

**SUIVI EN LIGNE PAR SPECTROSCOPIE PROCHE INFRAROUGE
DES OPERATIONS DE STRUCTURATIONS
DE SYSTEMES CEREALIERS A BASE DE FARINE ET D'EAU**

Le but de ce travail de thèse est d'évaluer le potentiel de la S-PIR comme méthode intégrée pour caractériser et suivre les modifications physiques, chimiques, et physicochimiques au cours de l'étape de mélange-structuration de produits céréaliers. L'étude porte sur des pâtes de farine de blé, définies en fonction de la teneur en eau et du type de mélangeur utilisé et correspondant à trois types de produits (pâte sableuse = 29-35% eau, pâte à pain = 45-48% eau, pâte diluée = 51-57% eau). Les modifications au cours de l'opération de mélange-structuration sont caractérisées par des méthodes "classiques" d'analyses physiques (mesure de la consistance) et biochimiques (mesure de la solubilité des protéines et des interactions avec les molécules d'eau). L'acquisition des spectres PIR est réalisée in-line à l'aide d'un spectromètre Nicolet® connecté à une sonde déportée directement au contact de la pâte. Plusieurs méthodes chimiométriques non supervisées (analyse en composante principale, "2D correlation spectroscopy", "moving 2D correlation spectroscopy", et "2D cross-correlation spectroscopy") sont utilisées pour extraire l'information utile des spectres et associer les variations des signaux à des changements physiques, chimiques, et physico-chimiques liés à la structuration des produits.

L'analyse des spectres PIR est réalisée à partir des spectres bruts et après dérivée seconde. L'analyse des spectres bruts décrit principalement les modifications de l'état de surface de la pâte à pain et de la pâte diluée (passage d'un état granulaire à un état lisse et homogène, puis à un état collant et filamenteux). Pour les pâtes sableuses, l'analyse des spectres bruts apporte une information liée aux variations de la taille des agglomérats. L'analyse des spectres après dérivée seconde permet d'accéder aux modifications chimiques et physicochimiques, et plus particulièrement aux cinétiques liées à l'état d'hydratation des particules de farine et de ses constituants, et à l'évolution de la structure secondaire des protéines. L'étude par S-MIR de la structuration de la pâte à pain permet d'identifier plus précisément les bandes PIR caractéristiques des modifications de la structure secondaire des protéiques.

Mots clefs : mélange-structuration, pâte, spectroscopie proche infrarouge (S-PIR), chimiométries, spectroscopie moyen infrarouge (S-MIR).

**IN LINE MONITORING BY NEAR INFRARED SPECTROSCOPY
OF STRUCTURATION OPERATIONS
OF CEREAL SYSTEMS BASED ON FLOUR AND WATER**

The aim of this thesis is to evaluate the potential of the NIR-S to be applied as an integrated method to characterize and monitor the physical, chemical, and physicochemical modifications during mixing-structuration stage of cereal products. The study relates to wheat flour dough development, described according to the water content and to the mixer type, that correspond to three products (crumbly dough = 29-35% water, bread dough = 45-48% water, batter dough = 51-57% water). The modifications during the mixing-structuration stage are analyzed by "classical" physical analytical (dough consistency) and biochemical methods (proteins solubility and interactions with water molecules). The NIR spectra are recorded in-line by using a Nicolet® spectrometer connected to a fiber optic probe directly in contact with the dough. Several unsupervised chemometrics methods (principal component analysis, 2D correlation spectroscopy, moving 2D correlation spectroscopy, and 2D cross-correlation spectroscopy) are used to extract useful information from the spectra and to associate the variations of the signals to physical, chemical, and physicochemical changes related to the products structuration.

The analysis of NIR spectra are carried on raw spectra and spectra after second derivative. The analysis of the raw spectra describes mainly the modifications of the bread dough and the batter dough surface (going through a granular state to a smooth and homogeneous state, and then to a sticky and filamentous state). For the crumbly dough, the analysis of the raw spectra gives information related to the variations of the size of the agglomerates. The analysis of the spectra after second derivative gives access the chemical and physicochemical modifications, and more particularly to the kinetics related to hydration state of flour particles and its components, and with the evolution of the proteins secondary structure. The study of bread dough structuration by MIR-S allows to identify more precisely NIR bands that characterize the modifications of the protein secondary structure.

Key words: mixing-structuration, dough, near infrared spectroscopy (NIR-S), chemometrics, Mid infrared spectroscopy (MIR-S).

DISCIPLINE: Génie des Procédés

Thèse réalisée au sein de l'UMR IATE, INRA Montpellier.

MEMBRES DU JURY

BELLON-MAUREL Veronique Professeur, Cemagref, Montpellier SupAgro	Examineur
MILLAR Sam , Directeur de recherche, CCFRA, Royaume-Uni	Rapporteur
RUTLEDGE Douglas N. , Professeur, AgroParisTech	Rapporteur
ROBERT Paul , Ingénieur de recherche, INRA, Nantes	Examineur
BERNARD-MOULIN Patrick , Docteur, Chef de Produits Proche Infrarouge, THERMO FISHER SCIENTIFIC, France	Examineur
CUQ Bernard , Professeur, Montpellier SupAgro	Directeur de thèse