



**HAL**  
open science

# Caractérisation de l'état de liaison du sel dans les pâtes alimentaires par RMN du sodium

Diamantino Agripino da Cunha, Clerjon Sylvie

► **To cite this version:**

Diamantino Agripino da Cunha, Clerjon Sylvie. Caractérisation de l'état de liaison du sel dans les pâtes alimentaires par RMN du sodium. Sciences de l'ingénieur [physics]. 2023. hal-04438380

**HAL Id: hal-04438380**

**<https://hal.inrae.fr/hal-04438380>**

Submitted on 5 Feb 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Caractérisation de l'état de liaison du sel dans les pâtes alimentaires par RMN du sodium

Rapport de stage



**INRAE**



## Remerciements

Je tiens à remercier en tout premier mon encadrante Sylvie Clerjon, ingénieure de recherche, pour avoir pris en charge mon accompagnement et mon apprentissage tout au long de ce stage.

Mes remerciements vont également à l'unité QuaPA pour m'avoir accueilli au sein de leurs équipes, plus particulièrement la plateforme AgroResonance. Leur accueil, leur confiance et leurs précieuses connaissances m'ont été d'une grande aide.

Je remercie également le centre de recherche INRAE Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes ainsi que toutes leurs unités, pour m'avoir offert l'opportunité de découvrir le monde de la recherche.

Je remercie également ma tutrice Bénédicte Mailhot-Jensen, professeure des universités, pour m'avoir accompagné durant ce stage.



## Sommaire

1. Introduction.....	1
2. Présentation de l'entreprise d'accueil.....	2
2.1. INRAE.....	2
2.2. Centre Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes.....	2
2.3. Unité de recherche QuaPA.....	3
2.4. Plateforme AgroResonance.....	3
3. Étude expérimentale.....	4
3.1. Projet SalEtMieux.....	4
3.2. Principe.....	4
3.2.1. Propriétés magnétiques des noyaux.....	5
3.2.2. Résonance magnétique nucléaire ou RMN.....	6
3.2.3. Relaxation.....	7
3.3. Chaîne d'acquisition.....	7
3.3.1. Spectromètre.....	7
3.3.2. Sonde RMN.....	8
3.3.3. Électronique et pré-traitement.....	9
3.4. Protocoles.....	10
3.4.1. Préparation des échantillons.....	10
3.4.2. Acquisitions RMN.....	11
3.4.2.1. Préréglages.....	12
3.4.2.1.1. WOBB.....	13
3.4.2.1.2. SHIM.....	14
3.4.2.1.3. Calibration du pulse d'excitation $^{23}\text{Na}$ .....	15
3.4.2.2. Séquences.....	15
4. Résultats expérimentaux.....	16
4.1. Exploitation des données.....	16
4.1.1. Détermination des T2.....	16
4.1.2. Traitement statistique.....	17
4.2. Résultats.....	18
4.2.1. Résultats pâtes.....	19
4.2.2. Résultats carottes et pâtes.....	21
4.3. Interprétations.....	23
5. Conclusion et perspectives.....	24
Liste des figures.....	26
Liste des tableaux.....	28
Glossaire.....	30
Bibliographie.....	32
Annexe 1 : protocole de préparation des échantillons.....	36
Annexe 2 : mode opératoire acquisition RMN.....	40
Annexe 3 : acquisition CPMG signal FID et spectre.....	44
Annexe 4 : acquisition DQ spectre.....	46
Annexe 5: protocole pour l'exploitation des données.....	48



## 1. Introduction

Limiter l'apport en sodium a été identifié comme un levier efficace pour prévenir certaines maladies chroniques comme par exemple les maladies cardio-vasculaires. Cependant, l'apport en sodium par l'alimentation reste en moyenne deux fois plus élevé que le niveau recommandé par les organisations de santé publique. Les principales sources de sodium sont les produits alimentaires fabriqués industriellement mais aussi le sel « de table » ajouté par les consommateurs lors de la préparation des repas et à table lors de l'assaisonnement. Le projet collaboratif SalEtMieux fédère l'expertise de 5 partenaires académiques (dont l'unité QuaPA : INRAE) pour étudier comment optimiser et limiter l'utilisation du sel de table, tout en le rendant plus efficace pour maintenir le goût salé et l'appréciation des aliments. Ainsi ce projet vise à fournir des solutions afin de réduire la quantité de sel et ainsi préserver au mieux la santé des consommateurs.

Ce stage s'inscrit dans le projet ANR SalEtMieux et porte sur la caractérisation de la liaison du sel dans les pâtes alimentaires par relaxométrie RMN du sodium. L'objectif du stage est de montrer un éventuel effet du type de salage sur la liaison du sel à la matrice alimentaire, pour ce faire deux salages seront comparés : le salage pendant la cuisson ou bien à l'assiette. Ces résultats seront ensuite comparés aux résultats de l'analyse sensorielle menée en parallèle au CSGA<sup>1</sup> sur des échantillons équivalents.

Tout d'abord, une présentation de l'institut et de ses domaines de recherche sera effectuée. Ensuite, la partie expérimentale sera abordée, en traitant de la chaîne d'acquisition jusqu'aux résultats expérimentaux. Enfin, ce rapport se conclura avec les différentes perspectives.



## 2. Présentation de l'entreprise d'accueil

### 2.1. INRAE

INRAE, l'Institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement est né le 1er janvier 2020, le logo est présenté *figure 1*. Il est issu de la fusion entre l'Inra, Institut national de la recherche agronomique et Irstea, Institut national de recherche en sciences et technologies pour l'environnement et l'agriculture.



*Figure 1: logo INRAE*

L'humanité et la planète font face à un changement global qui crée de nouvelles attentes vis-à-vis de la recherche : atténuation et adaptation au changement climatique, sécurité alimentaire et nutritionnelle, transition des agricultures, préservation des ressources naturelles. S'y ajoutent des enjeux plus territorialisés qui incluent les conditions de vie et de rémunération des agriculteurs, la compétitivité économique des entreprises, l'aménagement des territoires, l'accès à une alimentation saine et diversifiée pour chacun.

Premier organisme de recherche spécialisé sur ses trois domaines scientifiques, agriculture, alimentation et environnement, INRAE se doit de contribuer à relever ces défis et ambitionne de contribuer à apporter des solutions pour la vie, l'humain et la terre.

Placé sous la tutelle du ministère de l'enseignement supérieur, de la recherche et de l'innovation ainsi que du ministère de l'agriculture et de l'alimentation INRAE rassemble une communauté de 10 000 agents répartis dans 18 centres de recherche localisés dans toute la France.

### 2.2. Centre Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes

Situé au cœur du parc des volcans d'Auvergne, patrimoine mondial de l'UNESCO le centre de Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes est un acteur majeur de la recherche dans les domaines d'expertises : nutrition humaine préventive, céréales, durabilité des systèmes d'élevage herbivores, qualité des produits, territoires robotique et nouvelles technologies appliquées à l'agriculture, écologie et fonctionnement de l'arbre. Avec près de 850 agents répartis dans 20 unités sur 8 implantations, le centre est largement ancré dans le territoire. Les équipes mettent en œuvres des projets recherche caractérisés par une large représentation disciplinaire, au plus près des préoccupations de la société, d'où l'excellente reconnaissance internationale, comme en témoignent les nombreuses démarches partenariales à l'international.

Le centre Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes participe à 5 axes de thématiques identifiés comme structurant pour INRAE dans la Région Auvergne-Rhône-Alpes :

1. Agroécologie des systèmes d'élevage herbagers, qualité des produits et santé animale.
2. Biologie intégrante des plantes modèles et cultivées et adaptation à leur environnement.
3. Territoires et socio-écosystèmes : qualifications, trajectoires et accompagnement au changement.
4. Risques naturels, sanitaires et environnementaux.
5. Nutrition humaine, complexité alimentaire et santé.

Ces recherches sont conduites en étroite collaboration avec les partenaires académiques du site.

### 2.3. Unité de recherche QuaPA

Le centre Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes est composé de 20 unités (14 unités de recherche, 2 unités expérimentales, 2 unités d'appui et 2 départements), dans le cadre de mon stage j'ai intégré l'une d'entre elles : l'unité de recherche Qualité des produits animaux (QuaPA) (cf. *figure 2*).



*Figure 2: images illustrant l'unité QuaPA*

Les objectifs scientifiques de l'unité s'inscrivent dans plusieurs défis sociétaux, à savoir anticiper les adaptations nécessaires à la transition alimentaire mondiale, en particulier aux besoins en protéines et à un meilleur équilibre entre les différentes sources de protéines, à la durabilité des systèmes de production et des procédés de transformation et de conservation, et aux besoins de certaines populations ciblées (seniors, sportifs...). Pour répondre à ces objectifs, l'unité QuaPA concentre ses recherches selon deux axes :

1. la conception raisonnée d'aliments carnés spécifiques
2. l'amélioration de la durabilité des systèmes alimentaires

L'unité Qualité des Produits Animaux, QuaPA, est rattachée au département TRANSFORM (Processus de transformation de matières organiques en aliments et produits bio-sourcés ; valorisation des résidus de l'activité humaine). Elle comprend 36 permanents et accueille une vingtaine d'étudiants par an, dont environ une dizaine de doctorants et post-doctorants. Elle est structurée en trois équipes de recherche disciplinaires : Biochimie et Protéines du Muscle (BPM), Imagerie et Transferts (IT) Microcontaminants, Arômes et Sciences Séparatives (MASS) et deux plateformes: AgroResonance et Protéomique.

### 2.4. Plateforme AgroResonance

Adossée à l'unité de recherche QuaPA, la plateforme AgroResonance du centre INRAE Clermont-Auvergne-Rhône-Alpes est une plateforme au service de la communauté scientifique publique et privée pour réaliser des prestations d'imagerie et de spectroscopie RMN essentiellement dans les domaines de l'agriculture, de l'alimentation et de la santé. C'est au sein de cette plateforme que j'effectue mon stage.

La plateforme dispose de trois appareils à haut-champ magnétique et regroupe une équipe pluridisciplinaire de 7 agents permanents, expert dans : la RMN, l'instrumentation, le traitement de données, la chirurgie et la physiologie animale.

## **3. Étude expérimentale**

### **3.1. Projet SalEtMieux**

Comme le rapportent certaines études, la surconsommation de sel peut entraîner des problèmes de santé chez le consommateur. C'est pourquoi le projet SalEtMieux, financé par L'ANR, a pour objectif d'aider le consommateur à réduire ses apports en sodium en lui proposant, non pas seulement de limiter sa consommation de sel de table, comme c'est le cas aujourd'hui dans les campagnes de sensibilisation, mais en lui fournissant des conseils éprouvés lui permettant d'utiliser plus efficacement le sel de table, et ainsi contribuer à ses attentes en termes de goût et d'habitudes culinaires, tout en préservant durablement sa santé et son bien-être.

Ce projet transdisciplinaire aborde ainsi quatre questions de recherche principales, à commencer par l'étude, selon une approche ethnographique, des pratiques des consommateurs quant à l'utilisation du sel de table à la maison. La deuxième question se concentre sur les interactions physico-chimiques entre le sel et différents types d'aliments en fonction de différentes pratiques de cuisson et d'assaisonnement afin de comprendre comment le sel entre dans les aliments et comment il en ressort lors de la dégustation. L'objectif est de comprendre si le sel ajouté est disponible pour les récepteurs gustatifs et donc dans quelle mesure ce sel participe effectivement au goût salé, on parle alors de « sensodisponibilité ». La perception du sel est précisément au cœur de la troisième question. En effet, le but est d'identifier les conditions de préparation et d'assaisonnement qui permettent d'utiliser la quantité juste nécessaire de sel afin qu'il soit perçu de manière optimale et ainsi puisse contribuer à l'appréciation durable des aliments tout en limitant l'apport en sodium. Enfin, dans la quatrième question, un travail sera effectué, avec des consommateurs et des professionnels, sur la construction de messages positifs et innovants permettant de diffuser des recommandations, des conseils et des astuces aux consommateurs pour qu'ils puissent adopter les meilleures pratiques d'utilisation du sel de table identifiées et prouvées scientifiquement dans le cadre du projet.

Ce projet fédère l'expertise de 5 partenaires académiques :

- GENIAL : Ingénierie Procédés Aliments.
- C.E.R.T.O.P : Centre d'Étude et de Recherche Travail, Organisation, Pouvoir.
- CSGA : Centre des Sciences du Gout et de l'Alimentation
- QuaPA : Qualité des Produits Animaux
- CIMEOS : Laboratoire de Communications, Médiations, Organisations, Savoirs

Le projet a débuté en décembre 2019 pour une durée de 4 ans, l'aide financière de l'ANR est d'environ 600 milles euros, pour l'ensemble des partenaires.

### **3.2. Principe**

L'unité QuaPA avec la plateforme AgroResonance participe au projet SalEtMieux pour caractériser l'état de liaison du sel avec différents types d'aliments. Cette analyse est effectuée par Spectroscopie RMN une méthode basée sur les propriétés magnétiques des noyaux.

### 3.2.1. Propriétés magnétiques des noyaux

Les noyaux atomiques contiennent des particules chargées, les protons, en rotation sur elles mêmes (mouvement de spin nucléaire). Ce spin nucléaire est une caractéristique quantique intrinsèque du noyau, il peut prendre des valeurs entières ou demi-entières :  $0$  ;  $\frac{1}{2}$  ;  $1$  ;  $\frac{3}{2}$

Les noyaux de spin nucléaire égal à  $0$  sont inactif en RMN, le sodium lui est de spin  $\frac{3}{2}$  c'est donc un noyaux actif en RMN. Le sel étant de formule chimique : NaCl, la RMN du sodium s'est présentée comme une bonne technique d'analyse dans cette étude pour décrire les interactions physico-chimiques entre le sel et la matrice alimentaire, plus précisément les interactions du noyau sodium avec la matrice alimentaire.

Il a été démontré que les mouvements de spin nucléaire génèrent pour l'atome un moment magnétique  $\vec{\mu}$  qui peut être représenté sous la forme d'un vecteur en rotation sur lui même. À l'état de repos c'est à dire sans champ magnétique, ces vecteurs ont une orientation aléatoire, la résultante magnétique de l'ensemble est donc nulle. Cependant lorsque l'ensemble est soumis à un champ magnétique intense  $\vec{B}_0$ , les spins s'orientent dans l'axe du champ. Soit dans le même sens (parallèle), soit dans le sens contraire (antiparallèle) comme présenté *figure 3*.

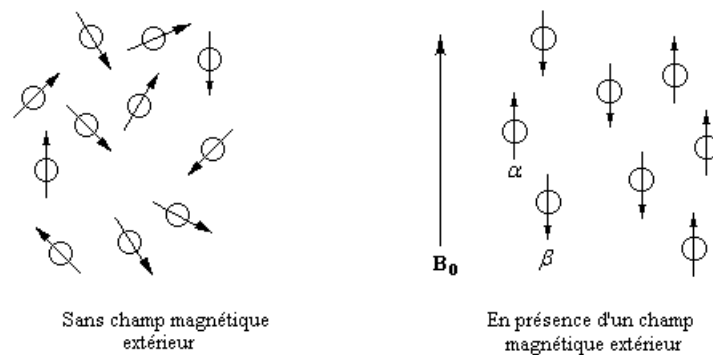


Figure 3: orientation des moments magnétiques

Ainsi deux niveaux d'énergie peuvent être décrits : le niveau  $\alpha$ , le plus stable et le niveau  $\beta$ , moins stable (énergie plus élevée).

En présence de  $B_0$  le moment magnétique est animé d'un mouvement de précession autour de l'axe de  $B_0$ , qui décrit un cône de précession (cf. *figure 4*).

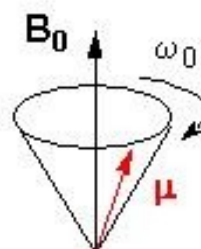


Figure 4: cône de précession

La vitesse angulaire de précession des spins  $\omega_0$  dans un champ magnétique  $\vec{B}_0$  est décrite par la relation de Larmor :

$$\omega_0 = \gamma \cdot B_0 \Leftrightarrow f_0 = \frac{\gamma \cdot B_0}{2\pi} \quad (1)$$

Avec  $\gamma$  le rapport gyromagnétique et  $f_0$  la fréquence de Larmor.

Le moment magnétique  $\vec{\mu}$  des protons peut être décomposé en une composante longitudinale et une composante transversale. Dans l'axe longitudinal, la résultante magnétique d'un groupe de spins est donc une aimantation  $\vec{M}$  dans la même direction et le même sens que  $\vec{B}_0$  (cf. figure 5).

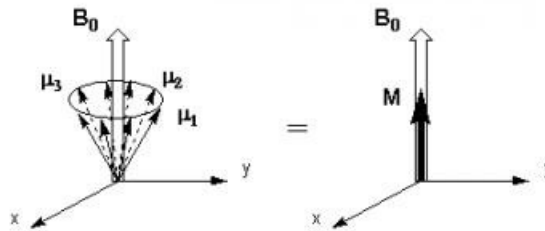


Figure 5: équilibre initial du système de spin autour de  $B_0$

Les mouvements de précession des spins ne sont pas en phase : les composantes transversales microscopiques s'annulent et il n'y a donc pas d'aimantation transversale lorsque l'on considère un groupe de spins.

### 3.2.2. Résonance magnétique nucléaire ou RMN

En physique la résonance est un phénomène pendant lequel un système oscillant voit l'amplitude de son mouvement augmenter progressivement jusqu'à atteindre un régime d'équilibre. Pour que ce phénomène ait lieu il est nécessaire que l'énergie soit apportée au système à la fréquence optimale dite fréquence de résonance.

Dans le cas de la résonance magnétique nucléaire l'énergie est apportée par une onde radiofréquence (RF), dont l'énergie dépend de la fréquence. Cette onde électromagnétique peut être décrite également comme un champ magnétique (noté  $\vec{B}_1$ ), tournant pendant une durée très courte à la fréquence de Larmor des spins du système, satisfaisant ainsi à la condition fréquentielle de la résonance.

Du point de vue de la mécanique classique, sous l'effet de ce champ RF  $\vec{B}_1$ , perpendiculaire à  $\vec{B}_0$  et tournant à la vitesse angulaire  $\omega_0$  étant la fréquence de Larmor (1), le moment magnétique résultant  $\vec{M}$  quitte sa position initiale, décrit une rotation autour de  $\vec{B}_1$ , et prend par rapport à  $\vec{B}_0$ , une position faisant un angle  $\theta$  (cf. figure 6).

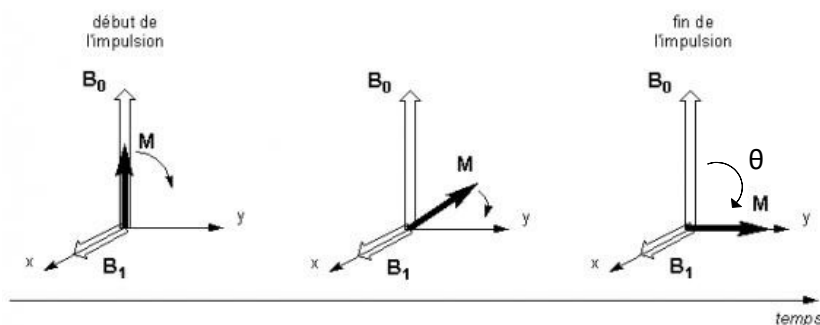


Figure 6: aimantation résultante d'une impulsion du champ  $B_1$

À noter que cet angle  $\theta$  est fonction de l'énergie apportée, donc il est également fonction de la durée de l'impulsion et de sa puissance.

### 3.2.3. Relaxation

Comme tout système excité le système de spins nucléaires, à la fin de l'impulsion RF, va tendre à revenir à l'état initial. Ce processus, en RMN se nomme la relaxation magnétique (cf. figure 7).

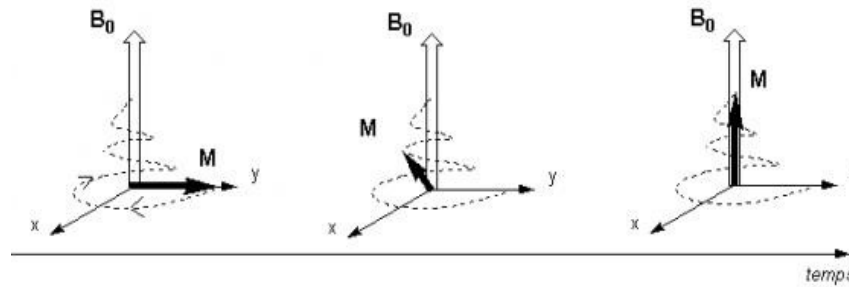


Figure 7: retour à l'équilibre sous B0 seul

Le retour à cet équilibre, s'effectue selon des équations cinétiques du premier ordre faisant intervenir deux constantes de temps qui permettront de décrire la relaxation : T1 concernant le retour de la composante longitudinale (composante parallèle à B<sub>0</sub>) et T2 concernant la destruction de la composante transversale (dans le plan x,y sur la figure 7).

La relaxation est maximale lorsque l'aimantation est inclinée de :  $\theta=90^\circ$ , en revanche la relaxation est nulle lorsque l'aimantation est inclinée de :  $\theta=180^\circ$  ce qui s'explique uniquement par une inversion de sens du moment magnétique. Les spins parallèles se retrouvent en position antiparallèle et inversement.

Dans cette étude l'intérêt portera sur la constante de temps T2 qui pourra caractériser l'état de liaison du sodium (sel) avec la matrice alimentaire.

## 3.3. Chaîne d'acquisition

### 3.3.1. Spectromètre

L'appareil utilisé pour la spectroscopie RMN est le spectromètre « Ascend 400Mhz » de la marque Bruker, présenté *figure 8*. Tout appareil de résonance magnétique nécessite obligatoirement la présence d'un aimant, permettant de polariser magnétiquement la matière (distribution des spins « parallèle » et « anti-parallèle »). Pour créer un champ magnétique B<sub>0</sub> permanent, homogène et intense, des bobines supraconductrices (solénoïdes) sont utilisées. Afin d'atteindre leurs propriétés de supraconduction, elles sont refroidies à une température de 4K par de l'hélium liquide.

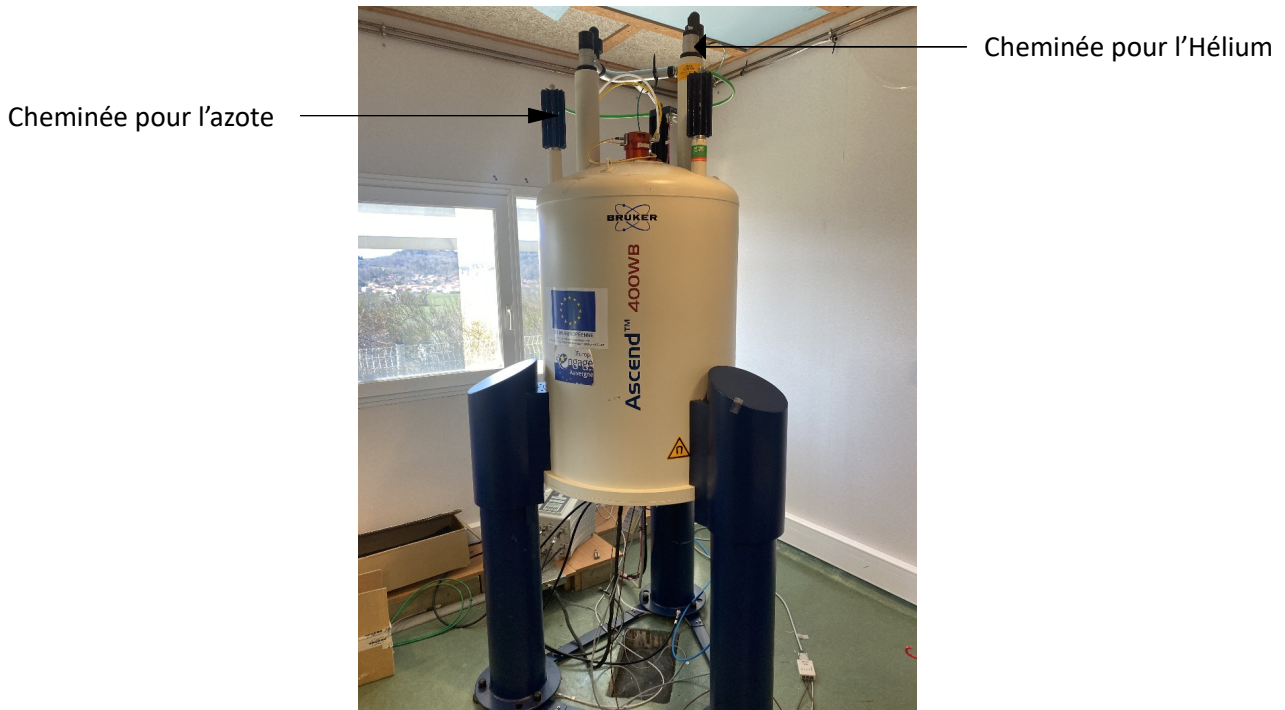


Figure 8: spectromètre "Ascend 400"

L'ensemble du volume cylindrique formant le spectromètre consiste en une succession de réservoirs et de couches de vide. Le premier réservoir est celui de l'hélium liquide dans lequel est plongée la bobine, ce réservoir est lui même plongé dans un réservoir d'azote liquide, le tout séparé par des couches de vide pour empêcher les transferts de chaleur.

Grâce à ces conditions, la bobine supraconductrice est en mesure de créer un champ magnétique intense et homogène  $B_0$  de 9,4 T, soit environ 200 000 fois le champ magnétique terrestre.

Malgré le blindage magnétique, ce champ magnétique est très important il y a donc plusieurs règles de sécurité à respecter au laboratoire, notamment l'interdiction de porter des objets ferromagnétiques (montre, pacemaker, etc).

### 3.3.2. Sonde RMN

Le champ magnétique étant assuré par l'aimant supra-conducteur, il faut maintenant un système pour assurer l'excitation RF et recevoir le signal RMN. C'est le rôle de la « sonde RMN », elle reçoit l'échantillon et permet l'émission de l'onde RF et la réception du signal. La sonde, dont la taille et le diamètre varie, est insérée par le bas dans le trou central de l'aimant. Le diamètre des sondes est en relation avec la taille de l'échantillon. En effet, plus l'antenne est proche de l'échantillon plus l'excitation sera efficace. C'est pourquoi en RMN haute résolution le diamètre des sondes tendent à réduire, et peuvent désormais accepter des tubes de 3 mm.

La sonde comprend différents éléments (cf. figure 9).

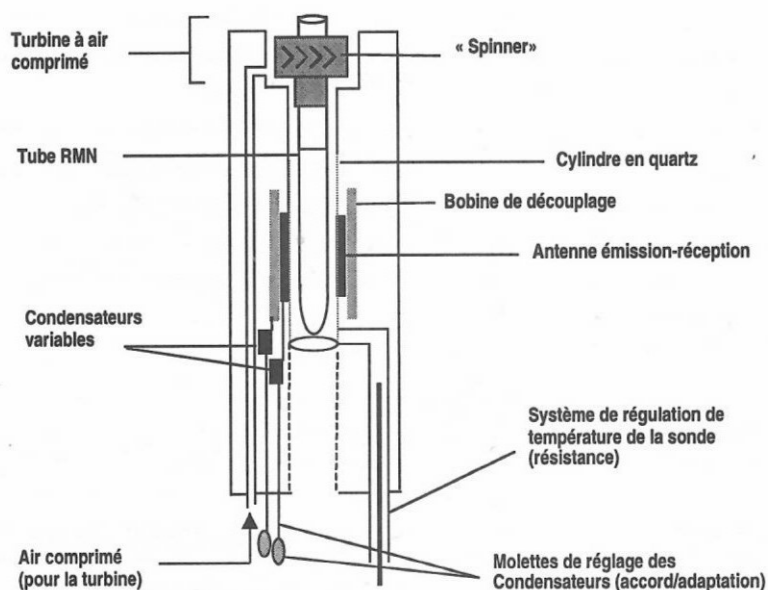


Figure 9: sonde RMN

La sonde utilisée dans cette étude est la BBO (Broad Band Observe) 5 mm de chez bruker. « Broad Band » pour large bande, ce qui signifie que l'impulsion RF émise contient en théorie toutes les fréquences de résonance des spins présents dans l'échantillon (ici le sodium), elle est donc particulièrement adaptée pour la spectroscopie RMN du sodium.

La sonde possède une antenne émission-réception, qui gère les deux rôles successivement.

Les circuits électriques des antennes comprennent chacun deux condensateurs variables permettant de régler l'accord et l'adaptation (réglages traités ultérieurement).

Au cours d'une expérience RMN, l'échantillon est bombardé de plusieurs impulsions RF (échanges d'énergie), ce qui a pour conséquence d'élever sa température. C'est pourquoi la sonde est équipée d'un système de régulation de température.

### 3.3.3. Électronique et pré-traitement

Le signal est recueilli par l'antenne de réception, et est amplifié une première fois à sa sortie de la sonde, par le préamplificateur situé au pied du spectromètre (cf. figure 10).



Figure 10: boîtier préamplificateur



Avant d'être à nouveau amplifié par des amplificateurs, présent dans la console du spectromètre, une console placée dans une salle climatisée dédiée à toute l'électronique (cf. figure 11).



Figure 11: console du spectromètre

Une fois que le signal a été amplifié, le prétraitement débute avec la numérisation du signal à l'aide du convertisseur analogique digitale (CAD) une étape indispensable pour le traitement informatique. Dès acquisition le signal se présente sous la forme d'une sinusoïde amortie appelé FID (Free Induction Decay). Par la suite une transformation de Fourier est appliquée à ce signal de manière à obtenir le spectre dans le domaine fréquentiel (cf. figure 12), cette étape est réalisée grâce aux calculateurs. Les données peuvent maintenant être stockées sous la forme brute et également sous une forme de spectre fréquentiel, sur le stockage du serveur. Toutes ces étapes sont pilotées par l'opérateur par un ordinateur avec le logiciel « TopSpin ».

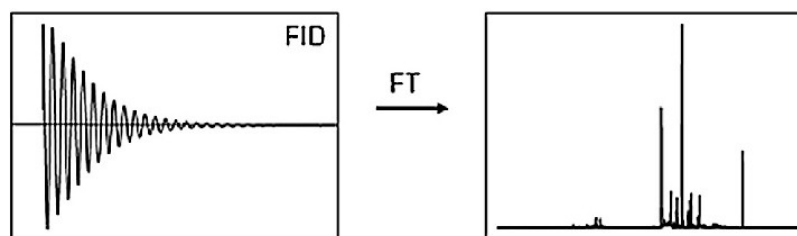


Figure 12: transformation de Fourier

### 3.4. Protocoles

Le sujet de mon stage dans le cadre du projet SalEtMieux porte sur la caractérisation de l'état de liaison du sel dans les pâtes alimentaires. Cette étude est en étroite collaboration avec le CSGA à Dijon qui eux travaillent sur la sensorialité (goût salé en bouche). L'objectif est donc de faire le lien direct entre les résultats RMN et les résultats de sensorialité. Il est donc essentiel pour chacun de préparer les échantillons dans les mêmes conditions, à partir du même protocole détaillé ci-dessous.

#### 3.4.1. Préparation des échantillons

Deux salages seront comparés : un salage dit à « l'eau » où le sel est dissous dans l'eau de cuisson, et un salage dit à « l'assiette » où le sel est ajouté directement sur les pâtes en fin de cuisson. Deux niveaux de salage avaient été définis au CSGA pour la sensorialité : un niveau « reduced » à 3,5g/L et un niveau « regular » à 7,0 g/L.

Cependant les SNR (signal noise ratio) des premières acquisitions étaient faibles, soit environ 80. À titre d'exemple, l'an passé sur un aliment comparable, la carotte, le SNR moyen était de 140. Pour améliorer le SNR deux choix se présentent, le premier est de réduire le bruit, en accumulant plus de signal.

Pour accumuler plus de signal il faut augmenter le nombre d'expériences, en effet si une expérience est répétée N fois, les signaux s'ajoutent de manière linéaire, et le bruit aléatoire s'ajoute de manière quadratique. Ainsi à l'issue de N expériences, le rapport  $(S/B)_N$  sera :

$$(S/B)_N = (S/B) \cdot \sqrt{N} \quad (2)$$

Où  $(S/B)$  est le rapport obtenu dans une expérience RMN. C'est pour cela que le signal est accumulé sur 4100 expériences.

L'autre manière d'améliorer le SNR est d'augmenter le source. Le signal est directement fonction de la quantité de sel ajoutée, en effet le signal est fonction de la quantité de noyaux sodium. Ainsi pour chaque salage la quantité de sel a été doublée (14g/L).

Les pâtes choisies sont des spaghettis N°7 de la marque Barilla, et l'eau utilisée lors de la cuisson est de la marque Évian. Le protocole de préparation définis par le CSGA est présenté ci-dessous :

Protocole salage « eau » :

- peser les ingrédients
  - eau :  $(1000 \pm 1)$ g ; pâtes alimentaires :  $(100,0 \pm 0,1)$  g ; sel fin  $(14,00 \pm 0,01)$ g
- une fois l'Évian dans la casserole, ajouter le sel
- mélanger avec une cuillère jusqu'à dissolution complète du sel
- faire bouillir l'eau et ajouter les pâtes alimentaires entières
- une fois immergées, s'assurer que l'eau bout démarrer le chronomètre pour 11 minutes de cuisson
- remettre le couvercle et remuer toutes les 2 minutes pendant 15 secondes
- à 11 minutes, égoutter les pâtes alimentaires
  - la masse de pâtes cuites doit être en moyenne de 232 g
- mettre une pression (spray) d'huile au fond d'un saladier
- ajouter les pâtes alimentaires.
- mettre une nouvelle pression d'huile
- mélanger à l'aide d'une fourchette pendant 5 secondes

Pour le salage à l'assiette le protocole est le même, cependant le sel n'est pas ajouté dans l'eau de cuisson mais en fin de cuisson directement sur les pâtes, avec une masse de sel défini par :

$$m_{sel} = m_{pc} \times \frac{3742,02 \times 2}{1000} \quad (3)$$

Avec  $m_{pc}$  la masse de pâtes cuites

L'équation (3) a été déterminée par le laboratoire du CSGA après une étude HPLC de la concentration de sodium dans la fraction liquide extraite après mixage et centrifugation.

La version originale de ce protocole envoyé par le CSGA est en annexe 1 .

La prochaine étape est donc d'étudier ces échantillons par spectroscopie RMN.

### 3.4.2. Acquisitions RMN

### 3.4.2.1. Préréglages

Il a été vu auparavant que la sonde utilisée est une sonde BBO de 5 mm, ce qui signifie que la sonde accepte des tubes RMN de 5 mm de diamètre. Un spaghetti est donc choisi, et l'échantillon est coupé de manière à ce que sa longueur soit au maximum après cuisson, de 4 cm. L'échantillon est par la suite inséré dans un tube RMN de 5 mm.

Le tube RMN contenant l'échantillon est logé dans un « spinner » et est installé en buté dans la cale Bruker (cf. figure 13).

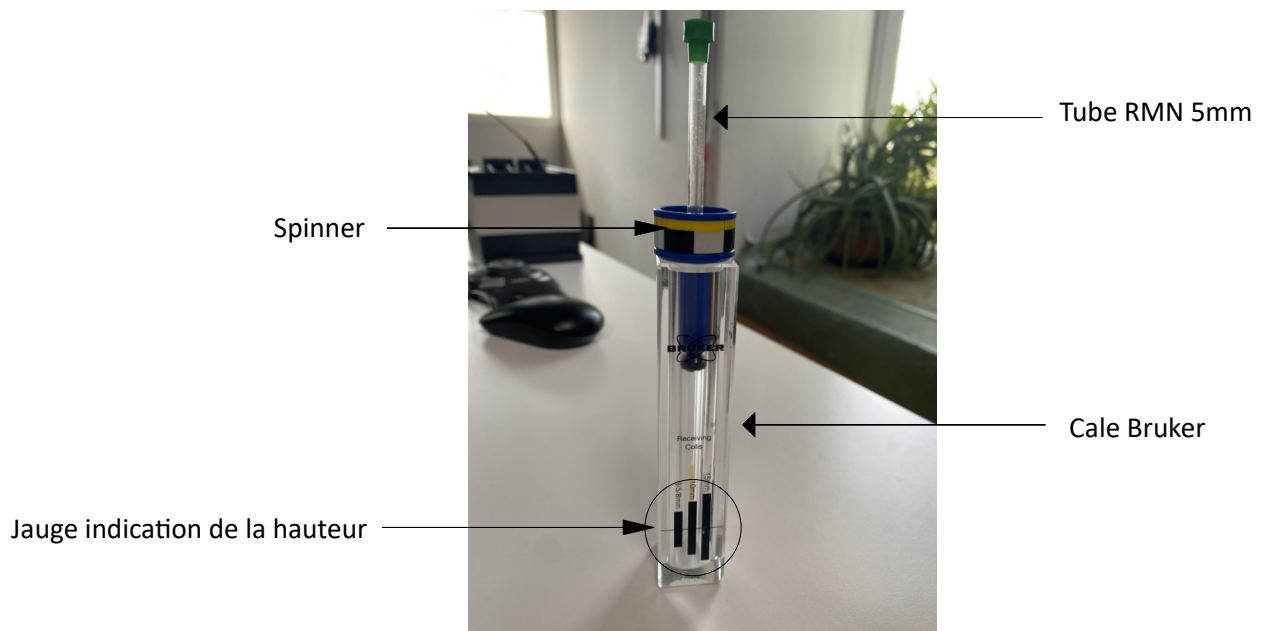


Figure 13: tube RMN avant acquisition

Il faut veiller à ce que l'échantillon (spaghetti) dépasse de la jauge d'indication, ce qui représente la plage d'utilisation de l'antenne.

L'échantillon est inséré dans le spectromètre, par le haut dans le canon des « shims », à l'aide d'un flux d'air piloté par l'ordinateur. En effet, le flux est activé à la dépose du tube RMN (cf. figure 14) le tube est maintenu en « lévitation », par la suite le flux est désactivé et sous l'effet de la gravité le tube se loge dans son emplacement dans la sonde RMN.

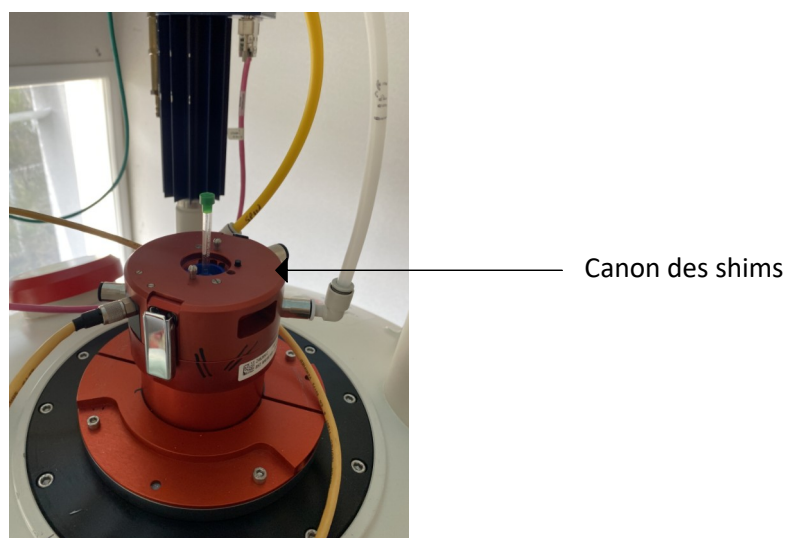


Figure 14: dépôt du tube RMN

Une fois l'échantillon en place les pré réglages peuvent être réalisés.

#### 3.4.2.1.1. WOBB

Il a été vu auparavant (cf. 3.2.2. ) que la condition de résonance impliquait que les impulsions RF soient émises à la fréquence de résonance c'est à dire à la fréquence de Larmor. Il faut donc accorder en fréquence l'antenne, c'est pourquoi ce réglage se nomme l'accord ou « tuning » en anglais. Le circuit de l'antenne doit être aussi adapté en impédance de manière à ce que le circuit soit purement résistif, ce qui s'appelle l'adaptation ou « match » en anglais.

Pour faire l'accord et l'adaptation l'opérateur va changer les capacités de deux condensateurs situés dans le circuit électrique de l'antenne. Ces deux réglages doivent s'effectuer sur les deux canaux de nucléide :  $^1\text{H}$  ;  $^{23}\text{Na}$

Pour cela l'opérateur agit sur les tirettes de « tuning » et « matching » en dessous de l'antenne pour le noyaux sodium (cf. figure 15), et tourne des vis pour le proton hydrogène .



Figure 15: tirettes de "tuning" et "matching" pour l'accord sodium

Ce réglage ne s'effectue pas à l'aveugle, l'opérateur a accès en direct aux réglages sur l'ordinateur avec la fonction WOBB. Cette fonction renvoie la réponse en fréquence du circuit RLC de l'antenne et l'objectif des réglages est de faire coïncider le minimum de la courbe avec la fréquence de Larmor (accord), et de faire coïncider le minimum de la courbe avec la valeur nulle en ordonnée (adaptation) (cf. figure 16 et figure 17). L'accord et l'adaptation ont une incidence l'un sur l'autre, ils sont donc ajustés en parallèle.

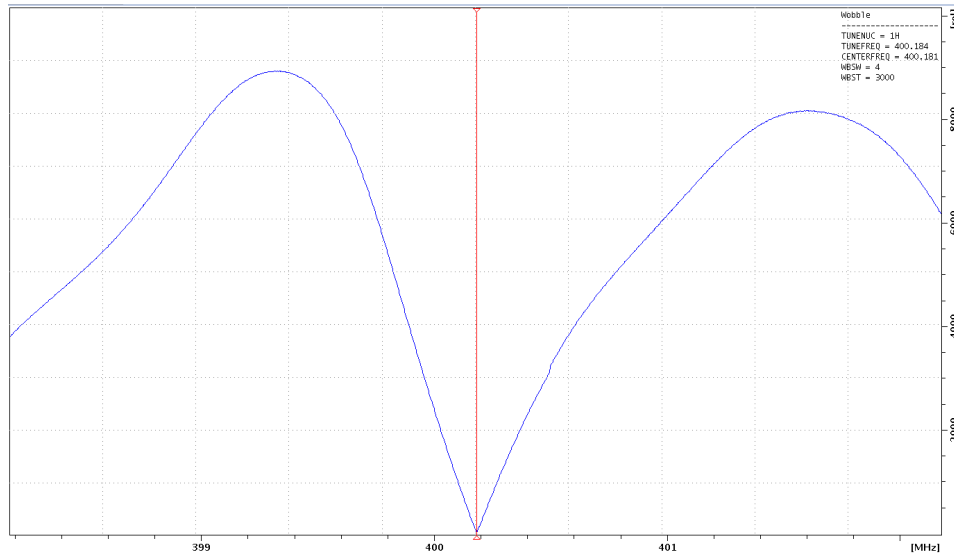


Figure 16: bon accord et bonne adaptation de l'antenne

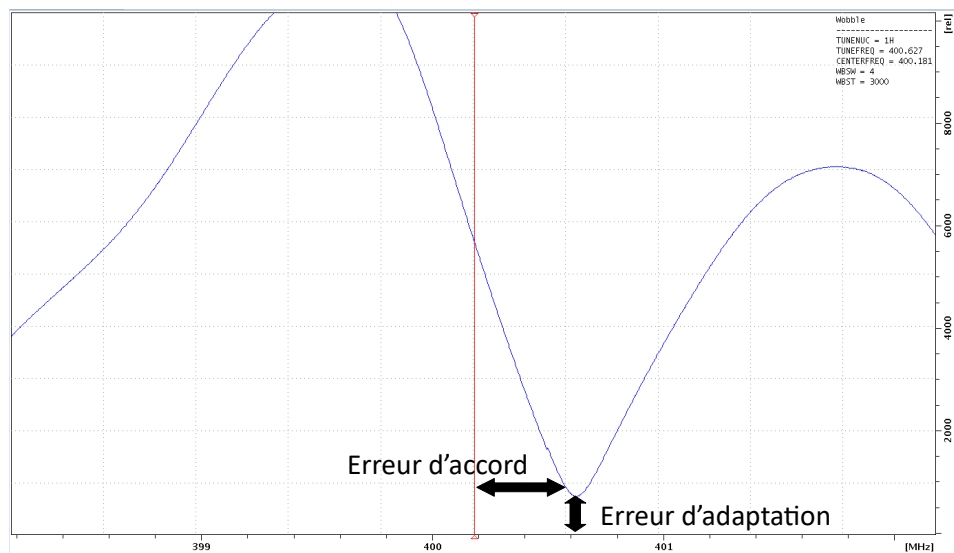


Figure 17: mauvais accord et mauvaise adaptation de l'antenne

Ces réglages garantissent un minimum de réflexion du signal transmis et sont propres à chaque échantillon, c'est pourquoi il faut recommencer ces réglages avant chaque début d'acquisition.

### 3.4.2.1.2. SHIM

Le réglage suivant s'appelle le SHIM, et consiste à homogénéiser le champ magnétique  $\vec{B}_0$  de l'aimant, ce qui a un grand impact sur le spectre obtenu. En effet l'équation (1) démontre que la fréquence de résonance des noyaux de sodium dépend du champ magnétique  $\vec{B}_0$ . Si le champ magnétique est homogène alors il existe une unique fréquence de résonance de valeur  $f_0$ , et le pic de résonance est fin et symétrique. En revanche si le champ magnétique est inhomogène, il y aura plusieurs fréquences de résonance  $f_0', f_0''$  et le pic de résonance sera élargi, et asymétrique.

Pour réaliser cette homogénéité, le spectromètre dispose de bobines supplémentaires placées dans le canon de shim, dans lesquelles, en faisant circuler des courants, on crée des champs magnétiques correcteurs avec différentes orientations (Z, Z<sup>2</sup>, Z<sup>3</sup>, XY, YZ, etc)<sup>2</sup>.

Le réglage de shim consiste donc à faire varier les courants dans ces différentes bobines pour homogénéiser  $\vec{B}_0$ . Pour ce faire l'opérateur va donc chercher à obtenir un spectre qui se rapproche le plus d'un pic de Dirac, en s'aidant notamment de la largeur à mi-hauteur. Plus cette valeur est faible, plus le champ magnétique est homogène.

Cette procédure d'homogénéisation peut être dans certains cas automatisée, cependant il sera préférable de le faire manuellement car c'est une étape très importante de l'expérience RMN qui conditionne la qualité du spectre.

### 3.4.2.1.3. Calibration du pulse d'excitation <sup>23</sup>Na

Après le shim il faut calibrer l'antenne sodium, c'est à dire déterminer les valeurs de deux paramètres d'acquisitions : O1 et P1.

La fréquence de résonance  $f_0$  dépend du champ magnétique  $B_0$ , et du coefficient gyromagnétique  $\gamma$  propre au sodium. Or il y a une différence entre la fréquence théorique et la fréquence de résonance de l'échantillon, cette différence est caractérisée par le paramètre O1 (en Hz).

Pour déterminer O1 l'opérateur lance une acquisition sodium. Le spectre obtenu est donc centré sur la fréquence  $f = f_0 + O1$ . L'opérateur relève cette valeur d'offset (positive ou négative).

Le deuxième paramètre à déterminer est la durée du pulse de l'antenne : P1 nécessaire pour une excitation 90°. En effet il a été vu précédemment (cf. 3.2.3. ) que la relaxation est maximale pour une inclinaison de l'aimantation égale à 90°, et que cette inclinaison  $\theta$ , pour une puissance donnée, était fonction de la durée des impulsions RF.

Calibrer l'antenne consiste donc à déterminer cette valeur de P1 (en  $\mu$ s) où l'aimantation est inclinée de 90° pour se placer dans le cas où la relaxation serait maximale. Ainsi le signal reçu par l'antenne est plus important, ce qui améliore la qualité du spectre.

Pour ce faire, l'opérateur lance une acquisition en continu, et change en direct la valeur du pulse jusqu'à obtenir le signal maximal. C'est cette valeur de P1 où le signal est maximal qui est retenue. Il est parfois difficile de trouver la valeur pour laquelle le signal est maximal, l'astuce consiste à déterminer la valeur de P1 qui annule le signal (impulsion 180°) et ainsi déterminer la valeur de l'impulsion 90° en divisant cette valeur par 2.

Les modes opératoires détaillés de ces préréglages sur TopSpin sont en annexe 2 .

### 3.4.2.2. Séquences

Les préréglages ayant été effectués, les acquisitions peuvent maintenant débuter. Pour chaque échantillon deux séquences sont réalisées : une DQ et une CPMG. Une séquence en RMN est une succession d'évènements électroniques et informatiques qui permettent l'acquisition d'un signal, et l'enregistrement d'un spectre. Tous ces évènements sont générés par le programmeur d'impulsions (ou « séquenceur »). Il s'agit d'un dispositif informatique qui dirige les différentes impulsions et délais. La séquence est un programme informatique écrit en langage machine.

Pendant cette étude j'ai utilisé des séquences avec des codes pré-établis par les agents de la plateforme AgroResonance.

2. Le champ magnétique à un endroit donné est une expression polynomiale de coordonnées x, y, et z tel que :  $\vec{B}_z = \vec{B}_0 + a_1 x + a_2 y + a_3 z + a_4 x^2 + a_5 y^2 + a_6 z^2 + a_7 xy + a_8 yz + a_9 xz$ , ainsi la modification de courant dans les bobines corrige le champ  $\vec{B}_z$ .

La première acquisition réalisée est une séquence qui met en évidence les interactions doubles quanta du noyau sodium (interactions noyaux-noyaux). Cette acquisition est accumulée sur 296 signaux, et dure 5 minutes. Bien qu'il y est des signaux doubles quanta pour chaque échantillon, ces acquisitions ne font pas l'objet d'un traitement statistique. C'est pourquoi ces acquisitions ne sont pas exploitées de manière quantitative, mais uniquement de manière qualitative.

La deuxième acquisition réalisée est basée sur une séquence « Carr-Purcell-Meiboom-Gill » appelée CPMG. Cette séquence est une succession d'impulsions RF  $90^\circ$  et d'impulsions RF à  $180^\circ$  avec différents délais entre les impulsions. Cette séquence permet de mesurer le temps de relaxation T2 de l'échantillon, c'est pourquoi elle est utilisée dans cette étude. L'acquisition est accumulée sur 4100 signaux, soit environ un temps d'acquisition de 1h30.

## 4. Résultats expérimentaux

Le résultat brut d'une acquisition est présenté annexe 3 et annexe 4 . Il s'agit d'une acquisition faite sur une pâte salée à l'eau. L'annexe 3 montre la décroissance temporelle du signal RMN pour une séquence donnée. La figure en annexe 4 représente pour sa part le résultat de la transformée de fourrier de ce signal temporel

Pour comparer l'ensemble des résultats en fonction des effets type de salage ou de matrice, il faut passer par l'exploitation des résultats. En effet les spectres ne donnent pas directement l'information sur les temps de relaxation T2.

### 4.1. Exploitation des données

#### 4.1.1. Détermination des T2

Le traitement des données s'effectue avec un programme informatique Matlab, développé par les agents de la plateforme. Dans un premier temps il faut récupérer les données de l'acquisition qui sont enregistrées sur le serveur du spectromètre sous un format « Bruker » (propre à la marque du spectromètre). Les données sont partagées avec le logiciel « FileZila », qui permet de transférer les données de la console d'acquisition jusqu'au serveur de calcul Bacchus avec un protocole de type FTP. Matlab est lancée sur le serveur de traitement Bacchus , à l'aide de « X2GO » un outil de commande à distance.

Le programme Matlab récupère les données du signal FID, et décompose ce signal multi-exponentiel en une somme pondérée de termes exponentiels, où chaque terme correspond à un temps de relaxation T2 spécifique. Ainsi il est possible de remonter à l'amplitude de chaque terme exponentiel en fonction de leurs temps de relaxation T2.

Le programme trace la courbe « pdf » (Probability Density Function en anglais) en fonction des T2. Il s'agit de la distribution des temps de relaxation T2, ce qui correspond à la densité de probabilité de T2.

Le code prend en compte différents paramètres comme:

- si : qui définit le nombre de points supprimés en début d'acquisition, en effet il est possible que des artefacts brulent les débuts d'acquisition
- nx : correspond au nombre de points de la base de décomposition (linéaire ou logarithmique)
- $\lambda$  : paramètre de régularisation
- vx : base de décomposition linéaire (linspace) ou logarithmique (logspace).

Lorsque la base décomposition est linéaire le programme répartit les points par intervalle de temps régulier, en revanche lorsque la base de décomposition est logarithmique les points sont séparés

logarithmiquement. Ce dernier paramètre (vx) est très important car comme le montre la figure 18 les résultats sont différents d'une base de décomposition à une autre. La figure 18 représente la distribution des T2 pour l'échantillon « eau n°24 » dont le signal FID est en annexe 3.

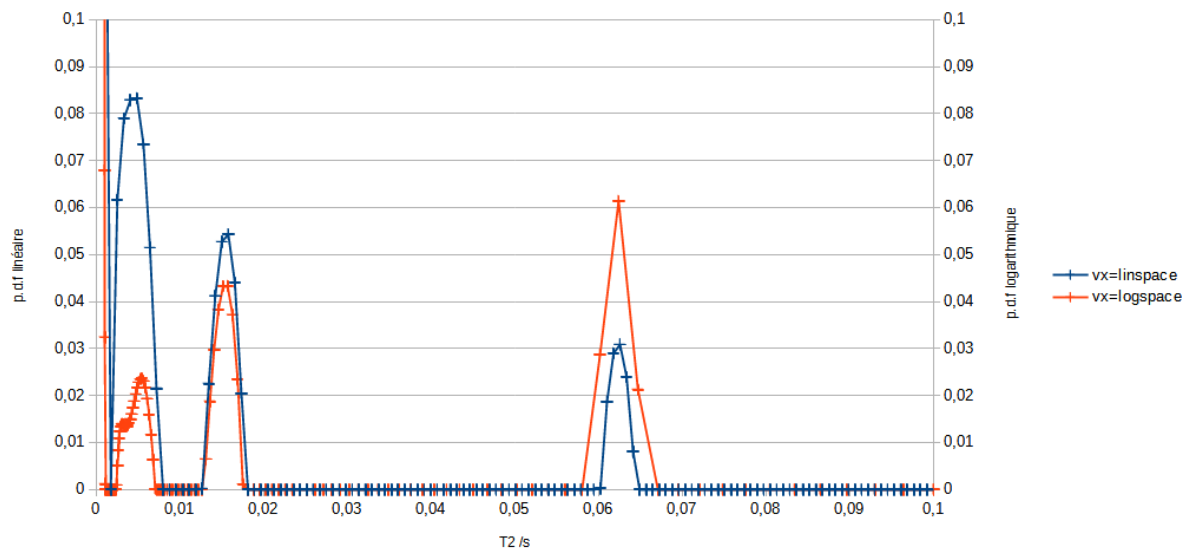


Figure 18: distribution des T2 dans un même échantillon, pour des bases de décomposition différentes

La base logarithmique utilise plus de points au début, et moins vers la fin ce qui favorise la détection des T2 courts. Par la suite les résultats seront présentés avec une combinaison de paramètre qui fait ressortir au mieux les effets voulus.

Le mode opératoire détaillé pour l'exploitation des résultats est présenté annexe 5.

#### 4.1.2. Traitement statistique

L'objectif premier de cette étude est de montrer une différence entre les deux types de salages (eau et assiette), et de caractériser l'effet du salage en prenant en compte les différents paramètres pouvant également potentiellement introduire des différences de T2. Nous appelons ces paramètres des régresseurs de non intérêt. Ces régresseurs de non intérêt sont : la masse de l'échantillon, la masse de sel, le SNR, O1, P1, ...

Il faut donc déterminer l'effet de chaque régresseur sur la mesure, avec un traitement statistique. Le traitement statistique s'appuie sur une ANOVA et un GLM (Generalized Linear Model) qui prend en compte l'influence des différents régresseurs sur la mesure.

Ce traitement est réalisé à partir du même programme sur Matlab. Le programme permet de calculer la valeur de « p-value » pour chaque T2. En analyse ANOVA et GLM, la valeur de p-value renseigne sur la significativité de la différence observée. Le code permet également de faire apparaître sur le graph un seuil de significativité (choisi par l'opérateur), dans cette étude le seuil est choisi à 2 % soit  $p=0,02$ . Ainsi une p-value inférieure à ce seuil est considérée comme statistiquement significative. En revanche, si la p-value est supérieure au seuil, la différence entre les résultats n'est pas considérée comme significative.

Le modèle GLM prenant en compte l'ensemble des régresseurs de non intérêt, les données d'entrée doivent contenir l'ensemble des régresseurs. Le tableau 1 représente les colonnes du tableau des



données d'entrée qui sont associées, pour chaque échantillon au pdf issu de l'étape de détermination des T2. C'est à partir de ce tableau que le code détermine l'influence des paramètres pour chaque valeur de T2.

Tableau 1 : données des 5 premières acquisition

<u>échantillon</u>	<u>N° d'expérience</u>	<u>m<sub>échantillon</sub> / mg</u>	<u>m<sub>sel</sub> / g</u>	<u>Temps post salage /min</u>	<u>salage</u>	<u>O1 /Hz</u>	<u>P1 /μs</u>	<u>Θ<sub>début</sub> /°C</u>	<u>Θ<sub>fin</sub> /°C</u>
230406_pates_assiette_14g_1	4	272	1,69	27	assiette	-138,39	9,00	21,8	28,0
230406_pates_eau_14g_1	4	276	14,00	32	eau	-146,22	9,25	19,0	28,0
230406_pates_assiette_14g_2	4	298	1,75	25	assiette	-161,87	9,00	22,2	28,0
230407_pates_eau_14g_2	4	307	14,00	28	eau	-134,48	9,00	18,2	28,0
230407_pates_eau_14g_3	4	300	14,01	17	eau	-138,39	9,50	19,5	28,0

La température durant l'acquisition était réglée à 28°C, c'est pour ça que la température finale est toujours égale à 28°C. Cette valeur n'a pas été choisie arbitrairement, en effet en plein été l'air comprimé (venant de l'air ambiant extérieur) n'est pas assez frais pour réguler à des températures plus basses que la température ambiante. Ainsi en choisissant 28°C, l'air du circuit comprimé était en mesure de réguler la température.

## 4.2. Résultats

Dans cette partie seront présentés les différents résultats expérimentaux sur les pâtes mais également sur les carottes. En effet dans le cadre du projet SalEtMieux des données carotte avaient été recueillies par une stagiaire DUT Mesures Physiques lors d'un précédent stage. Ces données seront exploitées de la même manière que celles des pâtes pour essayer de déterminer un éventuel effet salage, et effet matrice alimentaire.

Mais avant de présenter les résultats, il faut s'assurer de la bonne qualité des signaux. L'indicateur qui permet d'évaluer la qualité des signaux est le SNR (Signal Noise Ratio). En effet plus le SNR est élevé, plus le signal est important par rapport au bruit, ce qui est souhaitable pour une bonne qualité de signal. Les SNR des échantillons sont présentés figure 19.

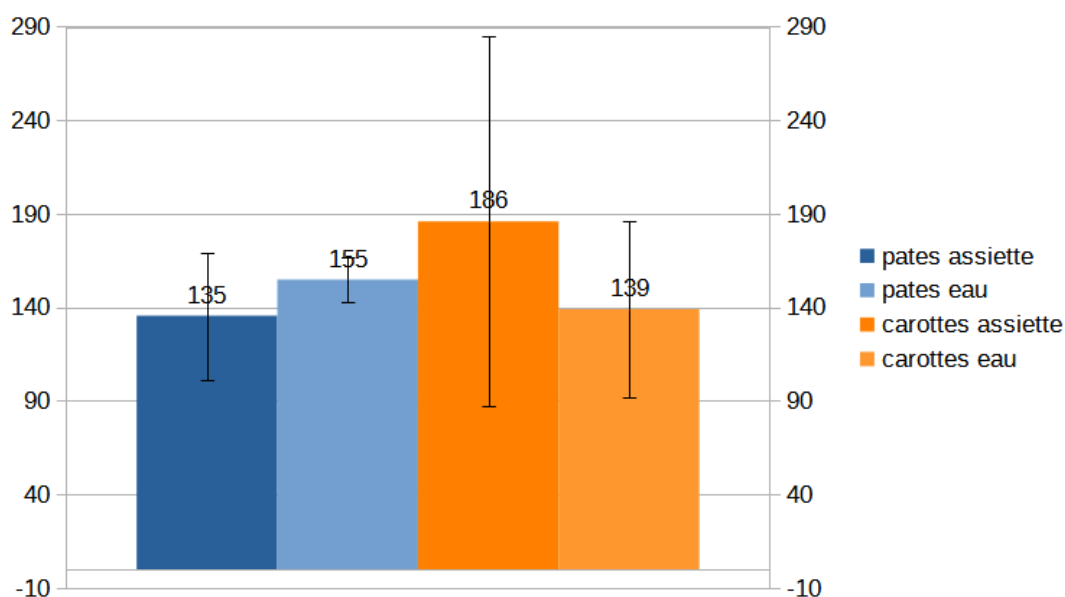


Figure 19: SNR moyen et écarts types des différents échantillons

Une variabilité supérieure est observée pour les salages à l'assiette. De plus la variabilité est très supérieure pour les carottes salées à l'assiette, ce qui peut s'expliquer par le protocole de préparation.

Les SNR sont faibles mais reste convenable en effet il s'agit d'acquisition sodium, or le signal RMN du sodium est beaucoup moins important que le signal RMN du proton. De plus, le signal est accumulé pendant 1h30, il faudrait augmenter ce temps d'acquisition pour améliorer le signal. Mais pour des raisons opérationnelles, ce temps d'acquisition était le bon compromis entre l'efficacité et la qualité.

#### 4.2.1. Résultats pâtes

Compte tenu des nombreux paramètres du code Matlab il existe une infinité de résultats, la difficulté a été de trouver la combinaison de paramètres qui faisait ressortir au maximum les effets du sel sans les biaiser. 48 acquisitions ont été réalisées pour les pâtes, dont 24 salages à l'eau et 24 salages à l'assiette. Les résultats des distributions moyennes sont présentés figure 20.

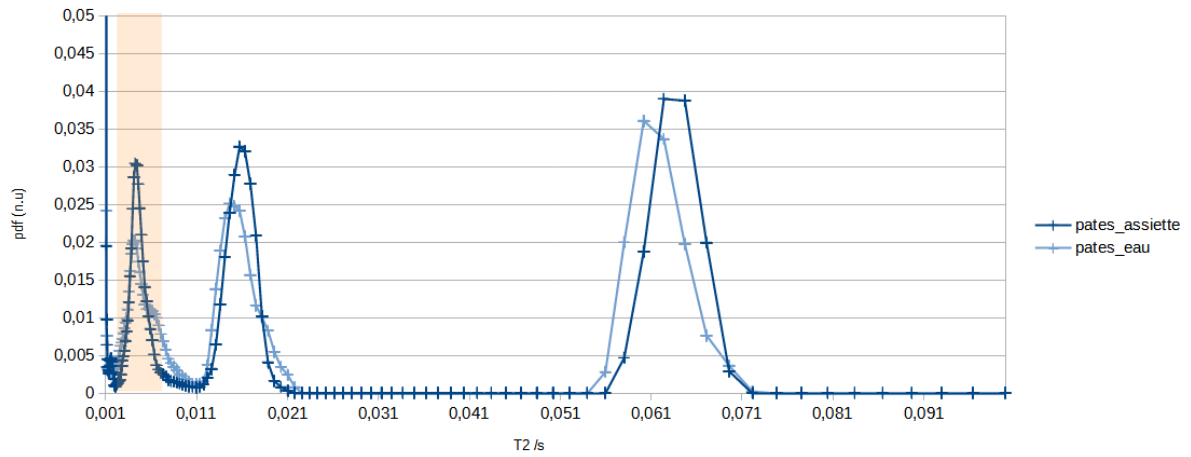


Figure 20: distribution moyenne des T2 pour les deux salages ( $n_x=128$  ;  $\lambda=0,020$  ;  $v_x=\text{logspace}$  ;  $s_i=5$ )

Il y a 3 groupes de T2, un premier à 4 ms, un second à 14ms et un dernier à environ 60 ms. La figure 21 représente la valeur de p pour l'effet salage en fonction des T2.

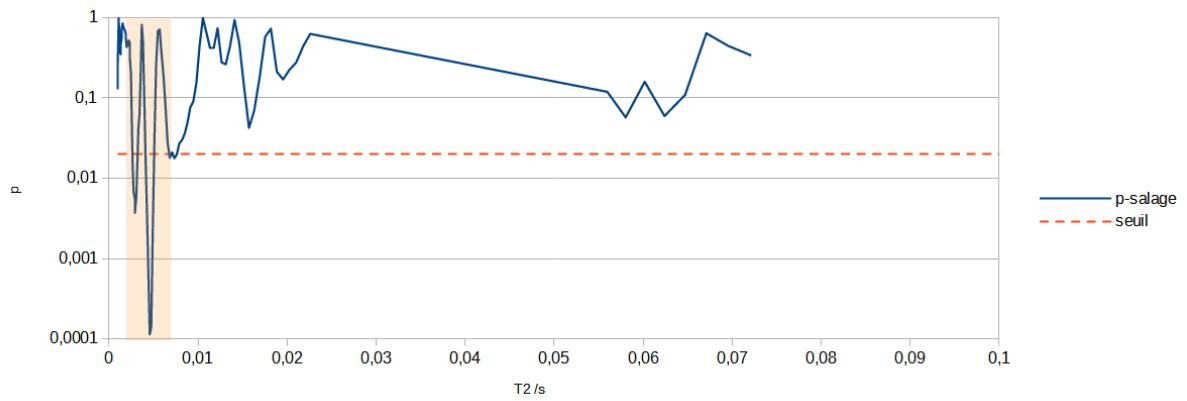


Figure 21: significativité de l'effet "salage"

Ainsi sur les 3 groupes de T2 le salage est significativement différent uniquement pour le premier groupe (à 4ms). La plus petite valeur de p est  $p=1,13 \times 10^{-4}$  à 4,4 ms.

Donc, pour les pâtes, il y a bien une différence significative de distribution des T2 entre les deux salages à environ 5 ms et cette différence est significative ( $p < 0,02$ ). En effet la distribution est plus importante pour le salage à l'assiette vers les T2 court (à 5ms).

Pour les autres groupes de distribution (à 15 ms et 60 ms), malgré les différences observables figure 20, le modèle estime que ces différences ne sont pas significatives. Ces différences pourraient notamment s'expliquer à partir des autres paramètres (O1, P1, ...).

Par la suite les données carotte vont être ajoutées aux données pâtes pour pouvoir déterminer un éventuel effet salage global, et un effet matrice.

#### 4.2.2. Résultats carottes et pâtes

Les pâtes et les carottes ne possèdent pas la même matrice alimentaire. La matrice alimentaire correspond à l'agencement des différents composés (lipides, glucides, vitamines, etc.) présents dans un aliment. Cette disparité de matrice pourrait engendrer une pénétration différente du sel dans l'aliment et des états de liaison différents entre le sodium et ces deux matrices et in fine conduire à une perception distincte du goût salé. C'est la raison pour laquelle, par la suite, les données des carottes seront traitées conjointement avec celles des pâtes. Ces données sont répertoriées dans un tableau similaire au tableau 1.

Le nombre total d'échantillons est donc porté à 108, avec 23 acquisitions carottes salage à l'eau, 36 acquisitions carottes salage à l'assiette, plus les 48 acquisitions pâtes.

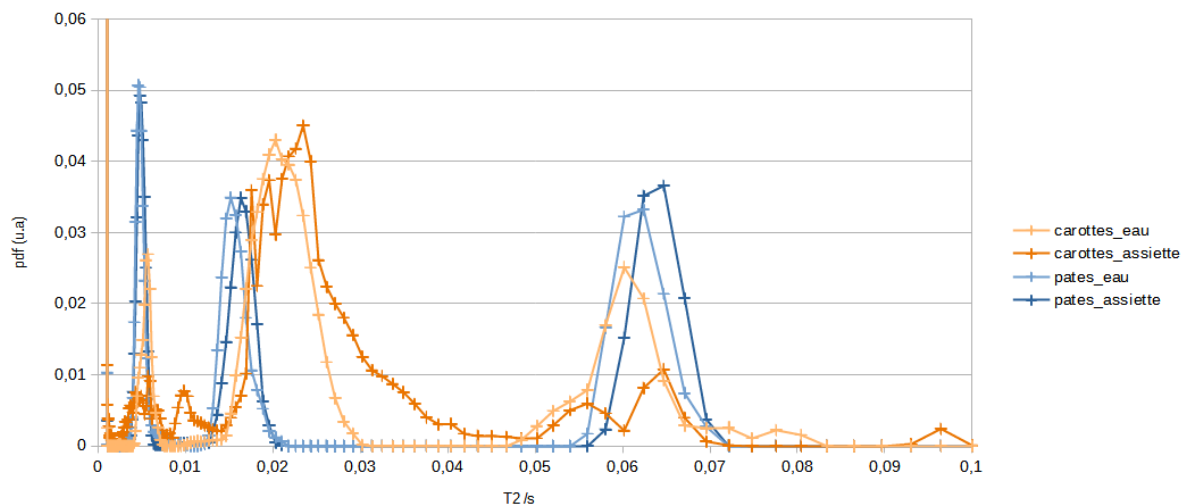


Figure 22: distribution moyenne des T2 pour les quatre types d'échantillons ( $n_x=128$  ;  $\lambda=0,02$  ;  $v_x=\text{logspace}$  ;  $s_i=3$ )

Comme précédemment, on observe la présence de 3 groupes (cf. figure 22). Le premier se situe aux alentours de 2-5 ms, le deuxième entre 12 et 30 ms, et le dernier vers 60 ms. À 20 ms, les deux matrices (pâte et carotte) sont réparties différemment. En revanche, à 60 ms, ce sont les deux types de salages (eau et assiette) qui semblent être répartis différemment.

Dans un premier temps pour observer sélectivement l'effet salage: les distributions « carottes eau » sont moyennées avec les données « pâtes eau » et de même pour les données assiette.

Ainsi la figure 23 représente la distribution moyenne des T2 pour les deux types de salages et la figure 24 représente les valeurs de p-salage en fonction des T2.

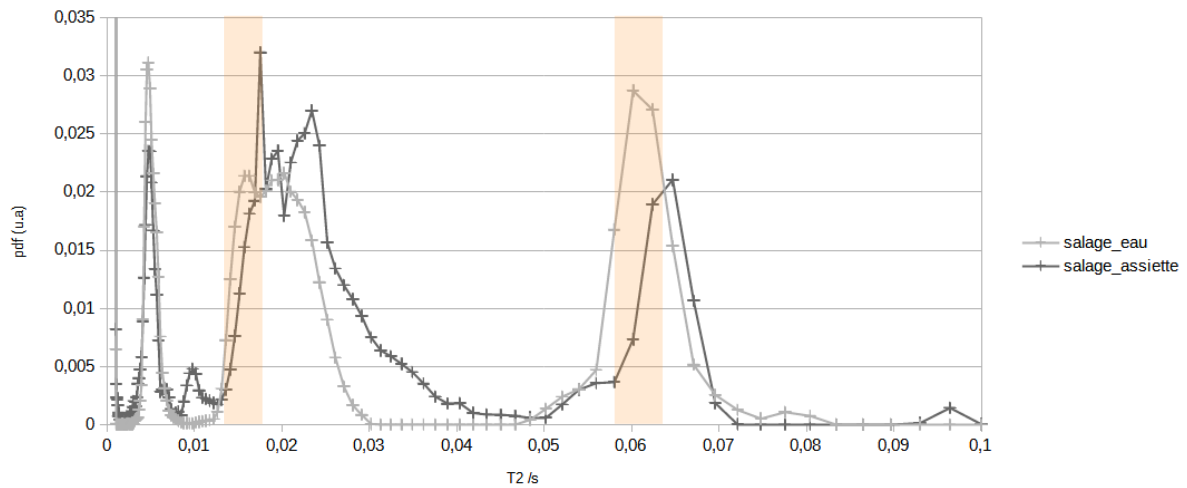


Figure 23: distribution moyenne des T2 pour les deux salages, avec les données pâtes et carottes  
( $n_x=128$  ;  $\lambda=0,02$  ;  $v_x=\text{logspace}$  ;  $s_i=3$ )

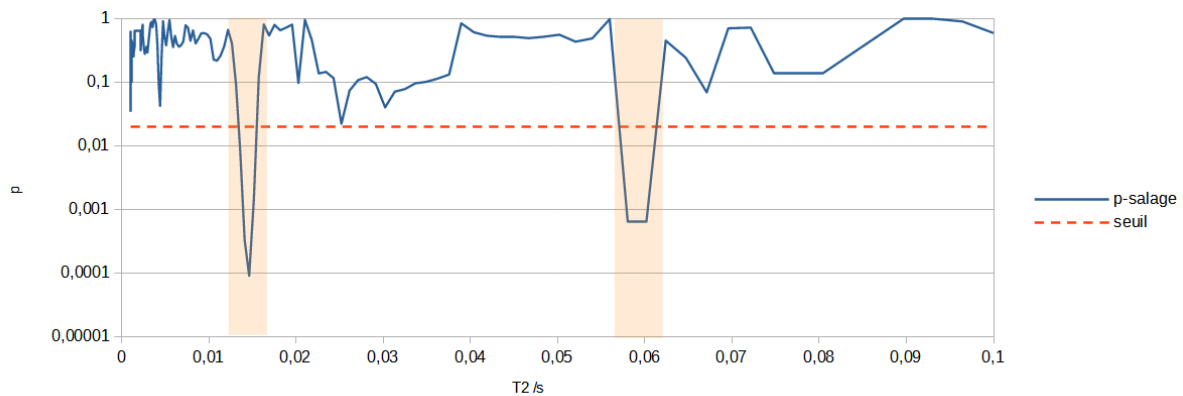


Figure 24: significativité de l'effet salage avec les données carottes

La figure 24 démontre qu'il y a bien des décalages significatifs des pics à 20ms ( $p=8,98 \times 10^{-5}$ ) et 60ms ( $p=6,44 \times 10^{-4}$ ). Le salage à l'assiette a des temps de relaxation T2 un peu plus longs.

Concernant l'effet matrice : de la même manière, la figure 25 représente la distribution moyenne des T2 pour les deux types de matrice et la figure 26 représente les valeurs de p-matrice en fonction des T2.

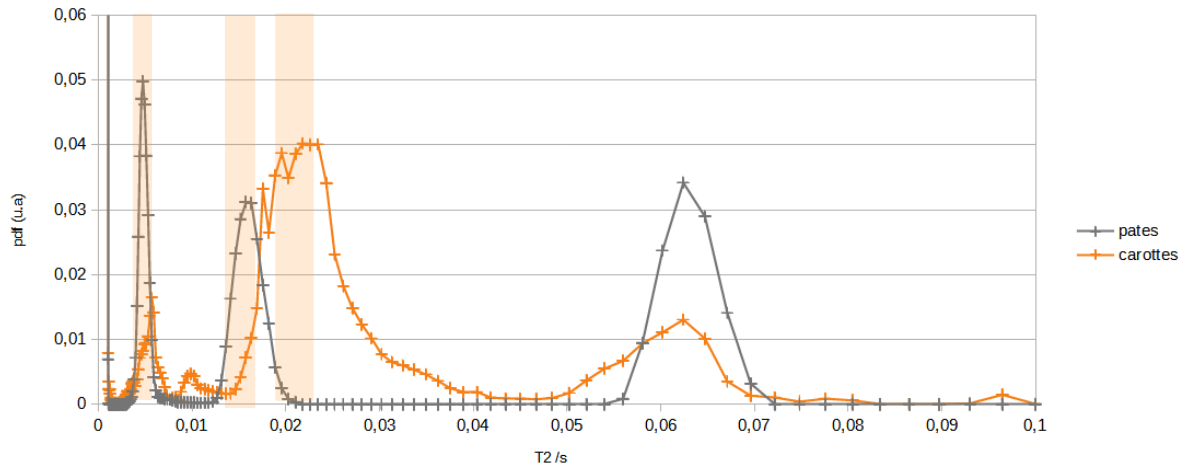


Figure 25: distribution moyenne des T2 pour les deux matrices ( $n_x=128$  ;  $\lambda=0,02$  ;  $v_x=\text{logspace}$  ;  $s_i=3$ )

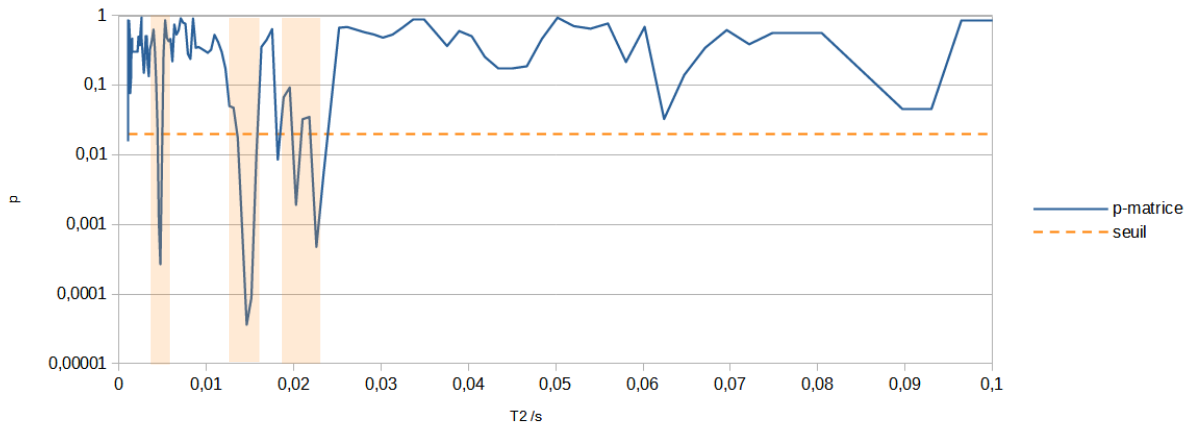


Figure 26: significativité de l'effet matrice

Il y a donc des effets matrice : à 5 ms la distribution de T2 pour les pâtes est plus importante que pour les carottes, et cela est significatif ( $p=2,67 \times 10^{-2}$ ). De plus à 20 ms le groupe de distribution de T2 est décalé vers les temps plus courts pour les pâtes et cette différence est significative ( $p=3,65 \times 10^{-5}$ ).

Des résultats significativement différents ont été obtenus sur les distributions de T2 suivant le type de salage et le type de matrice. L'objectif maintenant est de faire le lien entre les distributions de T2, et la sensation salée.

### 4.3. Interprétations

Les temps de relaxation transversale (T2) permettent de décrire les interactions entre les noyaux sodium et la matière (ici pâte ou carotte).

En effet dans les solides, les interactions dipolaires entre les spins nucléaires voisins sont plus fortes en raison de la proximité des atomes et de la rigidité du réseau cristallin. Ces interactions entraînent une décroissance rapide du signal de résonance magnétique, ce qui se traduit par un temps de relaxation T2 plus court.

En revanche, dans les liquides, les interactions dipolaires sont généralement moins intenses en raison de la mobilité moléculaire et de l'absence de structure cristalline fixe. Ce qui entraîne une décroissance plus lente du signal de résonance magnétique et, par conséquent, un temps de relaxation T2 plus long. Nos deux matrices alimentaires, les pâtes et les carottes cuites et salées sont des matrices complexes où l'ensemble de ces interactions peuvent intervenir.

Il est possible d'établir un lien avec les résultats. En effet concernant les résultats pâtes, il a été vu que pour le salage à l'assiette la distribution était plus importante pour les temps courts (à 5 ms). Ce qui peut notamment s'expliquer par la présence de cristaux de sel dans lesquels les noyaux sodium sont très liés entre eux.

Concernant les résultats globaux (avec les carottes), il a été vu que le salage à l'assiette entraîne un décalage des distributions de T2 vers des temps plus longs que pour le salage à l'eau. Ce qui signifie que les noyaux de sodium (sel) sont plus mobiles lors du salage à l'assiette que lors du salage à l'eau. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le sodium a tendance à rester en surface, dissout dans un film aqueux plutôt que de pénétrer et interagir fortement avec la matrice.

En ce qui concerne l'effet matrice, il a été observé que les pâtes présentaient une distribution de T2 plus importante pour les temps courts que dans les carottes. Ainsi, le sodium est plus mobile dans les carottes que dans les pâtes. Cette observation serait cohérente avec une teneur en eau plus élevée dans les carottes que dans les pâtes, et donc la possibilité plus importante pour le sodium d'être en milieu liquide avec des interactions moins intenses.

## 5. Conclusion et perspectives

Pour conclure, cette étude a permis de mettre en évidence les différences entre les deux méthodes de salage (eau vs assiette). En effet, des différences significatives ont été constatées dans les distributions de T2 entre les deux méthodes, notamment à 20 ms et à 60 ms. Dans ces deux cas, on observe un décalage vers des temps plus longs pour le salage à l'assiette. Par conséquent, il en découle que le sel est plus mobile dans les pâtes salées à l'assiette que dans celles salées à l'eau.

En ce qui concerne l'effet de la matrice, il existe effectivement des différences significatives entre les deux matrices. Les distributions de T2 varient d'une matrice à l'autre, notamment pour les temps courts (5 ms à 20 ms). La distribution de T2 à 5 ms est quasiment inexistante dans les carottes, tandis qu'elle est importante dans les pâtes. À 20 ms, la distribution de T2 des carottes est décalée vers les temps plus longs, contrairement à celle des pâtes. Il en découle que le sel est plus mobile dans les carottes que dans les pâtes.

L'étude sensorielle menée en parallèle au CSGA sur les deux matrices a montré une perception supérieure du goût salé pour le salage à l'assiette. Les résultats expérimentaux de ce stage ont démontrés une mobilité accrue du sel dans les deux matrices lors du salage à l'assiette. Cela soulève la question de savoir si la mobilité du sel pourrait être un indicateur de la sensorialité. En d'autres termes, est-ce que le fait que le sel soit plus libre entraîne une meilleure perception du goût salé ?

Mais l'état de liaison du sodium n'est pas le seul paramètre susceptible de moduler le goût. Lors du salage à l'assiette, le sel est saupoudré sur les pâtes, ce qui le place en surface. En revanche, lors du salage à l'eau, le sel contenu dans l'eau est réparti de manière homogène dans la pâte. Ainsi, il est intéressant de se demander si la localisation du sel influence son relargage. C'est-à-dire, est ce que le fait que le sel soit en surface entraîne une meilleure perception sensorielle ? Pour répondre à cette question, une étude en imagerie IRM du sodium pourrait être réalisée.

Concernant cette question AgroResonance accueillera au mois de septembre un étudiant qui finalise sa thèse, pour justement répondre à ces questions de localisation, et de sensorialité. Bien que cette étude concernant les états de liaison du sodium dans les pâtes soit finalisée, de nombreux résultats restent à venir. J'ai eu à cœur de participer à ce projet collaboratif qui permettra d'optimiser le salage et ainsi aider les consommateurs.



## Liste des figures

Figure 1: logo INRAE.....	2
Figure 2: images illustrant l'unité QuaPA.....	3
Figure 3: orientation des moments magnétiques.....	5
Figure 4: cône de précession.....	5
Figure 5: équilibre initial du système de spin autour de B0.....	6
Figure 6: aimantation résultante d'une impulsion du champ B1.....	6
Figure 7: retour à l'équilibre sous B0 seul.....	7
Figure 8: spectromètre "Ascend 400".....	8
Figure 9: sonde RMN.....	9
Figure 10: boîtier préamplificateur.....	9
Figure 11: console du spectromètre.....	10
Figure 12: transformation de Fourier.....	10
Figure 13: tube RMN avant acquisition.....	12
Figure 14: dépôt du tube RMN.....	12
Figure 15: tirettes de "tuning" et "matching" pour l'accord sodium.....	13
Figure 16: bon accord et bonne adaptation de l'antenne.....	14
Figure 17: mauvais accord et mauvaise adaptation de l'antenne.....	14
Figure 18: distribution des T2 dans un même échantillon, pour des bases de décomposition différentes.....	17
Figure 19: SNR moyen et écarts types des différents échantillons.....	19
Figure 20: distribution moyenne des T2 pour les deux salages (nx=128 ; λ=0,020 ; vx=logspace ; si=5).....	20
Figure 21: significativité de l'effet "salage".....	20
Figure 22: distribution moyenne des T2 pour les quatre types d'échantillons (nx=128 ; λ=0,02 ; vx=logspace ; si=3).....	21
Figure 23: distribution moyenne des T2 pour les deux salages, avec les données pâtes et carottes (nx=128 ; λ=0,02 ; vx=logspace ; si=3).....	22
Figure 24: significativité de l'effet salage avec les données carottes.....	22
Figure 25: distribution moyenne des T2 pour les deux matrices (nx=128 ; λ=0,02 ; vx=logspace ; si=3).....	23
Figure 26: significativité de l'effet matrice.....	23



**Liste des tableaux**

Tableau 1 : données des 5 premières acquisition.....18



## Glossaire

ANR : agence française qui finance la recherche publique (Agence Nationale de la Recherche).

RMN :résonance magnétique nucléaire.

TRANSFORM : département sciences pour l'ingénierie des aliments, des produits biosourcés et des résidus de l'activité humaine.

Aimantation : résultante longitudinale et transversale des vecteurs moment magnétique

RF : radio-fréquence (abrégié en RF) désigne une fréquence d'onde électromagnétique située entre 3 kHz et 300 GHz.

Bobines supraconductrices : bobines qui ont des propriétés supraconductrice, caractérisées par l'absence de résistance électrique et l'expulsion d'un champ magnétique intense. Pour atteindre de telles propriétés elles sont refroidies dans l'hélium liquide à 4K.

Blindage magnétique : consiste à isoler un dispositif des champs magnétiques continus ou de basse fréquence.

FID : « Free Induction Decay », décroissance libre de l'induction en français, est le signal RMN reçu par l'antenne.

CAD : convertisseur analogique-numérique, dispositif électronique qui permet de traduire une grandeur analogique en valeur numérique (sur plusieurs bits).

TopSpin : Logiciel développé par la marque Bruker pour faire des acquisitions RMN

Étude Sensorielle : Étude permettant de mesurer les perceptions sensorielles (ici le goût salé).

Sensorialité : ou analyse sensorielle, est un ensemble de techniques permettant de mesurer les perceptions sensorielles provoquées par un produit grâce aux 5 sens humains ici le goût.

SNR : « Signal Noise Ratio » ou rapport signal sur bruit en français, permet d'évaluer la quantité de bruit lors d'une mesure, et ainsi de juger sa qualité.

DQ : séquence RMN utilisée pour étudier les interactions nucléaires double-quanta du noyau sodium dans les échantillons, et permet d'obtenir des informations sur les interactions moléculaires.

CPMG : séquence RMN basée sur une série d'impulsions de radiofréquence répétées à intervalles réguliers où chaque impulsion de radiofréquence fait basculer les spins nucléaires. Les signaux enregistrés permettent de remonter aux propriétés de relaxation transversale (T2) des échantillons.

Matrice alimentaire : la matrice alimentaire fait référence à la composition globale d'un aliment, incluant ses composants nutritionnels, sa structure physique et sa texture. Elle englobe tous les éléments qui constituent un aliment, y compris les macronutriments (glucides, lipides et protéines), les micronutriments (vitamines et minéraux), l'eau, les fibres alimentaires et les composés bioactifs.



## Bibliographie

INRAE - Institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement.

<https://www.inrae.fr/nous-connaître>

Ministère de l'Agriculture et de l'Alimentation. INRAE - L'institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement.

<https://agriculture.gouv.fr/inrae-linstitut-national-de-recherche-pour-lagriculture-lalimentation-et-lenvironnement>

INRAE - Centre Clermont. (2020). Plaquette Centre Clermont 2020.

[https://www.inrae.fr/sites/default/files/pdf/Plaquette\\_Centre\\_Clermont\\_2020.pdf](https://www.inrae.fr/sites/default/files/pdf/Plaquette_Centre_Clermont_2020.pdf)

INRAE - Unité QuaPA.

<https://www6.clermont.inrae.fr/quapa>

INRAE – AgroResonance.

<https://www6.inrae.fr/agroresonance>

INRAE - AgroResonance. (2023). Plaquette poster PF V3.

[https://www6.inrae.fr/agroresonance/content/download/3250/33306/version/3/file/Plaquette\\_poster\\_PF\\_V3.pdf](https://www6.inrae.fr/agroresonance/content/download/3250/33306/version/3/file/Plaquette_poster_PF_V3.pdf)

Agence Nationale de la Recherche (ANR). Projet ANR-19-CE21-0009.

<https://anr.fr/Projet-ANR-19-CE21-0009>

Vion-Dury, Jean (2002). Cours de résonance magnétique : spectroscopie et imagerie. Paris : Ellipses, 320 p.

Chimactiv - AgroParisTech. Théorie illustrée : Résonance magnétique nucléaire (RMN).

<http://chimactiv.agroparistech.fr/fr/bases/rmn/theorie-illustree/3>

Salager, Elodie. L'imagerie par résonance magnétique : principe et applications.

[http://enslyon.free.fr/rapports/chimie/Elodie\\_Salager\\_2.pdf](http://enslyon.free.fr/rapports/chimie/Elodie_Salager_2.pdf)

CultureSciences Chimie. Les origines de l'IRM (Imagerie par Résonance Magnétique).

<https://culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimie-analytique/spectroscopies/les-origines-de-l-irm-la-resonance-magnetique>

Wikipédia. Supraconductivité.

<https://fr.wikipedia.org/wiki/Supraconductivité>

Aqualeha. Qu'est-ce que l'analyse sensorielle ?

<https://aqualeha.com/cest-quoi-l-analyse-sensorielle/>





# Annexes



# Annexe 1 : protocole de préparation des échantillons

23/01/2023 – repris le 28/03/2023

## Protocole de cuisson de pâtes alimentaires (spaghettoni Barilla n°7) pour analyse sensorielle

Matériel (pour une cuisson) :

- Plaque de cuisson à induction EssentielB
- Casserole (Carrefour Home, 18 cm de diamètre)
- Couvercle correspondant
- Passoire
- Bain-marie
- Bac gastronorme 1/3 en inox
- Thermomètre
- Chronomètre
- Cuillère et fourchette
- Bouilloire
- Pots en plastiques étiquetés et leur couvercle
- Spray d'huile de cuisine type :  
[https://www.amazon.fr/dp/B09HY5THQD/ref=pe\\_27091421\\_487030221\\_TE\\_SCE\\_dp\\_1](https://www.amazon.fr/dp/B09HY5THQD/ref=pe_27091421_487030221_TE_SCE_dp_1)

Ingrédients :

- Eau Evian
- Sel (sel fin, fleur de sel, sel micronisé)
- Pâtes alimentaires spaghettoni Barilla n°7
- Huile de colza (Faiges, origine Espagne, bouteille de 1L)

### Méthode pour analyse sensorielle :

Réaliser 2 cuissons en même temps, avec 1min30 d'écart entre chaque cuisson

- Peser les ingrédients (eau Evian 1 kg +/- 1 g, pâtes alimentaires : 100.0 g +/- 0.1 g, sel : 3,50 g ou 7,00 g +/- 0.01 g si besoin)
- Faire chauffer 1.7 L d'eau déminéralisée dans une bouilloire et la verser dans le bain marie

Bain-marie Furnotel/ Euro-Bar	Bain-marie Bartscher
Régler à 1 - 70°C	Régler à 6

- Une fois l'eau Evian dans la casserole, ajouter le sel (3.5 g ou 7.0 g) si besoin
- Mélanger avec une cuillère pour dissolution complète du sel
- Mettre la casserole avec le couvercle sur plaque de cuisson
- Faire bouillir l'eau
  - o Appuyer sur le bouton d'allumage
  - o Appuyer sur le bouton avec les 3 lignes horizontales
  - o Il y a deux modes de puissance changeable avec le bouton précédent, aller sur le mode « température » où la valeur de base est 200C
  - o Monter à 240 avec le bouton + jusqu'à ébullition (grosses bulles)
- Ajouter les pâtes alimentaires entières (sans les casser) à l'aide d'une cuillère dans l'eau bouillante (faire glisser lentement la cuillère avec les extrémités non immergées des pâtes dedans contre la paroi de la casserole).
  - o Idéalement le temps de mise des pâtes dans l'eau dure 30 secondes
  - o Pour ne pas se brûler avec l'ébullition vous pouvez diminuer la température de la plaque
- Une fois immergées entièrement, s'assurer que l'eau bout (augmenter la température si besoin) puis démarrer le chronomètre pour 11min de cuisson.

23/01/2023 – repris le 28/03/2023

- Diminuer la plaque de cuisson (température ci-dessous) et remettre le couvercle.

3 Plaques B (Celle utilisée à Clermont Ferrand)	Plaques essentiel B rouge et noir	Plaque essentiel B verte
100°C	80°C	80°C + à 3min et 6min30 : monter la température à 240°C / 30secondes

- Remuer pendant 15 secondes toutes les 2 min
- A 11 min, égoutter les pâtes (224,2 g +/- 4,2 g, 87.8 °C +/- 5,0 °C)
- Mettre une pression d'huile (0.87 mg +/- 0.08 mg) au fond d'un bac gastronorme 1/3 et la répartir
- Ajouter les pâtes alimentaires
- Mettre une nouvelle pression d'huile (0.87 mg +/- 0.08 mg) sur les pâtes alimentaires
- Mélanger à l'aide d'une fourchette pendant 5 secondes
- Faire des portions de 3 spaghettis avec une fourchette et une grande cuillère (6,1 +/- 0,3 g)
- Mélanger les bacs gastronomes toutes les 5min

Pour le salage à l'assiette :

Salage	Niveau de salage	Concentration en sodium Na dans la fraction liquide extraite après mixage et centrifugation
Pâtes non salées	X	164,20 mg/L
Pâtes salées à l'eau	7.0 g/L	1661,01 mg/L
Pâtes salées à l'eau	3.5 g/L	935,81 mg/L

L'équation pour savoir la quantité de **sel (NaCl)** à disposer en fonction de la quantité de pâtes cuites est la suivante :

**Niveau Regular :**

Masse sel à disposer (mg) = masse pâtes cuites (g) \* 3742.02 / 1000

Pour les senso nous allons diviser en deux groupes les pâtes cuites dans une même casserole, on s'attend à avoir environ 112 g de pâtes cuites dans chaque groupe. Soit une quantité de sel à disposer de **419 mg**.

**Niveau Reduced :**

Masse sel à disposer (mg) = masse pâtes cuites (g) \* 1929.01 / 1000

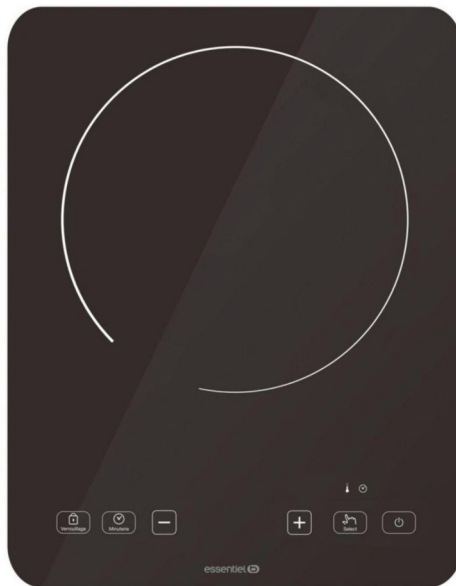
Pour les senso nous allons diviser en deux groupes les pâtes cuites dans une même casserole, on s'attend à avoir environ 112 g de pâtes cuites dans chaque groupe. Soit une quantité de sel à disposer de **216 mg**.

23/01/2023 – repris le 28/03/2023

**Plaque B :**




**Plaque essentiel B :**





## Annexe 2 : mode opératoire acquisition RMN

	<i>MODE OPÉRATOIRE : ACQUISITIONS SOUS TOPSPIN POUR SPECTRO SODIUM SAL&amp;MIEUX</i>	Page 1/3
---	--	----------

### 1. Objectif

Ce mode opératoire décrit les étapes à suivre pour faire une acquisition avec le logiciel TopSpin avec le spectromètre : Avance 400.

### 2. Mise en place de l'échantillon

Le tube RMN contenant l'échantillon, est installé à la bonne hauteur dans un « spinner » avec la cale « Bruker ». Pour installer l'échantillon dans le spectromètre (Avance 400) :

- BSMS : cliquer sur LIFT pour démarrer le flux d'air.
- Déposer le nouvel échantillon au niveau de l'ouverture supérieure de l'aimant.
- BSMS : cliquer sur LIFT pour le faire descendre.

L'échantillon descend, un son se fait entendre. Si ce son ne se fait pas entendre ou bien si l'icône « sample » en bas présente un point d'interrogation, alors l'échantillon n'est pas bien en place. La régulation de température du fait d'une circulation d'air importante peut également créer ce genre de problème, il faut la couper et recommencer la mise en place.

### 3. Réglages wobb et shim (proton)

Le proton 1H étant très abondant dans la matière, une acquisition « zg proton » est réalisée pour faire le « wobb » et le « shim » :

- Faire glisser une acquisition « zg proton » vers la fenêtre de droite puis la dupliquer : Ctrl + n.
- La nommer en respectant la nomenclature (JJMAA\_pates\_salage\_N°X) et en modifiant le EXNO (numéro d'expérience).
- Cocher la case : « use current parameters » pour conserver les paramètres de la séquence.
- Taper la fonction « wobb » dans la ligne de commande en bas.

La fonction « wobb » permet de tracer la courbe de réflexion en fonction de la fréquence. Il faut accorder l'antenne de façon à ce que la réflexion soit nulle à la fréquence de résonance de l'antenne, et ceci pour les deux nucléides, en jouant sur le « tune » et le « match » :


- Pour le 23Na : tirer sur les 2 languettes de droite avec la tige suspendue à l'antenne.
- Changer de nucléide : icône à gauche du stop.
- Pour le 1H : tourner les vis en dessous de l'antenne avec le tournevis qui est sur l'ampli.

Pour faire ces réglages il est possible de s'aider de l'ordinateur (tourner l'écran face au spectro) ou bien en regardant les leds de couleur sur l'ampli. L'accord est bon quand toutes les leds sont vertes.

- Une fois le wobb effectué appuyer sur stop.

L'acquisition peut être lancée :

- Faire glisser le zg précédemment enregistré
- Taper « zg ».
- Taper « ft » pour appliquer la transformation de Fourier.
- Ajuster la phase en cliquant sur « process » puis « ajust phase ».

	<b><u>MODE OPÉRATOIRE : ACQUISITIONS SOUS TOPSPIN POUR SPECTRO SODIUM SAL&amp;MIEUX</u></b>	Page 2/3
---	---	----------

- Maintenir le clic gauche sur le 0, et ajuster la forme en déplaçant la souris (pic montant et symétrique).
- Enregistrer ce réglage de phase en cliquant sur la disquette.

Le réglage suivant est le shim, ce réglage permet d'améliorer l'homogénéité du champ magnétique  $B_0$  en modifiant les paramètres des bobines secondaires. Pour cela il faut :

- Lancer une acquisition en continu : taper « gs ».
- Dans BSMS : ajuster les valeurs de Z, Z<sup>2</sup>, Z<sup>3</sup>, Z<sup>4</sup>, XY, YZ, ...

On cherche à obtenir un pic qui maximise le signal c'est-à-dire : un pic fort en intensité, fin, symétrique, qui se rapproche le plus du pic de Dirac.

- La commande wsh permet d'enregistrer le réglage de shim.
- La commande rsh permet de faire appel à un shim précédemment enregistré.

Une fois le shim réglé, l'acquisition est arrêtée en appuyant sur stop.

#### 4. Réglages O1 et P1 (sodium)

La première étape des acquisitions sodium est de faire le calibrage de l'antenne (fréquence de résonance O1, durée du pulse P1) :

- Glisser une acquisition « zg sodium » et la dupliquer : Ctrl + n.
- La nommer en respectant la nomenclature (JJMMAA\_pates\_salage\_N°X) et en modifiant le EXNO (numéro d'expérience).
- Cocher la case : « use current parameters » pour conserver les paramètres de la séquence.
- Lancer l'acquisition avec « zg ».
- Appliquer la transformation de Fourier avec « ft ».
- Ajuster la phase et enregistrer comme précédemment.

Mesure de O1 :

- Zoomer sur le sommet du pic.
- Appuyer sur l'icône avec une flèche rouge dirigée vers le bas.
- Sélectionner le sommet du pic et relever la valeur de O1 (en Hz).

Mesure de P1 :

- Lancer une acquisition en continu : « gs »

On cherche la valeur de p1 pour laquelle le signal est nul (impulsion 180°).

- Avec la commande « p1 » trouver cette valeur.
- Diviser cette valeur par 2 pour trouver P1 (impulsion 90°).
- Relever la valeur de P1 (en  $\mu$ s).
- Arrêter l'acquisition avec l'icône stop.

#### 5. Acquisitions sodium DQ et CPMG

Pour lancer une acquisition « dq » ou bien « cpmg » le protocole est le suivant :



- Faire glisser l'acquisition et la dupliquer : Ctrl + n
- La nommer en respectant la nomenclature (JMMMAA\_pates\_salage\_N°X) et en modifiant le « exno » (numéro d'expérience).
- Cocher la case : « use current parameters » pour conserver les paramètres de la séquence.
- Aller dans les paramètres d'acquisitions : « AcqPars ».
- Cliquer sur l'icône en forme de pulse.
- Modifier les paramètres P1 et O1 par leurs nouvelles valeurs.

Il est possible de modifier le nombre de scans « NS ». Par exemple pour la cpmg NS = 4100, soit environ 1h30 d'acquisition.

- Lancer l'acquisition avec « zg ».

---

**Fait à Theix, le 18 Avril 2023**

**Pour la plateforme AgroResonance**

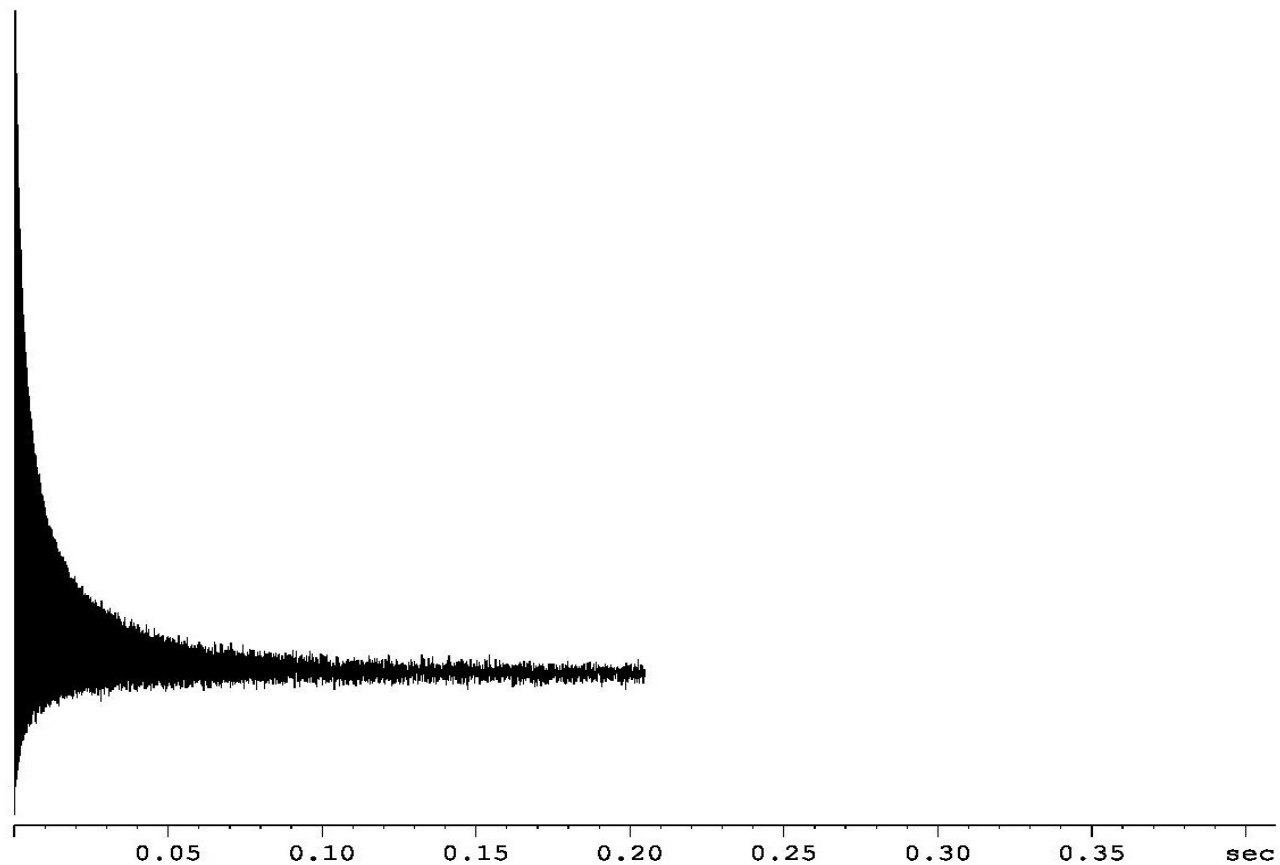
---



### Annexe 3 : acquisition CPMG signal FID et spectre

pates eau 14g  
echantillon 26

CPMG  
8 step phase cycling zith difference betzeen 1st 180 and the other one



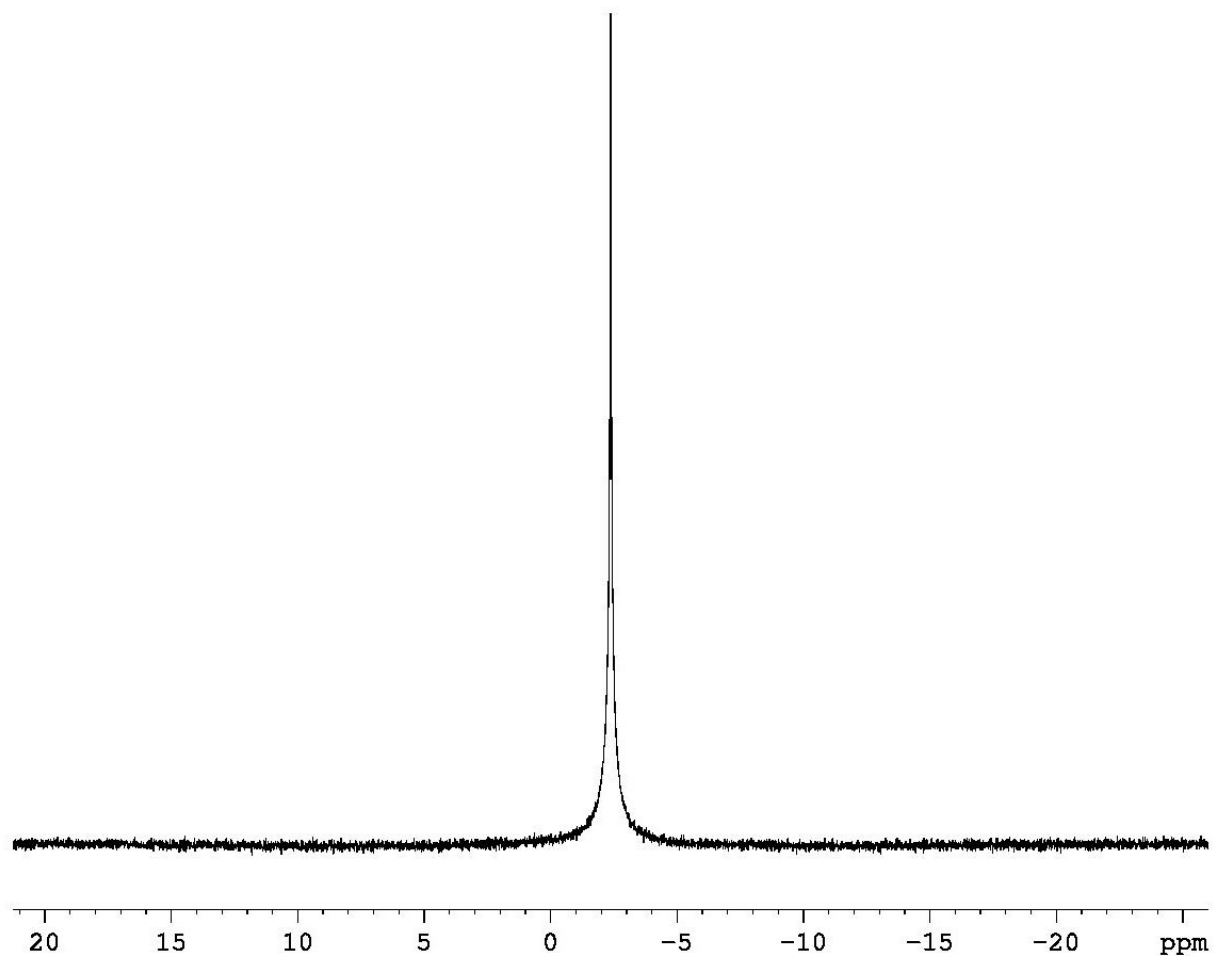
Current Data Parameters  
NAME 230510\_pates\_eau\_14g\_26  
EXPNO 4  
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters  
Date\_ 20230510  
Time 12.31 h  
INSTRUM spect  
PROBHD ZB145\_0021 (PH)  
PULPROG cpmg\_T2\_ldGP2  
TD 4096  
SOLVENT CDCl3  
NS 4100  
DS 8  
SWH 5000.000 Hz  
FIDRES 2.441406 Hz  
AQ 0.4096000 sec  
RG 256  
DW 100.000 usec  
DE 6.50 usec  
TE 301.2 K  
D1 1.00000000 sec  
D3 0.00000100 sec  
D12 0.00002000 sec  
D20 0.00007000 sec  
L1 4  
TD0 1  
SFO1 105.8551450 MHz  
NUC1 23Na  
P1 9.25 usec  
P2 18.50 usec  
PLW1 50.00000000 W

F2 - Processing parameters  
SI 32768  
SF 105.8553967 MHz  
WDW EM  
SSB 0  
LB 0 Hz  
GB 0  
PC 1.00

pates eau 14g  
echantillon 26

CPMG  
8 step phase cycling zith difference between 1st 180 and the other one



Current Data Parameters  
NAME 230510\_pates\_eau\_14g\_26  
EXPNO 4  
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters  
Date\_ 20230510  
Time 12.31 h  
INSTRUM spect  
PROBHD ZB145\_0021 (PH  
PULPROG cpmg\_T2\_ldGP2  
TD 4096  
SOLVENT CDC13  
NS 4100  
DS 8  
SWH 5000.000 Hz  
FIDRES 2.441406 Hz  
AQ 0.4096000 sec  
RG 256  
DW 100.000 usec  
DE 6.50 usec  
TE 301.2 K  
D1 1.00000000 sec  
D3 0.00000100 sec  
D12 0.00002000 sec  
D20 0.00007000 sec  
L11 4  
TD0 1  
SFO1 105.8551450 MHz  
NUC1 23Na  
P1 9.25 usec  
P2 18.50 usec  
PLW1 50.00000000 W

F2 - Processing parameters  
SI 32768  
SF 105.8553967 MHz  
WDW EM  
SSB 0  
LB 0 Hz  
GB 0  
PC 1.00

# Annexe 4 : acquisition DQ spectre

pates eau 14g  
echantillon 26

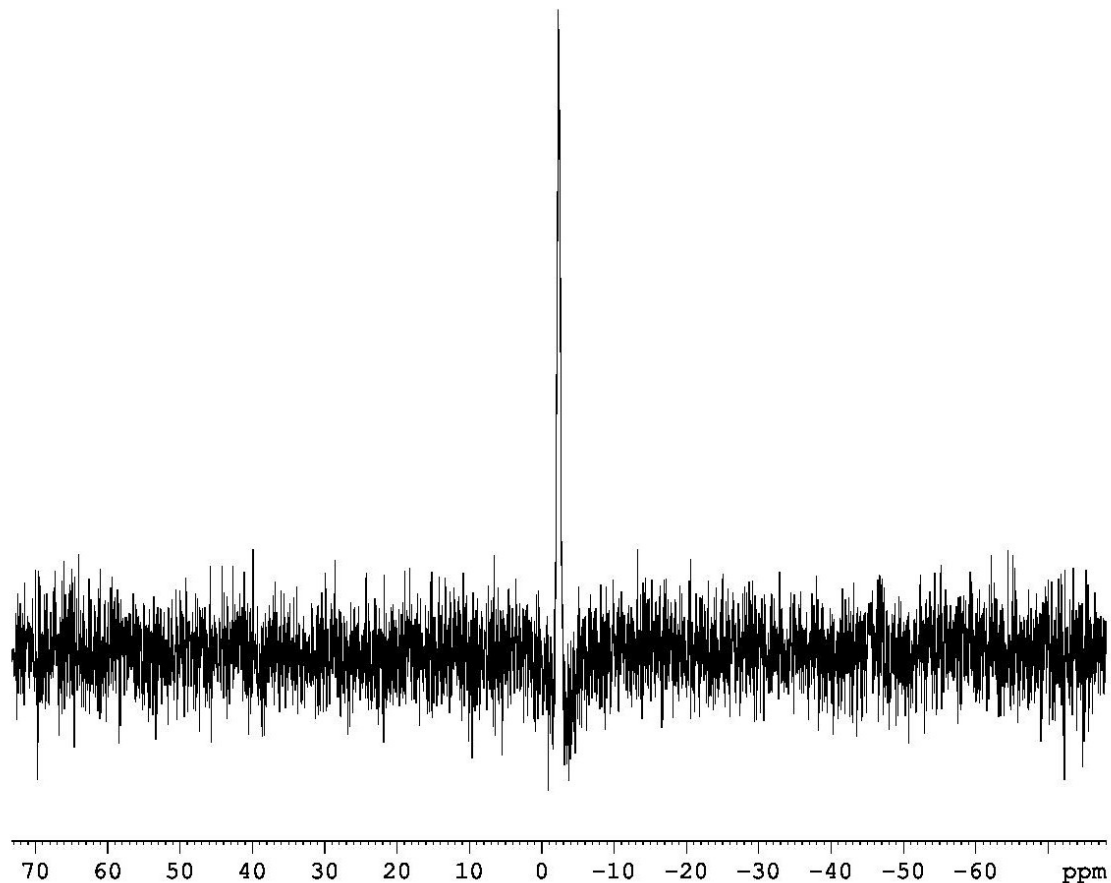
dqs1d



Current Data Parameters  
NAME 230510\_pates\_eau\_14g\_26  
EXPNO 3  
PROCNO 1


F2 - Acquisition Parameters  
Date\_ 20230510  
Time 11.01 h  
INSTRUM spect  
PROBHD ZB145\_0021 (PE  
PULPROG nes\_dqs1d  
TD 4096  
SOLVENT CDC13  
NS 256  
DS 4  
SWH 16025.641 Hz  
FIDRES 7.825020 Hz  
AQ 0.1277952 sec  
RG 256  
DW 31.200 usec  
DE 6.50 usec  
TE 294.0 K  
D1 1.0000000 sec  
D4 0.0025000 sec  
D13 0.0000040 sec  
TDO 1  
SFO1 105.8551450 MHz  
NUC1 23Na  
P0 9.20 usec  
P1 9.25 usec  
P2 18.40 usec  
PLW1 50.0000000 W

F2 - Processing parameters  
SI 4096  
SF 105.8553967 MHz  
WDW no  
SSB 0  
LB 0 Hz  
GB 0  
EC 1.00





## Annexe 5: protocole pour l'exploitation des données

	<i>MODE OPÉRATOIRE : ANALYSE STATISTIQUE DES ACQUISITIONS RMN RELAXOMETRIE SODIUM SAL&amp;MIEUX</i>	Page 1/2
---	---	----------

### 1. Objectif

Ce mode opératoire décrit les étapes à suivre pour faire le traitement statistique des données CPMG acquises par le spectromètre : Advance 400.

### 2. Récupération des données

Les données sont enregistrées sur la console du spectromètre, il faut les récupérer et les transférer sur Bacchus notre serveur de traitement :

- Ouvrir FileZila (icône « Fz » sur le bureau ou dans la barre des tâches).
- Ouvrir les deux serveurs : « Bacchus » et « Spectro 400 » : icône en haut à gauche, se connecter aux serveurs l'un après l'autre.
- Dans « Spectro 400 » :
  - Se rendre aux données par le chemin : /opt/topspin3.2/data/guilhem/nmr

Toutes les données s'affichent avec leur « Sample ID ».

- Copier le dossier correspondant à l'acquisition voulue.

FileZila ne permet pas de transférer les dossiers d'un serveur à l'autre, il faut passer par l'explorateur de fichier windows du PC de travail:

- Ouvrir l'explorateur de fichier
- Choisir un emplacement arbitraire
- Coller le dossier précédemment copié
- À partir de l'explorateur, de nouveau copier le dossier
- Le coller dans le serveur Bacchus à l'emplacement : /data/Sel

Le dossier est désormais sur le serveur Bacchus. Les utilisateurs peuvent le consulter, et l'exploiter.

### 3. Lancement du code Matlab de traitement des données CPMG

Les données sont traitées à l'aide d'un programme Matlab, qui fonctionne sous le système d'exploitation Linux. L'interface Linux est créée avec le logiciel X2GO.

- Ouvrir X2GO
- Se connecter (Création du compte par les administrateurs).

Lancement de Matlab, et des programmes.

- Clic droit sur le bureau.
- Cliquer sur « open terminal »
- Dans le terminal entrer : « matlab »

Le programme principal qui exploite les données, utilise plusieurs fonctions qui sont rangées dans le dossier « Matlab\_Sel ». Il faut que Matlab y ait accès pour cela dans la fenêtre « current folder » de Matlab :

- Sélectionner le dossier « Matlab\_Sel » (emplacement : /home/Identifiant\_LDAP)
- Clic droit : « Add to path »

- Puis « selected folders and subfolders »

Le programme principal se nomme « RelaxationSodiumAnalysis\_v2.m », il est rangé dans :  
/home/Identifiant\_LDAP/Matlab\_Sel/RelaxationSodiumPates

Il peut être lancé de deux manières :

- Dans la fenêtre « current folder », double-cliquer sur le programme :  
« RelaxationSodiumAnalysis\_v2.m ».
- Le programme en détail s'ouvre dans une nouvelle fenêtre, il suffit de cliquer sur « run ».

Ou bien la deuxième manière, directement dans la fenêtre « command window » :

- Rentrer le nom du programme : « RelaxationSodiumAnalysis\_v2.m »
- Puis entrer.

Il y a plusieurs paramètres importants dans ce code :

si (ligne 16) définit le nombre de points supprimés en début d'acquisition. En effet, des artéfacts peuvent brouter les débuts d'acquisition. Valeur par défaut 5.

nx (ligne 31) : nombre de points de la base de décomposition. Valeur par défaut 80.

vx (lignes 32-33) : base de décomposition linéaire ou logarithmique. Une base log favorisera l'analyse des temps courts.

lambda (ligne 34) : paramètre de régularisation. Valeur par défaut 0.02.

#### 4. Résultats des traitements

Le programme fournit différentes informations sous formes de tableaux et figures :

- Figure 16 : comparaison de la probabilité de répartition moyenne des T2 entre les 2 salages.
- Figures 3 à 14 : effet des différents paramètres du modèle sur la mesure (O1, P1, type de salage...).
- Tableau « pdf » : tableau de données, pour tracer les courbes de Probabilité de relaxation pour chaque acquisition.
- Tableau « cdf » : donne la même information que « pdf » mais en version cumulative.
- Tableau « vsnr » : tableau regroupant les « vsnr », pour évaluer le bruit dans chaque acquisition.

---

Fait à Theix, le 18 Avril 2023

Pour la plateforme AgroResonance

---





## Résumé

Les organismes de santé s'accordent pour dire que la consommation excessive de sel est néfaste pour les usagers. Le projet SalEtMieux vise donc à optimiser le salage chez les consommateurs. D'une part, il se concentre sur le lien entre le salage et le goût salé grâce à une étude sensorielle. D'autre part, il examine le lien entre le sel et la matrice alimentaire en utilisant la relaxométrie RMN.

L'étude sensorielle indique que le salage à l'assiette fait davantage ressortir le goût salé. Les résultats de cette étude, par RMN du sodium tente d'expliquer pourquoi.

## Abstract

Public health organizations agree that excessive salt consumption is harmful to individuals. The SalEtMieux project aims to optimize salting practices among consumers. On one hand, it focuses on the relationship between salting and salty taste through sensory studies. On the other hand, it examines the connection between salt and the food matrix using sodium relaxometry NMR.

The sensory study indicates that salting at the plate enhances the perception of salty taste. The results of this sodium NMR study seek to explain why.

## Mots-clés :

Projet ANR SalEtMieux ; RMN du sodium ; Relaxométrie ; Goût salé ; Sel

## Keywords :

ANR SalEtMieux project; Sodium NMR; Relaxometry; Salty taste; Salting