. Les traitements thermiques et alcalins favorisent ces interactions. La conséquence est la baisse de la biodisponibilité des acides aminés qui sont bloqués dans différentes réactions. Parmi les substances antiprotéinogéniques, on peut citer les inhibiteurs de protéases, les phytates et les composés phénoliques. Les facteurs extrinsèques sont dus aux différents traitements technologiques subis par l'aliment. Parmi les facteurs extrinsèques, on peut citer les traitements thermiques, les traitements alcalins, le broyage, etc.

2.3.3.1. Interactions protéines-phytates

L'acide phytique est très répandu dans le règne végétal. Présent dans un aliment, il peut former des complexes avec les protéines et les cations divalents. L'interaction entre phytates et protéines conduit à la diminution de la solubilité des protéines qui deviennent non digestibles par les protéases. La formation de complexe protéine-phytate a plus tendance à prendre place en milieu acide (**Figure 2.1**) (Graf, 1986). A un pH inférieur au pHi, les groupements lysyl, histidyl et arginyl des protéines sont chargés positivement et

dans ce cas il y a de faibles possibilités d'interactions électrostatiques. Lorsque le pH est supérieur au pH_i , les protéines et les phytates sont chargées négativement, les phytates se fixent sur les protéines à travers les ions divalents tels que le calcium, le magnésium, le cuivre, etc. L'acide phytique peut également se complexer aux groupements α -aminés à cause de leur protonation en dessous de pH 10.

Les complexes protéines-phytates peuvent se former pendant le processus de transformation de l'aliment et pendant la digestion conduisant à la diminution de la valeur nutritionnelle des protéines alimentaires.

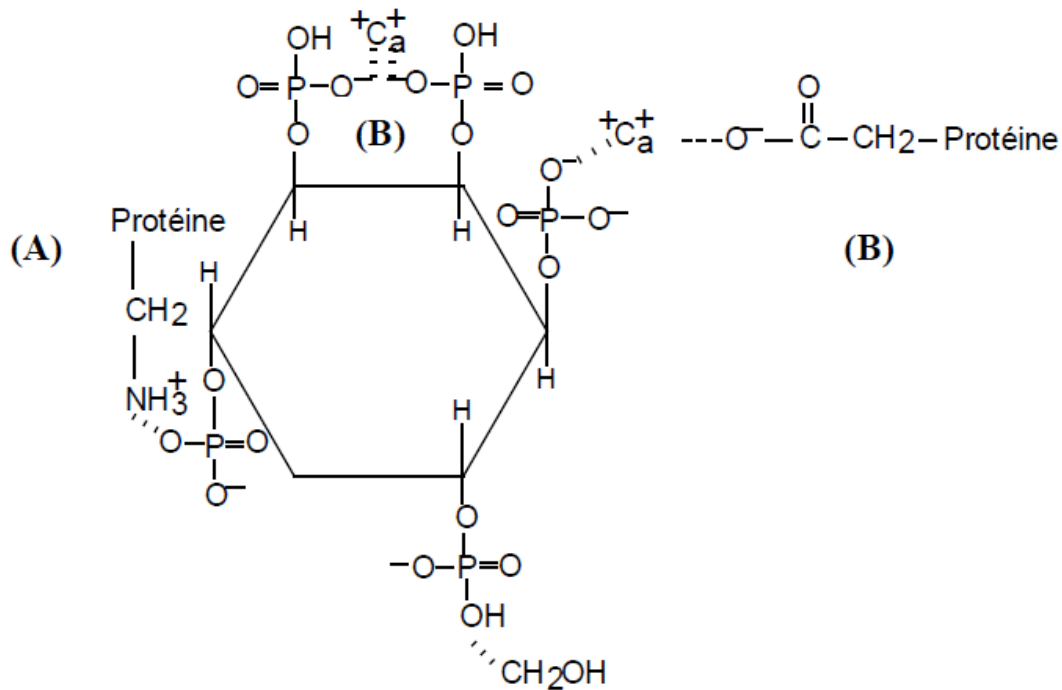


Figure 2. 1: Interaction protéines-phytates à pH acide (A) et à pH basique (B)

(Graf, 1986)

2.3.3.2. Interaction protéines-composés phénoliques

Les composés phénoliques comme l'acide chlorogénique sont largement présents dans les graines oléagineuses. Grâce à leurs nombreux groupements hydroxyles, ils ont une grande

aptitude à se lier aux protéines avant et pendant la digestion, diminuant ainsi la biodisponibilité. Ces interactions sont favorisées par des traitements thermiques et alcalins excessifs (Zaidi et al., 2009).

L'oxydation des composés phénoliques dans les aliments peut avoir lieu pendant les opérations de solubilisations des protéines suite à un traitement alcalin excessif (pH supérieur à 10). Ce phénomène entraîne un brunissement de l'aliment, ce qui pose des problèmes technologiques dans les industries alimentaires. Lorsque l'oxydation des composés phénoliques a lieu sous l'action des enzymes présents dans les aliments, on lui donne le nom de brunissement enzymatique. Par contre, lorsqu'elle se déroule à pH et à des températures élevées, elle correspond au brunissement non enzymatique. Dans les deux cas, on aboutit à des formations des quinones qui vont se condenser aux groupements aminés tels que la lysine, la cystéine, la méthionine et le tryptophane (Hurrell et Finot, 1982). Cette condensation entraîne l'indisponibilité biologique de certains acides aminés essentiels et la formation de composés bruns (Zaidi et al., 2009).

2.3.3.3. Interaction protéines-tanins

Les tanins sont des composés polyphénoliques qui se subdivisent en deux groupes : les tanins hydrolysables et les tanins condensés. Ce sont ces derniers que l'on retrouve dans les graines de céréales et de légumineuses, principalement localisés dans les téguments des graines. Leurs effets biologiques sont dus à leur capacité à se complexer avec les protéines alimentaires et / ou les enzymes. Ils sont aussi responsables d'une baisse de digestibilité des protéines chez le porc (Perez et Bourdon, 1992) et d'une augmentation des pertes endogènes par une abondante sécrétion du mucus (Sell et al., 1985) et d'enzymes digestives (Jansman et al., 1993). Leurs interactions avec les acides aminés se déroulent aussi comme indiqué à la **Figure 2.2**. Les tanins influencent significativement la digestibilité in vivo des protéines lorsque l'aliment est à 10% de protéines. Cet effet n'est pas observé lorsque la teneur en protéines de l'aliment est de 20% (Li et al., 2003).

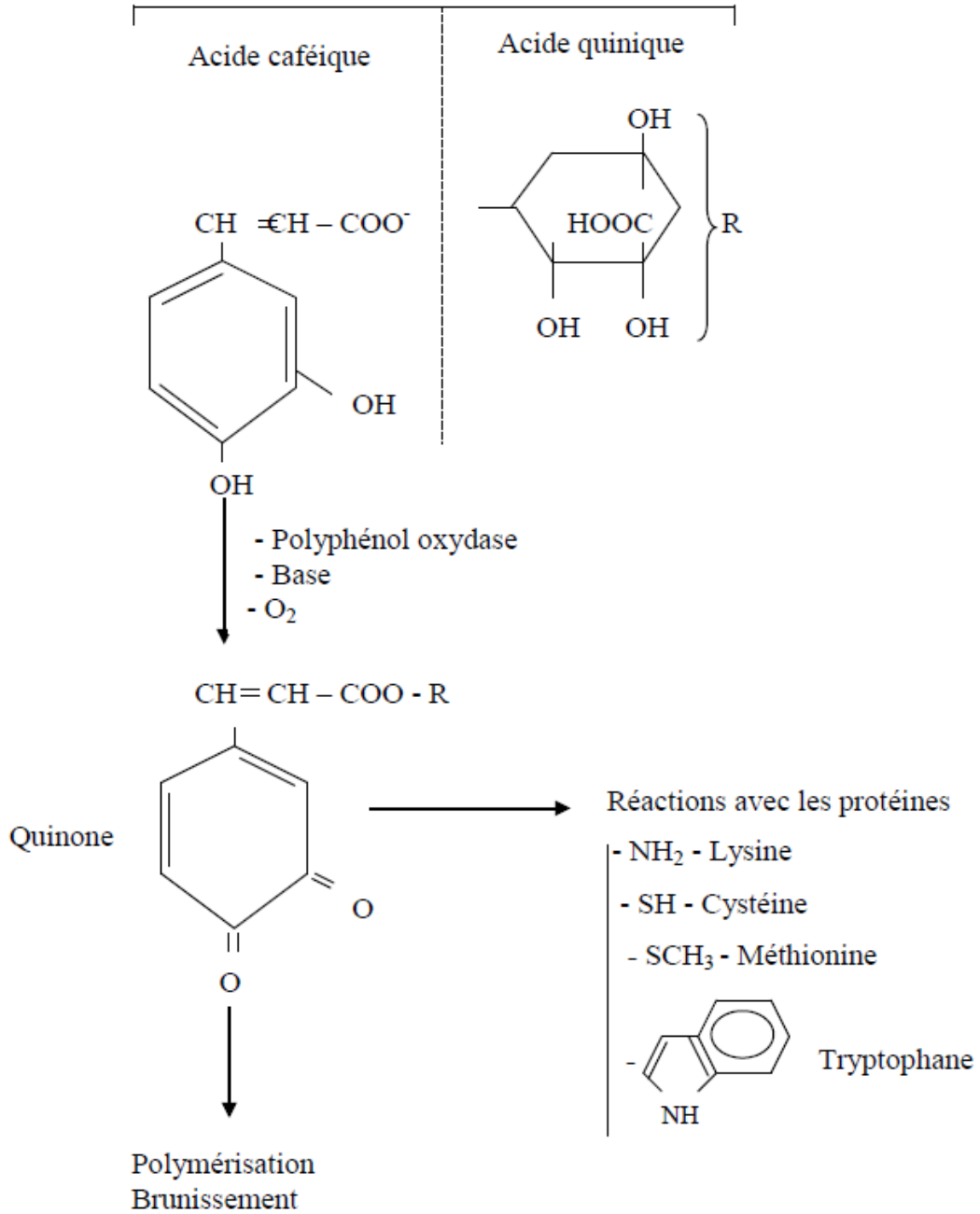


Figure 2. 2: Réactions des composés phénoliques (cas de l'acide caféique) avec les protéines (Hurrel et al., 1982).

2.3.3.4. Traitements thermiques

La cuisson des graines réduit leur teneur en substances antinutritionnelles, mais diminue la disponibilité de certains acides aminés en occurrence la lysine. En présence de sucres réducteurs, les traitements thermiques entraînent des interactions protéines-glucides appelées réactions de Maillard. Elles commencent par la condensation entre un groupement aminé (NH_2) de la lysine et un glucide réducteur. Il se forme une base de Schiff instable qui s'isomérise en aldosylamine ou en cétosylamine. Ces derniers donnent après hydrolyse les produits d'Amadori ou de Heyns qui se complexeront et donneront des pigments bruns appelés mélanoides. La lysine est le principal acide aminé dont la biodisponibilité est réduite (Moughan et Rutherford, 2008). La **Figure 2.3** montre la formation des produits d'Amadori et de Heyns.

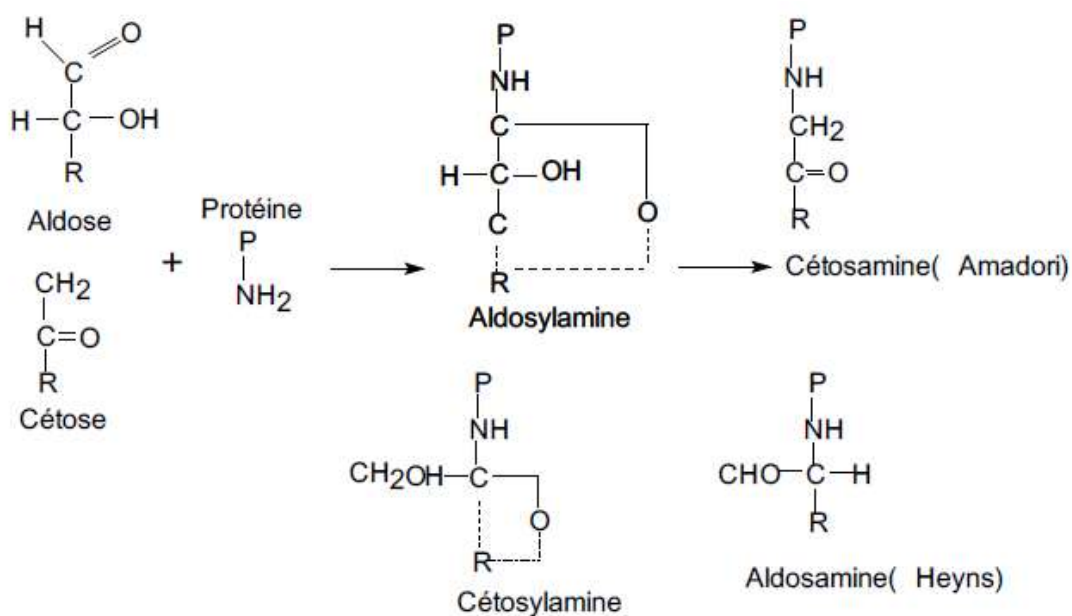


Figure 2. 3: Réaction de formation des produits d'Amadori et de Heyns (réaction de Maillard).

2.3.3.5. Traitements alcalins

Les traitements alcalins appliqués aux aliments pour augmenter leur solubilité peuvent avoir des conséquences néfastes sur leur valeur nutritionnelle. Les traitements alcalins entre pH 10 et pH 11 causent moins de dégâts sur les protéines. Au-dessus de pH 11, on note l'oxydation de la méthionine, de la cystéine et du tryptophane et des interactions entre acides aminés, la destruction de la lysine, la sérine, l'arginine et l'histidine (Friedman, 1996).

Au cours des traitements alcalins et thermiques, il y a formation de la déhydroalanine (DHA) suite à la dégradation de la lysine. La DHA favorise la mise en place des ponts inter et intra moléculaires, ce qui résulte en la lysinoalanine (**Figure 2.4**). Par son groupement NH₂, la lysine, peut aussi réagir avec les dérivés d'oxydation des polyphénols (Moughan et Rutherford, 2008).

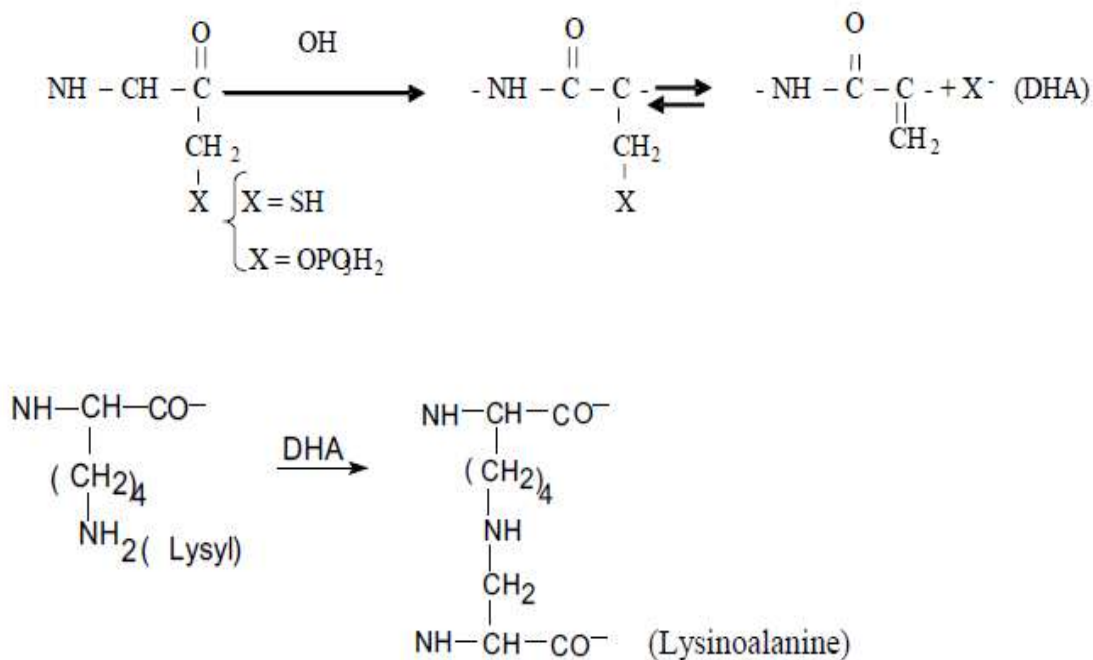


Figure 2. 4: Équation de formation de la déhydroalanine (DHA) et de la lysinoalanine.

2.3.3.6. Traitements mécaniques : le broyage

Le broyage est un traitement mécanique qui entraîne l'obtention de particules de granulométries différentes. Il peut s'effectuer par écrasement-friction (meules) ou compression-cisaillement (broyeur à cylindres). Le broyage a pour objectif d'obtenir un mélange plus homogène et plus stable (Melciom, 2000). De nombreux travaux sur le broyage des graines mettent en exergue le rôle alimentaire de la granulométrie comme facteur de variation de la valeur alimentaire (Guillou et Landreau , 2000). Lebas (2000) a montré que le broyage des oléagineux comme le canola entraîne la réduction de la taille des particules, ce qui peut favoriser l'accessibilité des substrats aux enzymes digestives.

2.4. CANOLA: Étude de cas

2.4.1. Généralités

Le colza (*Brassica napus L.*), plante à fleurs jaunes appartenant à la famille des crucifères, est un hybride naturel du chou (*Brassica oleracea L.*) et de la navette (*Brassica campestris L.*). Cultivé depuis l'antiquité, sa culture s'étend aujourd'hui dans de nombreux pays aux climats tempérés. Il existe, dans le monde, plus de 3000 variétés de colza mais seulement deux d'entre elles sont majoritairement cultivées : le colza d'hiver particulièrement présent en Europe et le colza de printemps essentiellement retrouvé au Canada sous le nom de « canola » (CANada Oil Low Acid) (Statistiques Canada 2010).

De par sa teneur relative protéine-amidon-lipide, le canola entre dans la catégorie des oléagineux au même titre que le soja, le coton, le tournesol et l'arachide. Les oléagineux se distinguent des céréales (blé, maïs, avoine, orge, sorgho, etc.) ou des légumineuses (pois, féverole, lupin, etc.) par une teneur élevée en huile, une absence d'amidon et une teneur plus élevée en composés divers (glucides solubles, minéraux, composés azotés non protéiques et composés antinutritionnels) (Godon, 1996). Ainsi et comme la plupart des oléagineux, le canola est cultivé pour l'huile de ses graines (teneur comprise entre 35 et 40%) dont les applications sont essentiellement alimentaires.

2.4.2. Production de graines et d'huile de canola

L'huile de canola est principalement utilisée dans l'alimentation humaine. Elle est également valorisée dans des usages non alimentaires. En substitution aux ressources fossiles, l'huile de canola constitue une ressource « énergétique » renouvelable, biodégradable et respectueuse de l'environnement. De nombreux produits provenant de l'huile de canola tels que des biolubrifiants, des peintures, des vernis, des encres, des produits cosmétiques, des revêtements ou des détergents ont aussi vu le jour. Ceci est dû au fait que l'acide érucique est un acide gras de formule C 22 : 1 dont les caractéristiques sont assez proches des molécules issues de l'industrie pétrolière.

Au troisième rang derrière l'huile de soja et de palme, l'huile de canola/colza représente 14% de la production mondiale d'huile (Statistiques Canada 2010). Depuis 2006, la production est sur une pente ascendante et, en 2008, a dépassé les 10 millions de tonnes.

2.4.3. Sélections et modifications génétiques du colza

L'augmentation de la production de graines oléagineuses a été possible, d'une part, grâce à l'augmentation des surfaces cultivées et, d'autre part, grâce aux travaux de sélection génétique. Ces derniers ont permis de cultiver des variétés d'oléagineux plus résistantes aux maladies (principalement le phoma) et plus riches en huile d'où une amélioration significative des rendements.

Le canola cultivé de nos jours a été sélectionné dans les années 70/80 afin que ses graines soient exemptes d'acide érucique, un acide gras favorisant les maladies cardiovasculaires et cancérogène, et quasi-exemptes de glucosinolates (10 – 15 μ moles/g de graine), des composés soufrés responsables de problèmes d'inappétence et de désordres physiologiques chez les monogastriques (Lee et al., 1984). Les travaux de modifications génétiques réalisés sur les plantes sont généralement entrepris afin d'obtenir des graines de composition plus stable et mieux correspondant aux besoins des industriels et/ou du consommateur.

2.4.4. Procédé d'extraction de l'huile des graines.

Le procédé d'extraction de l'huile est divisé en trois étapes principales : la trituration des graines, l'extraction de l'huile résiduelle et le raffinage de l'huile. La trituration permet de récupérer d'une part l'huile brute de pression après aplatissage des graines, cuisson des flocons obtenus et pression des flocons séchés et d'autre part, un tourteau dit « gras » car il n'est pas complètement déshuilé (les écailles de presse contiennent encore 12 à 15% d'huile). La récupération de l'huile résiduelle du tourteau gras est effectuée en deux étapes. Tout d'abord, une extraction chimique du tourteau gras est réalisée avec un solvant apolaire de qualité alimentaire, l'hexane, dans lequel l'huile est miscible. Il se forme alors un mélange solvant- huile appelé miscella. Par la suite, l'huile résiduelle, dite d'extraction, est récupérée par distillation du miscella. Les huiles de pression et d'extraction sont alors raffinées (réduction des pesticides, neutralisation du goût, décoloration et désodorisation) afin d'éliminer les impuretés et améliorer les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de l'huile (Baudet et al., 1988). Ces étapes conduisent aussi à la production d'un coproduit, un tourteau déshuilé contenant approximativement 3% d'huile. Ce tourteau est désolvaté à la vapeur pour être commercialisé et le solvant est recyclé.

La production d'huiles alimentaires ou non alimentaires constitue le principal débouché du canola cultivé. Cependant et tel que souligné par Godon (1996), l'avenir économique d'un produit dépend de ses caractéristiques propres mais également du sort qui est réservé à la commercialisation de ses coproduits. Ainsi, la valorisation du tourteau de canola est un enjeu majeur pour le développement des cultures de canola.

2.5. Tourteau de canola

2.5.1. Matière première riche en protéines

Le tourteau de canola/colza est une matière végétale relativement riche en protéines. En effet, il renferme la quasi-totalité des protéines de la graine dont la teneur est comprise entre 21 et 24%, N 6,25); celles-ci se retrouvant simplement concentrées (Godon, 1996).

C'est une matière première peu onéreuse sur le marché. C'est pourquoi, ce coproduit est essentiellement destiné à l'alimentation des animaux d'élevage.

Le tourteau de canola fait partie des matières protéiques végétales (MPV) définies comme étant « des produits alimentaires obtenus à partir d'oléagineux par une réduction ou une élimination de certains des principaux constituants non protéiques, de manière à obtenir une teneur protéique (N 6,25) de 40% ou plus ; cette valeur étant calculée sur sec (Godon, 199). Plus précisément, le tourteau de colza est une farine végétale, MPV dont la teneur en protéines est comprise entre 40 et 65% (sur une base sèche). Les farines de tourteau de colza sont majoritairement composées de fibres (30 – 55%) et de protéines mais contiennent également des lipides résiduels ($\approx 3\%$), des sucres solubles ($\approx 7\%$), des minéraux ($\approx 8\%$) et des petites molécules non-protéiques appelées composés antinutritionnels (glucosinolates, composés phénoliques et acide phytique) ($\approx 5\%$). Il existe une certaine variabilité de la composition des farines de tourteau de colza essentiellement due à une différence de la variété de colza utilisée, des conditions de culture et du climat (Schwenke, 1994). Ces composés antinutritionnels engendrent une coloration non désirée d'où la justification du blanchiment au peroxyde d'hydrogène.

2.6. Blanchiment au peroxyde d'hydrogène

2.6.1. Généralités sur le peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène, plus connu sous le nom d'eau oxygénée, est un liquide incolore utilisé principalement en tant qu'agent de blanchiment de la pâte à papier et des fibres textiles (oxydant) et comme intermédiaire de synthèse. Le chimiste français Thénard a identifié le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) en 1818 à la suite d'expériences sur le peroxyde de baryum. Cette découverte est à l'origine de la première méthode industrielle de préparation du peroxyde d'hydrogène (HP), entre 1870 et 1880.

HP est un agent de blanchiment qui peut être utilisé avec succès pour décolorer le tourteau et ses dérivés (Aider & Barbana, 2011). En effet, les peroxydes sont considérés comme d'importants réactifs de blanchiment des produits cellulosiques. Il s'agit d'un liquide clair,

légèrement plus visqueux que l'eau, incolore en solution, aux puissantes propriétés oxydantes. C'est un agent blanchissant efficace. Le peroxyde d'hydrogène est un liquide incolore avec un goût amer et il est très soluble dans l'eau (Aider & Barbana, 2011). La forte électronégativité des deux atomes d'oxygène rend du peroxyde d'hydrogène un agent oxydant puissant (Aider & Barbana, 2011). Quand il se décompose, le peroxyde d'hydrogène forme de l'eau et libère de l'oxygène, ce qui le rend respectueux de l'environnement, car c'est un oxydant propre.

2.6.2. Principes de blanchiment par le peroxyde d'hydrogène

Le blanchiment consiste en la neutralisation des chromophores se trouvant dans les pigments des cellules végétales. Le chromophore est un ensemble d'atomes formant une molécule possédant des chaînes étendues conjuguées d'une alternance de liaisons simples ou doubles comprenant souvent des hétéroatomes. Ce chromophore, en interagissant avec le rayon lumineux, est responsable de la couleur du pigment (Joiner, 2006).

Il existe plusieurs procédés de blanchiment qui peuvent être classés en deux catégories : décolorants oxydants et décolorants réducteurs. La première catégorie cause une rupture des liaisons chimiques composant le chromophore, ce qui mène à sa destruction (Zeronian & Inglesby, 1995). La deuxième catégorie réagit comme agent réducteur qui convertit les doubles liaisons du chromophore en des liaisons simples, éliminant ainsi la capacité de ce dernier à absorber la lumière visible (Zeronian & Inglesby, 1995).

Malgré que HP présente les deux propriétés d'oxydation et de réduction, il est rarement utilisé comme agent réducteur. Ce cas se présente lorsqu'il est combiné avec des agents oxydants très puissants, dans une réaction qui produit de l'oxygène gazeux.

Néanmoins, dans le cas général, H_2O_2 est utilisé comme agent oxydant fort pour le blanchiment de différents types de matériaux. En effet, la formation des radicaux libres et de l'anion perhydroxyle est une condition qui favorise la réaction de blanchiment par oxydation en utilisant le peroxyde d'hydrogène. Concernant l'anion perhydroxyle, il cause une attaque nucléophile qui altère et détruit les groupes chromophores de la lignine. Pour ce

qui est des radicaux libres, leur formation requiert le transfert d'un électron d'un donneur au peroxyde.

Le taux de décomposition de HP dépend de la température du milieu de la réaction. Il est généralement convenu que le taux de décomposition de HP double chaque fois que la température augmente de 10°C (équation d'Arrhenius). En outre, le taux de décomposition de HP s'autoaccélère en raison de la nature exothermique de la réaction.

Une bonne application du blanchiment doit se faire avec une certaine optimisation des conditions de travail. C'est en effet ce souci d'optimisation qui explique l'utilisation de la méthode des surfaces de réponse pour définir les conditions optimales de blanchiment du tourteau de canola.

2.7. Mesure de la couleur

La couleur de surface est la première sensation que le consommateur perçoit et utilise comme un outil pour accepter ou refuser la nourriture. L'observation de la couleur permet ainsi la détection de certaines anomalies ou des défauts que peuvent présenter les produits alimentaires (Abdullah et al., 2004) .

La détermination de la couleur peut être réalisée visuellement (humain) ou par inspection en utilisant un instrument de mesure de couleur. Bien que l'inspection humaine soit très robuste même en présence de variations de la lumière, la détermination de la couleur est dans ce cas, subjective et extrêmement variable d'un observateur à un autre.

Afin de procéder à une analyse plus objective de couleur, des étalons sont souvent utilisés comme matériel de référence. À l'heure actuelle, les espaces de couleur et les valeurs numériques sont utilisées pour créer, représenter et visualiser des couleurs en deux et trois dimensions d'espace (Trusel et al, 2005). Habituellement, la couleur des aliments est mesurée en $L^* a^* b^*$. L'espace colorimétrique est une norme internationale pour les mesures de couleur, adoptée par la Commission internationale d'éclairage (CIE) en 1976. L^* représente la luminance qui varie de 0 à 100 et les paramètres a^* (du vert au

rouge) et b^* (du bleu au jaune) sont les deux composantes chromatiques, qui vont de -120 à 120 (Papadakis et al., 2000). Le $L^* a^* b^*$ est l'espace perceptuellement uniforme, c'est-à-dire, la distance euclidienne entre les deux couleurs différentes correspondant à peu près à la différence de couleur perçue par l'œil humain (Hunt, 1991). Afin de procéder à une caractérisation détaillée de l'image d'un produit alimentaire et plus précisément évaluer sa qualité, il est nécessaire de connaître la valeur de couleur de chaque pixel de sa surface. L'obtention de la meilleure couleur implique l'optimisation du processus de blanchiment d'où l'utilisation de la méthode des surfaces de réponse.

2.8. Méthode des surfaces de réponse (MSR)

2.8.1. Définition et principe

En général, on appelle surface de réponse la représentation géométrique de la réponse d'un processus physique spatio-temporel aléatoire à des variables stimuli. La propriété étudiée, ou réponse Y , résulte alors du transfert par une fonction de réponse explicite, ou fonction de transfert, des variables d'entrée du système, le changement de valeurs de ces variables entraîne un changement de la valeur de la fonction de réponse. Les modèles expérimentaux des surfaces de réponse prennent en considération le choix des variables stimuli ou variables indépendantes, la définition des périodes d'observation et le calcul d'erreur. Les variables d'entrée, stimuli représentatifs du phénomène, sont notées X_i ($i = 1; \dots; n$) et sont aussi appelées variables de base du phénomène. Le transfert des variables stimuli est présenté à la **Figure 2.5**.

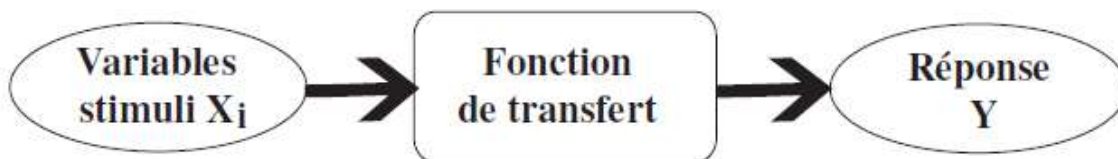


Figure 2. 5: Schéma de la fonction de transfert.

En général, la forme explicite de cette fonction de transfert en fonction des variables de base est inconnue et la recherche d'une approximation, appelée fonction de réponse, devient nécessaire. La représentation géométrique de la fonction de réponse sous la forme

d'une courbe ou d'une surface est appelée surface de réponse. En termes de fiabilité, l'introduction d'outils géométriques comme les lignes de niveau relatives à cette surface est très utile et traduit la frontière entre le domaine de défaillance et le domaine de sécurité.

2.8.2. Historique de la méthode des surfaces de réponse

Au cours des années 50, les chimistes Box et Wilson ont développé le concept de surface de réponse en s'appuyant sur les techniques de régression analytique et la conduite d'expériences. Le choix des variables stimuli et l'affectation de leur poids relatif étaient des points essentiels dans la méthodologie M.S.R. L'objectif commun est de chercher la meilleure fonction pour transférer les variabilités d'un ensemble de variables stimuli afin de représenter les variations d'une réponse. La construction des fonctions de réponse du type analytique, sous certaines conditions de régularité, est essentiellement basée sur des formes polynômiales. De nombreux modèles potentiels sont apparus durant les dernières décennies et le modèle de référence, qui constitue un apport théorique bien structuré, est le modèle optimal sous contraintes dans le cas de fonctions linéaires. Une bonne optimisation des conditions de blanchiment assure une excellente coloration des isolats issus de l'extraction des protéines du tourteau.

2.9. Extraction et purification des protéines

L'extraction des protéines est un moyen efficace pour séparer et récupérer les protéines des autres constituants non protéiques dans les produits initiaux pour avoir un mélange homogène et riche en protéines. Pour isoler une certaine protéine dans ce mélange, on applique une méthode dite purification de protéines. L'objectif de l'extraction et de la purification des protéines est de faciliter l'étude des propriétés de structure fonctionnalité de certaine protéine et en conséquence obtenir un produit convenable à l'utilisation dans les systèmes alimentaires. En effet, L'extraction et la purification de protéines de coproduits constituent un moyen efficace pour les valoriser.

2.9.1. Principales étapes nécessaires à l'extraction des protéines

Afin d'extraire les protéines de produits solides ou semi-solides, la première étape consiste à les solubiliser dans un solvant approprié. L'objectif de cette première étape est de faire passer sélectivement la fraction protéique d'intérêt en solution et de maintenir les autres constituants en suspension. Le choix du solvant dépend de sa capacité à solubiliser la ou les fractions de protéines ciblées. Par exemple, il est connu qu'on peut fractionner une solution protéique en utilisant de l'eau distillée (albumines), une solution à 5% de NaCl (globulines), une solution eau-éthanol à 60-90% (prolamines ou gliadines), ou encore une solution de 0,4% de NaOH (glutélines). Pour extraire des protéines des plantes ou des graines de maïs, l'utilisation d'une solution aqueuse alcaline a souvent été recommandée (Coffman et Garcia 1977). L'extraction des protéines peut également être effectuée par hydrolyse enzymatique. L'efficacité de cette méthode dépend de l'action des enzymes utilisées (donc de la variété des enzymes : protéolytiques, collagénolytiques ou élastolytiques) qui a pour but de libérer les protéines de leurs matrices et donc d'améliorer leur solubilité sans pour autant provoquer leur dénaturation. Même si le rendement d'extraction est très élevé, cette méthode reste assez coûteuse et difficile à contrôler. Une fois les protéines en solution, il est tout d'abord nécessaire de les purifier afin d'éliminer les impuretés, puis de les concentrer en éliminant l'eau en excès.

2.9.2. Concentration/purification des protéines par précipitation

La purification des protéines à l'échelle industrielle peut également s'effectuer par précipitation sélective des protéines. Cette précipitation peut être provoquée par plusieurs méthodes en jouant sur le pH ou par l'ajout d'électrolytes.

Si les protéines en solution sont électriquement chargées de la même façon, elles ont tendance à se repousser et à rester solubles. Au contraire, si elles sont électriquement neutres, cette répulsion disparaît et leur agrégation devient possible, ce qui peut conduire à leur précipitation. Ce phénomène peut se produire en jouant sur le pH et en le déplaçant au point isoélectrique pI (i.e. de charge nulle) des protéines. L'ajout d'électrolytes (sels très solubles qui ne modifient pas le pH) conduit à un résultat similaire, mais par un effet

d'écran, l'augmentation de la force ionique de la solution atténue les répulsions électrostatiques : les cations peuvent donc « neutraliser » les charges négatives des chaînes latérales des acides aminés, alors que les anions « neutralisent » les charges positives, ce qui permet aux protéines de s'agréger et réduit substantiellement leur solubilité. Dans les deux cas, pH ou électrolytes, les protéines d'un mélange ne précipiteront pas toutes en même temps puisque leurs points isoélectriques (pI) respectifs ou bien le nombre et la nature de leurs charges à $\text{pH} \neq \text{pI}$ ne sont pas identiques. Ce type de précipitation s'appelle « précipitation différentielle » ou « précipitation fractionnée ». Il est considéré comme une précipitation « douce » car il préserve généralement l'intégrité fonctionnelle des protéines.

2.9.3. Propriétés fonctionnelles des protéines

Les propriétés fonctionnelles sont l'ensemble des propriétés physiques et chimiques affectant le comportement des protéines dans une formulation lors de la production, l'entreposage et la consommation de produits alimentaires (Kilara, 1984). La connaissance des propriétés fonctionnelles d'un ingrédient permet d'améliorer les procédés de fabrication des aliments, car elle donne accès à son domaine d'utilisation et permet de prévoir ses principaux effets dans une formulation. Elle permet aussi la comparaison de différents ingrédients en concurrence. Les propriétés font principalement intervenir les liaisons chimiques suivantes :

- les liaisons « hydrogène » qui s'établissent entre un atome électronégatif possédant un doublet électronique et un atome d'hydrogène. C'est par exemple le cas entre les chaînes peptidiques et les résidus de glutamine. Ce sont aussi les liaisons hydrogène qui régissent les interactions des protéines avec l'eau et qui influencent leur solubilité.
- les interactions électrostatiques qui s'établissent entre les acides aminés anioniques (acide glutamique et acide aspartique) et les acides aminés cationiques (lysine, histidine, arginine et tyrosine). Ce type de liaison est très dépendant du pH.
- les interactions hydrophobes qui s'établissent entre les acides aminés branchés (valine, leucine, isoleucine), les acides aromatiques (tryptophane et phénylalanine) des protéines et les graisses. Elles sont responsables des propriétés émulsifiantes et moussantes.

- les liaisons covalentes (ponts disulfures, isopeptides de type g-glutamyl-e-lysine et lysinoalanine, etc.) qui assurent une certaine rigidité à la matrice protéique.

Un des objectifs que nous nous sommes fixés dans ce travail est d'estimer les propriétés fonctionnelles des protéines extraites du tourteau blanchi afin de les positionner par rapport à des protéines commerciales de référence. Dans cette partie, nous décrivons les méthodes citées dans la littérature pour caractériser les fonctionnalités des protéines. Il s'agira ensuite de choisir les plus adaptées au cas des protéines étudiés dans ce travail. La diversité des méthodes de caractérisation des propriétés techno-fonctionnelles n'a toujours pas disparu à ce jour, mais on peut cependant en distinguer un certain nombre qui sont reprises par la majorité des travaux publiés.

2.9.3.1. Formation et stabilisation des émulsions

Une émulsion est une dispersion colloïdale de gouttelettes de liquide dans une phase continue dans laquelle elles sont immiscibles. D'un point de vue quantitatif, une émulsion est caractérisée par la fraction volumique de la phase dispersée (ϕ) et la distribution de tailles des gouttelettes qui peut être assez large. Le processus de formation d'une émulsion s'appelle l'émulsification. L'émulsification consiste donc à transformer un système à deux phases séparées en un système pseudo-homogène caractérisé par une aire interfaciale importante (McClements, 1999). La plupart des émulsions alimentaires sont du type « huile dans eau » (H/E), mais parfois aussi du type « eau dans huile » (E/H). Dans la plupart des cas, le diamètre des gouttelettes est compris entre 0,1 et 50 μm , avec un degré variable de dispersion autour d'une valeur moyenne. La formation de gouttelettes émulsifiées se traduit donc par la création d'une aire interfaciale qui augmente proportionnellement comme l'inverse du diamètre des gouttelettes pour une même quantité de phase dispersée.

2.9.3.2. La capacité émulsifiante (CE)

Une capacité émulsifiante est définie comme la quantité maximale d'huile pouvant être émulsifiée par gramme de protéine avant que ne se produise l'inversion de phase. Pour l'estimer, une solution protéique est agitée à vitesse constante pendant que l'on ajoute

continuellement de l'huile ou de la graisse fondue. L'inversion de phase peut être révélée par plusieurs indicateurs :

- le changement d'apparence visuelle : pour faciliter la détection visuelle de l'inversion de phase, Marshall et al., (1975) ont ajouté un colorant à l'huile avant émulsification ;
- la chute brutale de la viscosité (Swift et al., 1961) ;
- l'augmentation brutale de la résistance électrique (Webb et al., 1970).

2.9.3.3. Formation et stabilisation des mousses alimentaires

Une mousse est une dispersion de bulles de gaz dans une phase continue liquide ou semi-solide. Dans le cas le plus simple, il s'agit donc d'un système biphasique avec un mélange de deux phases non-miscibles (Dickinson, 1992). Il existe une grande variété de mousses alimentaires de textures très diverses telles que les mousses de foie, de viande ou de poisson, la meringue et les blancs en neige, ou encore celles issues de l'industrie laitière comme la crème fouettée et les crèmes glacées, etc. La quantité de gaz incorporé peut varier fortement selon le produit. De même, la taille des bulles varie fortement selon les produits (de quelques micromètres au millimètre) et dépend de nombreux facteurs tels que la tension superficielle et la viscosité de la phase continue, l'apport d'énergie lors de la formation de la mousse, etc. La stabilisation des interfaces eau-air nécessite la présence d'un agent de surface qui est toujours une protéine dans le cas des mousses alimentaires. Les protéines adsorbées abaissent non seulement la tension de surface, mais forment également une membrane protectrice qui peut présenter un comportement viscoélastique.

2.9.4.4. Méthodes de détermination des propriétés moussantes des protéines

Les propriétés moussantes des protéines sont en général mesurées par l'augmentation du volume initial de liquide due à l'incorporation de l'air lors de la formation de la mousse (capacité ou pouvoir moussant), puis par l'effondrement de la mousse au cours du temps (stabilité moussante) (Raymundo et al., 1998). Plusieurs méthodes ont été décrites et les différences se situent essentiellement au niveau du mode de formation de la mousse (battage ou bullage) et du type de mesure : volumétrique ou gravimétrique (Halling, 1981).

Par exemple, la capacité moussante (CM%) peut être définie à partir du volume de la mousse comme suit:

$$CM (\%) = \frac{V_m - V_l}{V_t} * 100 \quad (1)$$

où V_m et V_l sont respectivement le volume de la mousse et le volume initial du liquide et V_t représente le volume total du mélange.

CHAPITRE 3 : HYPOTHESE ET OBJECTIFS

3.1. Hypothèse

Le peroxyde d'hydrogène pourrait contribuer à améliorer le profil chromatique du tourteau de canola et des protéines qui y sont extraites. Suite à cette modification, ces tourteaux et protéines pourraient alors constituer une alternative à d'autres protéines pour l'alimentation humaine en raison de leur composition équilibrée en acides aminés, de leurs propriétés fonctionnelles améliorées et du profil chromatique compatible avec des farines usuelles. Ces farines seraient alors faciles à mélanger avec le tourteau blanchi ou les protéines qui en découlent sans altérer le profil chromatique de la farine de base; facteur essentiel pour juger du potentiel d'incorporation de ces ingrédients non conventionnels dans des matrices alimentaires.

3.2. Objectif principal

Étudier et comprendre l'effet du peroxyde d'hydrogène sur le profil chromatique du tourteau de canola et évaluer l'effet de ce traitement sur l'extractabilité des protéines à partir du tourteau blanchi et leurs propriétés fonctionnelles pour une éventuelle justification du potentiel d'utilisation de ces protéines dans les matrices alimentaires.

3.3. Objectifs spécifiques

- Optimiser par la méthode des réponses de surface (MSR) le blanchiment au peroxyde d'hydrogène du tourteau de canola.
- Trouver la combinaison optimale entre le pH et les concentrations de tourteau de canola et de peroxyde d'hydrogène.
- Déterminer la réponse optimale de L^* , a^* , b^* et l'indice de brunissement.
- Identifier le potentiel d'incorporation dans les farines ayant un profil chromatique semblable.
- Extraire les protéines à partir du tourteau blanchi.
- Étudier les propriétés fonctionnelles telles que les pouvoirs moussant et émulsifiant.
- Déterminer l'indice de peroxyde que ces isolats pourraient engendrer.

CHAPITRE 4 : MATERIEL ET METHODES

VOLET 4.1: METHODOLOGIE DE L'OPTIMISATION PAR LA MRS

4.1.1. Tourteau de canola

Le tourteau de canola utilisé dans cette étude provient de Bungee Canada, Saint-Hyacinthe, Québec. Ce tourteau est issu d'un mélange de variétés canadiennes qui sont caractérisées par une faible teneur en glucosinolates et en acide érucique. Afin d'éliminer tous les gros débris présents dans le tourteau tels les téguments et la paille, le tourteau est tamisé pour obtenir une farine de granulométrie homogène en taille de particule.

4.1.2. Peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène utilisé pour le blanchiment du tourteau a été fourni par VWR (West Chester, PA, USA).

4.1.3. Protocole de blanchiment

Le choix du procédé de blanchiment s'est orienté sur le traitement au HP à des pH variés. En effet, un tel traitement s'avère efficace dans la décoloration de nombreuses substances organiques contenant des groupes carbonyles. HP joue le rôle d'oxydant vis-à-vis des composés chromophoriques de la lignine. De plus, un blanchiment au HP limite les pertes de rendement en matière et génère des effluents non contaminés par le réactif qui se transforme en eau et oxygène. Pour cela, le tourteau de canola (TC) est mis en suspension dans une solution de HP de manière à obtenir les concentrations suivantes: 2,5; 5 et 10% (p/v). Le tourteau est alors mélangé avec des solutions diluées de HP aux concentrations suivantes: 3%, 6% et 10 % (v/v) à des pH de 3, 7 et 10. Après avoir mélangé et agité manuellement la suspension pendant 1h, les solutions ont été placées dans un four à air pulsé et réglé à une température de 60°C pendant 24 h.

4.1.4. Farines commerciales

La farine est le produit de la mouture des grains tendres de céréales qui se voient préalablement lavés. La mouture du grain comprend cinq étapes : le broyage, le blutage, le sassage, le claquage et le convertissage. Ces opérations consistent en fait à écraser chaque grain de céréales dans le but de détruire les enveloppes et le germe de la céréale. Une fois broyés, les grains de céréales se transforment en un produit de couleur crème, ce que l'on appelle couramment la « farine non blanchie ». Plus sa couleur tire vers le blanc, plus la farine se veut pure. Toutefois, elle contient nettement moins de nutriments que la farine qui porte encore des traces du grain original. Aussi, il ne faut pas confondre la farine non blanchie et pure avec la farine blanchie artificiellement avec des additifs. Le goût de la farine blanchie est certes moins naturel, mais cette dernière donnera un produit plus léger, net et à grain plus fin. La céréale la plus largement utilisée pour produire de la farine est sans contredit le blé. Toutefois, toutes les céréales et même certaines légumineuses peuvent produire de la farine. C'est le cas, entre autres, de la farine de seigle, la farine d'avoine, la farine de maïs, etc. Les farines suivantes ont été utilisées : farine blanche, farine blanche non blanchie tout usage, farine pâtissière tamisée, farine d'avoine, farine de seigle et farine de maïs. Leurs principales caractéristiques chromatiques sont présentées au **Tableau 4.1.1**.

Tableau 4.1. 1: Valeurs moyennes des tests chromatiques des farines

| Farines testés | L* | a* | b* | BI |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Farine Blanche | 95,6 ± 1.02 | 0,13 ± 0.12 | 5,12 ± 0.26 | 5,47 ± 0.27 |
| Farine blanche non blanchie tout usage | 93,09 ± 1.26 | -0,9 9± 0.10 | 12,01 ± 1.03 | 12,69 ± 0.12 |
| Farine pâtissière tamisée | 85,51 ± 1.37 | 1,39 ± 0.06 | 11,6 ± 1.01 | 15,45 ± 0.05 |
| Farine de blé entier à pâtisserie | 83,6 ± 2.01 | 1,83 ± 0.08 | 12,41 ± 0.27 | 17,33 ± 0.15 |
| Farine d'avoine | 86,81 ± 2.19 | 0,75 ± 0.04 | 10,76 ± 0.36 | 13,56 ± 0.51 |
| Farine de seigle | 84,76 ± 2.04 | 1,28 ± 0.11 | 10,05 ± 0.61 | 13,44 ± 0.64 |
| Farine de Maïs | 90,36 ± 3.18 | -1,52 ± 0.09 | 25,39 ± 0.37 | 30,85 ± 1.05 |

Ces valeurs vont être ciblées dans la seconde optimisation afin de déterminer les farines dont le profil chromatique est proche de celui du tourteau blanchi. Dans cette optimisation, il s'agira de trouver pour chaque farine la meilleure formule de blanchiment du tourteau.

4.1.5. Mesure des paramètres trichromatiques

Les paramètres trichromatiques L^* , a^* , b^* sont mesurés sur les farines et les tourteaux blanchis à l'aide d'un colorimètre (CR-300 colorimètre, Minolta Co. Osaka, Japon). Cette méthode qui consiste à quantifier les paramètres de la couleur de manière objective utilise l'espace L^* , a^* , b^* défini par la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE). Dans ce système, L^* représente la brillance ou luminance, a^* la balance vert-rouge et b^* la balance bleu-jaune. Une valeur positive de a^* et b^* correspond à un mélange de rouge et de jaune dont l'intensité relative dépend de leurs valeurs (**Figure 4.1.1**).

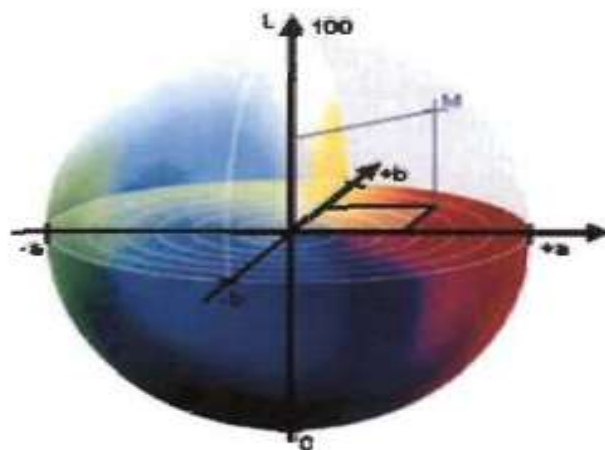


Figure 4.1. 1: Coordonnées de Couleur L^* , a^* , b^* .

Les mesures des paramètres de couleur L^* , a^* , b^* sont effectuées sur des échantillons de tourteaux blanchis et sur les différents types de farine et tassés dans des bouchons à l'aide du colorimètre. Après une calibration de l'appareil avec une plaque blanche fournie avec cet appareil, la cellule de l'appareil est directement appliquée sur le bouchon contenant le tourteau blanchi. Les mesures sont réalisées et les valeurs de L^* a^* b^* sont relevées sur le moniteur. L'indice de brunissement est déterminé selon les équations suivantes:

$$X = \frac{a^* + 1.75L^*}{5.645L^* + a^* - 3.012b^*} \quad (2)$$

$$BI = \frac{100(X - 0.31)}{0.17} \quad (3)$$

4.1.6. Conception expérimentale

Afin de trouver les conditions optimales du blanchiment du CM avec HP en ne réalisant qu'un nombre limité d'expériences, nous avons utilisé la théorie des plans d'expérience basés sur la méthode de Box-Behnken. Nous avons choisi un modèle quadratique permettant la recherche d'un optimum en faisant varier un grand nombre de facteurs (variables indépendantes). Le plan expérimental proposé permet de faire varier les principaux facteurs du blanchiment, à savoir le pH (3, 7 et 10), les concentrations de HP (3, 6 et 10% v/v) et la concentration de TC (2,5; 5 et 10% p/v).

La MRS est une technique de modélisation statistique empirique utilisée pour l'analyse de régressions multiples utilisant des données quantitatives obtenues à partir d'expériences bien conçues pour résoudre des équations à plusieurs variables simultanément. C'est la conception expérimentale utilisée pour déterminer les effets majeurs des variables indépendantes sur le blanchiment du TC et de trouver la combinaison de variables permettant un meilleur blanchiment exprimé par des valeurs de l'indice de couleur L^* les plus élevées et de l'indice de brunissement (BI) le plus bas possible.

Ce processus d'optimisation implique une série d'étapes: identifier le problème à résoudre, déterminer les facteurs et les niveaux qui affectent la variable réponse, réaliser les expériences statistiquement conçues et finalement analyser les données expérimentales avec les outils statistiques en vue de les optimiser. Trois paramètres de fonctionnement ont été choisis comme variables indépendantes, à savoir les concentrations du tourteau de canola (CM), les concentrations du peroxyde d'hydrogène (HP) et les différents niveaux de pH. Tel que présenté au **Tableau 4.1.2**, le modèle expérimental comporte trois niveaux

pour chaque facteur codé - 1, 0, et + 1 pour faible, moyenne et haute, respectivement. Les variables permettent d'étudier le modèle de réponse et de déterminer la combinaison optimale. Cette conception permet l'uniformité de l'amplitude de l'erreur de prédiction pour tous les points à la même distance radiale depuis le point central. La performance du processus a été évaluée par l'analyse des réponses (Y) sur 27 mesures qui dépendent des facteurs d'entrée. La relation entre la réponse et les paramètres du processus d'entrée est décrite par l'équation 4:

$$Y = f(x_1, x_2 \dots x_k) \quad (4)$$

où f est la véritable réponse de fonction dont le format est inconnu.

Tableau 4.1. 2: Variables indépendantes mises à l'étude pour l'optimisation du blanchiment du tourteau de canola

| Variables | Facteurs | Niveaux | | |
|----------------------------|----------|---------|---|----|
| | | -1 | 0 | 1 |
| pH | pH | 3 | 7 | 10 |
| Tourteau de canola (p/v) | CM | 2,5 | 5 | 10 |
| Peroxyde d'hydrogène (v/v) | HP | 3 | 6 | 10 |

Les variables ont été codées selon l'équation suivante:

$$X_i = (x_i - \bar{x}_i) / \Delta x_i \quad (5)$$

où X_i est la valeur adimensionnelle d'une variable indépendante;

x_i est la valeur réelle d'une variable indépendante;

\bar{x}_i est la valeur réelle d'une variable indépendante au point central;

Δx_i est le changement d'étape.

4.1.7. Analyse statistique des données

Le comportement de la surface de réponse a été étudié pour la fonction de réponse (Y_i) en utilisant l'équation polynomiale de second ordre. Le modèle de surface de réponse est

généralisé. Les valeurs ont été liées à des variables codées ($x_i, i = 1, 2$) par un polynôme du second degré:

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 \quad (6)$$

Les coefficients du polynôme sont les suivants :

b_0 (terme constant);

b_1 et b_2 (effets linéaires);

b_{11} et b_{22} (effets quadratiques);

b_{12} (effets de l'interaction).

En outre, les coefficients d'effet et la régression des termes linéaires, quadratiques et d'interaction ont été déterminés par les tables de l'analyse de la variance ANOVA (**Annexe 2**). Le degré de signification des termes a été jugé par la valeur du test de t-student à probabilité (p) inférieure à 0,05. L'analyse de l'équation de régression a été effectuée à partir des données expérimentales en s'appuyant sur le modèle empirique du polynôme de second ordre (équation 9). Le logiciel Minitab (Etat-Ease Inc, USA) a été utilisé pour déterminer les coefficients du modèle polynomial quadratique. La qualité du modèle ajusté a été évaluée à l'aide du coefficient de détermination R^2 alors que sa signification statistique a été vérifiée par un t -test.

Un montage des données à différents modèles (linéaires, interactifs et quadratiques) a été réalisé afin d'obtenir les équations de régression. La signification de chaque coefficient a été déterminée à l'aide du test de t-student et de la valeur p . Les variables correspondantes sont les plus importantes si la valeur absolue de t devient plus grande et la valeur de p devient plus petite. D'une part, une optimisation est faite à partir des conditions expérimentales et des réponses générées afin d'évaluer le meilleur blanchiment. D'autre part, une optimisation est effectuée en ciblant les paramètres obtenus suite à la mesure de couleur de certaines farines usuelles (**Tableau 5.1.1**). Cette dernière avait pour but de déceler les farines qui pourraient être mélangées au tourteau de canola blanchi à différents niveaux sans pour autant affecter, de façon négative, la couleur du produit de base.

VOLET 4.2: EXTRACTION ET CARACTERISATION DES PROPRIETES FONCTIONNELLES DES PROTEINES

Ce volet présente les méthodes employées pour effectuer l'extraction et la caractérisation des propriétés fonctionnelles des protéines de tourteaux blanchis (TB) et de tourteaux non blanchis (TNB) en présence et en absence de sel.

Nous allons présenter la méthode d'extraction des protéines et les paramètres opératoires qui ont une influence sur le rendement de récupération protéique.

La deuxième partie de ce volet est dédiée aux protocoles employés pour déterminer les propriétés fonctionnelles (pouvoirs moussant, émulsifiant) des protéines issues des tourteaux. Dans cette partie, nous présenterons également les méthodes utilisées pour estimer les masses moléculaires, l'extractabilité des protéines et les degrés d'oxydation que pourraient occasionner les protéines dans de l'huile.

4.2.1. Protocole d'extraction des protéines

L'extraction des protéines a été effectuée sur les deux tourteaux. Tous les tests ont été réalisés au rapport massique Tourteau/eau fixé à 10% (p/p). Ce mélange a d'abord été homogénéisé pendant 5 min. L'ajustement du pH a été réalisé par ajout d'acide chlorhydrique HCl (2N) ou par l'ajout de soude NaOH (2N) et l'effet du NaCl a également été étudié. Enfin, les protéines solubilisées ont été séparées par centrifugation à 10 000 g pendant 30 min à 24°C et les surnageants ont été conservés pour la mesure de l'extractabilité.

La matière sèche totale dans le surnageant a été estimée en utilisant un séchoir. Trois grammes de surnageant ont été déposés sur une plaque d'aluminium de 5 cm de diamètre, chauffée à 80°C pendant environ trois heures. Le pourcentage de matière sèche est alors calculé directement dans le produit de départ et permet par la suite de déterminer l'extractabilité.

4.2.2. Protocole de concentration/purification par précipitation isoélectrique

La technique basée sur la précipitation au point isoélectrique (pI) de la majorité des protéines est adoptée. Il s'agit en effet de faire précipiter les protéines après l'étape de la solubilisation en ajustant le pH du surnageant au pI de la majorité des protéines (4,5). La suspension est soumise ensuite à une centrifugation à 10 000 g pendant 30 min. Les protéines précipitées sont séparées sous forme de pâte. Les protéines obtenues par précipitation sous forme d'une pâte ont été lyophilisées grâce à un lyophilisateur commercial (Heto Power Dry PL6000-90, Thermo Electron, Oslo, Danemark). Parmi les diverses propriétés fonctionnelles, nous avons choisi d'étudier les pouvoirs émulsifiant et moussant pour les protéines extraites des tourteaux.

4.2.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions

L'activité émulsifiante et la stabilité des émulsions des isolats protéiques du tourteau de canola sont mesurées par la méthode décrite par Naczki et al. (1985). Une quantité de 3,5 g d'échantillon est mélangée à 50 ml d'eau dans un tube de 250 ml puis l'ensemble est homogénéisé au vortex pendant 30 s. 25 ml d'huile de canola sont additionnés au mélange qui est agité au vortex pendant 30 s. Un autre volume d'huile (25 ml) est ajouté et l'ensemble est de nouveau homogénéisé au vortex pendant 90 s puis centrifugé à 5 000 g pendant 5 mn. L'activité émulsifiante (CE) est le rapport du volume de la couche émulsionnée sur le volume total du tube avant centrifugation.

$$CE(\%) = \frac{\text{Volume d'émulsion formée}}{\text{Volume total du mélange}} * 100 \quad (7)$$

L'émulsion formée est chauffée à 85°C pendant 15 mn dans un bain-marie pour mesurer sa stabilité. Après chauffage, elle est ramenée à température ambiante (25°C) puis centrifugée à 5 000 g pendant 5 mn et le volume d'émulsion formé est noté. La stabilité d'émulsion (SE) est exprimée comme le pourcentage de l'activité émulsifiante restante après chauffage.

$$SE(\%) = \frac{\text{Volume d'émulsion formée après chauffage}}{\text{Volume d'émulsion avant chauffage}} * 100 \quad (8)$$

4.2.4. Capacité moussante et stabilité des mousses

La méthode utilisée est celle décrite par Srinivas et Rao Narasinga (1986). Trois gramme d'échantillon sont additionnés à 100 mL d'eau distillée. Le mélange est fouetté à l'aide d'un système rotor-stator (Fig. 4.1.2) pendant 5 mn et introduit dans une éprouvette graduée de 250 ml, le volume de mousse est lu 30 s. La capacité moussante (CM) est le rapport de la différence entre le volume de mousse formé (V_m) et le volume de liquide initial (V_i) sur le volume total du mélange (V_t) (voir équation 1).

La stabilité de mousse (SM) est mesurée après 10, 30 et 60 mn. Elle est exprimée en % et représente la variation de mousse dans l'éprouvette graduée, soit :

$$SM (\%) = \frac{V}{V_t} * 100 \quad (9)$$

Avec V_t = volume total du mélange au départ et V = volume de mousse restant.

4.2.5. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un indicateur de la présence de produits primaires de l'oxydation (peroxyde). Il est mesuré dans cette étude dans le but de confirmer la présence ou l'absence de peroxyde résiduel après blanchiment. La méthode de l'AOAC 965.33 avec une technique basée sur la capacité à libérer l'iode de l'iodure de potassium est adoptée et l'iode libéré est titré par du thiosulfate de sodium décimormal.

Il s'agit de faire un prélèvement (P) d'huile achetée sur le marché, d'y rajouter 25 ml de solvant (composé de 3 volumes d'acide acétique et 2 volumes de chloroforme) et 1 mL d'iodure de potassium (KI) saturé. Le mélange est complété avec 1 g de protéine issue du tourteau de canola blanchi, agité et gardé à l'abri de la lumière pendant 5 min. Par la suite, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par du thiosulfate de sodium 0.1 N en présence d'empois d'amidon (5 g/L) et le volume de $Na_2 S_2O_3$ versé est noté (V).

Pour l'essai à blanc, la même procédure a été appliquée en utilisant l'eau distillée à la place de l'échantillon et le volume de $Na_2 S_2O_3$ versé est noté (V_0).

L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalents d'oxygène de peroxyde par kg de matière grasse:

$$\text{IP (meq d'O}_2\text{/kg de MG)} = \frac{V-V_0}{P} * 10 \quad (10)$$

CHAPITRE 5: RESULTATS ET DISCUSSION

VOLET 5.1: OPTIMISATION PAR LA MSR DES PARAMETRES DE BLANCHIMENT DU TOURTEAU DE CANOLA ET IDENTIFICATION DU POTENTIEL D'INCORPORATION DANS DES FARINES PRESENTANT LES PROFILS CHROMATIQUES SEMBLABLES

Dans la présente étude, la MSR a été utilisée avec succès pour déterminer les conditions optimales du blanchiment du tourteau de canola (CM) par du HP. Un plan incluant des variables indépendantes telles que le pH (3, 7, 10), la concentration de HP (3, 6, 10 % v/v) et la concentration du tourteau de canola (CM) (2.5, 5, 10 % p/v) a été adopté. Les réponses sélectionnées (variables dépendantes) pour évaluer les paramètres de couleur sont les indices L^* , a^* , b^* de l'échelle Hunter Lab et l'indice de brunissement (BI). Les modèles de second ordre obtenus ont révélé des coefficients de détermination élevés (>90%). Le blanchiment a principalement été fonction du pH et des concentrations de HP et de CM. Le blanchiment optimal est obtenu lorsque le pH et les concentrations de HP et de CM sont 10, 10% v/v; 2,6514% p/v, respectivement. Ces conditions entraînent des valeurs de $L^*= 83,46$, $a^*= -3,66$, $b^*= 17,18$ et $BI= 18.05$ (**Annexe 3**). Par suite, une autre série d'optimisation a été réalisée en ciblant les paramètres de couleurs mesurées sur certaines farines usuelles. Ces résultats sont exploités pour améliorer la rentabilité du secteur du tourteau blanchi comme ingrédient dans des formulations alimentaires. Cette quête de valorisation a révélé qu'il est possible de trouver des conditions de blanchiment capables de donner des réponses semblables aux profils chromatiques des farines d'avoine, de seigle, de pâtissière tamisée et de blé entier à pâtisserie. Il s'avère donc possible d'incorporer les isolats de protéines du tourteau de canola blanchi comme additif dans ces farines sans pour autant altérer (perturber) leurs paramètres chromatiques qui sont très importants sur le plan organoleptique. Le blanchiment a été effectué avec 27 combinaisons des variables indépendantes (pH, CM et HP). Les résultats ont révélé que la valeur de l'indice de blancheur (clarté) L^* varie de 49 à 86,8, celle du paramètre a^* de -4,11 à 10,05, celle du paramètre b^* de 15,98 à 47,5 et celle de l'indice de brunissement BI de 102,45 à 19,3.

5.1.1. Variables expérimentales et réponses

Les valeurs expérimentales pour la couleur du tourteau blanchi (L^* , a^* , b^* et indice de brunissement) dans des conditions de blanchiment sont présentées au **Tableau 5.1.1**.

Tableau 5.1. 1: Valeurs expérimentales des paramètres de couleur du tourteau de canola traité avec du peroxyde d'hydrogène

| pH | HP% | CM % | L^* | a^* | b^* | BI |
|----|-----|------|--------------|--------------|--------------|---------------|
| 3 | 3 | 2,5 | 49,27 ± 1.02 | 8,44 ± 1.23 | 30,23 ± 0.26 | 102,45 ± 0.34 |
| 3 | 3 | 5 | 50,43 ± 0.23 | 8,83 ± 0.26 | 30,08 ± 1.11 | 99,09 ± 1.16 |
| 3 | 3 | 10 | 42,43 ± 1.11 | 8,53 ± 0.16 | 24,19 ± 0.13 | 95,61 ± 1.23 |
| 3 | 6 | 2,5 | 60,07 ± 2.15 | 2,88 ± 0.29 | 31,72 ± 0.14 | 75,45 ± 1.27 |
| 3 | 6 | 5 | 66,04 ± 2.36 | 2,56 ± 0.11 | 33,04 ± 1.36 | 69,56 ± 2.14 |
| 3 | 6 | 10 | 61,98 ± 3.23 | 8,12 ± 0.59 | 37,74 ± 3.23 | 98,34 ± 2.14 |
| 3 | 10 | 2,5 | 77,19 ± 1.26 | -3,49 ± 0.27 | 15,98 ± 1.12 | 19,17 ± 0.24 |
| 3 | 10 | 5 | 71,30 ± 1.06 | -1,04 ± 0.06 | 16,84 ± 0.96 | 25,17 ± 0.13 |
| 3 | 10 | 10 | 68,70 ± 0.96 | 1,65 ± 0.08 | 33,55 ± 0.64 | 66,22 ± 2.01 |
| 7 | 3 | 2,5 | 49,96 ± 1.19 | 8,73 ± 0.09 | 30,69 ± 1.24 | 102,87 ± 1.02 |
| 7 | 3 | 5 | 51,93 ± 2.01 | 8,92 ± 0.01 | 30,68 ± 0.34 | 97,65 ± 2.01 |
| 7 | 3 | 10 | 42,96 ± 0.96 | 8,81 ± 0.12 | 24,53 ± 0.61 | 96,65 ± 0.19 |
| 7 | 6 | 2,5 | 60,79 ± 0.21 | 2,61 ± 0.05 | 32,24 ± 0.94 | 75,48 ± 2.01 |
| 7 | 6 | 5 | 66,92 ± 0.11 | 2,79 ± 0.06 | 33,47 ± 1.02 | 69,77 ± 0.61 |
| 7 | 6 | 10 | 62,79 ± 1.05 | 8,50 ± 0.15 | 38,32 ± 1.06 | 98,97 ± 1.28 |
| 7 | 10 | 2,5 | 78,06 ± 2.06 | -3,42 ± 0.11 | 16,34 ± 1.12 | 19,56 ± 0.28 |
| 7 | 10 | 5 | 71,92 ± 2.16 | -1,15 ± 0.02 | 17,02 ± 2.01 | 25,12 ± 0.37 |
| 7 | 10 | 10 | 69,59 ± 0.12 | 1,76 ± 0.11 | 33,98 ± 0.63 | 66,31 ± 0.61 |
| 10 | 3 | 2,5 | 55,66 ± 0.23 | 9,81 ± 1.02 | 34,14 ± 0.64 | 102,79 ± 1.29 |
| 10 | 3 | 5 | 57,59 ± 0.29 | 10,05 ± 1.07 | 34,29 ± 0.95 | 98,83 ± 3.01 |
| 10 | 3 | 10 | 49,80 ± 2.15 | 9,76 ± 1.11 | 27,12 ± 0.67 | 90,15 ± 2.12 |
| 10 | 6 | 2,5 | 68,00 ± 0.23 | 3,52 ± 0.64 | 36,18 ± 0.34 | 76,52 ± 0.61 |
| 10 | 6 | 5 | 75,54 ± 0.29 | 2,99 ± 0.12 | 37,09 ± 1.06 | 67,95 ± 2.01 |
| 10 | 6 | 10 | 71,77 ± 0.19 | 9,73 ± 0.11 | 43,10 ± 2.17 | 96,91 ± 2.19 |
| 10 | 10 | 2,5 | 86,80 ± 1.18 | -4,11 ± 0.15 | 18,18 ± 0.34 | 19,30 ± 0.15 |
| 10 | 10 | 5 | 81,30 ± 2.28 | -1,15 ± 0.11 | 19,07 ± 0.91 | 25,00 ± 0.91 |
| 10 | 10 | 10 | 79,70 ± 0.17 | 1,89 ± 0.04 | 38,18 ± 0.34 | 64,55 ± 1.19 |

5.1.2. Mise en place du modèle

Les résultats de la régression indiquent la direction, l'ampleur et la signification statistique de la relation entre une variable indépendante et une réponse (**Tableau 5.1.2**). Le signe de chaque coefficient indique la direction de la relation. Les coefficients représentent l'évolution moyenne de la réponse pour un changement d'unité dans la variable indépendante, sans modification des autres variables du modèle. La valeur de p de chaque coefficient teste l'hypothèse nulle que le coefficient est égal à zéro (aucun effet). Par conséquent, si les valeurs de p sont petites, cela peut souligner le caractère significatif de l'ajout de la variable indépendante au modèle.

Tableau 5.1. 2: Analyse de variance et paramètres statistiques du modèle

| | | Coefficient de régression | t-valeur | p-valeur | Équations de régression des réponses |
|----|-----------|---------------------------|----------|----------|--|
| L* | Constante | 31,3473 | 37,891 | 0,000 | $L^* = 31,3473 - 3,7855pH + 8,6213HP + 1,5338CM + 0,3471pH^2 - 0,4014HP^2 - 0,1706CM^2 + 0,0608pH*HP + 0,0235pH*CM - 0,0146HP*CM$ (11) |
| | pH | -3,7855 | 5,927 | 0,000 | |
| | HP% | 8,6213 | 17,299 | 0,000 | |
| | CM% | 1,5338 | -2,724 | 0,014 | |
| | pH*pH | 0,3471 | 3,230 | 0,005 | |
| | HP%*HP% | -0,4014 | -3,735 | 0,002 | |
| | CM%*CM% | -0,1706 | -1,630 | 0,122 | |
| | pH*HP% | 0,0608 | 0,826 | 0,420 | |
| | pH*CM% | 0,0235 | 0,348 | 0,732 | |
| | HP%*CM% | -0,0146 | -0,216 | 0,832 | |
| a* | Constante | 13,9739 | 5,530 | 0,000 | $a^* = 13,9739 - 0,0732pH - 1,7041HP - 0,5800CM + 0,0218pH^2 - 0,0073HP^2 + 0,0300CM^2 - 0,0285pH*HP + 0,0111pH*CM + 0,0936HP*CM$ (12) |
| | pH | -0,0732 | 1,117 | 0,279 | |
| | HP% | -1,7041 | -16,417 | 0,000 | |
| | CM% | -0,580 | 6,509 | 0,000 | |
| | pH*pH | 0,0218 | 0,512 | 0,615 | |
| | HP%*HP% | -0,0073 | -0,172 | 0,865 | |
| | CM%*CM% | 0,030 | 0,732 | 0,474 | |
| | pH*HP% | -0,0285 | -0,973 | 0,344 | |
| | pH*CM% | 0,0111 | 0,412 | 0,686 | |
| | HP%*CM% | 0,0936 | 3,474 | 0,003 | |
| b* | Constante | 27,827 | 31,267 | 0,000 | $b^* = 27,827 - 1,3202pH + 6,0740HP - 3,8326CM + 0,1436pH^2 - 0,7527HP^2 + 0,1107CM^2 - 0,0153pH*HP + 0,0152pH*CM + 0,4992HP*CM$ (13) |
| | pH | -1,3202 | 4,128 | 0,001 | |
| | HP% | 6,0740 | -5,253 | 0,000 | |
| | CM% | -3,8326 | 7,346 | 0,000 | |
| | pH*pH | 0,1436 | 2,177 | 0,044 | |
| | HP%*HP% | -0,7527 | -11,405 | 0,000 | |
| | CM%*CM% | 0,1107 | 1,722 | 0,103 | |
| | pH*HP% | -0,0153 | -0,339 | 0,739 | |
| | pH*CM% | 0,0152 | 0,366 | 0,719 | |
| | HP%*CM% | 0,4992 | 11,996 | 0,000 | |
| BI | Constante | 143,267 | 32,490 | 0,000 | $BI = 143,267 + 0,8415pH - 5,4242HP - 12,0581CM - 0,06pH^2 - 0,7501HP^2 + 0,6710CM^2 + 0,0227pH*HP - 0,0595pH*CM + 1,0635HP*CM$ (14) |
| | pH | 0,8415 | -0,609 | 0,550 | |
| | HP% | -5,4242 | -30,973 | 0,000 | |
| | CM% | -12,0581 | 11,389 | 0,000 | |
| | pH*pH | -0,0600 | -0,443 | 0,663 | |
| | HP%*HP% | -0,7501 | -5,526 | 0,000 | |
| | CM%*CM% | 0,6710 | 5,074 | 0,000 | |
| | pH*HP% | 0,0227 | 0,244 | 0,810 | |
| | pH*CM% | -0,0595 | -0,695 | 0,496 | |
| | HP%*CM% | 1,0635 | 12,425 | 0,000 | |

5.1.3. Optimisation en 3D de L^*

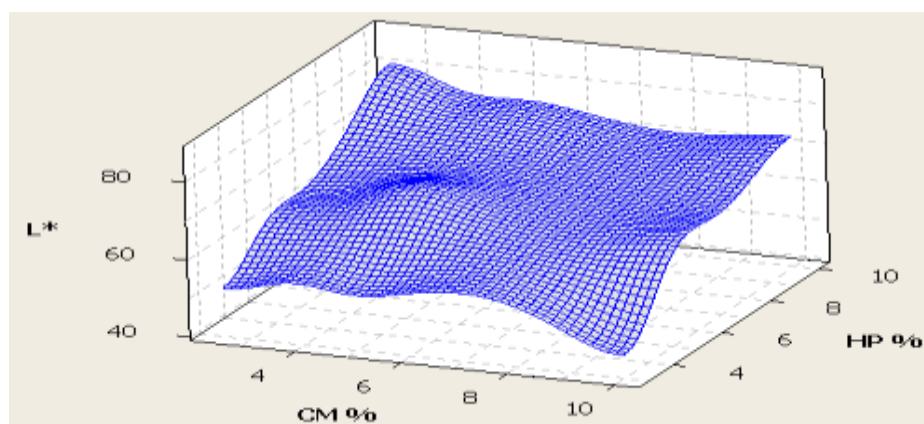


Figure 5.1. 1: Surface de réponse (3D) des variables CM et HP sur L^* .

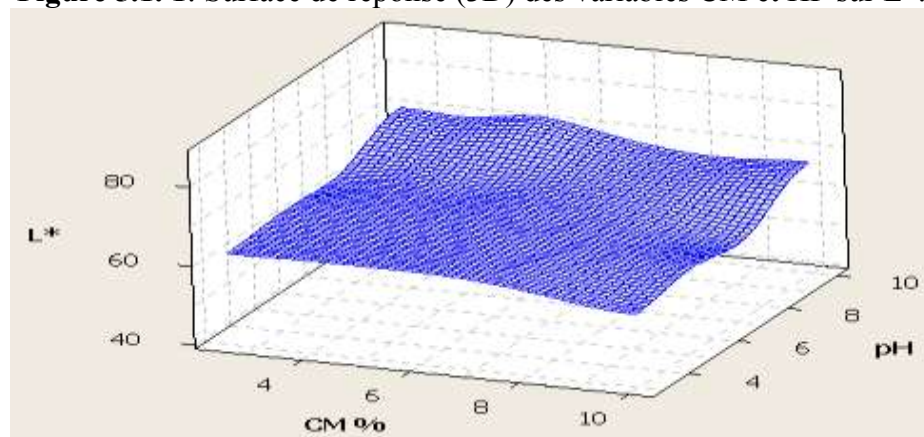


Figure 5.1. 2: Surface de réponse (3D) des variables CM et pH sur L^* .

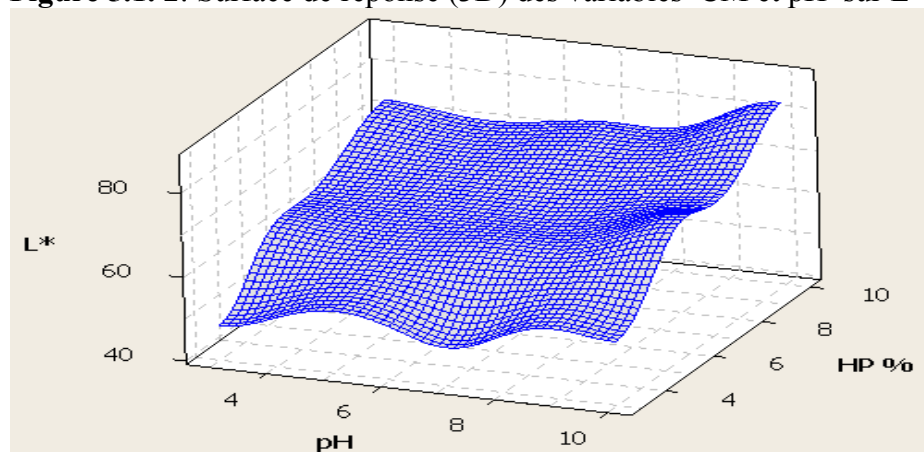


Figure 5.1. 3: Surface de réponse (3D) des variables pH et HP sur L^* .

Les parcelles de surface 3D ont été élaborées pour illustrer les effets principaux et interactifs des variables indépendantes sur la blancheur L* du produit. Ces graphiques ont été obtenus par fixation d'une des variables au niveau zéro codé en faisant varier les deux autres et la prévision de la variable de réponse (blancheur du produit).

La **Figure 5.1.1** montre les effets de HP et de CM sur le paramètre de blancheur L* du tourteau. Des effets linéaire et quadratique sont observés pour HP alors que pour CM, seul un effet linéaire est noté. Aucun effet d'interaction n'est observé entre ces deux variables.

Au niveau de la **Figure 5.1.2**, aucun effet significatif exercé sur L* avec la combinaison des variables indépendantes CM et pH n'a été observé.

Pour ce qui est de la **Figure 5.1.3**, les effets linéaires du pH et de HP sont significatifs ($p < 0.001$), de même que leurs deux effets quadratiques. Ce qu'il faut surtout remarquer en regroupant les différents effets est l'absence d'effets interactifs entre les variables indépendantes et d'effets quadratiques pour la variable CM. L'exploitation des effets principaux indique qu'une augmentation du pH et de la concentration de HP fait augmenter la blancheur L* du produit (**Figure 5.1.4**). Une concentration de CM se situant aussi entre 2,5 et 5 % résulte en une meilleure valeur du paramètre de couleur L*.

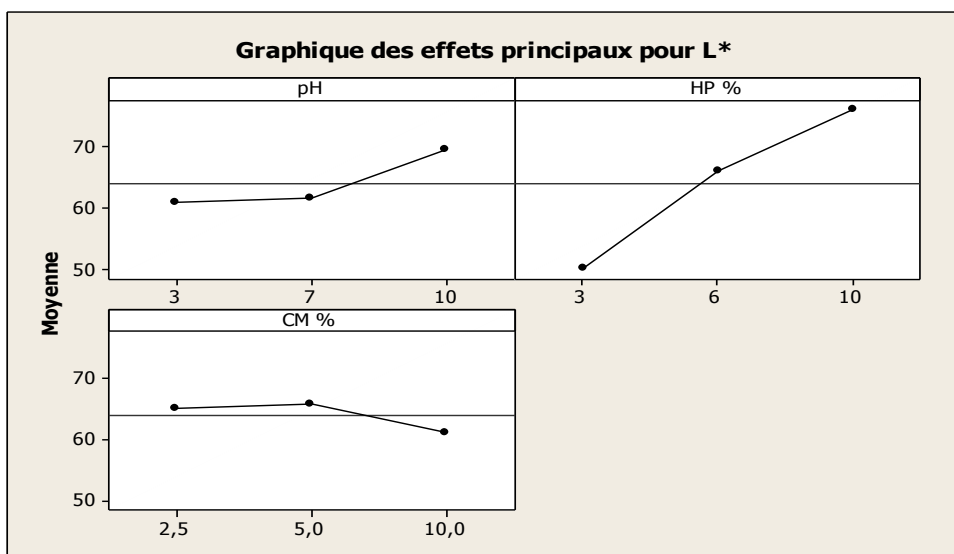


Figure 5.1. 4: Graphiques des effets principaux pour L*.

5.1.4. Optimisation en 3D de a^*

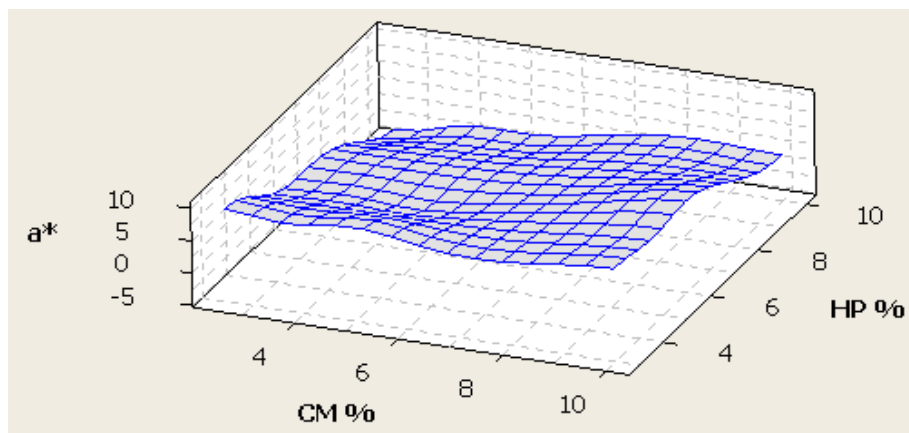


Figure 5.1. 5: Surface de réponse (3D) des variables CM et HP sur a^* .

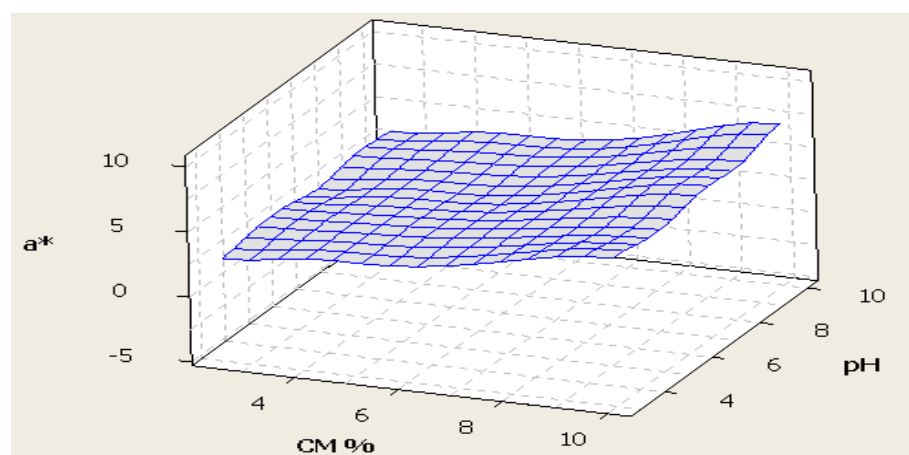


Figure 5.1. 6: Surface de réponse (3D) des variables CM et pH sur a^* .

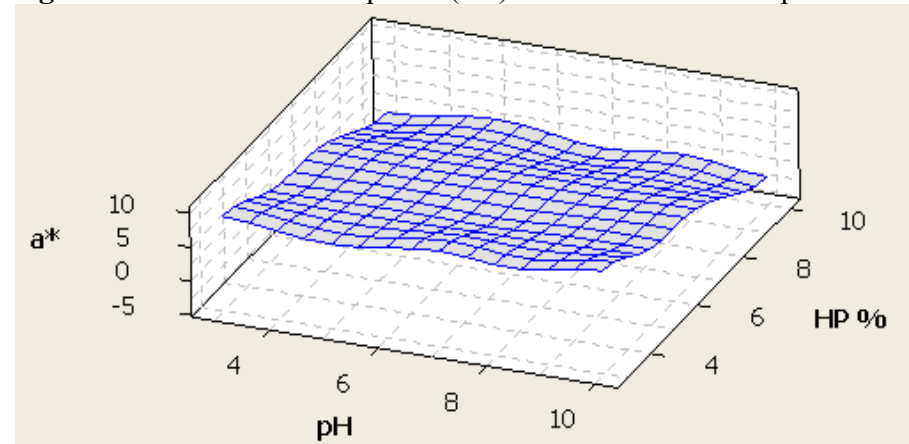


Figure 5.1. 7: Surface de réponse (3D) des variables CM et pH sur a^* .

L'analyse statistique du paramètre de couleur a^* (rougeur si positif/verdâtre si négatif) de la combinaison (CM, HP) montre que les effets linéaires des variables HP et CM sont significatifs ($p < 0,001$) (**Figure 5.1.5**). Par contre, aucun effet quadratique n'est significatif avec les paramètres HP et CM considérés individuellement.

À la **Figure 5.1.6** qui met en exergue CM et pH, on remarque qu'il n'y a aucun effet exercé par ces paramètres considérés séparément sur la variable de couleur a^* . Lorsque CM est fixé et que le couple de variables (HP, pH) est varié comme le montre la **Figure 5.1.7**, seul l'effet linéaire de HP est significatif ($p < 0,001$) sur a^* . En général, il a été possible grâce à l'analyse statistique des réponses des surfaces de montrer que seuls les effets linéaires de CM et HP ainsi que leur effet interactif sont significatifs.

Le graphique des effets principaux (**Figure 5.1.8**) permet d'avancer que le pH n'a pas une influence significative ($p > 0,05$) sur le paramètre a^* . C'est le contraire pour l'effet du peroxyde d'hydrogène (HP) qui augmente en faisant tendre a^* vers la valeur optimale 0. Enfin, ce sont les concentrations du tourteau de canola (CM) se situant entre 2,5 et 5% qui procurent les valeurs optimales du paramètre de couleur a^* .

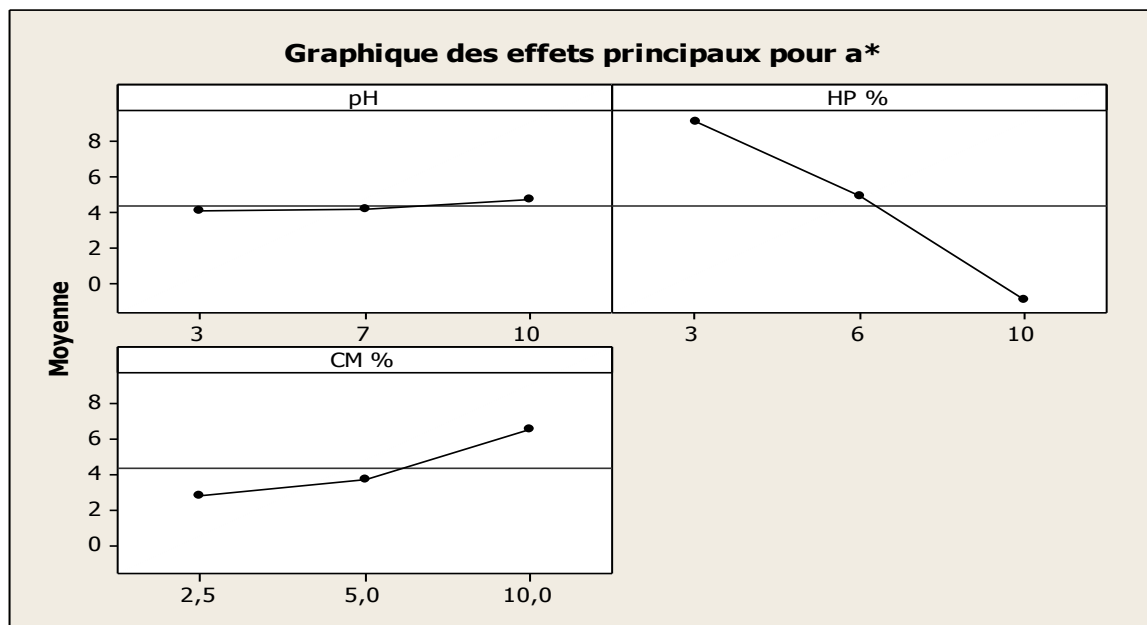


Figure 5.1.8: Effets principaux s'exerçant sur a^* .

5.1.5. Optimisation en 3D de b^*

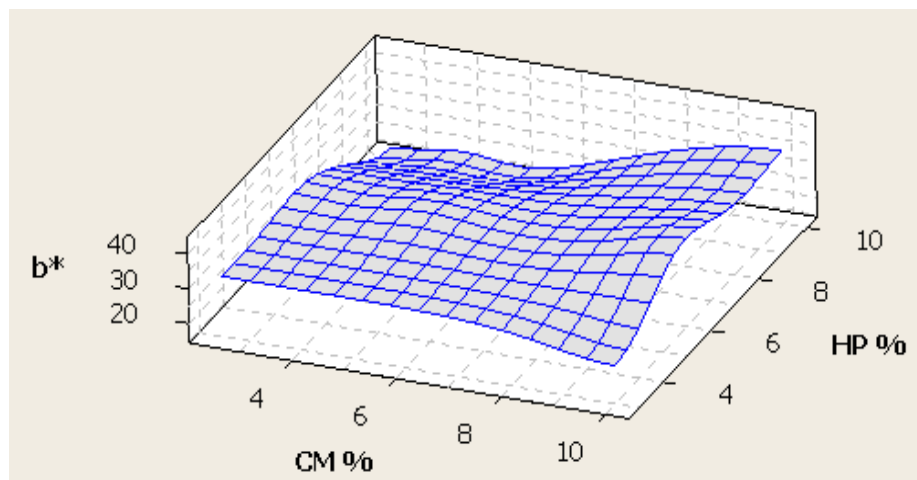


Figure 5.1. 9: Surface de réponse (3D) des variables CM et HP sur b^* .

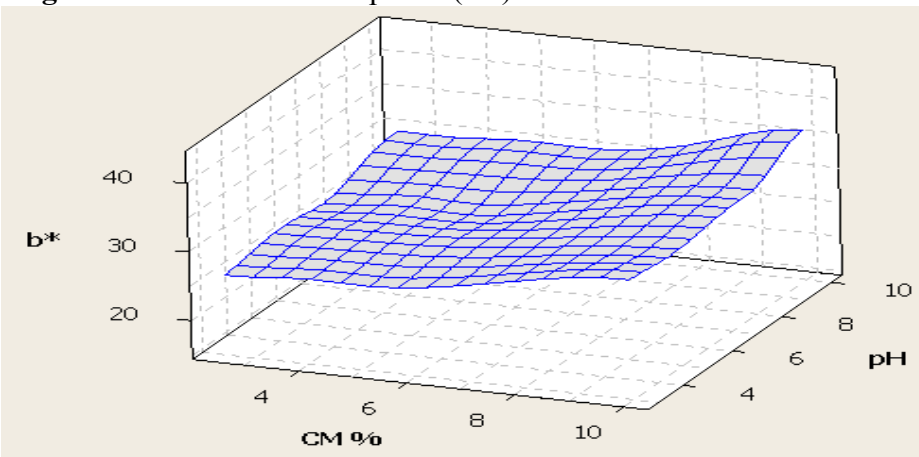


Figure 5.1. 10: Surface de réponse (3D) des variables CM et pH sur b^* .

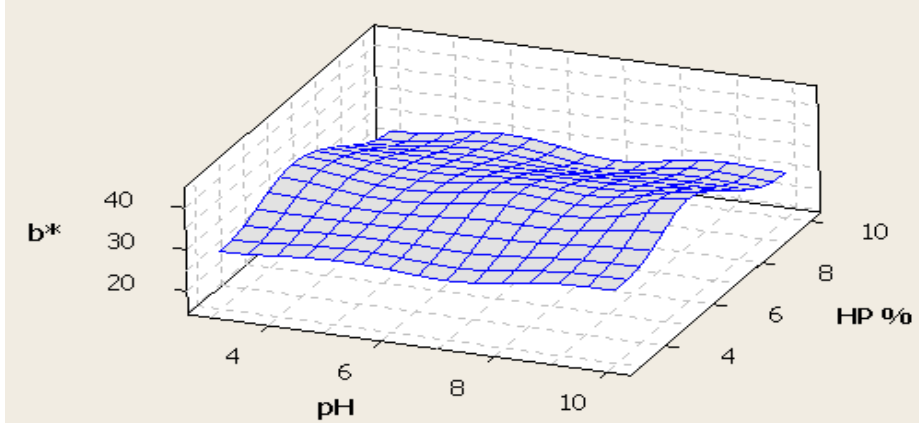


Figure 5.1. 11: Surface de réponse (3D) des variables HP et pH sur b^* .

La **Figure 5.1.9** montre que les effets linéaires de CM et HP ainsi que leur interaction sont significatifs ($p < 0,001$), de même que l'effet quadratique de HP. Par contre, aucun effet significatif n'est noté pour la combinaison de variables CM et pH (**Figure 5.1.10**). La combinaison HP-pH relatée dans la **Figure 5.1.11** montre que seuls les effets linéaires et quadratiques de HP sont significatifs.

La **Figure 5.1.12** confirme la thèse selon laquelle plus le pH augmente, plus la coloration jaune du produit blanchi devient plus accentuée. Les concentrations de HP de 6% et de CM de 10% fournissent le paramètre de couleur b^* le plus optimal. Un effet principal se produit lorsque les niveaux de facteurs différents affectent différemment la réponse. Le graphique des effets principaux représente la moyenne des réponses de chaque niveau de facteur relié par une ligne.

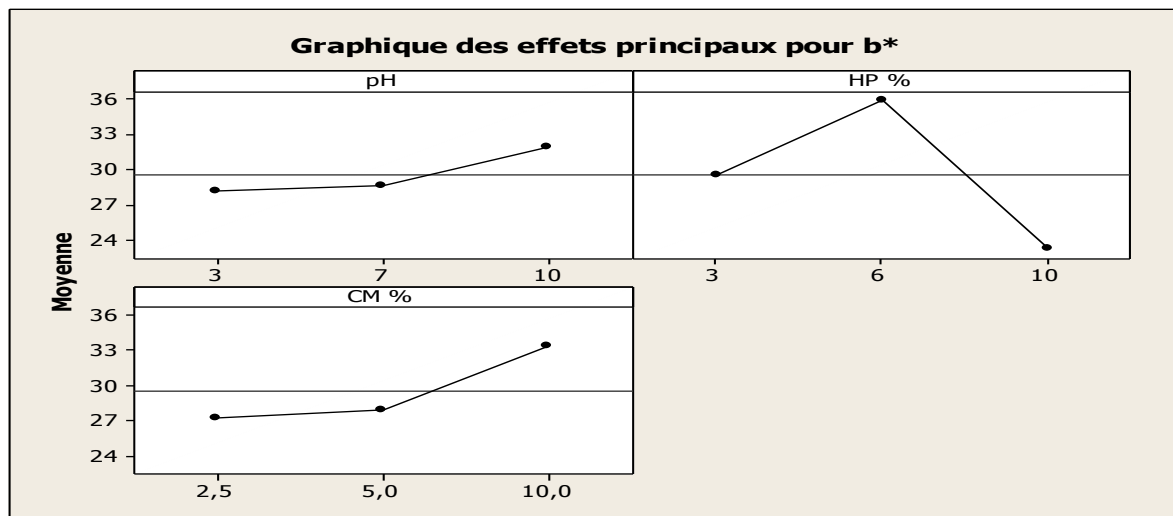


Figure 5.1. 12: Effets principaux des variables indépendantes sur b^* .

L'élucidation des mécanismes du blanchiment par HP est conditionnée par une bonne connaissance de la structure de la lignine. Le tourteau de colza non blanchi contient les protéines cytoplasmiques et les composés pariétaux (polysaccharides et lignine). La teneur en lignine est particulièrement élevée et est estimée selon Carré et Brouillet (1986) à 25,2% de la matière sèche.

5.1.6. Optimisation en 3D de BI

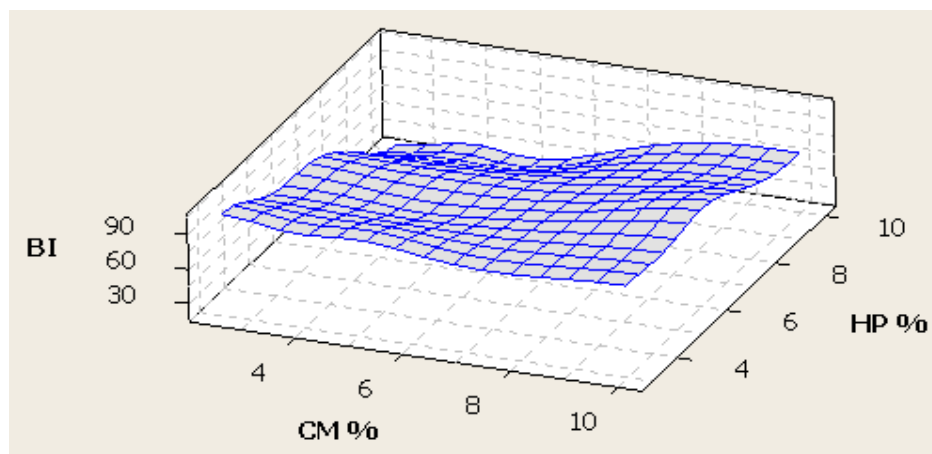


Figure 5.1. 13: Surface de réponse (3D) des variables CM et HP sur BI.

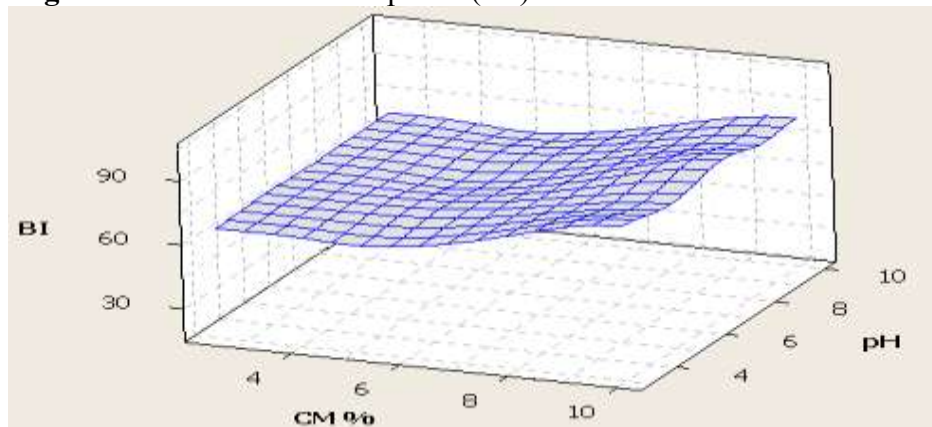


Figure 5.1. 14: Surface de réponse (3D) des variables CM et pH sur BI.

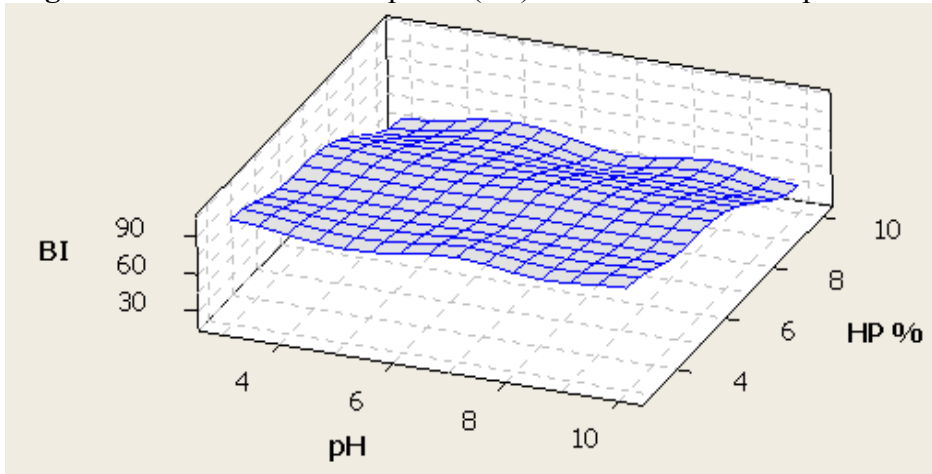


Figure 5.1. 15: Surface de réponse (3D) des variables HP et pH sur BI.

La **Figure 5.1.13** montre que les effets linéaires de CM et HP sont significatifs ($p < 0,001$). Elle montre également que leurs deux effets quadratiques sont significatifs ainsi que leur effet interactif. À la **Figure 5.1.14**, aucun effet n'est significatif. Cependant, seul l'effet linéaire de HP est significatif à la **Figure 5.1.15**.

La **Figure 5.1.16** montre les effets principaux des variables indépendantes sur la variable réponse de l'indice de brunissement (BI). Nous y tirons l'information selon laquelle les différents niveaux de pH n'influencent pas sur l'indice de brunissement. Également, une augmentation de la concentration de HP fait abaisser l'indice de brunissement, rendant ainsi le produit plus clair.

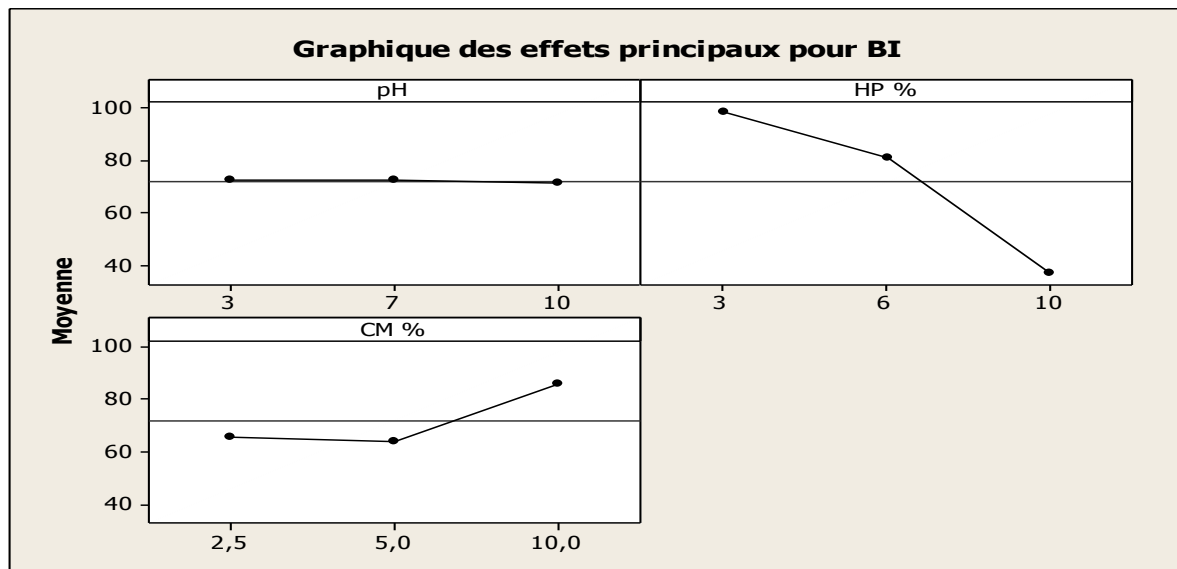


Figure 5.1. 16: Effets principaux des variables indépendantes sur BI.

Les graphiques de contour et les diagrammes de surfaces permettent d'établir les valeurs de réponses et les conditions d'exploitation souhaitables. Un diagramme de surface est une vue tridimensionnelle qui permet une représentation plus claire de la surface de réponse. Un graphique de contour affiche une vue à deux dimensions de la surface où les points ayant la même réponse sont reliés pour produire des lignes de contour de réponses constantes.

5.1.7. Contours graphiques des réponses

5.1.7.1. Contours des parcelles de L^*

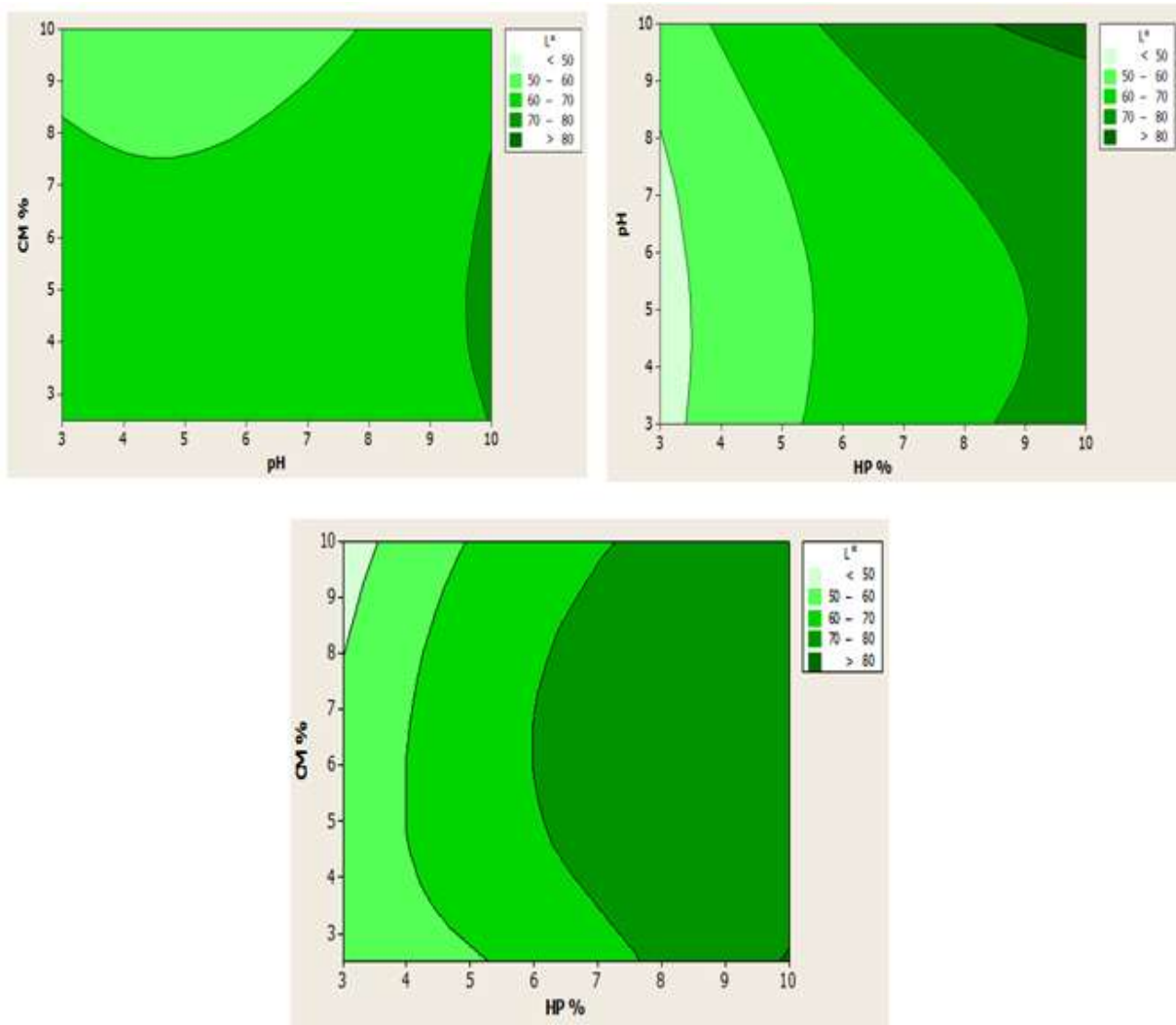


Figure 5.1. 17: Contours de L^* en fonction des variables indépendantes.

La luminance L^* (indice de blancheur) est mesurée simultanément avec les indices tristimulus a^* et b^* (CIE, 1986). Les contours schématisés dans le **Figure 5.1.17** montrent que la meilleure blancheur ($L^*>80$) est obtenue avec la combinaison des conditions opératoires suivantes : pH 10, HP 10% et CM 2,5 %. Le matériel sombre noté est dû au fait qu'une concentration de HP accrue provoque la réaction d'oxydation foncée en fournissant plus d' O_2 disponible à la réaction d'oxydation. Dans le travail rapporté par Wang et al.

(2006), il a été indiqué qu'une couleur plus foncée peut apparaître par la réaction entre les protéines et une forte concentration de HP en raison des polymères organiques qui sont facilement oxygénés par l'intermédiaire d'une photo-oxydation avec des mécanismes différents; la réaction avec l'O₂ molécules est l'un d'entre eux.

5.1.7.2. Contours des parcelles de a *

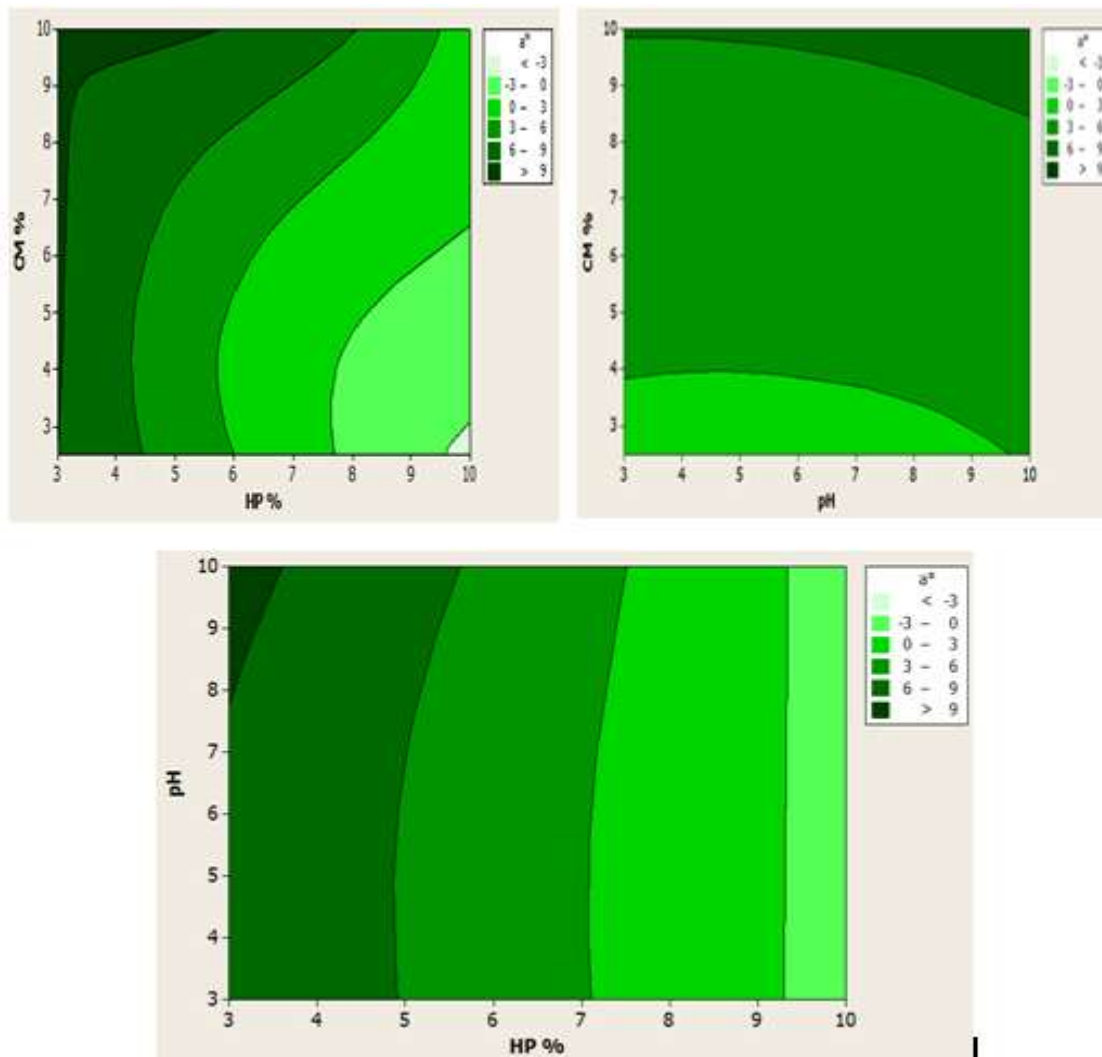


Figure 5.1. 18: Contours de a^* en fonction des variables indépendantes.

Le paramètre de couleur a^* se positionne sur l'axe rouge-vert des paires de couleur opposées. La valeur caractérisant l'objet mesuré est:

- $+a^*$ dans la direction du rouge
- $-a^*$ dans la direction du vert

Les contours de a^* de la **Figure 5.1.18** indiquent que pour avoir un a^* proche de 0, il faut réaliser le processus de blanchiment à une valeur de pH et une concentration de HP se situant dans les valeurs extrêmes élevées combinées avec une concentration de CM se trouvant dans l'extrême bas.

5.1.7.3. Contours des parcelles de b^*

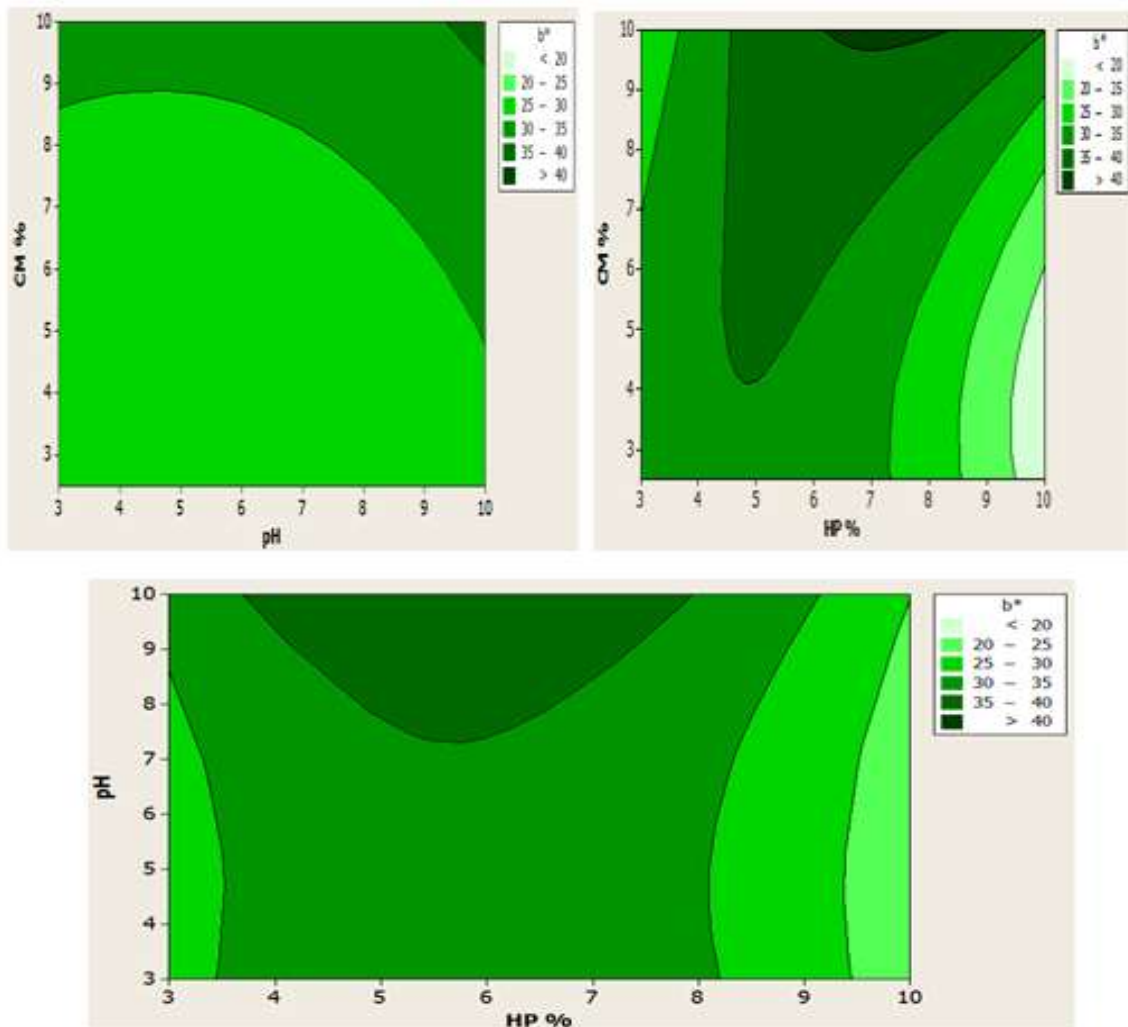


Figure 5.1. 19: Contours de b^* en fonction des variables indépendantes.

Ici, il est difficile de trouver une zone unique permettant d'obtenir un b^* optimal. Cependant, la recherche va être orientée envers des méthodes plus précises. La perte de valeur de b indique que la couleur jaune des échantillons a diminué en raison de l'application d'une faible quantité de peroxyde d'hydrogène (HP) qui est due à la décomposition des pigments caroténoïdes (Kostaropoulos & Saravacos, 1995) et à la formation de pigments bruns (Rhim et al., 1989).

5.1.7.4. Contours des parcelles de BI

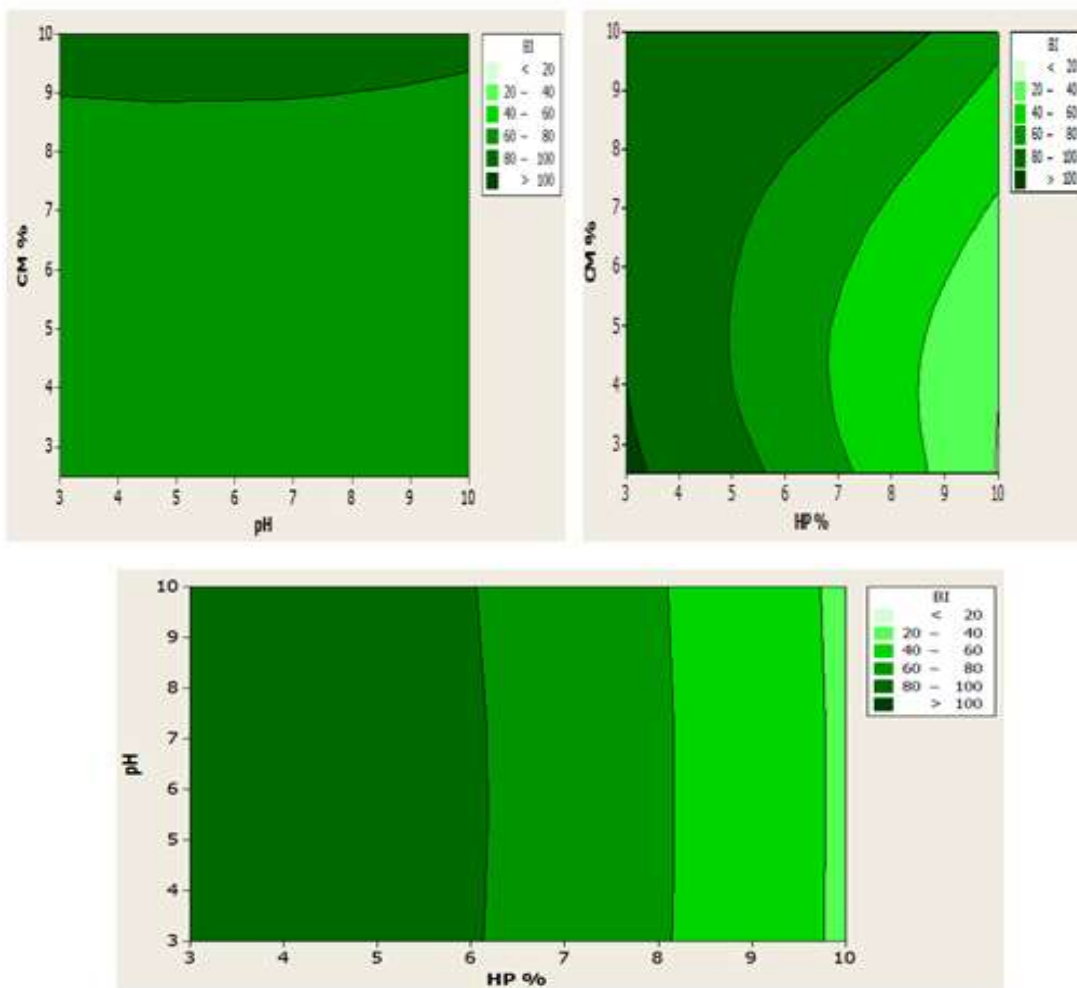


Figure 5.1. 20: Contours de BI en fonction des variables indépendantes.

Comme l'indice de brunissement (BI) du tourteau de canola est une fonction de L^* , a^* et b^* et que les paramètres a^* et b^* sont les coordonnées de chromaticité dont le centre est achromatique sur un diagramme de chromaticité, les valeurs de a^* et b^* s'élèvent et la concentration (saturation) de la couleur augmente quand on s'éloigne du centre. L'unique tendance générale qui peut être tirée dans cette Figure est qu'il faut une concentration de HP élevée (environ 10%) pour pouvoir s'attendre à un BI réduit et ayant une valeur de 40 environ.

5.1.8. Paramètres déterminants influençant l'efficacité de blanchiment

Plusieurs facteurs influencent le blanchiment du tourteau de canola avec du peroxyde d'hydrogène: la concentration du tourteau de canola (CM), la valeur du pH du milieu, la température, le procédé d'extraction de l'huile et le temps de contact entre les éléments entrant en réaction. Avec le blanchiment au HP, il est possible d'obtenir des gains de blancheur allant jusqu'à de $L^* = 86,5$ et atteindre ainsi un maximum de clarté, ce qui serait favorable à l'utilisation du tourteau blanchi dans des matrices alimentaires caractérisées par des indices de blancheur élevés. Cependant, il faut tenir compte de plusieurs particularités pour une meilleure efficacité du blanchiment au HP. Le peroxyde en solution aqueuse est assez instable; la solution de blanchiment doit alors être suffisamment alcaline pour maintenir la concentration adéquate d'ions perhydroxyles qui seraient favorables à un meilleur blanchiment. Pour cela, l'ajout de NaOH est une pratique communément utilisée pour tamponner (maintenir le pH à une valeur fixe) la solution de blanchiment et inhiber la décomposition du peroxyde. À différentes concentrations de peroxyde, il y a une forte dépendance de la blancheur par rapport à l'alcalinité totale de la solution. Ainsi, il est important pour comparer les blancheurs obtenues de souligner les conditions optimales utilisées pour le traitement du substrat. À un pH fixe, les gains de blancheur varient dépendamment de la charge en peroxyde et de la concentration du tourteau. La décomposition catalysée de HP produit des anions OH^- et donne la possibilité de blanchiment due à l'activation du peroxyde en générant l'ion perhydroxyle HOO^- . D'autre part, les anions OH^- pourraient contribuer au développement de groupes chromophores colorés. Pour cette raison, la maîtrise de l'utilisation du pH avec d'autres paramètres de

blanchiment est très importante pour l'obtention des résultats escomptés. De plus, les matières extractibles consomment une partie importante du peroxyde durant le blanchiment, ce qui diminue son efficacité de blanchiment. Par conséquent, le peroxyde résiduel disponible à la réaction de blanchiment diminue et le gain de blancheur tend à plafonner.

5.1.9. Effet du pH

Le pH du milieu joue un rôle important dans l'oxydation catalytique du peroxyde d'hydrogène (Aravindhan et al., 2006). Xie et al. (2004) l'ont prouvé dans leurs expériences réalisées à différentes valeurs de pH initiaux sans ajustement du pH au cours des expériences. Différentes concentrations initiales de tourteau et de HP ont été utilisées. Avec le pH qui est passé de 3 à 10, la luminance du tourteau a également augmenté. À pH = 10, la blancheur atteinte devient plus intéressante que celle obtenue avec les pH de 3 et 7, respectivement. Un pH plus élevé résulte en des vitesses plus rapides menant à compléter la décoloration alors qu'un pH bas (acide ou neutre) offre un rythme plus lent et la décoloration complète n'est pas atteinte même après de longues périodes de temps de réaction (Aider et Barbana, 2011). Le blanchiment au HP seul donne aucun ou peu de gain de blancheur. Il doit être accompagné d'hydroxyde de sodium (NaOH).

Un contrôle sévère du pH est nécessaire. La solution de blanchiment doit être suffisamment alcaline pour maintenir une concentration adéquate en ions perhydroxyles. De façon générale, une alcalinité qui donne un pH de 10 au système de blanchiment est considérée adéquate et assure une bonne blancheur du produit final. L'alcalinité de la solution de blanchiment est obtenue avec l'ajout de NaOH qui ajuste le pH à 10 et ceci a une forte influence sur le taux optimum de blancheur obtenu. La façon d'obtenir l'alcalinité optimale est de maintenir une charge de HP stable et d'augmenter graduellement la charge alcaline. On obtient un ratio alcali/péroxyde/tourteau optimal lorsque la blancheur atteint son apogée. L'action blanchissante de HP survient en présence de l'ion peroxydroxyle HOO^- , cette forme est présente en milieu alcalin, d'où la justification du pH 10. Le pH de la solution joue un rôle important dans l'aptitude au blanchiment du CM par HP. Le pH du

milieu réactionnel est un paramètre important qui est déterminant dans le contrôle de la cinétique de blanchiment et son étendue. Un milieu acide avec un pH bas donne un blanchiment lent et le niveau de décoloration ciblé n'est généralement pas atteint, même après de longues périodes de temps de réaction.

De plus, il faut noter l'influence de la température. Son augmentation accélère la formation de l'anion perhydroxyle et certains anions formés réagissent suivant l'équation suivante:



Deux variables sont inter reliées: la température et le temps de contact entre le tourteau de canola et le peroxyde d'hydrogène. Dans une certaine limite, une augmentation de la température ou de temps de contact pourrait occasionner les mêmes effets sur le taux de blancheur obtenu.

5.1.10. Effet de la concentration de peroxyde d'hydrogène (HP)

L'effet de la concentration en HP sur le blanchiment a été étudié au moyen de trois concentrations de HP dans la gamme de 3, 6 et 10% (v/v). La concentration du tourteau variait entre 2.5, 5 et 10 (p/v) avec un pH de 3, 7 et 10. Les résultats montrent qu'une augmentation de la concentration de HP augmente la blancheur du produit. Cependant, les concentrations de tourteaux de 2,5 et 5 % détiennent toujours les meilleures décolorations quel que soit le pH ou la concentration de HP combinés. Cette situation indique l'existence d'une concentration optimale de HP qui se situe aux alentours de 10% (v/v) et qui donne le taux de blanchiment le plus élevé. Cet optimum de concentration de HP semble être égal à 10%. De façon conventionnelle, le blanchiment au HP utilise un temps de rétention nécessaire pour optimiser le blanchiment et le rendre plus économique et plus attrayant (Jensen, 1968). Dans le tourteau, certains constituants sont colorés et on les trouve sous forme de quinone, groupement éthyléniques, carbonyles et même phénoliques. Ces groupements fonctionnels que le blanchiment doit modifier pour réduire la coloration sont présentés à la **Figure 5.1.21.**

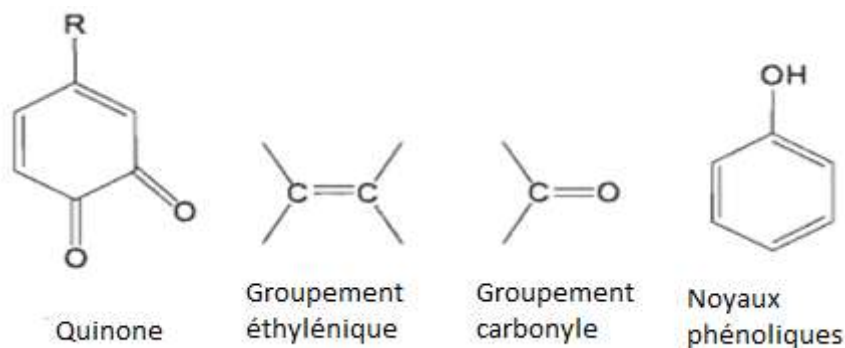


Figure 5.1. 21: Groupements chromophores.

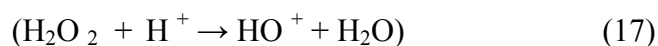
De plus, la combinaison de certains de ces groupements donne des complexes d'autant plus colorés et seront la cible de l'oxydation résultante du blanchiment au HP. Dans le blanchiment au HP, l'anion perhydroxyle (HOO^-) est l'agent de blanchiment actif.



L'anion perhydroxyle s'attaque principalement aux groupements carbonylés. Un des composés qui résulte de la réaction d'oxydation des groupements carbonyles est un groupement chromophore tel que les quinones. L'anion HOO^- s'attaquera à ces quinones pour les transformer en acide carboxylique ou quinones hydroxyles qui ralentissent l'effet de noircissement (Kubelka et al., 1992). L'augmentation de la concentration du facteur HP fait augmenter le taux d'oxydation des pigments colorants avec plus de radicaux hydroxyles qui sont produits. En effet, l'équilibre de la réaction se déplace dans les conditions conduisant à la formation de plus de radicaux hydroxyles en augmentant la concentration de HP (Aider et al., 2011).

En maintenant la concentration de HP constante pendant le changement de concentration du tourteau, l'aptitude au blanchiment diminuait en raison de la quantité limitée des agents de blanchiment disponibles par unité de masse du produit traité. En règle générale, l'aptitude au blanchiment suit une cinétique de premier ordre. Ces radicaux sont des agents actifs participant à la réaction de dégradation de la lignine (Dence et Reeve 1998). La situation était très différente dans des conditions acides réalisées à pH 3. En effet, selon les résultats

obtenus dans des conditions acides, on peut suggérer l'explication suivante: à pH 3, de grandes quantités d'ions d'hydrogène protonés sont présents dans le milieu réactionnel selon l'équation suivante:



La protonation de HP et la formation d'ions hydroxoniums constituent la première étape de réaction. D'autre part, les ions hydroxoniums sont connus pour avoir une électrophilie forte et ils attaquent les noyaux aromatiques de la lignine du tourteau.

Le blanchiment du tourteau de canola (produit riche en matières ligneuses) s'explique également par l'effet du H_2O_2 sur cette matière (la lignine). En fait, l'élucidation de mécanisme de blanchiment au HP est conditionnée par une bonne connaissance de la structure des chromophores de la lignine. Le tourteau de canola contient en effet 25,2% en matière sèche de lignine. Les chromophores de la lignine sont principalement de deux types (**Figure 5.1.22**):

- Les structures de type coniféraldéhyde;
- Les unités ortho et paraquinoniques.

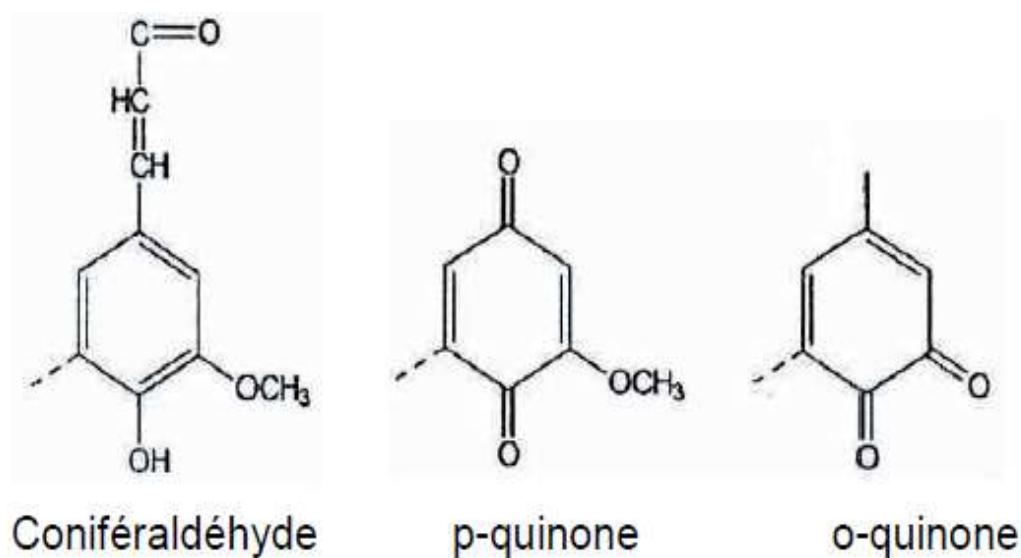


Figure 5.1. 22: Principaux chromophores de la lignine.

Par la suite, des études (ex. Bailey et Dence 1969) ont montré que les unités phénoliques non estérifiées peuvent être couvertes par HP en milieu alcalin en intermédiaire ortho et para-benzoquinone qui s'oxydent et donnent des fragments acides. Par contre, les unités phénoliques estérifiées seraient stables en présence de HP en milieu alcalin. Aussi, les composés modèles de lignine sont dégradés dans des conditions simulant celles du blanchiment par du HP. Il en résulte une augmentation substantielle du nombre de groupes carboxyles sur la lignine (Bailey et Dence 1969) (**Figure 5.1.23**).

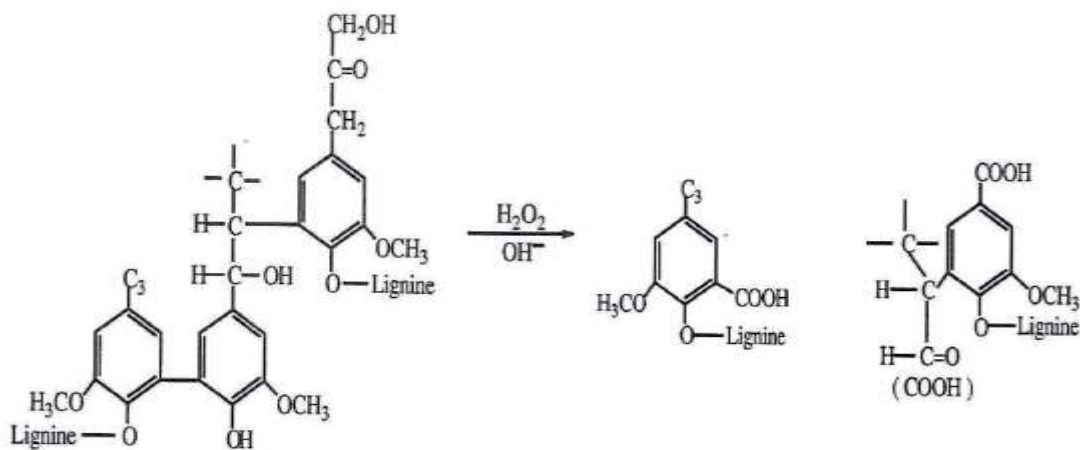


Figure 5.1. 23: Réaction de HP avec la lignine lors du blanchiment (Bailey et Dence 1969).

Le gain de blancheur dû à l'action du HP est attribué à l'élimination de groupement chromophore de la lignine. Selon Gierer 1986, les ions hydroperoxydes s'additionnent à des groupements carbonyles associés avec des liaisons conjuguées au noyau et à des structures quinones pour conduire à la formation carboxyles. Une partie de la coloration des chromophores de la lignine est due aux structures de types coniféralaldéhyde initialement présents (Adler 1977). Par contre, ces derniers contiennent des fonctions enones qui sont extrêmement réactives avec les anions perhydroxydes. Le mécanisme réactionnel d'oxydation de structure de type coniféralaldéhyde est décrit à la **Figure 5.1.24**. La chaîne latérale contenant une structure enone (A) est convertie en hydroperoxyde (B) puis en intermédiaire oxirane (C) conduisant à la rupture de la liaison C α -C β et ainsi à la formation d'un aldéhyde (D) lié au groupement aromatique et à un fragment d'acide carboxylique.

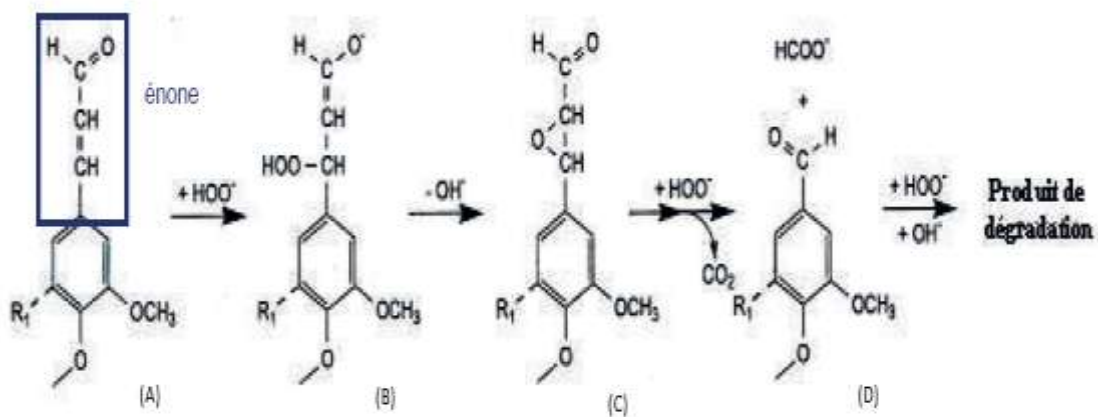


Figure 5.1. 24: Réaction de HP en milieu alcalin avec les structures coniféraldéhydes (Gellerstedt et Agnemo 1980).

Par addition de l'anion hydroperoxyde sur les structures o-quinones (E), des hydroperoxydes sont formés (F,I) conduisant à la formation d'intermédiaires dioxane (G) ou irane (H) suivie par le clivage des cycles aromatiques qui donnent des diacides carboxyliques (J, K) qui peuvent se dégrader en fragments carboxyliques.

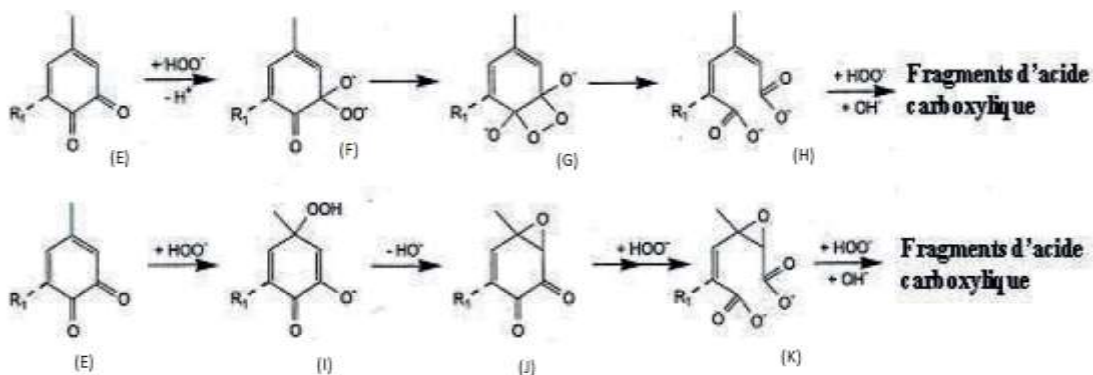


Figure 5.1. 25: Réaction de HP en milieu alcalin avec les structures o-quinones (Gierer 1986).

L'addition de l'ion hydroperoxyde sur les structures p-quinone qui possèdent un groupement méthoxyse (L) donne via un hydroperoxyde (M), un dioxétane (N) qui se rompt après déméthoxylation pour donner un diacide carboxylique (O) qui peut se dégrader en fragments carboxyliques.

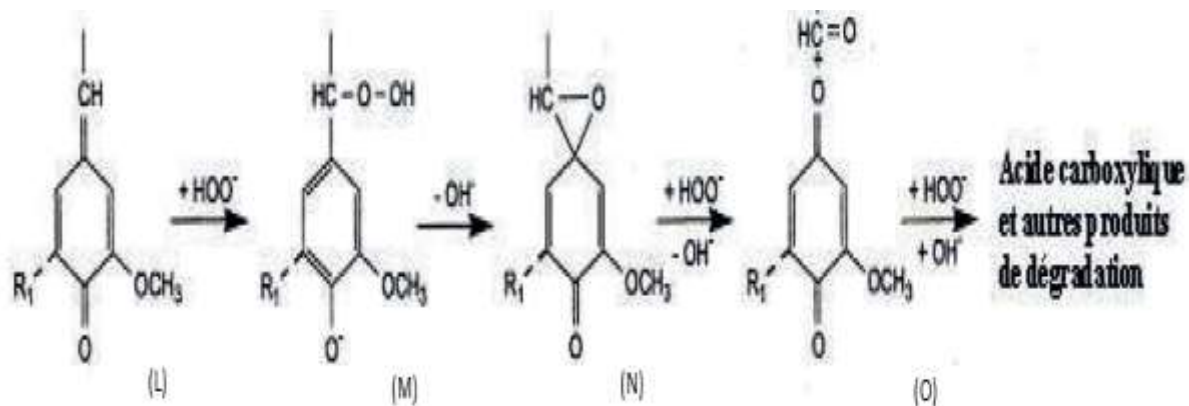


Figure 5.1. 26: Réaction de HP en milieu alcalin avec les structures p-méthylène quinone (Gierer, 1986).

L'ion perhydroxyle est un nucléophile fort dépassant la réactivité nucléophile de l'ion hydroxyle d'environ 200 fois (Koubek et al., 1963). Cependant, l'ion hydroxyle agit également sur les quinones. Il permet d'éliminer les structures de type quinone selon les deux mécanismes de la **Figure 5.1.27**. L'addition de l'ion hydroxyle, sur les structures de type 0-quinone forme un hydroxycatéchol. De plus, l'attaque de l'ion hydroxyle sur le groupe carboxyle des structures o-quinoidiques produit une contraction du cycle aromatique et un réarrangement de type benzylique. Le blanchiment au HP permet donc, l'élimination de nombreux chromophores présents dans le tourteau par un ensemble de réactions complexes.

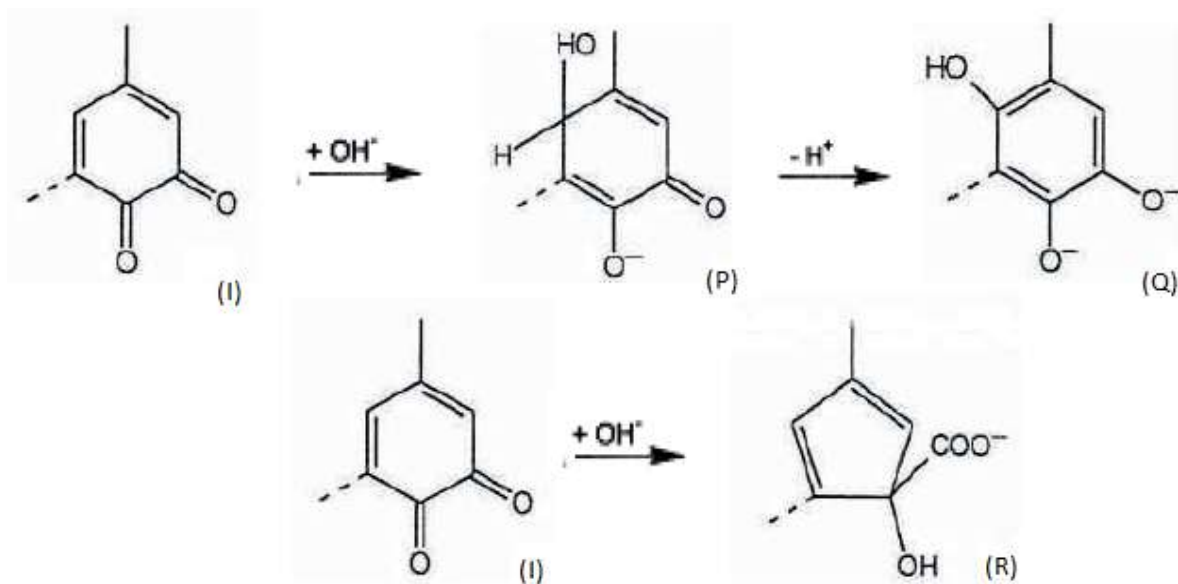


Figure 5.1. 27: Élimination des o-quinones avec les ions hydroxydes (Gierer, 1986).

L'addition de l'ion hydroxyle sur les structures de type o-quinone (I) forme un hydroxycatéchol (Q). De plus, l'attaque de l'ion hydroxyle sur le groupe carbonyle des structures o-quinonoidiques produit une contraction du cycle aromatique et un réarrangement de la structure de type acide benzylique (R).

5.1.11. Combinaisons optimales et réponses prévues

5.1.11.1. Cas du tourteau de canola seul

L'objectif dans le processus d'optimisation des conditions de blanchiment du tourteau de canola (CM) avec du peroxyde d'hydrogène (HP) est de trouver des valeurs optimales des variables dépendantes qui permettent le meilleur blanchiment; d'où l'utilisation de la désirabilité comme méthode. Les valeurs prédites sont transformées en une valeur de (d) qui se trouve dans l'intervalle [0, 1] en utilisant (Minitab Inc, USA). Dans notre cas, nous avons voulu L^* et b^* aussi grand que possible, a^* tendant vers 0 et BI aussi petit que possible. La valeur idéale de (d) est 1. Une valeur acceptable peut être comprise entre 0,6 et 0,8 ($0,6 < d < 0,8$). La condition optimale est vérifiée dans les conditions présentées à la **Figure 5.1.28.**

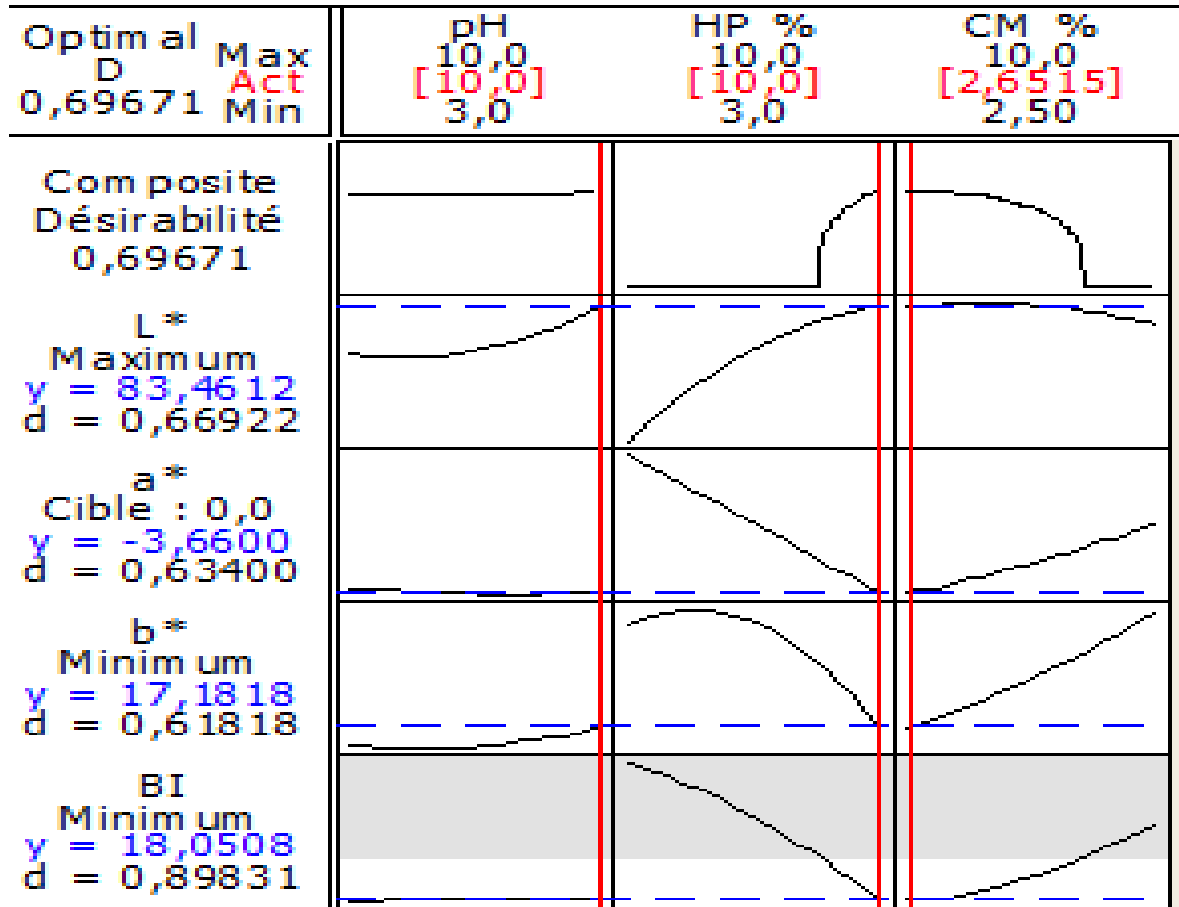


Figure 5.1. 28: Conditions optimales pour le blanchiment du tourteau de canola.

Solution globale

pH = 10
 HP % = 10
 CM % = 2,65152

Réponses prévues

L* = 83,46 désirabilité = 0,669225
 a* = -3,66 désirabilité = 0,634003
 b* = 17,18 désirabilité = 0,618183
 BI = 18,05 désirabilité = 0,898307

Désirabilité composite = 0,696709

5.1.11.2. Optimisation des réponses par rapport à la farine blanche

Une solution numérique optimale est calculée et un diagramme interactif est tracé pour identifier plus facilement la combinaison des paramétrages de facteurs qui optimisent conjointement un ensemble de réponses.

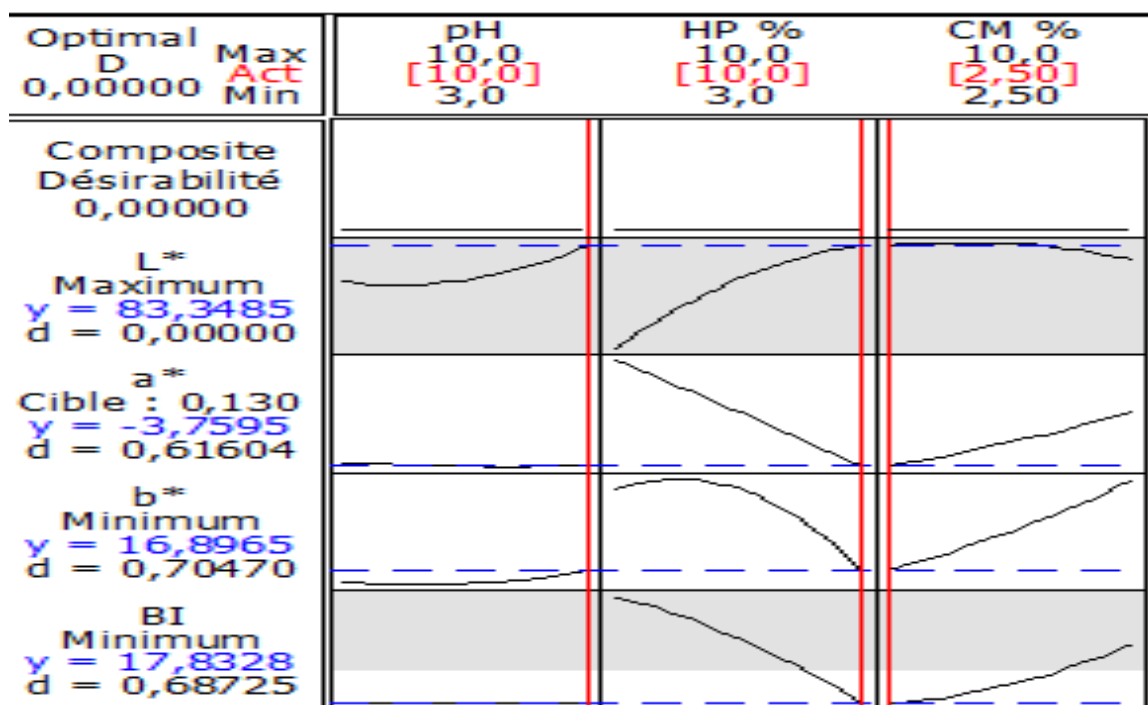


Figure 5.1. 29: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine blanche.

Paramètres

| Objectif | Inférieur | Cible | Supérieur | Pondération | Importer |
|------------|-----------|-------|-----------|-------------|----------|
| L* Maximum | 90,00 | 95,60 | 95,6 | 1 | 1 |
| a* Cible | -10,00 | 0,13 | 10,0 | 1 | 1 |
| b* Minimum | 5,12 | 5,12 | 45,0 | 1 | 1 |
| BI Minimum | 5,47 | 5,47 | 45,0 | 1 | 1 |

* *REMARQUE* * Aucune solution optimale n'a pu être trouvée.

L'incorporation dans la farine blanche s'avère difficile, car la blancheur cible n'est pas dans la zone couverte par l'optimisation. Donc, ceci remet en cause la faisabilité de mélanger le tourteau de canola blanchi au peroxyde d'hydrogène avec une farine blanche sans atténuer ses propriétés de couleur.

5.1.11.3. Optimisation des réponses par rapport à la farine blanche non blanchie tout usage

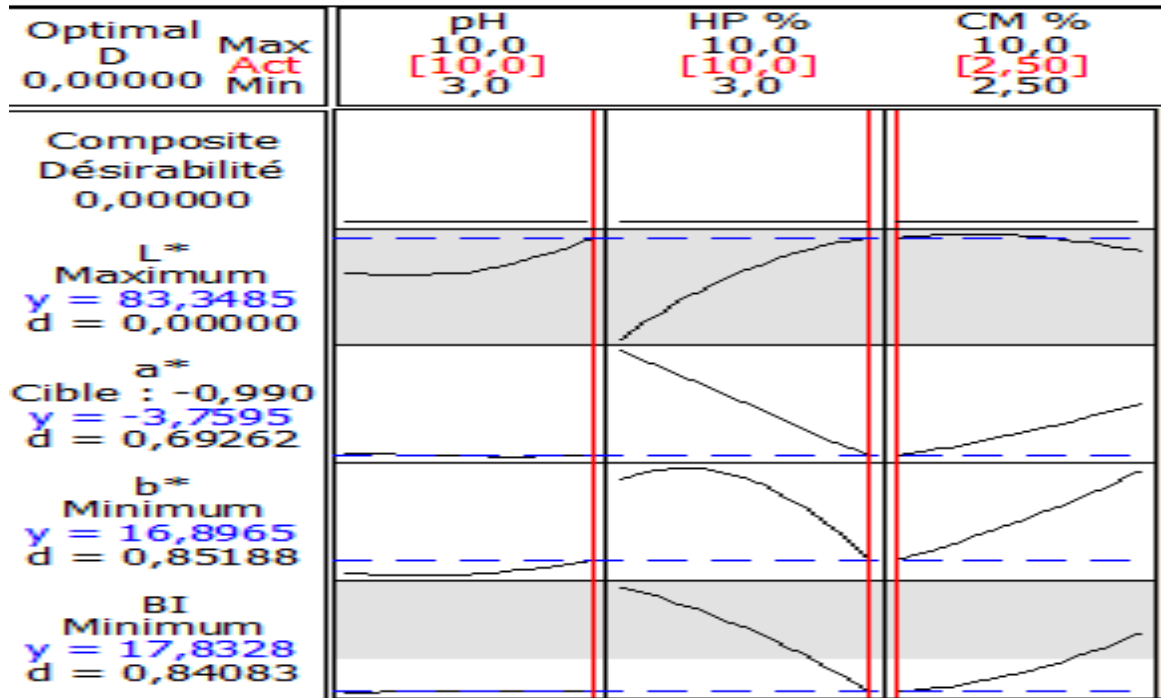


Figure 5.1. 30: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine blanche non blanchie tout usage.

Paramètres

| Objectif | Inférieur | Cible | Supérieur | Pondération | Importer |
|------------|-----------|-------|-----------|-------------|----------|
| L* Maximum | 90,00 | 93,09 | 93,09 | 1 | 1 |
| a* Cible | -10,00 | -0,99 | 10,00 | 1 | 1 |
| b* Minimum | 12,01 | 12,01 | 45,00 | 1 | 1 |
| BI Minimum | 12,69 | 12,69 | 45,00 | 1 | 1 |

* REMARQUE * Aucune solution optimale n'a pu être trouvée.

Nous observons que les désirabilités des paramètres a*, b* et BI sont très importantes ($d > 0,6$), cependant celle de la luminance L* est nulle, ce qui veut dire que la luminance maximale du tourteau blanchi est faible comparée à celle de cette farine. Ainsi, le blanchiment du CM ne peut pas procurer une blancheur égale à celle de la farine blanche non blanchie tout usage et par conséquent leur mélange risque de générer un mélange sombre.

5.1.12.4. Optimisation des réponses par rapport à la farine pâtissière tamisée

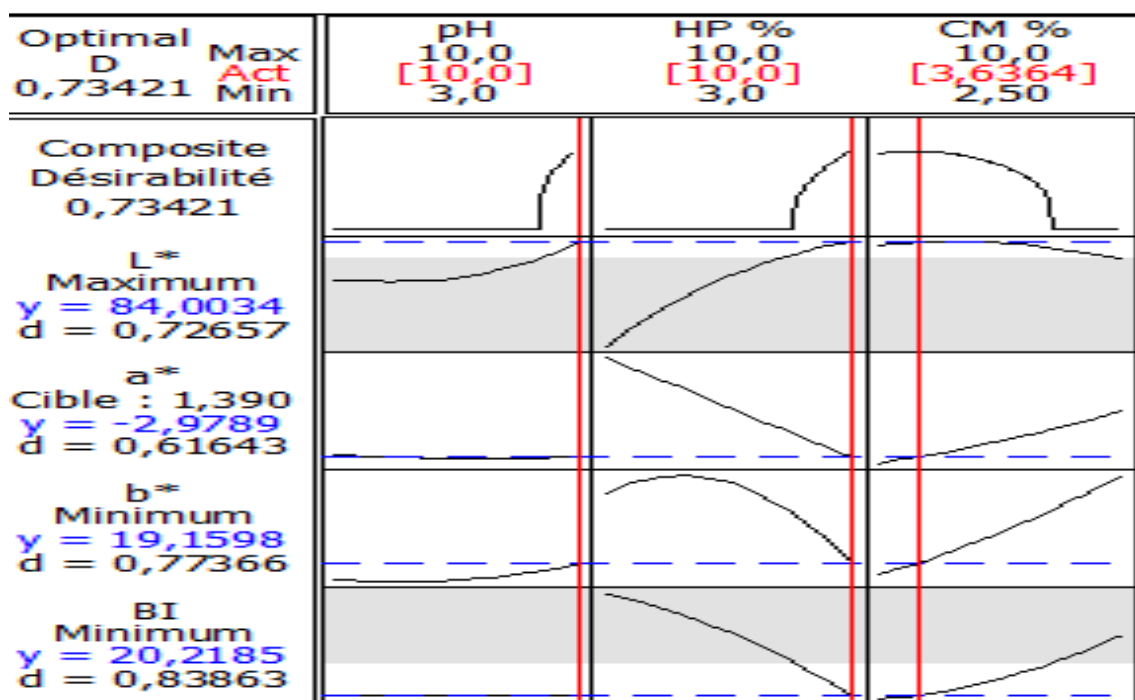


Figure 5.1. 31: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine pâtissière tamisée.

Solution globale

pH = 10
HP % = 10
CM % = 3,63636

Réponses prévues

L* = 84,04 désirabilité = 0,726568
a* = -2,97 désirabilité = 0,616429
b* = 19,15 désirabilité = 0,773658
BI = 20,21 désirabilité = 0,838628

Désirabilité composite = 0,734209

Le blanchiment du CM dans les conditions suivantes (pH 10, HP 10% et CM 3,63%) donne des réponses très proches de la couleur de la farine pâtissière. Les désirabilités des réponses sont toutes supérieures à 0,6 confirmant l'incorporation possible du tourteau de canola blanchi dans cette farine comme additif sans perturber sa clarté initiale.

5.1.11.5. Optimisation des réponses par rapport à la farine d'Avoine

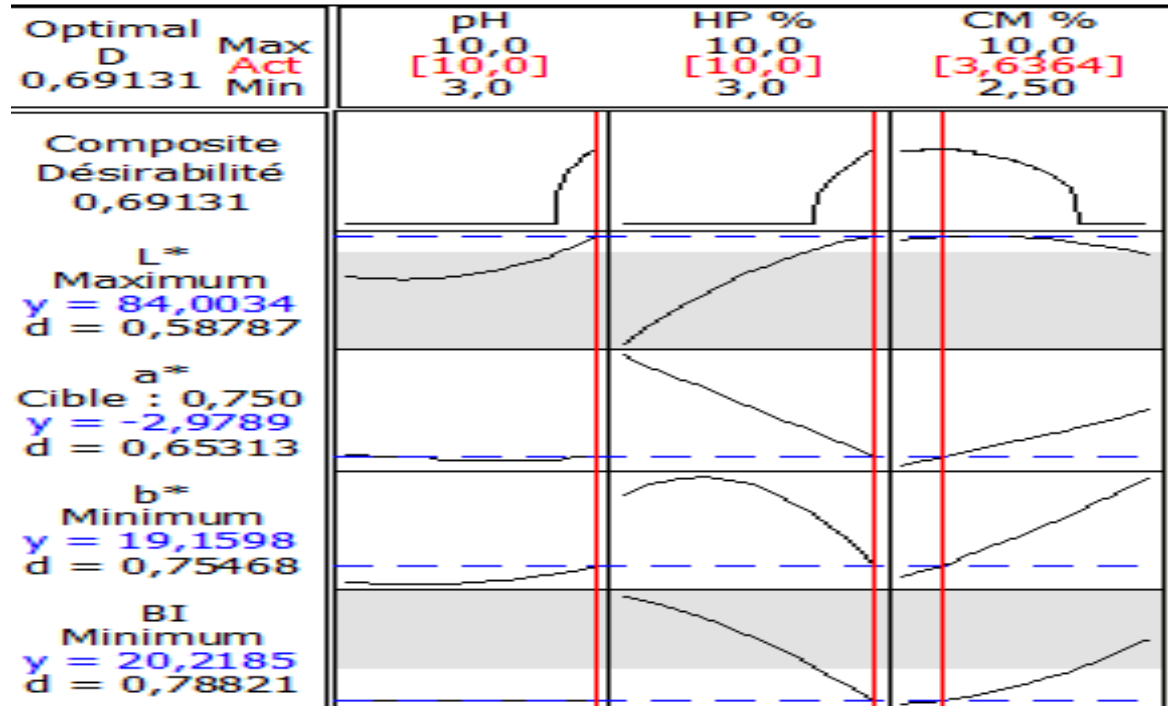


Figure 5.1. 32: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine d'avoine.

Solution globale

pH = 10

HP % = 10

CM % = 3,64

Réponses prévues

L* = 84,01 désirabilité = 0,587869

a* = -2,97 désirabilité = 0,653129

b* = 19,16 désirabilité = 0,754678

BI = 20,22 désirabilité = 0,788214

Désirabilité composite = 0,691308

Avec la farine d'avoine également, l'incorporation est possible et à cet effet notre tourteau doit être blanchi selon la combinaison de pH=10, HP=10 et CM=3,63336%.

5.1.11.6. Optimisation des réponses par rapport à la farine de Seigle

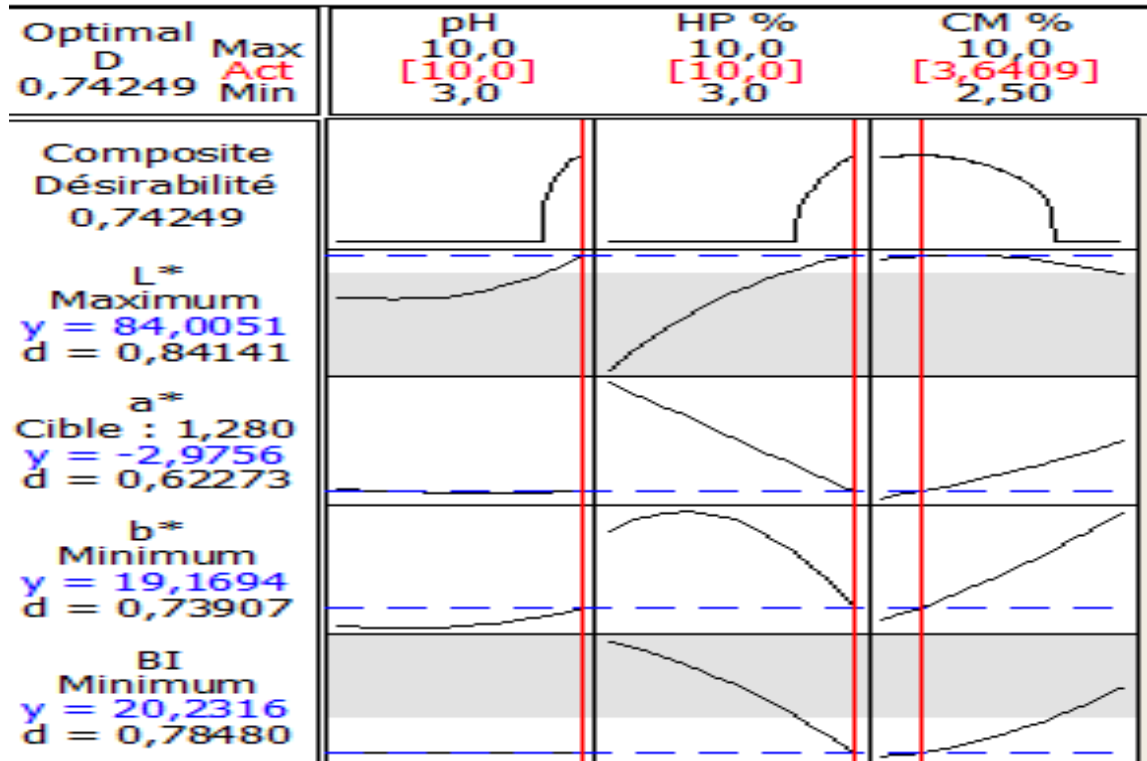


Figure 5.1. 33: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine de seigle.

Solution globale

pH = 10

HP % = 10

CM % = 3,64091

Réponses prévues

L* = 84,01 désirabilité = 0,841413

a* = -2,97 désirabilité = 0,622731

b* = 19,16 désirabilité = 0,739072

BI = 20,23 désirabilité = 0,784805

Désirabilité composite = 0,742488

Avec la combinaison (pH=10, HP=10%, CM=3,64), le blanchiment du CM donne une couleur semblable à celle de la farine de seigle. Il est alors possible de fournir des isolats capables de s'incorporer dans cette farine avec des réponses qui ont des désirabilités très acceptables.

5.1.11.7. Optimisation des réponses par rapport à la farine de Maïs

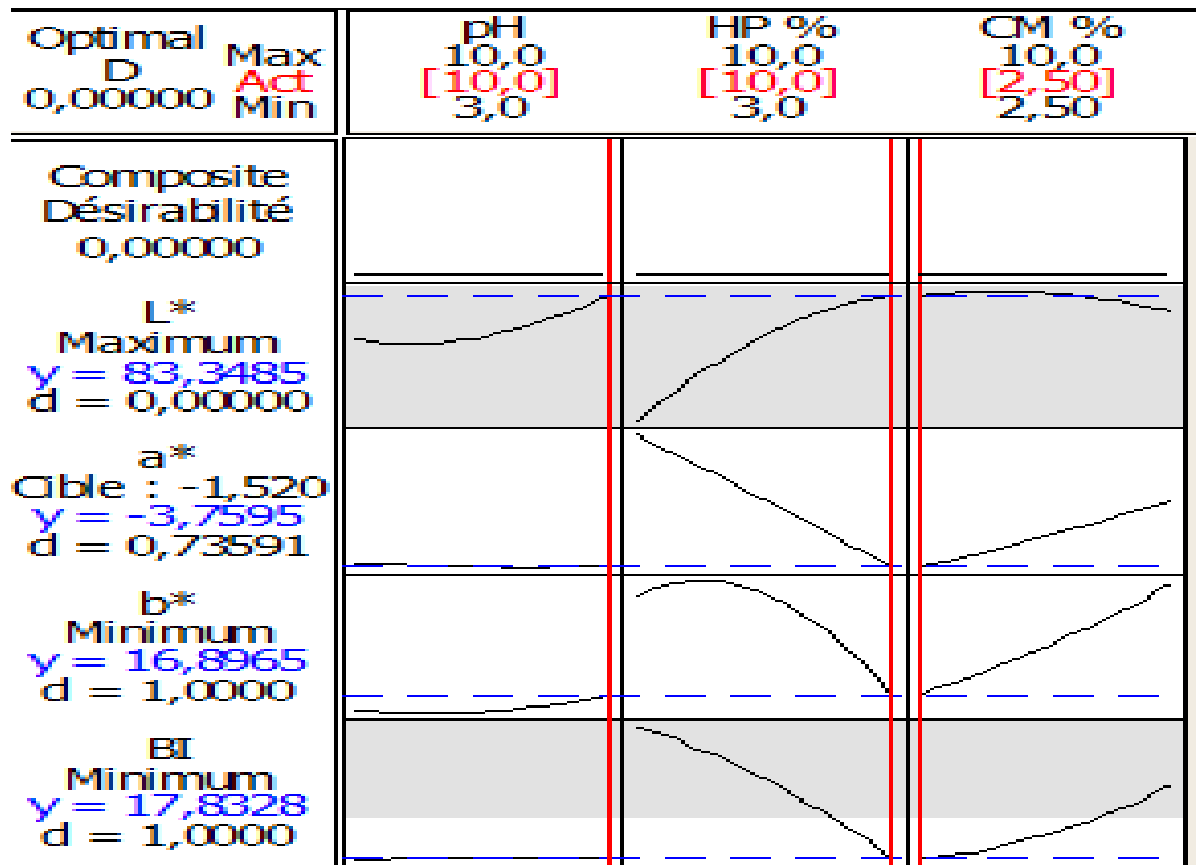


Figure 5.1. 34: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine de maïs.

Paramètres

| Objectif | Inférieur | Cible | Supérieur | Pondération | Importer |
|------------|-----------|-------|-----------|-------------|----------|
| L* Maximum | 85,00 | 90,36 | 90,36 | 1 | 1 |
| a* Cible | -10,00 | -1,52 | 10,00 | 1 | 1 |
| b* Minimum | 25,39 | 25,39 | 45,00 | 1 | 1 |
| BI Minimum | 30,85 | 30,85 | 45,00 | 1 | 1 |

* REMARQUE * Aucune solution optimale n'a pu être trouvée.

Le blanchiment du CM ne peut pas atteindre les paramètres de couleur semblables à ceux de la farine de maïs. En effet, l'optimisation n'est pas en mesure de trouver une formule de blanchiment capable de générer une blancheur proche de celle de la farine.

5.1.12.8. Optimisation des réponses par rapport à la farine de blé entier pâtissière

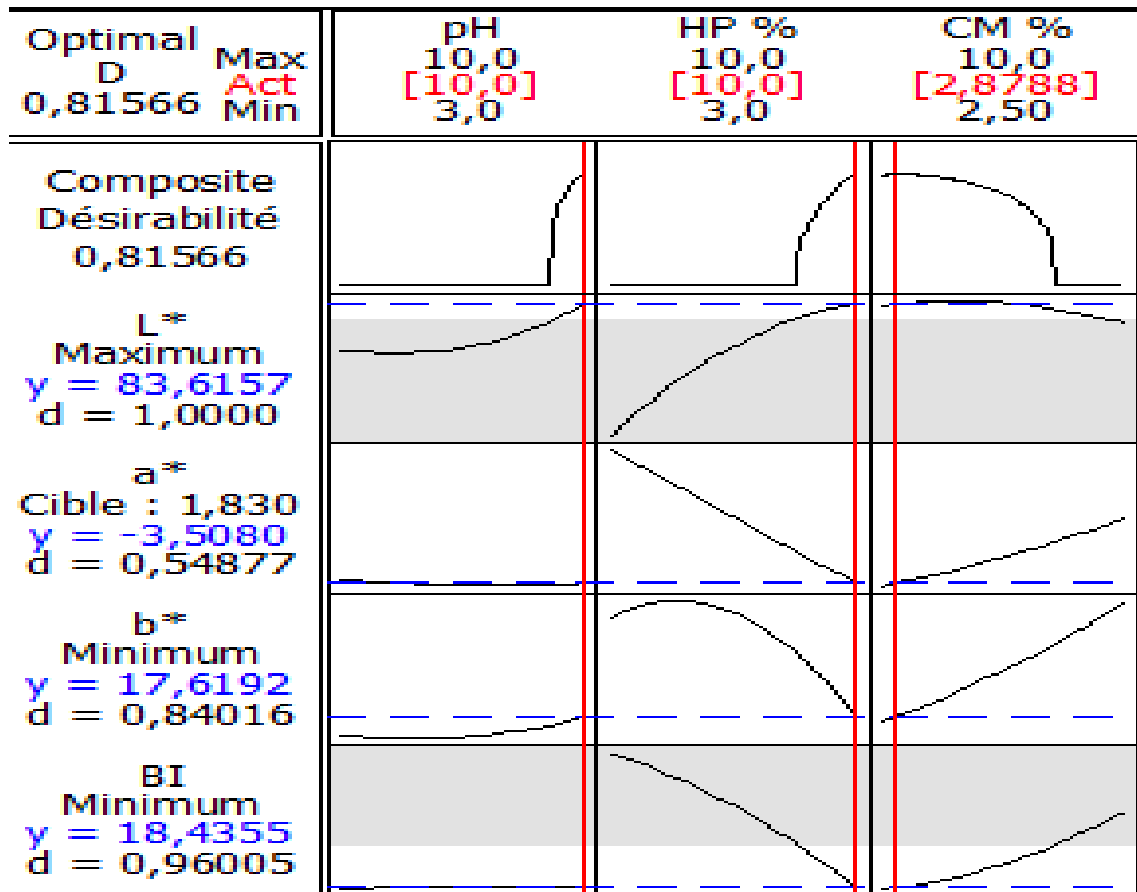


Figure 5.1. 35: Optimisation par rapport au profil chromatique de la farine de blé entier pâtissière.

Solution globale

pH = 10

HP % = 10

CM % = 2,87

Réponses prévues

L* = 83,61, désirabilité = 1,000000

a* = -3,50 désirabilité = 0,548771

b* = 17,61 désirabilité = 0,840161

BI = 18,43 désirabilité = 0,960047

Désirabilité composite = 0,815664

Avec la combinaison (pH=10, HP=10%, CM=2,8787), le blanchiment du CM donne une couleur semblable à celle de la farine de blé entier pâtissière. On en tire alors la possibilité d'incorporer les isolats du CM blanchi comme additif dans cette farine sans dénaturer ses critères de couleur.

La couleur d'un produit est l'un des facteurs de qualité les plus importants et joue un grand rôle dans l'apparence, la transformation et l'acceptabilité des consommateurs des produits alimentaires. Les mesures de la couleur des matrices alimentaires peuvent être utilisées comme un moyen indirect de déterminer la variation de la qualité, car elles sont plus simples et plus rapide que l'analyse chimique. Les paramètres de couleur (L^* , blancheur / obscurité; a^* rougeur / verueur, et b^* , jaune / bleu) ont déjà révélé des informations importantes dans la description de la détérioration de la couleur visuelle et fournir des informations utiles pour le contrôle de la qualité des produits. Il y a d'autres paramètres issus des paramètres L^* , a^* , b^* parmi lesquels nous pouvons citer l'indice de brunissement (BI) qui représente la pureté de la couleur brune. L'étude que nous avons réalisée a montré que les modèles polynomiaux du second ordre étaient suffisants pour décrire et prédire l'évolution des conditions de blanchiment du tourteau de canola avec du peroxyde d'hydrogène dans les limites expérimentales du présent travail. La méthode d'optimisation graphique basée sur l'analyse des réponses des surfaces a été adoptée pour trouver les meilleures conditions de blanchiment du tourteau de canola. Aussi, cette étude a permis d'identifier quelques farines usuelles commerciales dont les paramètres de couleur mesurés vérifient les modèles polynomiaux des réponses du blanchiment. Il s'agissait, en d'autres termes, de trouver des farines qui sont aptes à être mélangées au tourteau de canola blanchi. De très bons résultats sont obtenus avec la farine pâtissière tamisée, la farine d'avoine, la farine de seigle et la farine de blé entier pâtissière. Il en sort de cette étude qu'on peut les enrichir avec le tourteau de canola blanchi sans affecter leur couleur initiale. Par contre, le mélange avec la farine blanche et la farine de maïs est impossible, car certaines des propriétés de couleur du tourteau blanchi sont inférieures à celles de ces deux farines caractérisées, respectivement, par un L^* et un b^* très élevés.

VOLET 5.2: CARACTERISATIONS CHIMIQUE ET FONCTIONNELLE DES ISOLATS PROTÉQUES

5.2.1. Extractabilité

L'étude de l'extractabilité permet de prévoir le comportement des isolats protéiques au cours des processus de transformation d'un aliment protéique. L'extractabilité avec ou sans blanchiment en présence et en absence du NaCl est représentée à la **Figure 5.2.1**. Cette figure montre que l'extractabilité des protéines augmente avec la force ionique d'une part et avec le blanchiment d'autre part. En effet, les isolats issus des tourteaux blanchis avec ajout de NaCl présentent la meilleure extractabilité. Les anions et les cations ajoutés dans le milieu font varier l'extractabilité des protéines. Cette dernière croit proportionnellement avec l'augmentation de la concentration en NaCl et devient plus intéressante avec le blanchiment. L'extractabilité maximale est obtenue avec le tourteau blanchi avec ajout de NaCl.

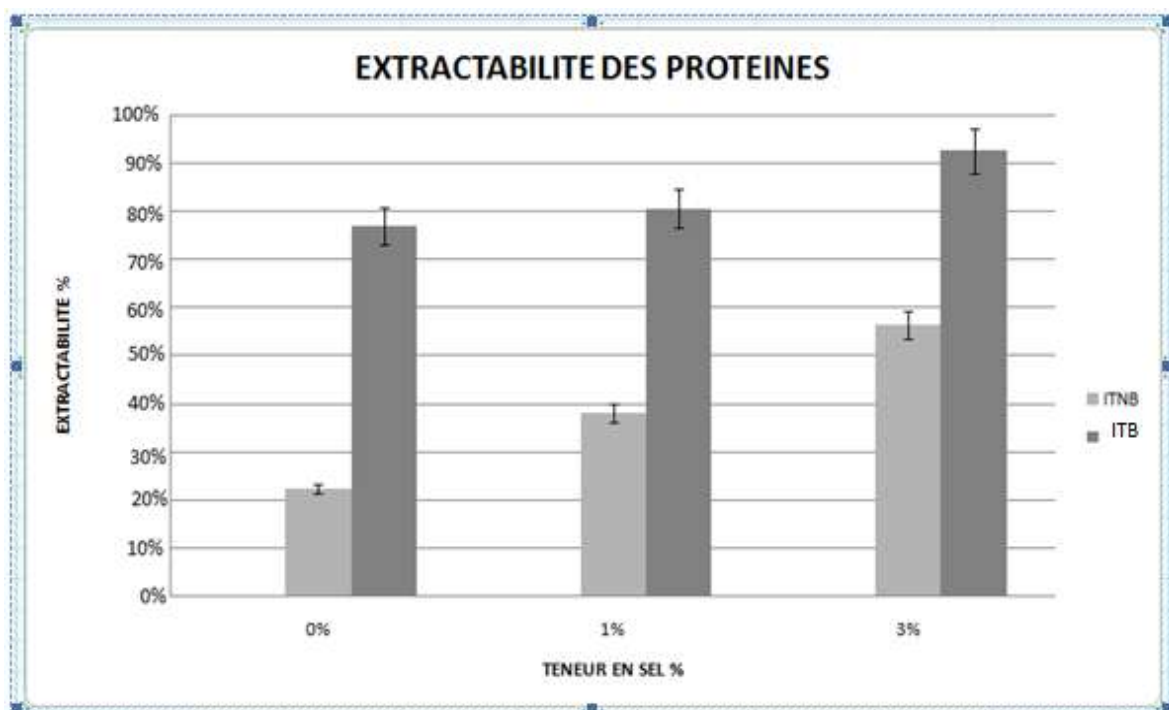


Figure 5.2. 1: Extractabilité avec et sans ajout de sel des protéines issues du tourteau de canola non blanchi (TNB) et blanchi (TB) avec du peroxyde d'hydrogène.

L'augmentation de l'extractabilité des protéines avec la force ionique s'explique par le fait qu'en présence des sels neutres comme le NaCl, les groupes chargés des protéines n'interagissent pas entre eux. L'effet global était une augmentation de la solubilité. Ce phénomène est connu sous le nom de salting-in (Adeyeye et Aye, 2005). La force ionique agit sur les propriétés fonctionnelles en réduisant la charge électrique de la double couche monomoléculaire au voisinage de la structure de la protéine. Il en résulte une diminution de l'attraction électrostatique entre charges opposées des molécules des protéines qui étaient facilement en interaction avec le solvant d'où une augmentation de l'extractabilité (Adeyeye et Aye., 2005).

5.2.2. Profil chromatique des isolats de protéines

Les isolats issus du tourteau blanchi avec ajout de sel pendant l'extraction détient la meilleur blancheur (90,1), suivis de ceux sans ajout de sel (87,47) (Tableau 5.2.1). Ceci montre l'efficacité du blanchiment et du NaCl sur la brillance des isolats. On en conclut que le blanchiment donne une meilleure clarté au tourteau et que l'extraction des protéines de ce dernier en présence de NaCl procure des isolats avec un gain de blancheur très intéressant et qui dépasse de loin celui des tourteaux non blanchis.

Tableau 5.2. 1: Profil chromatique des différents isolats

| | L* | a* | b* | IB |
|-----------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| ITNB | 51,28 ± 1.03 | 4,25 ± 0.96 | 8,03 ± 0.11 | 89,14 ± 1.23 |
| ITNB+ Sel | 68,99 ± 2.01 | 2,45 ± 0.06 | 12,97 ± 0.13 | 92,01 ± 2.37 |
| ITB | 87,47 ± 3.02 | -0,21 ± 0.01 | 19,95 ± 0.29 | 93,61 ± 3.05 |
| ITB+Sel | 90,1 ± 1.35 | 0,59 ± 0.02 | 16,79 ± 0.63 | 94,92 ± 2.18 |

* *ITNB* : Isolat de tourteau de canola non blanchi

ITB : Isolat de tourteau de canola blanchi au peroxyde d'hydrogène.

5.2.3. Capacité émulsifiante et stabilité des émulsions

La capacité émulsifiante (CE) constitue la hauteur de la phase émulsionnée rapportée à la hauteur totale de l'émulsion. Elle est surtout due aux protéines solubles (Moure et al., 2006). La stabilité de l'émulsion (SE) déterminée après chauffage au bain-marie à 85°C pendant 15 min est la hauteur stable rapportée à la hauteur initiale. Les résultats de ces mesures sont présentés au **Tableau 5.2.2**.

Tableau 5.2. 2: Tableau récapitulatif des propriétés fonctionnelles

| Propriétés | ITNB | | ITB | |
|-----------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | Sans NaCl | Avec NaCl | Sans NaCl | Avec NaCl |
| Capacité émulsifiante (%) | 54,39 ± 1,03 | 55,00 ± 1,24 | 63,83 ± 1,26 | 65,22 ± 1,23 |
| Stabilité de l'émulsion (%) | 75,76 ± 1,23 | 78,79 ± 2,36 | 86,21 ± 2,34 | 92,31 ± 2,16 |
| Capacité moussante (%) | 47,37 ± 0,62 | 40,00 ± 3,11 | 51,72 ± 0,27 | 54,92 ± 0,19 |
| Stabilité des mousses (%) | | | | |
| Après 10 min | 31,58 ± 0,35 | 30,56 ± 1,24 | 45,63 ± 0,67 | 47,22 ± 0,34 |
| Après 30 min | 30,53 ± 1,03 | 29,58 ± 2,09 | 41,67 ± 0,17 | 42,48 ± 0,95 |
| Après 60 min | 30,00 ± 2,01 | 28,57 ± 0,95 | 39,77 ± 1,08 | 40,63 ± 0,25 |

* *ITNB* : Isolat de tourteau de canola non blanchi

ITB : Isolat de tourteau de canola blanchi au peroxyde d'hydrogène.

Les ITB avec ou sans sel ont respectivement des CE de 65,22 et 3,83% tandis que leurs SE sont respectivement 92,31 et 86,21%. Le sel et le blanchiment développent la CE et la SE des isolats issus du tourteau de canola (voir **annexe 4**). La CE et la SE des émulsions sont l'œuvre des protéines solubles qui, présentes à l'interface eau et huile, favorisent et stabilisent les émulsions (Moure et al., 2006).

5.2.4. Capacité moussante et stabilité des mousses

La capacité moussante (CM) constitue le volume de mousse rapporté au volume total. La formation et la stabilité de mousse impliquent la diffusion des protéines solubles vers

l'interface air/huile. La stabilité des mousses (SM) est mesurée après 10, 30 et 60 mn en rapportant le pourcentage de mousse stable (restant) au pourcentage de mousse initial. D'après les résultats du **Tableau 5.2.2**, les ITNB sans ajout de sel forment moins de mousses que les ITNB avec ajout de sel. Les ITB présentent les valeurs maximales de 54,92% et 51,72% respectivement avec ou sans sel. La SM après 60 mn est de 40,63 et 39,77% pour les ITB avec et sans ajout de sel respectivement et 28,57% et 30% pour les ITNB avec et sans ajout de sel, respectivement. Ceci s'explique par le fait que l'obtention d'un bon pouvoir moussant et d'une bonne stabilité de la mousse varient proportionnellement en fonction de la solubilité de la protéine (Moure et al., 2006). En effet les protéines des ITB sont plus solubles que celles des ITNB dans les mêmes conditions (**Annexe 5**).

Les propriétés moussantes des protéines, la capacité à former des mousses stables et consistantes sont importantes dans la préparation des gâteaux et des desserts (Moures et al., 2006). Les ITB trouveraient leur importance en boulangerie, pâtisserie et laiterie.

5.2.5. Mesure de L'oxydation

L'indice de peroxyde caractérise une huile végétale, une graisse animale ou une résine au même titre que l'indice de saponification, de l'indice d'iode (d'insaturation) et de l'indice d'acide (acides gras libres). C'est ainsi que des protéines issues du tourteau de canola blanchi et non blanchi sont mélangées avec de l'huile pour évaluer le peroxyde résiduel. Le **Tableau 5.2.3** renseigne sur les résultats obtenus.

Tableau 5.2. 3: Indices de peroxyde (IP) obtenus

| Mélange | Huile (1) | H+TNB (2) | H+TNB+Sel (3) | H+TB (4) | H+TB+Sel (5) |
|---------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| IP | 3,85 ± 0.16 | 3,84 ± 0.21 | 3,85 ± 0.35 | 3,85 ± 0.11 | 3,85 ± 0.09 |

Cet indice s'intéresse au nombre d'oxygène actif dans les chaînes organiques d'un corps gras mélangé avec les protéines. Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation que les ITB pourraient occasionner dans l'huile. Plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est

oxydée. Cependant, cet indice n'est qu'un indicateur de début d'oxydation : celui-ci augmente pour atteindre un pic puis diminue avec l'état d'oxydation avancée. Aucune variation considérable n'a été remarquée sur les indices de peroxyde (**Figure 5.2.2**).

La **Figure 5.2.2** montre clairement que les isolats du tourteau de canola blanchi n'affectent en aucun cas l'indice de peroxyde de notre huile. C'est pratiquement le même indice de peroxyde qui est obtenu aussi bien qu'avec l'huile toute seule que le mélange de la même huile avec les protéines extraites.

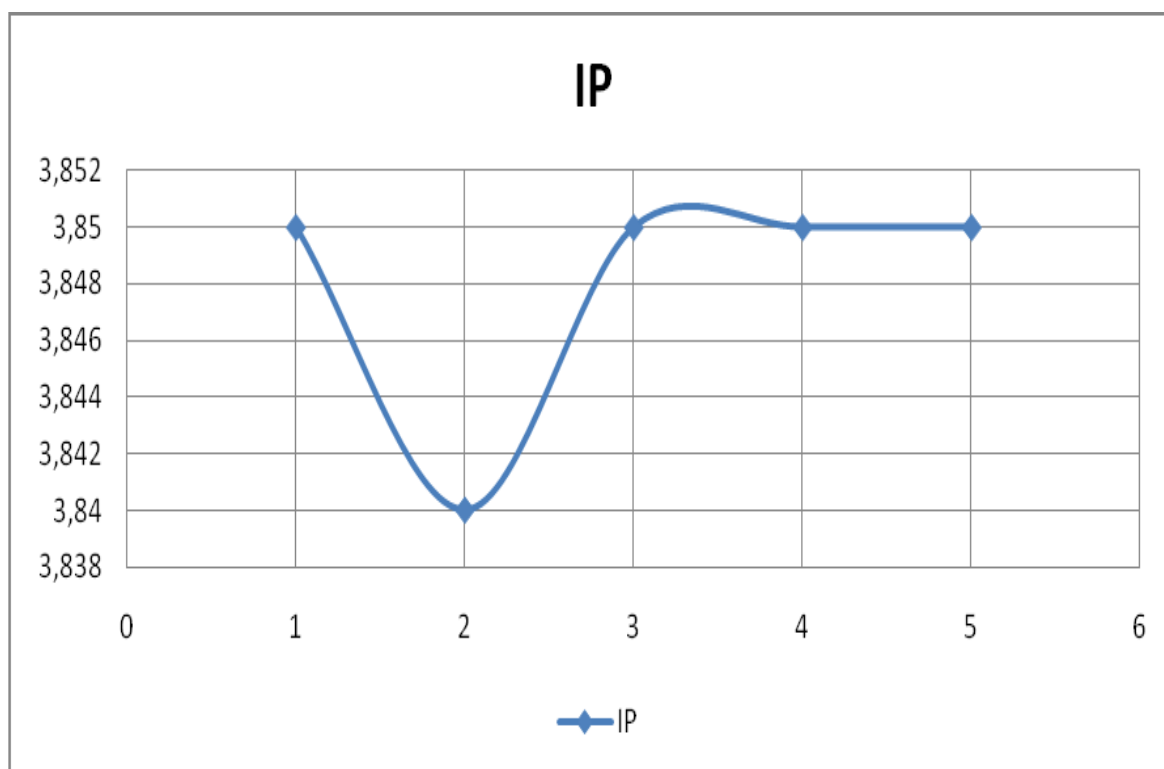


Figure 5.2. 2: Variation de l'indice de peroxyde de l'huile suite à un contact prolongé avec un isolat de protéine extrait de tourteau de canola.

Conclusion générale

Dans le domaine alimentaire, rares sont les travaux entrepris pour blanchir les tourteaux et valoriser les protéines contenues dans les tourteaux des oléagineux. Dès lors, ce présent projet de mémoire visait à contribuer à améliorer le potentiel d'utilisation alimentaire du tourteau de canola via des modifications rationnelles de trois paramètres importants ; à savoir la couleur du tourteau, le taux d'extractabilité (solubilité) de sa matière sèche totale et l'extraction de ses protéines. Dans un souci d'optimisation, la démarche expérimentale utilisée dans ce projet consistait à trouver les conditions optimales afin de blanchir le tourteau de canola. Ainsi, il a été établi que les indices chromatiques $L^* = 83,46$; $a^* = -3,66$; $b^* = 17,18$ et $BI = 18,05$ sont les plus optimaux grâce à la combinaison des variables indépendantes suivantes : $pH = 10$, concentrations du peroxyde d'hydrogène (HP) = 10 (v/v) et du tourteau de canola (CM) = 2,6515 (p/v). La méthode des réponses de surface (MSR) a également permis de trouver une formule de blanchiment qui donne un profil chromatique identique à celui des farines de blé entier pâtissière et tamisée, d'avoine et de seigle.

L'étude de fonctionnalité des protéines du tourteau blanchi (ITB) avec et sans sel et leur comparaison avec les protéines du tourteau non blanchi (ITNB) avec et sans sel ont démontré que les ITB ont de bonnes capacités moussante et émulsifiante. Les capacités émulsifiantes des ITB avec ou sans sel sont respectivement 65,22 et 63,83% et restent supérieures à celle des ITNB (environ 50%). Cette même tendance a été aussi observée pour la stabilité des émulsions. Les résultats de cette étude ont aussi montré que la capacité moussante et la stabilité des mousses des ITNB avec ou sans sel sont inférieures à celles des ITB avec et sans sel. En effet, les résultats ont montré la bonne capacité de l'ITB à former une émulsion et une mousse en présence de sel.

En résumé, nos travaux ont mis en lumière la possibilité d'optimiser par la MRS une formule de blanchiment pour le tourteau de canola, d'extraire les protéines du tourteau blanchi au peroxyde d'hydrogène avec de bons rendement globaux de récupération et d'obtenir des isolats présentant des propriétés fonctionnelles intéressantes, moussantes et émulsifiantes et cela sans altérer l'indice de peroxyde d'une huile végétale suite à un contact prolongé.

Bibliographie

Abdullah MZ , LC Guan, KC Lim, Karim AA Les applications de vision par ordinateur et d'imagerie tomographique radar pour évaluer les propriétés physiques des aliments Journal of Food Engineering, 61 (2004), pp 125-135.

Adeyeye E., Aye P.A. (2005). Chemical Composition and the Effect of Salts on the Food Properties of Triticum durum Wholemeal Flour. Pakistan Journal of Nutrition, 4 (3), 187-196.

Adler, E. (1977) Lignin chemistry - Past, present and future. Wood Sci. Technol. 11:169-218.

Aider, M. & Barbana, C. (2011) Canola proteins: composition, extraction, functional properties, bioactivity, applications as food ingredient and allergenicity – A practical and critical review. Trends in food science & technology 22: 21-39.

Aravindhan R , Fathima NN , Rao JR et Nair BU , l'oxydation par voie humide de l'acide teinture brun par du peroxyde d'hydrogène en utilisant catalyseur hétérogène Mn-salen-zéolithe Y: un catalyseur potentiel . J Hazard Mater 138 : 152 - 159 (2006).

Bailey, C.W., Dence, C.W. (1969) Reactions of alkaline hydrogen peroxide with softwood lignin model compounds, spruce milled-groundwood lignin and spruce groundwood, TAPPI 52(3):491-500.

Baudet J.J., Burghart P., Evrard J. (1988). Tourteau à basse teneur en glucosinolates (BTG). Cahier Technique Colza. CETIOM.

Coffman, C.W. & Garcia, W.W. (1977). Functional properties amino acid composition protein isolate from mug bean flour. Journal of Food Technology. 12, 473-484.

Deen L.J., Funk M., Weber W.M (2003). Implementation of WHO guidelines on management of severe malnutrition in hospitals in Africa- *Bulletins of the World Health Organisation*, 81: 237-243.

Dickinson, E. (1992). *An Introduction to food colloids*. Great Britain, Oxford Science Publication, UK.

Diosady L.L., Tzeng Y.M., Rubin L.J. (1984). Preparation of rapeseed protein concentrates and isolates using ultrafiltration. *J. Food Sci.*, 49, 768-776.

El kadiri I. (2002). Contribution à l'amélioration de l'utilisation alimentaire du tourteau de canola: décoloration par du peroxyde d'hydrogène et impact sur le produit.

FAO (2006), *Investir dans l'agriculture pour la sécurité alimentaire*. Journée mondiale de l'alimentation/Telefood, Rome, Italie.

FAO (WHO) (Food an Agriculture Organisation and the World Heath Organisation) (2007). Protein and acid requirement in human nutrition. WHO/FAO/UNU Expert. Technical Report serie 935. Cholé. Doc N°11.

Friedman M. (1996). Nutritional value of proteins from different food sources. A review. *J. Agric. Food Chem.*, 44, 6-29.

Foster R, Williamson C.S., Lun J. (2009). Culinary oils and their health effet. British Nutrition Foundation. *Nutrition Bulletin*, 34, 4-47.

Gellerstedt, G., Agnemo, R. (1980) The reactions of lignin with alkaline hydrogen peroxide. Part III. The oxidation of conjugated carbonyl structures. *Acta Chem. Scand.* B34:275- 280.

Gierer, J. (1986) Chemistry of delignification. Part 2: Reactions of lignins during bleaching. Wood Sci. Technol. 20:1-33.

Godon B. (1996). Protéines végétales. Eds Lavoisier.

Graf E. (1986). Phytic acid: Chemistry and applications. Pilatus press (USA), 343 p.

Guillou D., Landreau E (2000). Granulométrie et nutrition porcine. Inra Prod. Anim., 13 (2) 137-145.

Halling, P.L. (1981). Protein-stabilised foams and emulsions. C.R.C Crit. Rev Food Science and Nutrition. 15, 55-203.

Hunt GTR, Mesure de la couleur (2e éd.) Ellis Horwood, New York (1991).

Hurrel R.F., Finot P.A.,(1982). Protein polyphenol reaction. In : Nutritional and metabolic consequences of the reaction between oxidized caffeic and the lysine residues of casein. Br, J. Nute 47: de 191-211.

Jansman A.J.M., Verstegen M.W, Huisman J. (1993). Effets of dietary inclusion of hulls of faba beans (*Vicia faba* L.) with a low and high content of condensed tanins on digestion and some physiological parameters in piglets. Anim. Feed Sci. Technol, 43, 239-257.

Jeejeebhoy K.N. (2000). Vegetable proteins: are they nutritionally equivalent to animal protein? Eur. J. Gastroenterology Hepatology, 12, 1-2.

Jensen, R., 1968, "Advanced Pulp & Paper Chemistry", Wochbl. Papierfabrik, Vol. 96 no. 11-12, p. 399.

Johannes O., Einar N., Tor A.S, Giogio V. Unberto 2003. Effet on protein digestibility of different processing conditions in the production of fish meal and fish food. *Journal of science of food and agriculture*, 83 (8), 775-782.

Joiner, A. (2006) The bleaching of teeth: A review of the literature. *Journal of dentistry* 34, 412-419.

Kilara, A. (1984). Standardization of methodology for evaluating whey proteins. *Journal of Dairy Science*. 67, 2734-2744.

Kostaropoulos, AE & Saravacos, GD (1995). micro-ondes de prétraitement pour séchées au soleil des raisins secs . *Journal of Food Science* , 60 , 344 - 347

Koubek, E., Haggett, M.L., Battaglia, C.J., Ibne-Rasa, K.M., Pyun, H.Y., Edwards, J.O. (1963) Kinetics and mechanism of the spontaneous decompositions of some peroxyacids, hydrogen peroxide and t-butyl hydroperoxide. *J. Am. Chem. Soc.* 85:2263- 2268.

Laemmli, U. K. (1970). Cleavage of structural protéins during the assembly of the head of bacteriophage T4. *Nature*, 227: 680-685.

Lebas 2000. Granulométrie des aliments composés et fonctionnement digestif du lapin. *Inra Prod. Anim* 13 (2): 109-116.

Lee P.A., Pittam S., Hill R. (1984). The voluntary food intake by growing pigs of diets containing treated rapeseed meals or extracts of rapeseed meals. *Brit. J. Nutr.*, 52, 159-164.

Marshall, W.H. Duston, T.R. & Carpenter, Z.L. (1975). A simple method for emulsion endpoint determinations. *Journal of Food Science*. 40, 896-901.

McClements, D.J. (1999), Food emulsions ;Principles, practice, and techniques.CRC Press LLC.

Melciom J.P. (2000). Granulométrie de l'aliment: Principe, mesure et obtention. Inra. Prod. Anim 13 (2): 81-97.

Montfort M.A. (2005). Notes et études économiques . Filières oléagineuses, N° 23, 55-85.

Monghan J.P., Rutherford M.S. (2008). Available lysine in foods: A brief historical overview. Journal of AOAC international, 91 (4); 901-906.

Moure A., Sineiro J., Dominguez H., Parato J.C. (2006). Functionality of oilseed protein products: A review. Food Research International, 38 (9), 945-963.

Naczki M., Diosady L. L., Rubin L. J. (1985). Functional properties of canola meals produced by a two solvent system. Journal of Food Science, 50, 1685-1692.

Papadakis SE, S. Abdul-Malek, RE Kamdem, KL Yam, Une technique souple et peu coûteuse pour la mesure des couleurs des aliments, Food Technology, 54 (12) (2000), pp 48-51.

Perez J.M., Bourdon D. (1992). Energy and protein value of peas for pigs: synthesis of french results. First European conference on grain legumes, Angers, France pp 489-490.

Raymundo, A. Empis, J. & Sousa, I. (1998). Method to evaluate foaming performance. Journal of Food Engineering. 36, 445-452.

Rhim, JW , Nunes, RV , Jones, VA & Swartzel, KR (1989). Cinétique de changement de couleur du jus de raisin produite en utilisant la température augmentée linéairement. Journal of Food Science , 54 , 776 - 777.

Sell D.R., Reed W.M., Roger J.C. (1985). Mucin, excretion and morphology of the intestinal tract as influenced by sorghum tanins. *Nutr. Report Intern*, 31, 1369-1374.

Schwenke K.D. (1994). Rapeseed proteins. *New and developing sources of food proteins*. Edited by B.J.F. Hudson. Published by Chapman and Hall., 281-306.

Sniras H., Rao Narasinga M. S. (1986). Functional properties of poppy seed meal. *J. Agric. Food Chem*, 34, 222-224.

Swift, C.E. Lockett, C. & Fryer, A.J. (1961). Comminuted meat emulsions: the capacity of meat for emulsifying fat. *Food Technology*. 15, 68-72.

Trusell HJ, Saber E., M. Vrhel, *Traitement de l'image couleur*, *IEEE Signal Processing Magazine*, 22 (1) (2005), pp 14-22.

Uppstrom, B. (1995). Seed chemistry. In D. Kimber, & D. I. McGregor (Eds.), *Brassica oilseeds: Production and utilization*. UK: CAB International.

Urbano G., Lopez-Jurado M., Frejnagel S., Gomez-Villalva E., Porres M.J., Frias J., Vidal-Valverde C., Aranda P. (2005). Nutritional assesment of raw germinated pea (*Pisum sativaum* L.) protéin and carbohyrate in vitro and in vivo techniques. *Nutrition*, 21, 230-239.

Wang, G. X., Zhu, R. X., Zhang, D. J., & Liu, C. B. (2006). Theoretical study of the darkoxidation reaction mechanisms for organic polymers. *Chemical Physics Letters*, 427, 35-40.

Webb, N.B. Ivey, F.J. Craig, H.B. Jones, V.A. & Monroe, R.J. (1970). The measurement of emulsifying capacity by electrical resistance. *Journal of Food Science*. 35, 501-503.

Xie JQ , Li JZ , Meng XG , Hu CW , Zeng XC et SX Li , Une étude cinétique de l'oxydation phénolique par H₂O₂ en utilisant les complexes de base de Schiff que les peroxydases mimétiques . *Transition Met Chem* 29 : 388 - 393 (2004).

Xu L., Diosady L.L. (2002). Removal of phenolic compounds in the production of high-quality canola protein isolates. *Food Research Int.*, 35, 23-30..

Zaidi F., Kichon M., Bellal M.M., (2003). Effets of tannic acid on the food intake and protein digestibility of root voles. *Acta theriologica Sinica*. 23 (1), 52-57.

Zeronian, S. H. & Inglesby, M. K. (1995) Bleaching of cellulose by Hydrogen peroxide. *Cellulose*, 2: 265-272.

Annexes

Annexe 1 : Les cinq principales destinations pour l'exportation du canola canadien en 2006

| Rang | Destination | milliers de tonnes | pourcentage des exportations totales |
|---|-------------|--------------------|--------------------------------------|
| Source : Statistique Canada, <i>La revue des céréales et des graines oléagineuses</i> , n° 22-007-XIB au catalogue, novembre 2007. | | | |
| 1 | Japon | 1 961 | 35,8 |
| 2 | Chine | 916 | 16,7 |
| 3 | Mexique | 900 | 16,4 |
| 4 | États-Unis | 670 | 12,2 |
| 5 | Pakistan | 549 | 10,0 |
| | Autres | 482 | 8,8 |
| Total des exportations | | 5 477 | 100,0 |

Date de modification : 2009-04-03

Annexe 2: Tableaux ANOVA

Régression de la surface de réponse : L*; a*; b*; BI en fonction de HP %; CM %

Régression de la surface de réponse : L* en fonction de HP %; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour L*

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|---------|-------|--------|-------|---|
| Constante | 69,4155 | 2,551 | 27,208 | 0,000 | |
| HP % | 13,0081 | 1,267 | 10,267 | 0,000 | |
| CM % | -2,0136 | 1,258 | -1,601 | 0,124 | |
| HP %*HP % | -4,9178 | 2,228 | -2,207 | 0,039 | |
| CM %*CM % | -2,3996 | 2,492 | -0,963 | 0,347 | |
| HP %*CM % | -0,1919 | 1,505 | -0,128 | 0,900 | |

S = 5,32836 SomCar-ErrPrév = 989,314

R carré = 84,41 % R carré (prév) = 74,13 % R carré (ajust) = 80,70 %

Analyse de la variance pour L*

| Source | SomCar | | | | F | P |
|------------------------------|--------|------------|---------|----------|-------|-------|
| | DL | SomCar séq | ajust | CM ajust | | |
| Régression | 5 | 3228,09 | 3228,09 | 645,62 | 22,74 | 0,000 |
| Linéaire | 2 | 3063,00 | 3072,66 | 1536,33 | 54,11 | 0,000 |
| Carré | 2 | 164,63 | 164,63 | 82,31 | 2,90 | 0,077 |
| Interaction | 1 | 0,46 | 0,46 | 0,46 | 0,02 | 0,900 |
| Erreur résiduelle | 21 | 596,22 | 596,22 | 28,39 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 162,73 | 162,73 | 54,24 | 2,25 | 0,117 |
| Erreur pure | 18 | 433,49 | 433,49 | 24,08 | | |
| Total | 26 | 3824,31 | | | | |

Observations aberrantes pour L*

| Observation | Ordre | Valeur | | | | |
|-------------|-------|--------|------------|-----------|-------------------|------------------------------|
| | | Std | L* ajustée | Ajust ErT | Valeur résiduelle | Valeur résiduelle normalisée |
| 25 | 25 | 86,800 | 77,312 | 2,688 | 9,488 | 2,06 R |

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante

Coefficients de régression estimés pour L*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|-----------|
| Constante | 24,3924 |
| HP % | 9,02692 |
| CM % | 1,69106 |
| HP %*HP % | -0,401455 |

CM %*CM % -0,170637
 HP %*CM % -0,0146242

Régression de la surface de réponse : a* en fonction de HP %; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour a*

| Terme | Coeff | Coef ErT | T | P |
|-----------|----------|----------|---------|-------|
| Constante | 4,04896 | 0,5791 | 6,991 | 0,000 |
| HP % | -4,91559 | 0,2876 | -17,092 | 0,000 |
| CM % | 1,93522 | 0,2856 | 6,777 | 0,000 |
| HP %*HP % | -0,09009 | 0,5058 | -0,178 | 0,860 |
| CM %*CM % | 0,42875 | 0,5657 | 0,758 | 0,457 |
| HP %*CM % | 1,22965 | 0,3417 | 3,599 | 0,002 |

S = 1,20952 SomCar-ErrPrév = 49,4109
 R carré = 94,73 % R carré (prév) = 91,52 % R carré (ajust) = 93,47 %

Analyse de la variance pour a*

| Source | SomCar | | | | |
|------------------------------|--------|------------|---------|----------|--------|
| | DL | SomCar séq | ajust | CM ajust | F |
| Régression | 5 | 551,804 | 551,804 | 110,361 | 75,44 |
| Linéaire | 2 | 531,973 | 497,126 | 248,563 | 169,91 |
| Carré | 2 | 0,887 | 0,887 | 0,443 | 0,30 |
| Interaction | 1 | 18,944 | 18,944 | 18,944 | 12,95 |
| Erreur résiduelle | 21 | 30,722 | 30,722 | 1,463 | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 25,652 | 25,652 | 8,551 | 30,36 |
| Erreur pure | 18 | 5,070 | 5,070 | 0,282 | |
| Total | 26 | 582,526 | | | |

| Source | P |
|------------------------------|-------|
| Régression | 0,000 |
| Linéaire | 0,000 |
| Carré | 0,742 |
| Interaction | 0,002 |
| Erreur résiduelle | |
| Inadéquation de l'ajustement | 0,000 |
| Erreur pure | |
| Total | |

Observations aberrantes pour a*

| Observation | Ordre | Valeur | | | | |
|-------------|-------|------------|------------|-----------------------------|------------------------------|--------|
| | | Valeur Std | a* ajustée | Valeur résiduelle Ajust ErT | Valeur résiduelle normalisée | |
| 24 | 24 | 9,730 | 6,938 | 0,522 | 2,792 | 2,56 R |

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante
Coefficients de régression estimés pour a*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|-------------|
| Constante | 14,6388 |
| HP % | -1,89439 |
| CM % | -0,474019 |
| HP %*HP % | -0,00735450 |
| CM %*CM % | 0,0304889 |
| HP %*CM % | 0,0936873 |

Régression de la surface de réponse : b* en fonction de HP %; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour b*

| Terme | Coeff | Coef ErT | T | P |
|-----------|--------|----------|--------|-------|
| Constante | 34,894 | 1,2421 | 28,092 | 0,000 |
| HP % | -2,428 | 0,6168 | -3,936 | 0,001 |
| CM % | 3,368 | 0,6124 | 5,499 | 0,000 |
| HP %*HP % | -9,221 | 1,0848 | -8,500 | 0,000 |
| CM %*CM % | 1,557 | 1,2133 | 1,283 | 0,213 |
| HP %*CM % | 6,552 | 0,7329 | 8,941 | 0,000 |

S = 2,59417 SomCar-ErrPrév = 231,514

R carré = 91,17 % R carré (prév) = 85,54 % R carré (ajust) = 89,07 %

Analyse de la variance pour b*

| Source | DL | SomCar | | | F | P |
|------------------------------|----|------------|---------|----------|-------|-------|
| | | SomCar séq | ajust | CM ajust | | |
| Régression | 5 | 1459,66 | 1459,66 | 291,932 | 43,38 | 0,000 |
| Linéaire | 2 | 424,37 | 310,01 | 155,007 | 23,03 | 0,000 |
| Carré | 2 | 497,35 | 497,35 | 248,674 | 36,95 | 0,000 |
| Interaction | 1 | 537,94 | 537,94 | 537,940 | 79,94 | 0,000 |
| Erreur résiduelle | 21 | 141,32 | 141,32 | 6,730 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 58,64 | 58,64 | 19,548 | 4,26 | 0,019 |
| Erreur pure | 18 | 82,68 | 82,68 | 4,593 | | |
| Total | 26 | 1600,98 | | | | |

Observations aberrantes pour b*

| Observation | OrdreStd | Valeur | | | | |
|-------------|----------|-------------------|-----------|-------------------|------------------------------|--------|
| | | Valeur b* ajustée | Ajust ErT | Valeur résiduelle | Valeur résiduelle normalisée | |
| 20 | 20 | 34,290 | 29,335 | 1,127 | 4,955 | 2,12 R |

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante

Coefficients de régression estimés pour b*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-------|-------|
|-------|-------|

Constante 26,5923
 HP % 5,97180
 CM % -3,73095
 HP %*HP % -0,752751
 CM %*CM % 0,110726
 HP %*CM % 0,499238

Régression de la surface de réponse : BI en fonction de HP %; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour BI

| Terme | Coeff | Coef ErT | T | P |
|-----------|---------|----------|---------|-------|
| Constante | 71,317 | 1,7623 | 40,468 | 0,000 |
| HP % | -29,321 | 0,8752 | -33,502 | 0,000 |
| CM % | 10,671 | 0,8689 | 12,281 | 0,000 |
| HP %*HP % | -9,189 | 1,5391 | -5,970 | 0,000 |
| CM %*CM % | 9,436 | 1,7214 | 5,482 | 0,000 |
| HP %*CM % | 13,959 | 1,0398 | 13,424 | 0,000 |

S = 3,68058 SomCar-ErrPrév = 460,732
 R carré = 98,79 % R carré (prév) = 98,05 % R carré (ajust) = 98,51 %

Analyse de la variance pour BI

| Source | DL | SomCar | | | F |
|------------------------------|----|------------|---------|----------|--------|
| | | SomCar séq | ajust | CM ajust | |
| Régression | 5 | 23302,5 | 23302,5 | 4660,50 | 344,03 |
| Linéaire | 2 | 19971,4 | 17333,0 | 8666,49 | 639,75 |
| Carré | 2 | 889,9 | 889,9 | 444,96 | 32,85 |
| Interaction | 1 | 2441,2 | 2441,2 | 2441,19 | 180,21 |
| Erreur résiduelle | 21 | 284,5 | 284,5 | 13,55 | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 251,8 | 251,8 | 83,94 | 46,24 |
| Erreur pure | 18 | 32,7 | 32,7 | 1,82 | |
| Total | 26 | 23587,0 | | | |
| Source | | P | | | |
| Régression | | 0,000 | | | |
| Linéaire | | 0,000 | | | |
| Carré | | 0,000 | | | |
| Interaction | | 0,000 | | | |
| Erreur résiduelle | | | | | |
| Inadéquation de l'ajustement | | 0,000 | | | |
| Erreur pure | | | | | |
| Total | | | | | |

Observations aberrantes pour BI

| Observation | OrdreStd | Valeur | | |
|-------------|----------|-------------------|------------|------------------------------|
| | | Valeur BI ajustée | Valeur ErT | Valeur résiduelle normalisée |
| | | | | |

21 21 90,150 97,598 1,929 -7,448 -2,38 R

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante
Coefficients de régression estimés pour BI, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|-----------|
| Constante | 145,709 |
| HP % | -5,27273 |
| CM % | -12,4549 |
| HP %*HP % | -0,750119 |
| CM %*CM % | 0,671022 |
| HP %*CM % | 1,06351 |

Régression de la surface de réponse : L*; a*; b*; BI en fonction de pH; CM %

Régression de la surface de réponse : L* en fonction de pH; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour L*

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|---------|-------|--------|-------|---|
| Constante | 62,4102 | 5,988 | 10,423 | 0,000 | |
| pH | 4,4094 | 2,974 | 1,483 | 0,153 | |
| CM % | -2,0192 | 2,952 | -0,684 | 0,501 | |
| pH*pH | 4,2523 | 5,229 | 0,813 | 0,425 | |
| CM %*CM % | -2,3996 | 5,849 | -0,410 | 0,686 | |
| pH*CM % | 0,3095 | 3,533 | 0,088 | 0,931 | |

S = 12,5052 SomCar-ErrPrév = 5562,41

R carré = 14,13 % R carré (prév) = 0,00 % R carré (ajust) = 0,00 %

Analyse de la variance pour L*

| Source | DL | SomCar | | CM ajust | F | P |
|------------------------------|----|---------|---------|----------|------|-------|
| | | séq | ajust | | | |
| Régression | 5 | 540,34 | 540,34 | 108,068 | 0,69 | 0,636 |
| Linéaire | 2 | 409,41 | 414,66 | 207,328 | 1,33 | 0,287 |
| Carré | 2 | 129,73 | 129,73 | 64,865 | 0,41 | 0,666 |
| Interaction | 1 | 1,20 | 1,20 | 1,200 | 0,01 | 0,931 |
| Erreur résiduelle | 21 | 3283,96 | 3283,96 | 156,379 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 0,88 | 0,88 | 0,294 | 0,00 | 1,000 |
| Erreur pure | 18 | 3283,08 | 3283,08 | 182,393 | | |
| Total | 26 | 3824,31 | | | | |

Coefficients de régression estimés pour L*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|---------|
| Constante | 66,5454 |

pH -3,40025
 CM % 1,44123
 pH*pH 0,347130
 CM %*CM % -0,170637
 pH*CM % 0,0235817

Régression de la surface de réponse : a* en fonction de pH; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour a*

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|--------|-------|-------|-------|---|
| Constante | 4,0251 | 2,361 | 1,705 | 0,103 | |
| pH | 0,3501 | 1,172 | 0,299 | 0,768 | |
| CM % | 1,8697 | 1,164 | 1,606 | 0,123 | |
| pH*pH | 0,2682 | 2,062 | 0,130 | 0,898 | |
| CM %*CM % | 0,4287 | 2,306 | 0,186 | 0,854 | |
| pH*CM % | 0,1457 | 1,393 | 0,105 | 0,918 | |

S = 4,93048 SomCar-ErrPrév = 845,628
 R carré = 12,36 % R carré (prév) = 0,00 % R carré (ajust) = 0,00 %

Analyse de la variance pour a*

| Source | DL | SomCar | | ajust | CM ajust | F | P |
|------------------------------|----|---------|---------|---------|----------|-------|---|
| | | séq | ajust | | | | |
| Régression | 5 | 72,024 | 72,024 | 14,4048 | 0,59 | 0,706 | |
| Linéaire | 2 | 70,506 | 65,068 | 32,5341 | 1,34 | 0,284 | |
| Carré | 2 | 1,252 | 1,252 | 0,6258 | 0,03 | 0,975 | |
| Interaction | 1 | 0,266 | 0,266 | 0,2661 | 0,01 | 0,918 | |
| Erreur résiduelle | 21 | 510,502 | 510,502 | 24,3096 | | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 0,031 | 0,031 | 0,0103 | 0,00 | 1,000 | |
| Erreur pure | 18 | 510,471 | 510,471 | 28,3595 | | | |
| Total | 26 | 582,526 | | | | | |

Coefficients de régression estimés pour a*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|-----------|
| Constante | 2,82572 |
| pH | -0,253968 |
| CM % | 0,0453050 |
| pH*pH | 0,0218915 |
| CM %*CM % | 0,0304889 |
| pH*CM % | 0,0111042 |

Régression de la surface de réponse : b* en fonction de pH; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour b*

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-------|-------|------|-----|---|---|
|-------|-------|------|-----|---|---|

Constante 27,5227 3,797 7,248 0,000
 pH 1,9100 1,886 1,013 0,323
 CM % 3,0466 1,872 1,627 0,119
 pH*pH 1,7600 3,316 0,531 0,601
 CM %*CM % 1,5571 3,709 0,420 0,679
 pH*CM % 0,2001 2,241 0,089 0,930

S = 7,93091 SomCar-ErrPrév = 2185,73
 R carré = 17,50 % R carré (prév) = 0,00 % R carré (ajust) = 0,00 %

Analyse de la variance pour b*

| | SomCar | | | | | |
|------------------------------|--------|---------|---------|---------|----------|-------|
| Source | DL | SomCar | séq | ajust | CM ajust | F P |
| Régression | 5 | 280,10 | 280,10 | 56,020 | 0,89 | 0,505 |
| Linéaire | 2 | 250,80 | 232,62 | 116,311 | 1,85 | 0,182 |
| Carré | 2 | 28,80 | 28,80 | 14,399 | 0,23 | 0,797 |
| Interaction | 1 | 0,50 | 0,50 | 0,502 | 0,01 | 0,930 |
| Erreur résiduelle | 21 | 1320,89 | 1320,89 | 62,899 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 0,32 | 0,32 | 0,107 | 0,00 | 1,000 |
| Erreur pure | 18 | 1320,57 | 1320,57 | 73,365 | | |
| Total | 26 | 1600,98 | | | | |

Coefficients de régression estimés pour b*, en utilisant les données des unités non codées

Terme Coeff
 Constante 29,9130
 pH -1,41739
 CM % -0,670767
 pH*pH 0,143677
 CM %*CM % 0,110726
 pH*CM % 0,0152484

Régression de la surface de réponse : BI en fonction de pH; CM %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour BI

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|---------|--------|--------|-------|---|
| Constante | 67,0493 | 15,122 | 4,434 | 0,000 | |
| pH | -0,5901 | 7,510 | -0,079 | 0,938 | |
| CM % | 10,0439 | 7,456 | 1,347 | 0,192 | |
| pH*pH | -0,7369 | 13,206 | -0,056 | 0,956 | |
| CM %*CM % | 9,4362 | 14,771 | 0,639 | 0,530 | |
| pH*CM % | -0,7812 | 8,922 | -0,088 | 0,931 | |

S = 31,5815 SomCar-ErrPrév = 34101,0

R carré = 11,20 % R carré (prév) = 0,00 % R carré (ajust) = 0,00 %

Analyse de la variance pour BI

| Source | DL | SomCar | | CM ajust | F | P |
|------------------------------|----|---------|-----------|----------|------|-------|
| | | SomCar | séq ajust | | | |
| Régression | 5 | 2641,8 | 2641,8 | 528,35 | 0,53 | 0,751 |
| Linéaire | 2 | 2224,0 | 1814,6 | 907,30 | 0,91 | 0,418 |
| Carré | 2 | 410,2 | 410,2 | 205,08 | 0,21 | 0,816 |
| Interaction | 1 | 7,6 | 7,6 | 7,65 | 0,01 | 0,931 |
| Erreur résiduelle | 21 | 20945,2 | 20945,2 | 997,39 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 6,7 | 6,7 | 2,23 | 0,00 | 1,000 |
| Erreur pure | 18 | 20938,6 | 20938,6 | 1163,25 | | |
| Total | 26 | 23587,0 | | | | |

Coefficients de régression estimés pour BI, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|------------|
| Constante | 72,6575 |
| pH | 0,985461 |
| CM % | -5,32253 |
| pH*pH | -0,0601587 |
| CM %*CM % | 0,671022 |
| pH*CM % | -0,0595212 |

Régression de la surface de réponse : L*; a*; b*; BI en fonction de pH; HP %

Régression de la surface de réponse : L* en fonction de pH; HP %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour L*

| Terme | Coeff | Coef ErT | T | P |
|-----------|---------|----------|--------|-------|
| Constante | 64,8768 | 1,6480 | 39,367 | 0,000 |
| pH | 4,4105 | 0,8767 | 5,031 | 0,000 |
| HP % | 12,9940 | 0,8767 | 14,821 | 0,000 |
| pH*pH | 4,2523 | 1,5528 | 2,738 | 0,012 |
| HP %*HP % | -4,9178 | 1,5528 | -3,167 | 0,005 |
| pH*HP % | 0,7453 | 1,0647 | 0,700 | 0,492 |

S = 3,71341 SomCar-ErrPrév = 486,391

R carré = 92,43 % R carré (prév) = 87,28 % R carré (ajust) = 90,63 %

Analyse de la variance pour L*

| Source | DL | SomCar | | CM ajust | F |
|-------------|----|---------|-----------|----------|--------|
| | | SomCar | séq ajust | | |
| Régression | 5 | 3534,73 | 3534,73 | 706,95 | 51,27 |
| Linéaire | 2 | 3286,26 | 3384,89 | 1692,45 | 122,74 |
| Carré | 2 | 241,71 | 241,71 | 120,86 | 8,76 |
| Interaction | 1 | 6,76 | 6,76 | 6,76 | 0,49 |

| | | | | | |
|------------------------------|----|---------|--------|-------|------|
| Erreur résiduelle | 21 | 289,58 | 289,58 | 13,79 | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 4,40 | 4,40 | 1,47 | 0,09 |
| Erreur pure | 18 | 285,18 | 285,18 | 15,84 | |
| Total | 26 | 3824,31 | | | |

| | |
|------------------------------|-------|
| Source | P |
| Régression | 0,000 |
| Linéaire | 0,000 |
| Carré | 0,002 |
| Interaction | 0,492 |
| Erreur résiduelle | |
| Inadéquation de l'ajustement | 0,963 |
| Erreur pure | |
| Total | |

Coefficients de régression estimés pour L*, en utilisant les données des unités non codées

| | |
|-----------|-----------|
| Terme | Coeff |
| Constante | 32,8294 |
| pH | -3,64800 |
| HP % | 8,53602 |
| pH*pH | 0,347130 |
| HP %*HP % | -0,401455 |
| pH*HP % | 0,0608394 |

Régression de la surface de réponse : a* en fonction de pH; HP %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour a*

| | | | | |
|-----------|----------|----------|--------|-------|
| Terme | Coeff | Coef ErT | T | P |
| Constante | 3,93994 | 1,0402 | 3,788 | 0,001 |
| pH | 0,31724 | 0,5534 | 0,573 | 0,573 |
| HP % | -5,03557 | 0,5534 | -9,100 | 0,000 |
| pH*pH | 0,26817 | 0,9801 | 0,274 | 0,787 |
| HP %*HP % | -0,09009 | 0,9801 | -0,092 | 0,928 |
| pH*HP % | -0,34963 | 0,6720 | -0,520 | 0,608 |

S = 2,34388 SomCar-ErrPrév = 186,322

R carré = 80,19 % R carré (prév) = 68,01 % R carré (ajust) = 75,48 %

Analyse de la variance pour a*

| | | | | | |
|------------|----|------------|---------|----------|-------------|
| | | SomCar | | | |
| Source | DL | SomCar séq | ajust | CM ajust | F P |
| Régression | 5 | 467,157 | 467,157 | 93,431 | 17,01 0,000 |
| Linéaire | 2 | 465,212 | 456,518 | 228,259 | 41,55 0,000 |
| Carré | 2 | 0,458 | 0,458 | 0,229 | 0,04 0,959 |

| | | | | | | |
|------------------------------|----|---------|---------|-------|------|-------|
| Interaction | 1 | 1,487 | 1,487 | 1,487 | 0,27 | 0,608 |
| Erreur résiduelle | 21 | 115,369 | 115,369 | 5,494 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 0,490 | 0,490 | 0,163 | 0,03 | 0,994 |
| Erreur pure | 18 | 114,880 | 114,880 | 6,382 | | |
| Total | 26 | 582,526 | | | | |

Observations aberrantes pour a*

| | Valeur | Valeur | Valeur | Valeur | Valeur | |
|-------------|----------|------------|-----------|-------------------|------------|--------|
| Observation | OrdreStd | a* ajustée | Ajust ErT | Valeur résiduelle | normalisée | |
| 24 | 24 | 9,730 | 5,293 | 1,010 | 4,437 | 2,10 R |

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante
Coefficients de régression estimés pour a*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|-------------|
| Constante | 12,1109 |
| pH | -0,00843405 |
| HP % | -1,15761 |
| pH*pH | 0,0218915 |
| HP %*HP % | -0,00735450 |
| pH*HP % | -0,0285409 |

Régression de la surface de réponse : b* en fonction de pH; HP %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour b*

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|---------|-------|--------|-------|---|
| Constante | 34,3403 | 2,747 | 12,500 | 0,000 | |
| pH | 1,8788 | 1,462 | 1,286 | 0,213 | |
| HP % | -3,1472 | 1,462 | -2,153 | 0,043 | |
| pH*pH | 1,7600 | 2,589 | 0,680 | 0,504 | |
| HP %*HP % | -9,2212 | 2,589 | -3,562 | 0,002 | |
| pH*HP % | -0,1879 | 1,775 | -0,106 | 0,917 | |

S = 6,19044 SomCar-ErrPrév = 1409,21

R carré = 49,73 % R carré (prév) = 11,98 % R carré (ajust) = 37,77 %

Analyse de la variance pour b*

| | DL | SomCar | séq | ajust | CM ajust | F | P |
|------------------------------|----|--------|---------|---------|----------|-------|---|
| Source | | | | | | | |
| Régression | 5 | 796,23 | 796,232 | 159,246 | 4,16 | 0,009 | |
| Linéaire | 2 | 291,82 | 240,308 | 120,154 | 3,14 | 0,064 | |
| Carré | 2 | 503,98 | 503,980 | 251,990 | 6,58 | 0,006 | |
| Interaction | 1 | 0,43 | 0,429 | 0,429 | 0,01 | 0,917 | |
| Erreur résiduelle | 21 | 804,75 | 804,752 | 38,322 | | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 1,91 | 1,915 | 0,638 | 0,01 | 0,998 | |

| | | | | |
|-------------|----|---------|---------|--------|
| Erreur pure | 18 | 802,84 | 802,837 | 44,602 |
| Total | 26 | 1600,98 | | |

Observations aberrantes pour b*

| Observation | OrdreStd | Valeur | | Valeur | | |
|-------------|----------|--------|---------|--------|--------|-----------------------|
| | | b* | ajustée | Ajust | ErT | résiduelle normalisée |
| 9 | 9 | 33,550 | 22,041 | 3,300 | 11,509 | 2,20 R |
| 18 | 18 | 33,980 | 22,249 | 2,670 | 11,731 | 2,10 R |
| 27 | 27 | 38,180 | 25,423 | 3,199 | 12,757 | 2,41 R |

R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante
Coefficients de régression estimés pour b*, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|------------|
| Constante | 10,3144 |
| pH | -1,23130 |
| HP % | 8,98627 |
| pH*pH | 0,143677 |
| HP %*HP % | -0,752751 |
| pH*HP % | -0,0153372 |

Régression de la surface de réponse : BI en fonction de pH; HP %

L'analyse a été effectuée à l'aide de données codées.

Coefficients de régression estimés pour BI

| Terme | Coeff | Coef | ErT | T | P |
|-----------|----------|-------|--------|-------|---|
| Constante | 77,2914 | 7,080 | 10,917 | 0,000 | |
| pH | -0,4901 | 3,767 | -0,130 | 0,898 | |
| HP % | -30,8849 | 3,767 | -8,200 | 0,000 | |
| pH*pH | -0,7369 | 6,671 | -0,110 | 0,913 | |
| HP %*HP % | -9,1890 | 6,671 | -1,377 | 0,183 | |
| pH*HP % | 0,2783 | 4,574 | 0,061 | 0,952 | |

S = 15,9533 SomCar-ErrPrév = 9104,64

R carré = 77,34 % R carré (prév) = 61,40 % R carré (ajust) = 71,95 %

Analyse de la variance pour BI

| Source | DL | SomCar | | CM ajust | F | P |
|------------------------------|----|------------|---------|----------|-------|-------|
| | | SomCar séq | ajust | | | |
| Régression | 5 | 18242,4 | 18242,4 | 3648,47 | 14,34 | 0,000 |
| Linéaire | 2 | 17755,4 | 17118,7 | 8559,35 | 33,63 | 0,000 |
| Carré | 2 | 486,0 | 486,0 | 242,99 | 0,95 | 0,401 |
| Interaction | 1 | 0,9 | 0,9 | 0,94 | 0,00 | 0,952 |
| Erreur résiduelle | 21 | 5344,7 | 5344,7 | 254,51 | | |
| Inadéquation de l'ajustement | 3 | 0,7 | 0,7 | 0,23 | 0,00 | 1,000 |

| | | | | |
|-------------|----|---------|--------|--------|
| Erreur pure | 18 | 5344,0 | 5344,0 | 296,89 |
| Total | 26 | 23587,0 | | |

Observations aberrantes pour BI

| Observation | OrdreStd | Valeur | | Valeur | | |
|-------------|----------|------------|-----------|------------|------------|--------|
| | | BI ajustée | Ajust ErT | résiduelle | normalisée | |
| 9 | 9 | 66,220 | 36,692 | 8,505 | 29,528 | 2,19 R |
| 18 | 18 | 66,310 | 37,172 | 6,880 | 29,138 | 2,02 R |
| 27 | 27 | 64,550 | 36,269 | 8,244 | 28,281 | 2,07 R |

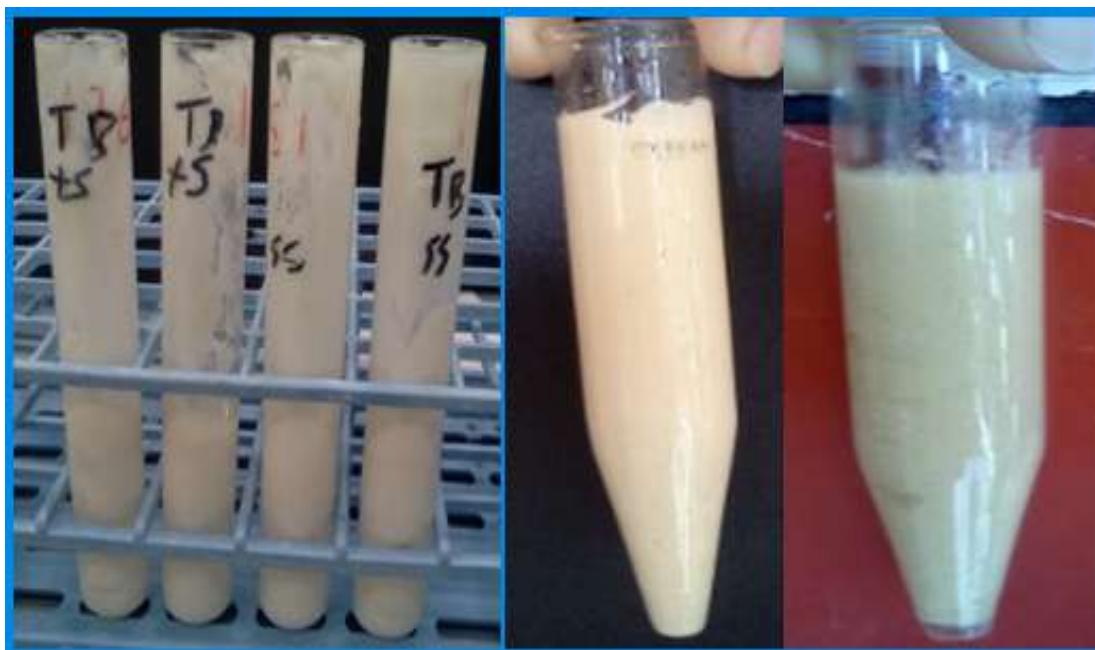
R indique une observation ayant une valeur résiduelle normalisée importante
Coefficients de régression estimés pour BI, en utilisant les données des unités non codées

| Terme | Coeff |
|-----------|------------|
| Constante | 102,285 |
| pH | 0,494355 |
| HP % | 0,779598 |
| pH*pH | -0,0601587 |
| HP %*HP % | -0,750119 |
| pH*HP % | 0,0227210 |

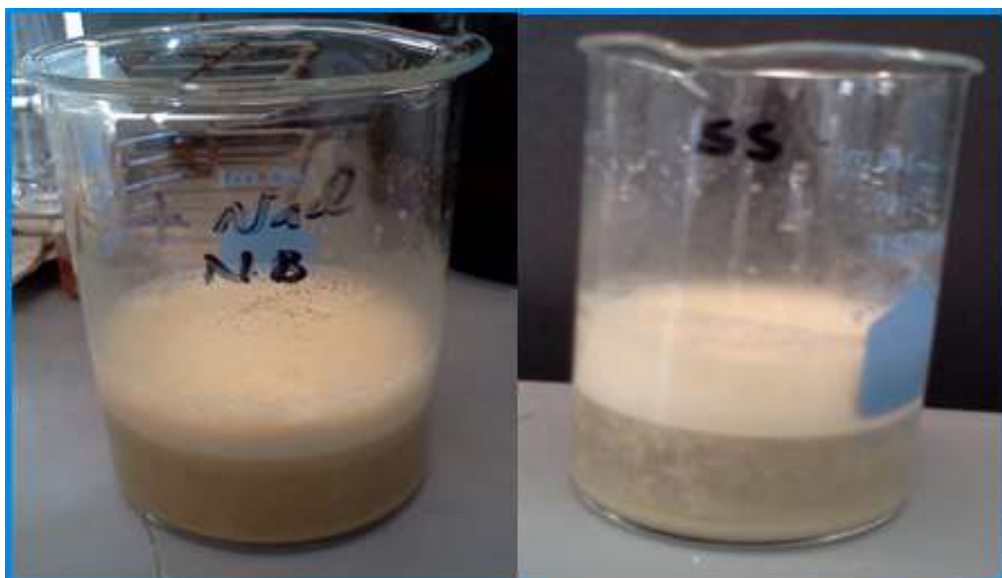
Annexe 3: Effet du blanchiment dans conditions optimales sur la couleur du tourteau de canola



Annexe 4: Capacité émulsifiante (CE) et stabilité de l'émulsion (SE) des ITB et des ITNB



Annexe 5: Capacité moussante des isolats de protéines de canola issus de tourteaux blanchis en présence et absence de sel (NaCl)



Annexe 6: Capacité moussante des isolats de protéines issus de tourteaux blanchis en présence et absence de sel (NaCl)

