

# Rapport synthétique du programme : LIPOVO

Fraction lipidique des ovoproduits : propriétés réactionnelles, fonctionnelles, sensorielles et nutritionnelles en réponse aux conditions de production

**Avril 2010-Septembre 2011**

## **Laboratoire coordinateur du programme**

UR 1268 Biopolymères Interactions Assemblages, équipe ISD, INRA Angers-Nantes, BP 71627, 44316 Nantes cedex 3

## **PARTENAIRES**

### **Privé : ADRO OUEST**

Nom adresse du siège : 65, rue de saint –Brieuc – Rennes – 35 000

Interlocuteur – Olivier GALET – 02 99 27 10 83 – pole.agro.ouest@orange.fr

### **Centres de Recherches :**

UR 1268 BIA, équipe ISD INRA Angers-Nantes

UMR STLO, Rennes,

UMR GEPEA, ONIRIS Nantes

Plateforme lipidomique IMBL Lyon-Villeurbanne

## **FINANCEURS**

Conseil Régional de Bretagne

Conseil Régional des Pays de la Loire

### **Contacts :**

Marc Anton, Anne Meynier (Coordonnateurs) UR 1268 BIA : [marc.anton@nantes.inra.fr](mailto:marc.anton@nantes.inra.fr) ,  
[anne.meynier@nantes.inra.fr](mailto:anne.meynier@nantes.inra.fr)

Pierre Schuck UMR STLO : [pierre.schuck@rennes.inra.fr](mailto:pierre.schuck@rennes.inra.fr)

Catherine Loisel : [catherine.loisel@oniris-nantes.fr](mailto:catherine.loisel@oniris-nantes.fr)

Carole Prost : [carole.prost@oniris-nantes.fr](mailto:carole.prost@oniris-nantes.fr)

Ont également participé à ce programme au sein de différents laboratoires :

BIA : Christelle Leborgne-Costiou, ingénieur recrutée en CDD (URBIA) grâce au financement du programme, Valérie Beaumal, Elisabeth Briand-David

ONIRIS : Cécile Rannou ingénieur recrutée en CDD (ONIRIS) grâce au financement du programme, Delphine Quéveau, Michèle Moreau, Florence Texier, Philippe Courcoux

UMR-STLO :Serge Méjean, Anne Dolivet

:

## **I- Introduction**

### **Contexte socio économique**

La France est le premier producteur européen d'œuf et d'ovoproduits, les principaux bassins étant situés principalement en Régions Bretagne et Pays de la Loire. L'œuf, et de manière croissante les ovoproduits, entrent dans la fabrication d'une très grande variété d'aliments en raison de leurs excellentes propriétés techno-fonctionnelles, gustatives et nutritionnelles.

Concurrencés par d'autres Produits Agroalimentaires Intermédiaires (PAI), les ovoproduits doivent valoriser leurs atouts tant fonctionnels que nutritionnels. Ainsi, le potentiel de modulation de la composition des œufs en acides gras, notamment en acides gras polyinsaturés (AGPI)  $\omega$ 3, et en micronutriments tels que les vitamines liposolubles (vitamine E) et en caroténoïdes (lutéine), est déjà exploité sur les œufs coquille, mais ne l'est pas dans le secteur des ovoproduits, et notamment dans celui des poudres de jaunes d'œuf. Cette valorisation passe notamment par une meilleure connaissance et maîtrise de l'évolution des constituants, et en particulier des lipides au cours de la transformation des œufs.

### **Contexte scientifique**

Les lipides sont des éléments clés des fonctionnalités (sauces, biscuits, pâtes, glaces, salaisons, boissons,...) et des qualités nutritionnelles des œufs et des ovoproduits. Les lipides des œufs sont riches en AGPI, dont la composition est modulable par l'alimentation des poudeuses, et également en phospholipides et notamment en phosphatidyl-choline. Par ailleurs ces lipides renferment des vitamines antioxydantes (E ou tocophérols) à fort potentiel ainsi que des caroténoïdes tels que la lutéine qui depuis une dizaine d'années font l'objet d'un grand intérêt en nutrition humaine. Ainsi le jaune d'œuf peut-il être défini comme une source de différents lipides recherchés nutritionnellement. Cependant une mauvaise maîtrise des procédés (pasteurisation, séchage) concernant des produits riches en lipides insaturés peut générer des problèmes d'oxydation, générant l'apparition d'«off-flavors» et potentiellement la formation de composés néoformés toxiques. Quantifier et identifier l'impact des différentes étapes d'élaboration et de conservation des ovoproduits devrait fournir aux partenaires de la filière des éléments objectifs pour une meilleure valorisation de leurs produits.

### **Objectifs scientifiques du programme**

Les objectifs de ce programme sont d'appréhender les évolutions des propriétés fonctionnelles, sensorielles et nutritionnelles d'ovoproduits en poudre afin de comprendre l'impact des paramètres de composition (œuf enrichi en  $\omega$ 3) et de procédés (échelle pilote/échelle industrielle, température de séchage, durée et température de conservation). Il s'agit donc d'identifier les étapes clés des procédés qui conditionneraient les propriétés cibles des ovoproduits et de fournir ainsi des données objectives pour une meilleure valorisation des ovoproduits.

## II- Dispositif expérimental

Six types de poudres d'œuf ont été produites : 4 à partir du même lot d'œuf coquille et 2 à partir d'un lot d'œuf enrichi en Acides Gras Polyinsaturés (AGPI) et notamment en acides gras de la série oméga-3 (AGPI  $\omega$ 3). Le schéma de production des différentes poudres d'œuf est présenté Figure 1 :

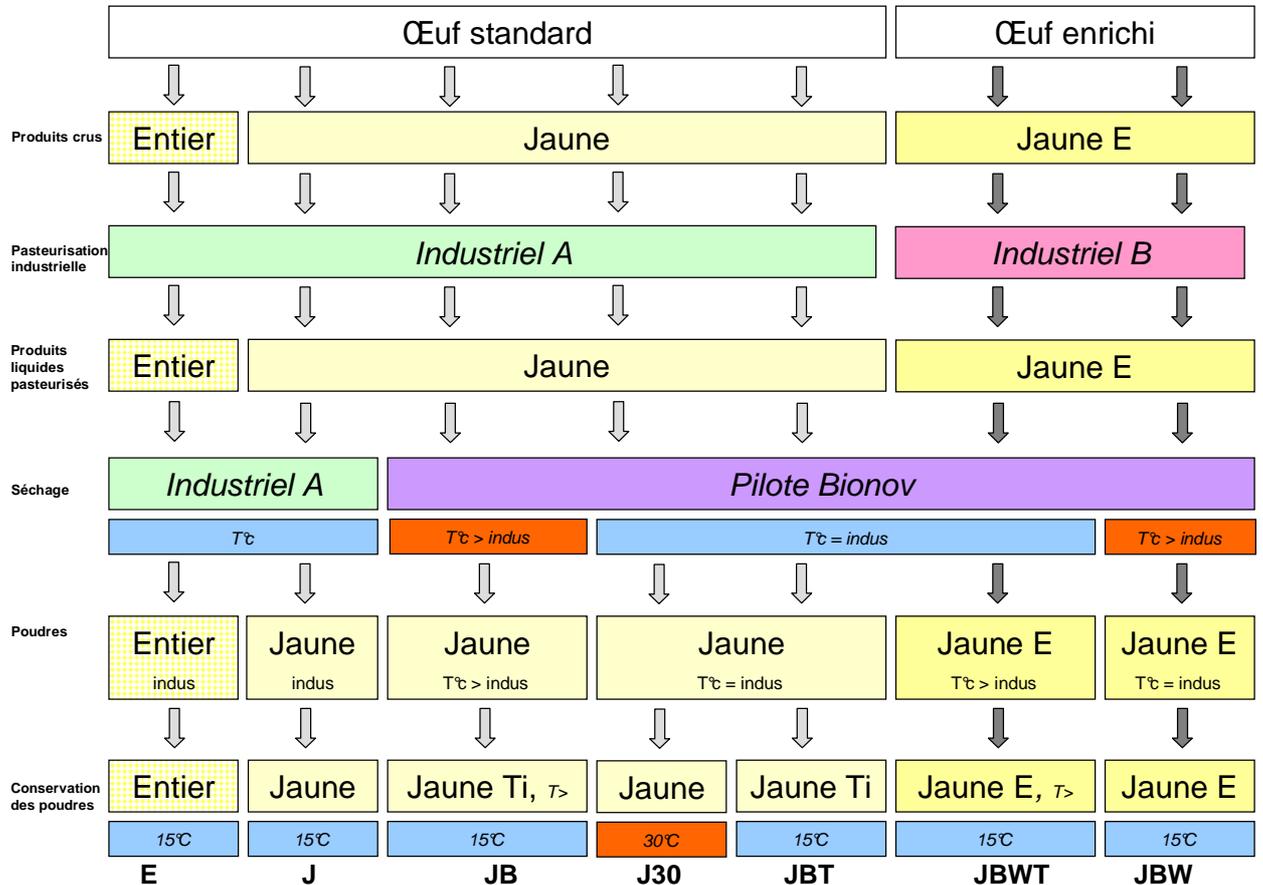


Figure 1 : Origine et procédé de fabrication des différentes poudres d'œuf

La poudre d'œuf entier est produite industriellement dans des conditions standard. Cette poudre est appelée E dans le reste du document.

La coule de jaune d'œuf est pasteurisée industriellement puis divisée en 3 parties, chacune d'elles subissant un procédé différent. La première partie de la coule de jaune d'œuf est séchée industriellement, selon des conditions standards d'obtention de poudre d'œuf (température de séchage 160°C). Cette poudre est notée J. La deuxième partie de la coule de jaune d'œuf est séchée sur une tour pilote (Bionov) dans les mêmes conditions ( $T_{\text{séchage}} = 160^\circ\text{C}$ ). Cette poudre est appelée JB. La troisième partie de la coule de jaune d'œuf est séchée sur la même tour pilote (Bionov) que la deuxième mais dans des conditions de séchage plus élevées ( $T_{\text{séchage}} = 180^\circ\text{C}$ ). Cette poudre est appelée JBT.

La coule de jaune d'œuf enrichi en AGPI est pasteurisée industriellement puis séchée sur la tour pilote Bionov soit à 160°C (cette poudre est notée JBW) soit à 180°C (cette poudre est appelée JBWT).

Les poudres d'œuf produites industriellement (E et J) ont été fabriquées le 27 avril 2010. Les poudres d'œuf séchées sur la tour pilote Bionov ont été produites les 3 et 4 mai 2010.

Toutes les poudres sont stockées à 15°C. Une partie de la poudre de jaune d'œuf JB est également stockée à 30°C afin de déterminer l'influence de la température de stockage sur la qualité des poudres de jaune d'œuf. Afin de respecter au mieux les conditions industrielles de stockage, il est décidé que l'échantillonnage de la quantité de poudre nécessaire pour les analyses serait réalisé juste avant la date d'analyse. Les analyses des poudres ont été réalisées à 1 mois (juin), 2 mois (juillet), 4 mois (septembre) et 8 mois (janvier).

Ces échantillonnages devaient permettre de répondre aux questions suivantes :

- quel est l'impact de l'enrichissement en AGPI  $\omega 3$  notamment sur les ovoproduits (JB vs JBW ; JBT vs JBWT) ?
- quel est l'impact de l'intensité du procédé de séchage sur les propriétés fonctionnelles, sensorielles et nutritionnelles des poudres de jaune d'œuf (JB vs JBT, JBW vs JBWT) ?
- la présence de blanc d'œuf modifie-t-elle le comportement lors de la fabrication des poudres, puis de leur conservation ? (comparaison poudre E et J) ?
- le lieu et l'échelle de production (industrielle vs tour pilote) des poudres modifient-ils la qualité des poudres de jaune d'œuf (comparaison des poudres J et JB) ?

### **III- Principaux Résultats**

#### **III-1 Propriétés physiques des poudres**

##### *- teneur en eau et $a_w$*

La poudre d'entier a une teneur en eau statistiquement plus forte que la poudre de jaune, en liaison avec sa composition (elle est moins riche en lipides que le jaune). Les poudres ayant subi un traitement thermique plus fort ont très logiquement des humidités plus faibles que les autres (JB vs. JBT ; JBW vs. JBWT). De même, la poudre stockée à 30°C a une humidité plus faible que celle stockée à 15°C (JB vs. JB30). En revanche, le lieu de production et la durée de stockage ne semblent pas modifier la teneur en eau des poudres.

Les poudres ayant subi un traitement thermique plus fort ont des  $a_w$  statistiquement plus faibles que ce soit au niveau de la température de séchage (JB vs. JBT ; JBW vs. JBWT) ou de la température de stockage (JB vs. JB30). L'activité de l'eau augmente globalement au cours du stockage sauf pour la poudre JB30 où elle diminue. En revanche, la composition de la poudre (entier / jaune standard / jaune enrichi) et le lieu de fabrication n'influencent pas l'activité de l'eau. La réaction de Maillard est favorisée lorsque les  $a_w$  sont supérieures à 0,3. Nous pouvons donc supposer qu'il y aura une moins grande évolution des composés volatils générés par la réaction de Maillard, au cours du stockage, pour les poudres JBT et JBWT que pour les autres poudres.

##### *- couleur*

Les mesures de couleur montrent que les poudres ayant subi un séchage à 180°C ont un  $L^*$  (indice de clarté de la couleur) légèrement supérieur à celui des poudres séchées à 160°C. De même, les poudres Industrielles ont un  $L^*$  supérieur aux poudres Bionov et les poudres stockées à 15°C ont un  $L^*$  supérieur à celles stockées à 30°C. Les poudres de jaune standard ont un  $L^*$  supérieur à celui des poudres de jaune enrichi, qui lui-même est supérieur à celui des poudres d'entier. En revanche, aucun effet de la durée de stockage sur la clarté des poudres n'a été mis en évidence.

##### *- forme et taille des particules*

Les particules ont une forme sphérique, caractéristique des produits obtenus par atomisation. Il existe des particules de différentes tailles allant de 10 $\mu\text{m}$  à 40 $\mu\text{m}$  pour la poudre d'entier et de 10 $\mu\text{m}$  à 100 $\mu\text{m}$  pour la poudre de jaune. Les particules ont tendance à s'agglomérer entre elles ce qui conduit à la formation de 'grappes' ou d'agglomérats. Aucun changement notable de la forme ou de la taille des particules n'a été observé au cours du stockage.

Les courbes granulométriques montrent que les particules ou amas de particules ont un diamètre compris entre 10 et 250 $\mu\text{m}$ . Aucune évolution de ces bornes n'est remarquée au cours du stockage. La corrélation de ces résultats avec l'observation des poudres au microscope montre que la population située entre 10 $\mu\text{m}$  et 40 $\mu\text{m}$  correspond des particules seules, entre 40 et 100 $\mu\text{m}$  à des particules seules (pour la poudre de jaune) ou à des agglomérats, et qu'au-delà de 100 $\mu\text{m}$  la population est composée d'agglomérats uniquement. Les poudres d'œuf entier se différencient des poudres de jaune d'œuf par un décalage des courbes de distribution granulométrique vers des tailles plus faibles.

Les particules de la poudre d'entier ont un diamètre moyen inférieur à celui des poudres de jaune. Ceci est en relation avec la formation des gouttelettes lors de l'atomisation sur des

concentrés plus riches en lipides. Les poudres de jaune ont un diamètre moyen globalement identique. La poudre JB30 semble être composée de particules ayant un diamètre moyen légèrement supérieur aux autres poudres, notamment en septembre, qui pourrait être dû à une agglomération des particules.

#### *- masse volumique, compression et cohésion*

La masse volumique moyenne de la poudre d'entier est nettement supérieure à celle des poudres de jaune (autour de  $1,17\text{g/cm}^3$  pour l'entier contre  $1,08\text{g/cm}^3$  pour les poudres de jaune) ; ceci est à relier à la richesse en lipides du jaune. Les poudres J, JB et JB30 ont des masses volumiques moyennes équivalentes ; alors que celles des poudres JBT, JBW, JBWT semblent légèrement inférieures.

Les masses volumiques sont relativement constantes au cours du stockage pour toutes les poudres. Il semblerait que les poudres ayant subi le séchage le plus intense ( $180^\circ\text{C}$ ) aient des masses volumiques légèrement inférieures aux poudres ayant été séchées à  $160^\circ\text{C}$ .

La compressibilité nous renseigne sur l'aptitude à l'écoulement des poudres. Toutes les poudres ont, a priori, des taux de compressibilité proches. Le stockage ne semble pas modifier notablement les propriétés d'écoulement des poudres. Sur les 2g de poudre utilisés, quasiment tout est retenu dans les tamis ce qui indique une très forte cohésion des poudres comprise entre 95 et 100%. Aucun effet du stockage, du procédé ou de l'enrichissement des lipides n'est mis en évidence. La somme des deux indices tirés des mesures de compressibilité et de cohésion nous donne un indice global de coulabilité inférieur à 19, soit un très mauvais écoulement quelle que soit l'origine de la poudre.

#### *- cristallisation des lipides*

Les profils de cristallisation et de fusion des extraits lipidiques ont été caractérisés par analyse thermique différentielle. Les résultats seront ensuite comparés à ceux obtenus sur les poudres. Les lipides des oeufs coquilles et pasteurisés cristallisent dans une plage de température comprise entre  $2^\circ\text{C}$  et  $-40^\circ\text{C}$ . Ces mêmes lipides fondent dans une plage de température variant de  $-35^\circ\text{C}$  à  $15^\circ\text{C}$ .

Sur les profils de fusion, il apparaît clairement que la température de fin de fusion des lipides des œufs standard est supérieure à celle observée pour les lipides extraits des œufs enrichis. Ainsi la température de fin de fusion des lipides des produits standard est supérieure à  $15^\circ\text{C}$  alors qu'elle est inférieure à  $10^\circ\text{C}$  dans le cas des lipides des produits enrichis. Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que le point de fusion des lipides diminuent lorsque l'insaturation des chaînes grasses augmente (*cf* propriétés nutritionnelles).

Aucun effet de la durée de stockage n'est observé aussi bien pour la poudre d'entier que pour les poudres de jaune d'œuf. Le profil des thermogrammes pour la poudre d'entier et la poudre de jaune sont identiques. Dans le cas de la poudre d'entier, les pics de fusion sont moins intenses. Ce phénomène est associé avec la teneur en lipides des produits. Par ailleurs, la température de séchage et le lieu de fabrication n'ont pas d'influence sur le profil des thermogrammes.

#### *- aptitude à la réhydratation*

Toutes les poudres ont des viscosités différentes, seules les poudres de jaune d'œuf Bionov standard et industrielles ont des viscosités relativement équivalentes. Pour les poudres de jaune d'œuf, l'enrichissement en AGPI entraîne une augmentation de la fluidité très perceptible (JB vs. JBW ; JBT vs. JBWT). En revanche, l'augmentation de la température de séchage entraîne une diminution de la fluidité (JB vs. JBT ; JBW vs. JBWT). De même, l'augmentation de la température de stockage entraîne une diminution de la fluidité (JB vs. JB30). Pour toutes les poudres, on note une diminution régulière de la fluidité au cours du stockage de juin à septembre.

Il faut tout d'abord distinguer le cas de la poudre d'entier dont la mouillabilité-dispersibilité est plus faible et décroît avec la durée de stockage, peut-être en raison d'une baisse de solubilité des protéines. En juin, les poudres de jaunes Bionov JB et JBT (séchage à  $180^\circ\text{C}$ ) avaient une meilleure mouillabilité que les poudres J, JBWT qui elles-mêmes avaient une meilleure mouillabilité que la poudre JBW. En juillet, 2 groupes distincts sont observés : les poudres de jaune J, JB, JBT, JB30 ayant une meilleure mouillabilité que les poudres JBW, JBWT. La valeur la plus élevée est observée pour JB30 qui semblerait montrer un effet positif de la température de stockage sur la mouillabilité (JB vs JB30 mais l'écart type est très élevé sur JB<sup>3</sup>). Les autres poudres de jaune (J, JB, JBT, JBW, JBWT) ont des mouillabilités relativement équivalentes. Néanmoins, il semblerait que les poudres ayant subi un traitement thermique plus fort aient une mouillabilité légèrement supérieure aux autres

(JB vs. JBT ; JBW vs. JBWT), de même pour les poudres non enrichies par rapport aux enrichies (JB vs. JBW ; JBT vs. JBWT). Enfin la mouillabilité semble augmenter avec la durée de stockage sauf pour la poudre d'entier.

Pour toutes les poudres, la Haenni value (indice de solubilité à la reprise en eau) a diminué entre juin et janvier. La durée de stockage semble donc modifier la solubilité des protéines. La température apparaît également importante pour la solubilité des protéines. En effet, plus celle-ci est forte et plus la Haenni value est faible. Ceci est vérifié à la fois pour la température de séchage ( $HV_{JB} > HV_{JBT}$  ;  $HV_{JBW} > HV_{JBWT}$ ) et pour la température de stockage ( $HV_{JB} > HV_{JB30}$ ). Inversement, l'enrichissement en AGPI entraînerait une augmentation de la Haenni value ( $HV_{JBW} > HV_{JB}$  ;  $HV_{JBWT} > HV_{JBT}$ ). Assez étonnamment, la poudre d'entier a une Haenni value du même ordre de grandeur que les poudres de jaune malgré sa teneur supérieure en protéine.

Deux groupes de produits peuvent être distingués. Le premier regroupe la poudre de jaune fabriquée en condition industrielle, la poudre d'entier et la poudre de jaune d'œuf enrichi fabriquée sur la tour Bionov dans les conditions de chauffage plus drastiques, présentant une solubilité d'environ 90%. Le second groupe regroupe les produits fabriqués sur la tour Bionov à l'exception de la poudre de jaune d'œuf enrichi fabriquée dans les conditions de chauffage plus drastiques avec une solubilité aux alentours de 70%. La solubilité des protéines de ce second groupe est inférieure aux valeurs de solubilité observées dans le premier groupe. Ces différences ne sont cependant pas interprétables directement en terme de procédés ou de composition des produits.

### III-2 Propriétés fonctionnelles des poudres

#### - propriétés interfaciales

Les propriétés tensioactives des œufs et des ovoproduits ont été étudiées à l'interface air-eau (balance de Langmuir), et à l'interface huile-eau (tensiométrie). Les produits issus des jaunes d'œuf coquille présentent des propriétés tensioactives supérieures à celles des autres produits testés (pasteurisé et poudre). La supplémentation en oméga-3 de l'alimentation des poules ne modifie pas de façon significative les propriétés tensioactives du produit obtenu. L'ensemble des autres produits (liquide pasteurisé et poudres) présente le même comportement. Les paramètres de séchage des poudres, évalués sur les échantillons fabriqués sur la tour Bionov, ne semblent pas modifier significativement les propriétés tensioactives des produits à l'interface air-eau.

Les mêmes tendances ont été observées lors des études à l'interface huile-eau par tensiométrie à goutte. Les échantillons traités thermiquement (pasteurisation ou séchage) présentent de moins bonnes propriétés tensioactives (diminution plus faible de la tension de surface) que les échantillons d'œuf coquille. Aucune différence notable n'a été notée entre les œufs « standard » et les œufs enrichis en  $\omega 3$ .

Les isothermes de compression des œufs coquille permettent de mettre en évidence l'étalement à l'interface air-eau des constituants du jaune d'œuf. Deux transitions de phase distinctes sont observées à 20 et 40 mN/m. attribuées respectivement aux lipides neutres (triacylglycérols et cholestérol) et aux mélanges protéines-phospholipides. Ces transitions mettent en évidence que les lipoprotéines de faible densité (LDL) se déstructurent lorsqu'elles arrivent au contact de l'interface air-eau, libérant ainsi les lipides neutres, les phospholipides et les protéines qui les constituent. Ces constituants s'évalent ensuite à l'interface. Les conditions et la durée de conservation des poudres fabriquées sur la tour pilote Bionov n'ont pas modifié notablement les capacités d'adsorption à l'interface de ces produits

#### - propriétés émulsifiantes

Les résultats montrent que les diamètres moyens en volume de toutes les émulsions préparées à partir de jaune d'œuf sont similaires et voisins de 400 nm. Seules les émulsions préparées à partir de poudre d'entier présentent un diamètre moyen en volume plus élevé et proche de 1,2  $\mu\text{m}$ .

Les indices de floculation (IF) des émulsions varient de 23 % dans les émulsions préparées à partir de jaune enrichi (coquille ou pasteurisé) à 30-40 dans les émulsions préparées à partir des différents échantillons de poudres. Le traitement thermique semblerait donc induire une légère augmentation de la floculation des gouttelettes de l'émulsion. Cependant, de faibles différences ont été mises en évidence sur les émulsions dont les poudres avaient subi un séchage plus ou moins intense. Les émulsions préparées à partir de poudre d'entier sont celles qui présentent l'indice de floculation le plus faible.

Concernant le crémage, un indice élevé (Ic) indique une stabilité plus importante des émulsions vis à vis du crémage. Les indices varient de 40 à 46 % pour les émulsions préparées à partir des différents produits du jaune : en résumé les différents « traitements » appliqués aux jaunes liquide ou aux poudres ne modifient pas la stabilité vis-à-vis du crémage des émulsions fabriquées ultérieurement. L'indice de crémage pour les émulsions à base d'entier est significativement plus élevé (65%). Ces résultats indiquent que les émulsions fabriquées à partir de poudre d'entier seraient plus stables vis à vis du crémage que les émulsions fabriquées à partir de jaune. Les protéines du blanc d'œuf interviennent dans cette stabilité améliorée.

#### *- taille des LDL et extractabilité des lipides*

La distribution en taille des LDL (lipoprotéines majeures du jaune d'œuf) a été déterminée par diffusion dynamique de la lumière. Pour des raisons expérimentales, seules les LDL extraites des œufs coquille et pasteurisées ont pu être analysées. Dans le cas des poudres, le protocole expérimental n'a pas permis d'extraire les LDL. L'augmentation de la viscosité des poudres et la diminution de la solubilité des protéines pourraient être une indication de la modification de l'organisation des LDL dans les poudres de jaune d'œuf.

Les œufs coquilles présentent des LDL de plus petits diamètres que celles des échantillons pasteurisés. Par ailleurs les mesures concernant le potentiel  $\zeta$  montrent clairement que toutes les LDL possèdent une charge électrique surfacique positive quel que soit l'origine du produit. Il semblerait cependant, que les LDL extraites des produits liquides pasteurisés aient une charge positive supérieure à celles extraites des œufs coquilles. Ce dernier résultat signifie que l'augmentation de taille constatée pour les échantillons pasteurisés ne provient pas d'une agrégation entre LDL étant donné que la charge électrique répulsive est suffisante pour maintenir les LDL séparées. La pasteurisation semble donc modifier la taille des LDL par un mécanisme restant à élucider. Par ailleurs, l'enrichissement en  $\omega 3$  des lipides (et donc des LDL) ne semble pas modifier notablement la taille et le potentiel  $\zeta$  des LDL.

La proportion de lipides lors de la 1<sup>ère</sup> extraction est une indication de l'intégrité des lipoprotéines. En effet, une augmentation de cette proportion indique que la structure des lipoprotéines est possiblement altérée, favorisant ainsi l'extraction des lipides contenus dans le cœur de ces assemblages nanométriques. Il apparaît nettement que le séchage des poudres de jaune d'œufs se traduit par une augmentation significative de la proportion de lipides recueillis lors de la 1<sup>ère</sup> extraction, traduisant ainsi une altération de la structure des LDL lors du séchage du jaune d'œuf. Par contre, la température de séchage ne modifie pas de façon significative l'extractabilité des lipides, de même que la conservation à 15°C des poudres pendant 8 mois. La seule exception est la diminution de la proportion de lipides récupérée après la 1<sup>ère</sup> extraction dans les poudres conservées à 30°C entre 1 et 8 mois.

### **III-3 Propriétés sensorielles des poudres**

#### *- intensité odorante des poudres*

Au cours du temps, on remarque une évolution de la position des poudres les unes par rapport aux autres. Au bout d'un mois de stockage 3 à 4 groupes de produits semblent se distinguer :

- groupe 1 : poudres d'entier
- groupe 2 : poudres de jaune BIONOV
- groupe 3 : poudres de jaune industrielles (ce groupe pouvant être divisé en 2 sous-groupes : poudres fraîches vs. poudres vieilles)

Les 2 paramètres les plus discriminants pour l'odeur des poudres semblent donc être la nature des poudres (entier vs. jaune) et le lieu de fabrication (tour pilote Bionov vs. tour Industrielle). Les poudres d'entier sont toutes jugées comme identiques à l'odeur car elles sont proches dans l'espace et leurs ellipsoïdes de confiance sont superposés. De plus, ceux-ci étant assez resserrés autour du point central, le jury a été assez consensuel quant à leur notation. Pour les poudres d'entier, il semblerait que des poudres produites en décembre 2009 aient des caractéristiques odorantes proches des poudres produites en avril 2010. Les poudres de jaune Bionov sont rassemblées dans un même

groupe. L'enrichissement en AGPI et l'utilisation d'une température de séchage plus élevée n'ont pas entraîné de modification de la perception olfactive des poudres.

Après 2 mois de stockage (T2), l'allure générale du graphique est toujours conservée avec les poudres d'entier à l'opposé des poudres de jaune produites sur la tour pilote Bionov, et les poudres de jaune industrielles intermédiaires. La poudre de jaune Bionov stockée à 30°C est intermédiaire entre les poudres d'entier et les poudres de jaune Industrielles. Le stockage à 30°C semble donc affecter de manière très significative l'odeur de la poudre de jaune puisque celle-ci est jugée comme très différente de la même poudre stockée à 15°C.

Après 4 mois de stockage (T4), l'allure du graphique change, les groupes observés précédemment sont moins nets. Les ellipsoïdes de confiance des poudres d'entier sont assez resserrés tandis que ceux des poudres de jaune sont beaucoup plus larges. Ceci signifie que les juges ont évalué de manière assez consensuelle les poudres d'entier, probablement car elles ont encore des odeurs assez différentes des poudres de jaunes. En revanche, pour la poudre de jaune stockée à 30°C qui a le plus grand ellipsoïde de confiance, nous pouvons supposer que cette poudre a une odeur particulière qui la situe entre celle des poudres de jaune et celle des poudres d'entier. Cela confirme l'observation précédente où le stockage à 30°C modifierait les propriétés aromatiques des poudres de jaune Bionov. Les poudres de jaune Bionov et industrielles commencent à avoir des propriétés odorantes plus proches.

Après 8 mois de stockage (T8), les poudres ont toutes des ellipsoïdes de confiance de taille moyenne. Les poudres d'entier sont toutes superposées ce qui signifie que les juges ont encore clairement différenciés ces poudres des poudres de jaune. Les poudres de jaune Bionov sont toutes similaires. L'enrichissement en AGPI et l'utilisation d'une température de séchage plus forte ne modifient pas l'odeur des poudres. En revanche, la température de stockage modifie beaucoup l'odeur de la poudre. Les juges ont donc clairement différencié la poudre Bionov stockée à 30°C qui est de plus en plus isolée. Elle aurait des propriétés odorantes particulières car elle a tendance à se démarquer de plus en plus de l'ensemble des poudres de jaune comme d'entier. On observe un effet de vieillissement accéléré. Les poudres de jaune industrielles sont toutes superposées mise à part la poudre fraîche. Cette dernière est à présent confondue avec les poudres de jaune Bionov alors qu'auparavant elle se situait avec les autres poudres de jaune industrielles. En supposant que la poudre fraîche ait toujours la même odeur, le fait qu'elle soit à présent confondue avec les poudres Bionov et non plus avec les poudres industrielles montre donc que l'odeur des poudres s'est modifiée au cours du stockage.

#### - *qualité odorante des poudres*

Les poudres d'entier sont décrites par des notes *animal*, *marine*. Le blanc d'œuf semble plutôt apporter une odeur désagréable. Les poudres de jaune industrielles sont décrites par des notes à la fois douces (*vanille*, *pain*, *beurre*) et vertes (*verte*, *champignon*, *boisé*). Les poudres de jaune Bionov ont assez peu de descripteurs caractéristiques du fait de leur faible intensité odorante. Le seul descripteur pouvant ressortir est *œuf frais*. L'ajout d'AGPI et la température de séchage ne semblent pas modifier les propriétés odorantes des poudres de jaune. En revanche, le stockage à 30°C modifie de manière importante l'odeur des poudres. Elles ont une intensité odorante forte et des descripteurs proches de ceux utilisés pour décrire les poudres d'entier.

#### - *identification et quantification des composés volatils*

Les poudres ont été analysées aux 4 temps de stockage par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et à l'olfactométrie. Plus d'une centaine de composés volatils ont été identifiés dans les poudres d'œuf. Ces composés appartiennent à différentes classes chimiques dont notamment les alcools, aldéhydes, cétones, pyrazines, acides et quelques composés aminés et soufrés. Tous les composés volatils ont été identifiés dans toutes les poudres dans des proportions différentes. Il n'y a donc pas de composés typiques d'un type de poudre, mais c'est leur quantité qui va modifier l'odeur des poudres. La présence de plusieurs composés issus de la réaction de Maillard (les pyrazines notamment) laisse supposer que le traitement appliqué aux œufs pour en faire des poudres pourrait générer la formation de nouveaux composés.

Les composés volatils de l'œuf sont majoritairement formés *via* la dégradation des acides aminés selon la réaction de Strecker ou l'oxydation des acides gras insaturés. Les composés volatils initialement présents dans les œufs coquille peuvent être modifiés et de nouveaux composés peuvent être créés lors du processus de transformation des œufs en poudre.

Lors du processus de séchage et lors du stockage, la température peut favoriser la réaction de Maillard conduisant à la formation de composés volatils tels que les furanes, pyranes, pyrroles, pyridine, pyrazine, thiazoles.

La présence de nombreux acides gras peut, sous certaines conditions, conduire à la formation de composés volatils *via* les réactions d'oxydation des lipides. Les composés formés sont souvent qualifiés 'd'indésirables' car ils sont caractérisés par des notes odorantes *verte, rance, carton...* Les principaux composés volatils issus de l'oxydation des lipides sont l'hexanal, l'heptanal, le (Z)-4-heptenal, le (E)-2-nonenal, le (E,E)-2,4-decadienal, le 1-pentanol, le 1-octen-3-one... Ainsi, le propanal est un bon indicateur de la détérioration aromatique des huiles et du poisson qui sont des produits riches en acide gras  $\omega 3$ , et l'hexanal un bon indicateur du degré d'oxydation des lipides de la viande et autres produits riches en acides gras  $\omega 6$ .

En ce qui concerne la quantification, on remarque que les poudres de jaune Bionov stockées à 15°C (JB, JBT, JBW et JBWT) possèdent une quantité totale de composés volatils inférieure à celle de la poudre de jaune Bionov stockée à 30°C et à celle de s poudres industrielles. Ceci est cohérent avec ce qui a été observé lors des analyses sensorielles, où les juges avaient évalué la poudre d'entier comme ayant une intensité odorante très forte, la poudre de jaune industrielle une intensité odorante moyenne et les poudres de jaune Bionov une intensité odorante faible à nulle.

Le lieu de fabrication modifie donc les qualités aromatiques des poudres et ceci est perçu en analyse sensorielle. Le fait que les poudres industrielles aient une odeur plus forte que les poudres Bionov peut s'expliquer par le nombre plus limité de manipulations réalisé sur les poudres Bionov.

En revanche, la température de séchage et l'enrichissement en AGPI n'entraînent pas de modification importante de la quantité totale de composés volatils des poudres. Ceci correspond à ce qui avait été observé en analyse sensorielle puisque les poudres Bionov étaient toujours perçues comme identiques par les juges.

La poudre de jaune stockée à 30°C (JB30) était noté e avec une intensité odorante moyenne à forte lors des analyses sensorielles, et effectivement cette poudre possède une quantité totale de composés volatils comprise entre celle de la poudre d'entier (intensité forte) et la poudre de jaune industrielle (intensité moyenne). La température de stockage a donc une influence très forte sur les propriétés aromatiques des poudres puisque cette poudre est la même que la poudre JB qui reste avec des quantités totales de composés volatils inférieures de 20 à 30 millions à celles de JB30. On constate ensuite que la quantité totale de composés volatils augmente régulièrement avec la durée de stockage pour toutes les poudres.

#### *- cas des poudres réhydratées*

Il apparaît que la réhydratation des poudres entraîne une diminution de leur intensité odorante. De ce fait, les différences entre les poudres industrielles et les poudres Bionov ne sont plus perçues contrairement au test sur poudre. En revanche, la poudre stockée à 30°C reste isolée comme pour le test sur poudre. L'augmentation de la température de stockage modifie donc profondément les qualités odorantes des poudres. Les poudres d'entier réhydratées sont également toujours clairement identifiées et caractérisées par des termes plutôt *désagréable*. Le blanc a donc une importance certaine dans l'odeur des poudres.

### **III-4 Propriétés nutritionnelles des poudres**

Les lipides ont été extraits de tous les produits (coquille, pasteurisé, poudre). Ils sont conservés à -20°C jusqu'à leur analyse.

#### *- composition des lipides totaux des ovoproduits*

Les lipides extraits du jaune coquille standard contiennent  $26,5 \pm 1,2$  g de phospholipides pour 100 g de lipides et ceux du jaune coquille enrichi  $25,3 \pm 2,0$  g de phospholipides pour 100 g de lipides. La supplémentation de l'alimentation des poules n'a donc pas d'effet significatif sur la teneur en phospholipides des lipides du jaune coquille. Les qualités nutritionnelles des lipides du jaune d'œuf peuvent être évaluées au regard de la composition et de la teneur en acides gras des différentes familles : acides gras saturés, monoinsaturés et polyinsaturés.

Les acides gras majeurs du jaune d'œuf sont par ordre décroissant : l'acide oléique (18 :1 n-9), l'acide palmitique (16 :0) et l'acide linoléique (18 :2 n-6). Les lipides extraits des jaunes d'œuf enrichis contiennent proportionnellement moins d'acides gras saturés (notamment l'acide palmitique), et monoinsaturés. En contre partie, les proportions d'acides gras polyinsaturés augmentent comme celles des acides linoléique (18 :2 n-6) et linoléique (18 :3 n-3). Les proportions d'acides gras polyinsaturés tels que DHA (22 :6 n-3) sont respectivement de 0,7 et de 1,6% dans les lipides extraits des œufs standard et enrichis. Lors de l'enrichissement de l'alimentation de la poule avec de l'huile de lin, des proportions similaires de DHA ont été rapportées dans les lipides des œufs. La modification de l'alimentation des poules a également profondément modifié le rapport entre les proportions d'acides gras  $\omega 6$  et  $\omega 3$ . Ce rapport passe en effet de 9,7 dans le cas des lipides extraits des œufs standard à 3,3 dans le cas des lipides des œufs enrichis. Les lipides du jaune d'œuf enrichi répondent aux dernières recommandations de l'ANSES, qui stipule en particulier que le rapport oméga6/oméga3 ne devrait pas dépasser 5.

La supplémentation en  $\omega 3$  de l'alimentation des poules se traduit donc bien par une augmentation des proportions d'acides gras polyinsaturés et notamment  $\omega 3$  dans les lipides. Cette augmentation est significative dans les lipides totaux. Dans les paragraphes suivants nous chercherons à préciser si toutes les familles de lipides (triglycérides et phospholipides) sont enrichies de manière similaire. La supplémentation en oméga-3 se traduit par une quantité de DHA plus de 2 fois supérieure dans les lipides du jaune enrichi par rapport à ceux du jaune standard. Sur la base de 100 g de jaune, les lipides du jaune standard apportent plus de 180 mg de DHA, près de 130 mg de 18 :3 n-3, les lipides des œufs enrichis quant à eux, apportent près de 380 mg de DHA et plus de 930 mg de 18 :3 n-3. Les recommandations nutritionnelles actuelles sont de consommer 500mg/j d'EPA + DHA pour un adulte et près de 2,2 g/j de 18 :3 n-3. Il apparaît donc que le jaune d'œuf enrichi constitue une excellente source pour ces deux nutriments notamment puisqu'il couvre près de la moitié des apports nutritionnels conseillés (ANC) pour deux acides gras qui ne sont pas assez consommés par la population française : le 18 :3 n-3 et le DHA.

#### *- répartition en classes des phospholipides*

Comme cela est mentionné dans la littérature, les phospholipides des œufs sont très riches en phosphatidyl-choline (PC), appelée également lécithine. La PC représente entre 75 et 80% des phospholipides du jaune d'œuf. Le second phospholipide est la phosphatidyl-éthanolamine (PE). Les phospholipides des œufs enrichis contiennent des proportions plus faibles de PC (75% vs 80%) que les œufs standards. Cette diminution de la PC se traduit par une augmentation de la PE dans les phospholipides des œufs enrichis (23% vs 19%). Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de résultats semblables. La seule étude portant spécifiquement sur l'effet qualitatif et quantitatif de l'alimentation des poules sur la fraction phospholipidique des œufs n'a mis en évidence aucune modification de la teneur et de la composition des phospholipides en fonction du régime des poules.

#### *- antioxydants : tocopherols et caroténoïdes*

Deux familles particulières d'antioxydants ont été quantifiées depuis les œufs coquilles jusqu'aux poudres d'œufs conservées. Il s'agit des tocophérols (vitamine E) et de deux caroténoïdes : la lutéine et la zéaxanthine. Ces molécules appartiennent à la famille des xanthophylles (dérivés oxygénés du carotène). Si les poules sont incapables de synthétiser les caroténoïdes, elles les accumulent très facilement dans le jaune d'œuf. Les xanthophylles ont également un effet colorant.

Les teneurs en tocophérols varient de 162 à 193  $\mu\text{g/g}$  de lipides. Ces valeurs sont beaucoup plus élevées que dans des produits tels que la viande de volaille ( $\sim 100 \mu\text{g/g}$ ) ou le lait entier. Les principaux tocophérols quantifiés dans les lipides des ovoproduits sont par ordre décroissant : l' $\alpha$ -tocophérol, le  $\gamma$ -tocophérol, et le  $\beta$  et le  $\delta$ -tocophérol. Il n'y a pas de différence significative de teneur en tocophérols totaux dans les œufs coquille. Cependant, le jaune d'œuf enrichi contient moins d' $\alpha$ -tocophérol et plus de  $\gamma$ -tocophérol que le jaune standard. La pasteurisation n'entraîne pas de perte notable en tocophérol que ce soit pour les produits standards ou pour les produits enrichis en  $\omega 3$ . Il semblerait donc que la pasteurisation n'ait pas eu d'effet prooxydant important. Le séchage entraîne une diminution de la quantité de tocophérols dans tous les produits. Ainsi, la teneur en tocophérols passe de 172  $\mu\text{g/g}$  dans l'œuf coquille standard à 145  $\mu\text{g/g}$  dans les poudres d'œuf standard. Il n'y a par contre pas de différence entre les produits fabriqués chez les industriels et ceux fabriqués sur la tour expérimentale Bionov. Dans ce dernier cas, l'intensité du séchage ne modifie pas non plus de façon significative la quantité de tocophérols. Dans le cas des œufs enrichis, la teneur en tocophérols passe de 163  $\mu\text{g/g}$

dans les œufs coquille à 145 µg/g dans les poudres, l'intensité du séchage ne modifie pas non plus cette teneur en tocophérols. Après 8 mois de conservation à 15°C, la teneur en tocophérols est similaire à celle mesurée sur les produits initiaux. De même la conservation des poudres à 30°C ne semble pas se traduire par des pertes importantes en tocophérols. Dans le cas des poudres standard, seules celles fabriquées sur la tour pilote à 180°C présentent une teneur en a-tocophérol significativement plus faibles après 8 mois de conservation à 15°C.

Les œufs enrichis contiennent plus de lutéine et de zéaxanthine que les œufs standards. Ainsi, la teneur en lutéine est multipliée par près de 5,2 et celle en zéaxanthine par près de 50. Lors d'une étude portant sur la supplémentation en lutéine de l'alimentation des poules, il a été observé qu'au delà d'un apport de 750 ppm dans les aliments, la teneur en lutéine des œufs n'augmentait plus. La valeur maximale atteinte est proche de 1.6mg/60 g d'œuf. Dans les œufs de consommation courante, il semblerait que la quantité maximale de lutéine soit proche de 40 µg/g lipides. Cet enrichissement en lutéine dans les œufs *via* l'aliment est particulièrement intéressante dans la mesure où la lutéine serait mieux absorbée que dans le cas des produits végétaux.

Que ce soit dans les œufs standard ou dans les œufs enrichis, la teneur en lutéine est plus faible dans les produits pasteurisés que dans les œufs coquille. Proportionnellement, les pertes en lutéine sont semblables pour les deux types d'œufs : le produit pasteurisé contient environ 1,2 fois moins de lutéine que l'œuf coquille. Pour la zéaxanthine, les très faibles teneurs des produits standards ne nous ont pas permis de mettre en évidence un effet significatif de la pasteurisation. Par contre, dans le cas des produits enrichis, la teneur en zéaxanthine des produits pasteurisés est divisée par un facteur 1.6 par rapport à l'œuf coquille. A notre connaissance, il n'y a pas d'études dans la littérature portant sur le devenir des caroténoïdes lors de la transformation des ovoproduits. Le séchage a donc provoqué une diminution significative de la teneur en lutéine quel que soit le lieu de production des poudres et la température de séchage. Le séchage à l'échelle industrielle ou pilote n'a pas modifié significativement les teneurs en lutéine des poudres. De même, il n'y a pas de différence significative de teneur en lutéine dans les poudres séchées à 160 ou 180°C (éc hantillons JB et JBT).

Après 8 mois de conservation des poudres, les échantillons conservés à 30°C ont une teneur en lutéine significativement plus faibles que celles conservées à 15°C. Si le séchage a entraîné une diminution significative de la teneur en lutéine des poudres d'œufs standard, la réduction a été encore plus marquée dans le cas des produits enrichis. Ainsi la quantité de lutéine passe de 35.7 µg/g de lipides dans les œufs coquille enrichis à moins de 21 µg/g de lipides. La température de séchage ne modifie pas significativement cette valeur. Au cours du séchage la perte de lutéine est de 23 % dans le cas des œufs standard et de 42 % dans le cas des œufs enrichis. Ces différences sont sans doute liées à la teneur en AGPI significativement plus élevée dans les produits enrichis (180 mg/g de lipides) que dans les poudres standard (108 mg/g de lipides).

La zéaxanthine est moins abondante dans les ovoproduits que la lutéine (moins de 1 µg/g de lipides). Les variations observées lors du séchage des œufs standard ne sont pas significatives. Par contre, comme dans le cas de la lutéine, le séchage des œufs enrichi se traduit par une perte significative en zéaxanthine (près de 42 %). Cette perte ne dépend pas de la température de séchage. Au cours des 8 mois de conservation des poudres de jaune enrichi, la perte en zéaxanthine est de l'ordre de 10%, mais les teneurs restent supérieures à celles des poudres de jaune standard ou des poudres d'entier.

En conclusion, l'alimentation des poules s'est traduite par une augmentation très nette de la teneur en lutéine et en zéaxanthine des œufs enrichis (> 80 % pour la lutéine, près de 98 % pour la zéaxanthine). Ces deux caroténoïdes ont vu leur quantité réduite lors de la pasteurisation (-26%), puis lors du séchage des produits enrichis (-21% pasteurisation → séchage). Il est légitime d'attribuer ces pertes à l'activité antioxydante de ces deux caroténoïdes. Malgré ces pertes, la teneur en caroténoïdes des poudres de jaune enrichi restent significativement plus élevées que dans les poudres de jaune standard (+ 74% pour la lutéine, + 93% pour la zéaxanthine).

#### *- oxydation des lipides*

L'oxydation des lipides est une réaction radicalaire en chaîne et a été évaluée par le suivi de marqueurs de produits primaires tels que les hydroperoxydes et de produits secondaires que le MDA et plus ponctuellement les hydroxyalkénals. Le premier résultat à retenir est la très faible quantité d'hydroperoxydes présents dans les lipides extraits des jaunes coquille et des jaunes liquides pasteurisés. En effet, exprimés en µmoles eq HPX de cumène, la quantité d'hydroperoxydes est inférieure à 1µmole. Ces quantités constituent la limite inférieure de détection de la méthode utilisée.

Même si des différences peuvent apparaître entre les différents produits, elles ne sont pas significatives au regard de la sensibilité de la méthode.

Mesurés *via* la production de diènes conjugués, les hydroperoxydes sont présents en quantités plus importantes, bien que faibles. Seuls les lipides extraits des produits à base d'entier pasteurisés semblent contenir des quantités plus importantes de diènes conjugués. La supplémentation en oméga-3 de l'alimentation des poules ne semble pas se traduire par une oxydation plus importante des lipides. Il en va de même pour l'étape de pasteurisation des produits coquilles.

Comme dans le cas des produits liquides, les produits primaires de l'oxydation des lipides sont présents en faibles quantités dans les produits quelle que soit leur méthode d'évaluation. Comme cela a déjà été mentionné dans le cas des produits liquides, les quantités d'hydroperoxydes présents dans les échantillons de poudres analysés sont inférieures à 1 µmole/g de lipides. Cette valeur constituant la limite basse de la méthode, il serait à notre avis imprudent d'essayer de tirer des conclusions sur les effets des procédés sur la seule base de ce résultat. Le niveau des produits primaires évalués par la formation des diènes conjugués n'a pas non plus permis de mettre en évidence un effet prooxydant très net des procédés de séchage des produits. La conservation des poudres à 15°C ou à 30°C, ne modifie pas non plus radicalement le niveau de diènes conjugués. Cependant, la quantité de diènes conjugués augmente de façon régulière au cours de la conservation des poudres. Cette augmentation est plus marquée dans le cas des poudres d'œuf standard (jaune et entier).

Les produits d'oxydation du cholestérol ont été spécifiquement recherchés dans les échantillons de poudres de jaune d'œuf car les travaux de la littérature portant sur l'oxydation des ovoproduits se sont essentiellement focalisés sur cet aspect. Les mesures du cholestérol et du 7-OH-cholestérol (utilisé classiquement comme marqueur de l'oxydation) ont été réalisées par GC-MS/MS. Les résultats révèlent qu'il n'y a pas dans les différentes poudres analysées d'oxydation détectable au niveau du cholestérol. Nous avons aussi recherché la présence d'autres stérols. Seul des traces de desmostérol et de dihydrocholestérol ont été détectés mais pas de stérols végétaux ( $\beta$ -sitostérol et stigmastérol). L'absence de cholestérol oxydé était un peu attendue du fait que l'on n'avait pas détecté de quantités massives d'hydroxy-alkénals (4-HHE et 4-HNE) (marqueurs de l'oxydation des acides gras polyinsaturés) dans ces poudres d'œufs or les acides gras polyinsaturés sont plus oxydables que le cholestérol qui ne possède qu'une seule double liaison. On peut donc conclure que l'enrichissement des œufs en acides gras de la série n-3 n'induit pas un risque de peroxydation accru quel que soit le traitement appliqué.

#### - malonaldéhyde

Le malonaldéhyde (MDA) est un marqueur de l'oxydation des acides gras polyinsaturés comportant au moins deux doubles liaisons. Le protocole mis en œuvre permet de quantifier le MDA libre, c'est à dire celui qui n'a pas formé d'adduit avec les autres constituants de l'œuf comme les protéines. Le protocole mis en place au laboratoire pour le dosage du MDA dans les matières premières lipidiques a été validé dans les ovoproduits par la méthode des ajouts dosés. Les résultats mettent en évidence une très faible quantité de MDA dans les œufs coquilles (très légèrement supérieure au seuil de quantification de la méthode). La quantité de MDA reste très faible dans les produits liquides pasteurisés (standard et enrichi). Il est significativement plus élevé dans l'œuf liquide entier pasteurisé.

Ces résultats confirment ceux obtenus par le dosage des produits primaires de l'oxydation et par celui des tocophérols. Le séchage des produits a bel et bien un effet prooxydant, mais ce dernier reste modéré. De plus, l'intensité du séchage, si elle modifie légèrement les quantités de MDA initialement détectées dans les produits, ne se traduit pas par des concentrations plus élevées en MDA en fin de conservation des poudres.

Deux hydroxyalkénals : le 4-hydroxy-2-héxenal (4-HHE) et le 4-hydroxy-2-nonéanal (4-HNE) ont été quantifiés. Le 4-hydroxy-2-héxenal est un marqueur de l'oxydation des acides gras de la famille oméga-3, le 4-hydroxy-2-nonéanal est un marqueur de l'oxydation des lipides de la famille  $\omega$ 6. Ce dosage est donc complémentaire de celui du MDA. Les résultats indiquent que les quantités de 4-HHE et de 4-HNE sont légèrement plus importantes dans les jaunes d'œuf coquille enrichi que dans les jaunes d'œuf coquille standard. Il convient également de remarquer que les quantités de 4-HHE sont systématiquement plus élevées que celle de 4-HNE, ce qui semblerait indiquer que les acides gras de la série  $\omega$ 3 sont plus sensibles à l'oxydation que ceux de la série  $\omega$ 6.

Pour les produits fabriqués sur la tour Bionov, les quantités de 4-HHE sont systématiquement plus élevées dans les produits qui ont subi le séchage le plus intense. Cet effet ne se retrouve pas sur le 4-

HNE confirmant ainsi l'hypothèse que les acides gras de la série oméga-3 sont plus sensibles à l'oxydation que ceux de la série  $\omega$ 6. Nous manquons actuellement de recul pour estimer si les quantités de ces alkénals trouvés dans les ovoproduits sont « élevées » ou non. En effet, il existe peu ou pas de données fiables pour comparer les valeurs obtenues sur les ovoproduits à d'autres aliments.

#### **IV- Conclusion générale**

L'un des principaux résultats de ce programme est que les œufs enrichis en acides gras  $\omega$ 3 (filière bleu blanc cœur) peuvent être transformés dans la filière ovoproduits (pasteurisés, poudres) sans pertes notables de leurs propriétés physiques, fonctionnelles, sensorielles et nutritionnelles.

Concernant les propriétés **physiques** et **fonctionnelles** des ovoproduits, l'enrichissement en AGPI  $\omega$ 3 a modifié la couleur des produits (notamment par augmentation de la teneur en lutéine et en zéaxanthine des œufs), les propriétés thermiques des lipides et des poudres, la Haenni value et la viscosité des poudres. La température de séchage modifie les teneurs en eau, l'activité de l'eau, la distribution en taille des particules, et enfin la viscosité et la Haenni value des poudres. La température de conservation quant à elle modifie tous les paramètres testés à l'exception des propriétés thermiques et de la distribution en taille des particules. La pasteurisation et le séchage modifient les propriétés interfaciales (air-eau, huile-eau) , mais les conséquences sur les propriétés émulsifiantes sont faibles.

Du point de vue **sensoriel**, les poudres d'entier ont des odeurs plus fortes que les poudres de jaune. Au cours de la conservation des poudres à 30°C, les caractéristiques sensorielles de ces produits tendent à se rapprocher de celle des poudres d'entier. Les poudres de jaune d'œuf produites à l'échelle industrielle présentent des intensités odorantes intermédiaires. Les poudres produites sur la tour expérimentale Bionov présentent les intensités odorantes les plus faibles. La température et la durée de conservation des poudres ont eu un fort impact sur les odeurs des poudres, sans pour autant se traduire par l'apparition d'off-flavor. L'enrichissement en AGPI  $\omega$ 3, et la température de séchage n'ont pas eu d'effets notables sur les propriétés sensorielles des poudres. Les composés volatils extraits des différentes poudres sont semblables, seules leur proportion relative évolue, notamment au cours de la conservation. Les résultats obtenus confirment ceux des tests sensoriels.

S'agissant des propriétés **nutritionnelles**, la modification de l'alimentation des poules pondeuses a modifié la composition en acides gras des lipides. Ainsi les lipides des œufs enrichis contiennent plus d'AGPI  $\omega$ 3 et notamment plus de DHA que les œufs standard. Les AGPI ne sont pas uniformément incorporés dans les triacylglycérols et les phospholipides. Les acides gras à 18C tels que le 18 :2 n-6 et le 18 :3 n-3 sont préférentiellement incorporés dans les triacylglycérols, alors que le DHA est préférentiellement incorporé dans les phospholipides et en particulier dans la phosphatidyl-éthanolamine. Les teneurs en acides gras et notamment en AGPI n'ont pas été significativement modifiées après les huit mois de conservation des poudres, renforçant ainsi l'intérêt nutritionnel des poudres de jaune d'œufs. Les œufs enrichis contiennent également des quantités de lutéine et de zéaxanthine très largement supérieures à celles des œufs standard. Même si les teneurs en lutéine et zéaxanthine diminuent après la pasteurisation et le séchage, les quantités finalement présentes dans les poudres après 8 mois de conservation restent plus élevées dans le cas des produits enrichis.

L'autre résultat remarquable est la très bonne stabilité oxydative des produits. Aucun produit d'oxydation du cholestérol n'a été détecté dans les poudres, et les marqueurs de l'oxydation des lipides (produits primaires et secondaires) même s'ils augmentent suite au séchage et au cours de la conservation, restent dans des niveaux faibles, confirmant ainsi les résultats obtenus lors des études des propriétés sensorielles.

Les perspectives de ce travail résident dans la compréhension des phénomènes responsables de cette stabilité à l'oxydation des lipides du jaune d'œuf. La structuration des lipides dans les lipoprotéines avec une localisation des triacylglycérols au cœur de gouttelettes lipidiques stabilisées par notamment les phospholipides et des protéines favorise-t-elle cette stabilité ?

L'autre piste de recherche serait d'étudier les propriétés ou le pouvoir antioxydant des poudres de jaune d'œufs.

#### **V- Valorisation**

### **V-1 Publications**

- Physical and functional properties of spray-dried egg yolk powders: impact of hen diet, processing and storage conditions  
*Rannou C., Queveau D., Beaumal V., David-Briand E., Le Borgne C., Meynier A., Anton M., Schuck P., Loisel C.*  
*Food Bioprocess Technology, en cours de rédaction*
- En préparation
  - un article sur les lipides et leur oxydation dans les œufs et les ovoproduits
  - un article sur les propriétés sensorielles et les composés volatils des poudres d'œuf

### **V-2 Communications**

- Effect of processing conditions on functional properties of spray-dried whole- and egg yolk powders  
*Rannou C., Prost C., Loisel C., Le Borgne C., Anton M., Meynier A.*  
*Congrès Biopolymères 2010 – Matrices alimentaires, Construction, déconstruction, propriétés sensorielles et nutritionnelles, 1-3 décembre 2010, Le Croisic, France*
- Lipid oxidation in egg products: impact of process, storage and lipid composition  
*Leborgne-Costiou C., Meynier A., Beaumal V., David-Briand E., Schuck P., Anton M.*  
*XIV European Symposium on the Quality of Eggs and Egg Products*  
*4-8 September 2011, Leipzig, Germany . Communication invitée*