



HAL
open science

ETUDE MULTI-ECHELLE & DYNAMIQUE DES MECANISMES DE STRUCTURATION D'ALIMENTS ET BIOPRODUITS : FOCUS SUR LES INTERFACES

Delphine Huc-Mathis

► **To cite this version:**

Delphine Huc-Mathis. ETUDE MULTI-ECHELLE & DYNAMIQUE DES MECANISMES DE STRUCTURATION D'ALIMENTS ET BIOPRODUITS : FOCUS SUR LES INTERFACES. In-génierie des aliments. Université de Lorraine, 2022. tel-03710916

HAL Id: tel-03710916

<https://agroparistech.hal.science/tel-03710916>

Submitted on 1 Jul 2022

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.

Année 2022

Université de Lorraine

ETUDE MULTI-ECHELLE & DYNAMIQUE DES MECANISMES DE STRUCTURATION D'ALIMENTS ET BIOPRODUITS : FOCUS SUR LES INTERFACES

Habilitation à Diriger des Recherches

École Doctorale SIMPPE

Spécialité Génie des Procédés et des Produits et des Molécules

HDR présentée et soutenue publiquement le 19 Mai 2022.

Composition du jury :

Florence Agnely, Professeur, Institut Galien, Université Paris Saclay

Lazhar Benyahia, Professeur, IMMM, Université du Maine

Claire Berton-Carabin, Directrice de Recherche, UMR BIA, Nantes

Raphaël Haumont, Professeur, ICMMO, Université Paris Saclay

Isabelle Capron, Directrice de recherche, UMR BIA, Nantes

Thibault Roques-Carmes, Maître de Conférences, LRGP, Université de Lorraine

rapporteur

rapporteur

rapporteur

examineur

examinatrice

examineur

Delphine HUC-MATHIS

Maître de Conférences AgroParisTech

SOMMAIRE

Table des matières

Introduction.....	2
1) Curriculum vitae.....	3
2) Positionnement de ma recherche	4
2.1. Mise en perspective de mes activités de recherche.....	4
2.2. Gestion de projet court à moyen terme.....	7
2.3 A plus long terme	9
2.4 Production scientifique	14
3) Bilan : activités de recherche au sein de GENIAL/SayFood	20
3.1 Stratégie d'analyse et objets étudiés : aliments et bioproduits	20
3.2 Structuration des interfaces au sein de systèmes dispersés	22
3.3) Liens au procédé de fabrication et aux usages	35
4) Bilan : activités d'enseignement	37
4.1) Implication dans les enseignements d'AgroParisTech	37
4.2) Réflexion sur l'interface recherche & enseignement.....	38
5) Autres activités en lien à la recherche.....	39
6) Projet scientifique	40
6.1) Contexte & enjeux.....	40
6.2) Examen de l'état de l'art : verrous & débats.....	41
6.3) Pistes de réflexion et définition de mon projet de recherche.....	50
7) Références	59

Introduction

Mes activités d'enseignant-chercheur se déroulent au sein de l'Institut National des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech). Celui-ci est divisé en 5 départements de formation et de recherche, dont « Sciences et Procédés des Aliments et Bioproduits » (SPAB), au sein duquel je réalise mes activités d'enseignement, auprès d'étudiants ingénieurs et masters. Nos activités sont centrées sur la transformation d'agroressources en produits alimentaires et bioproduits, afin d'en maîtriser la qualité dans toutes ses dimensions, en lien aux usages et aux consommateurs. Je mène mes activités de recherche au sein de l'équipe de recherche « Génie des Produits » (GéPro), l'une des composantes de la nouvelle Unité Mixte de Recherche 782 SayFood, issue de la fusion des UMRs GENIAL et GMPA au 1er Janvier 2020. Notre objectif est d'apporter une meilleure connaissance de la structuration des aliments, fondamentale pour expliciter les mécanismes et la dynamique qui l'établissent et la conservent. La synergie entre ces différentes activités d'enseignement et de recherche me permet de revisiter recettes et itinéraires technologiques, via les interactions produits/procédés et une approche multi-échelle. Je me concentre tout particulièrement sur la structuration des interfaces dans les systèmes dispersés (alimentaires ou pas), en lien aux propriétés fonctionnelles et à l'usage des produits finis.

Ce mémoire s'articule autour de deux axes principaux. Le premier fera le bilan de mes activités de recherche ou en lien direct avec elles (chapitres II à V), notamment pour ce qui concerne mes missions d'enseignement. Cet état des lieux très factuel permettra de positionner les principaux projets de recherches dans lesquels je me suis impliquée depuis ma thèse de doctorat. Le deuxième axe posera les bases de la réflexion sur laquelle est construit mon projet de recherche et ses perspectives (chapitre VI).

1) Curriculum vitae

Maître de conférences à AgroParisTech, j'oriente mes recherches autour de la structuration des aliments et bioproduits, dans un contexte de transition vers des systèmes plus durables. Je construis une thématique centrée sur l'évaluation d'ingrédients moins purifiés et fractionnés, via une approche multi-échelle de type science des matériaux. Cette recherche appliquée est en lien direct avec divers acteurs des filières agroalimentaires et cosmétiques.

COORDONNEES

Delphine HUC-MATHIS

AgroParisTech

UMR SayFood – Equipe GéPro

1 Rue des Olympiades, 91 300 MASSY

Née le : 03 Décembre 1987

Nationalité : Française

Mariée, 2 enfants

Courriel : delphine.huc@agroparistech.fr

Tel : 06.22.34.62.23

FORMATION

2013 : Thèse de doctorat es Physique ; Université Rennes I

2010 : Spécialisation Sciences des aliments ; AgroParisTech

2010 : Ingénieur Génie Biochimique ; INSA Toulouse

EXPERIENCES PROFESSIONNELLES

2014 – aujourd’hui : Maître de conférences – AgroParisTech

Missions : Étude multi-échelle de la structuration des interfaces et caractérisation de l'impact sur les propriétés fonctionnelles des produits. Focus sur des composés biosourcés peu ou pas fractionnés et la valorisation de coproduits végétaux. Enseignements en lien à ces recherches, à destination d'élèves ingénieurs ou de Master (en français ou en anglais). Implication dans des actions de communication grand public (Journées de la Science, Portes Ouvertes, SIA...).

Valorisation : articles de recherche ; conférences orales ; posters

Encadrements : stages (> 15), doctorats (1 + 2 démarrages en 2021) et post-doctorats (1)

2013 – 2014 : Post-Doctorat – AgroParisTech

Missions : Coordination du projet TRIBAL « Compréhension de la texture de yaourts brassés ». Rhéologie (propriétés de la masse), tribologie (propriétés du film mince), analyse sensorielle, microstructure. Produits à l'échelle laboratoire et pilote.

Valorisation : 1 article de recherche ; 2 conférences orales ; 1 poster

2010 – 2013 : Chargée de recherche – Fromageries Bel/IRSTEA Rennes/AgroParisTech

Missions : Étude multi-échelle du développement de porosité dans une matrice viscoélastique – Approche par IRM quantitative. Échelle pilote & industrielle. Logistique, planification, conduite de réunion. Encadrement de 3 stagiaires sur différents sites géographiques, participation quotidienne à la démarche ISO 9001.

Valorisation : 7 articles de recherche ; 5 conférences orales ; 1 poster

AUTRES ACTIVITES

2018 – ce jour : Membre élu du CE d'AgroParisTech (mandat 4 ans)

2018 – ce jour : Membre expert du CST de l'ACTIA

2015-2016 : Membre élu du Conseil de département SPAB (mandat 4 ans)

2) Positionnement de ma recherche

2.1. Mise en perspective de mes activités de recherche

Je mène mes activités de recherche au sein de l'équipe de recherche « Génie des Produits » (GéPro), l'une des composantes de la nouvelle Unité Mixte de Recherche 782 SayFood, issue de la fusion des UMRs GENIAL et GMPA au 1^{er} Janvier 2020. Notre objectif est d'apporter une meilleure connaissance de la structuration des aliments, fondamentale pour expliciter les mécanismes et la dynamique qui l'établissent et la conservent. La synergie avec mes activités d'enseignement me permet de revisiter recettes et itinéraires technologiques, via les interactions produits/procédés et une approche multi-échelle. Je me concentre tout particulièrement sur la structuration des interfaces dans les systèmes dispersés (alimentaires ou pas), en lien aux propriétés fonctionnelles et aux usages des produits finis.

Mes activités de recherche se sont développées depuis ma thèse en physico-chimie, plus spécifiquement autour des sciences des matériaux alimentaires. Celles-ci englobent la compréhension de la structuration des produits (matières premières, interactions entre ingrédients, influence du procédé) jusqu'à leur déstructuration en fin du cycle de vie, lors de l'usage par des consommateurs. Cela nécessite d'une part d'accéder à l'organisation d'éléments dispersés dans une phase continue et des interfaces ainsi créées, mais aussi de développer des méthodes d'analyse adaptées à l'échelle des phénomènes étudiés, permettant la prise en compte du lien produits/procédés.

Je souhaite repositionner en premier lieux mes activités de recherche vis-à-vis de son environnement, à l'échelle locale jusqu'aux liens développés à l'international. La Figure 1 suivante représente les principaux partenaires et réseaux académiques avec lesquels j'interagis dans le cadre de mes activités de recherche.



Figure 1 : Résumé des principaux interlocuteurs et groupes de travail pour le montage et la réalisation de mes projets de recherche à l'échelle nationale et internationale

Cette représentation est bien sûr centrée sur l'UMR SayFood, dont la spécificité est la prise en compte de l'ensemble du cycle de vie des produits, des matières premières jusqu'aux

usages, en passant par leurs transformations successives. L'UMR est constituée de 5 équipes d'où sa représentation comme l'assemblage de 5 composantes complémentaires. La compréhension de la structure, des mécanismes et de la dynamique qui l'établissent et la conservent est au cœur des recherches de l'équipe GéPro, tant au plan réactionnel que physico-chimique, avec un intérêt tout particulier pour les interactions produits-procédés, en lien à la modélisation mécanistique comme statistique. Cette équipe est aujourd'hui composée d'une cinquantaine d'agents, auxquels s'ajoutent chaque année une dizaine d'étudiants en stage d'une durée de 2 à 6 mois, Ainsi, la fusion des UMRs GENIAL et GMPA pour former l'Unité SayFood génère ses propres opportunités d'interactions plus variées au sein de ce collectif étendu.

Au-delà de cette échelle très « locale », j'ai entrepris de tisser des liens avec d'autres groupes de recherche au plan national (CBMN, LCA, IJPB) comme international (KU Leuven, KIT) à travers divers projets (FUI, H2020) ou groupes de travail, parmi lesquels : la Société Chimique de France (SCF), l'ACTIA, ou encore le GDR Cosm'actifs et dans une moindre mesure la Société Française de Génie des Procédés (SFGP) et le Groupe Français de Rhéologie (GFR). J'ai rejoint le bureau du Groupe Formulation de la SCF en 2015, puis le CST de l'ACTIA en 2018. Ces deux groupes sont très actifs, et m'ont permis d'ouvrir de nouvelles perspectives : meilleure compréhension des problématiques et enjeux pour les filières agroalimentaires, meilleure cartographie des centres techniques et unités de recherche œuvrant au sein de divers territoires pour répondre à ces attentes, découverte des liens transversaux entre les différentes applications du génie de la formulation, au sens physico-chimique du terme, liens privé-public etc.

Pour aller plus loin, les recherches menées au sein de SayFood sont complémentaires au plan national de celles portées par d'autres UMRs. Je propose en Figure 2 une cartographie des expertises en matière de sciences des aliments, avec des valences différentes autour des systèmes d'études plus ou moins modèles ou au contraire réalistes, de revendication d'études aux différentes échelles, et de la typologie des produits eux-mêmes (émulsions, produits céréaliers ou laitiers, fruits et légumes etc). Bien sûr, cette proposition n'est pas exhaustive et des collaborations bien plus nombreuses ont lieu entre l'UMR SayFood et des partenaires académiques nationaux : MICALIS, PNCA, ALISS, UNH, LCA... J'ai fait le choix de prioriser sous la forme d'une représentation schématique les équipes dont les travaux sont les plus complémentaires avec ceux que je porte et souhaite porter à l'avenir.

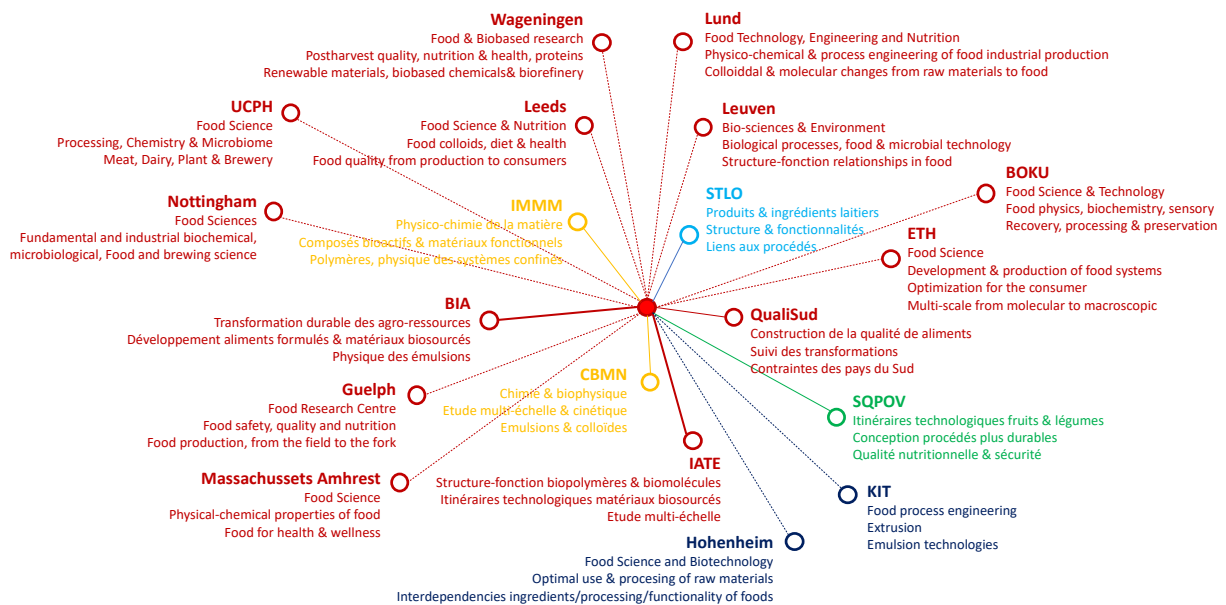


Figure 2 : Cartographie des groupes de recherche en science des aliments au plan national (traits pleins) et international (traits pointillés). Code couleur : pas d'objet d'étude spécifique (rouge), produits laitiers (bleu clair), fruits & légumes (vert), valence procédés (bleu foncé) et valence physique plus fondamentale (jaune)

Au plan international, le même exercice de recensement des équipes de recherche menant des travaux complémentaires de ceux de SayFood fait apparaître des groupes exerçant leurs recherches en « food science » et/ou « food technology ». Je fais volontairement la distinction puisque certaines Universités font apparaître les deux termes, séparant ainsi les aspects plus fondamentaux (transferts de masse et de chaleur, physique, physico-chimie...) des aspects plus appliqués (procédés, formulation...). L'Université de Wageningen développe une expertise reconnue autour des systèmes agroalimentaires mais aussi de la biomasse plus généralement. Les approches portées par l'équipe du Pr. Remko Boom sur des ingrédients moins purifiés, notamment protéines végétales et amidon issus de légumineuses, sont pour moi d'un grand intérêt. Une collaboration autour du niveau de pureté requis pour un ingrédient en formulation d'aliments et bioproduits serait extrêmement enrichissante. En termes méthodologiques, l'IMMM du Mans et l'ETH de Zurich sont sans doute les groupes de recherche dont j'aimerais le plus me rapprocher, de par leur expertise dans l'étude des structurations à l'interface, en physique des émulsions (notamment de Pickering mais aussi des systèmes eau dans eau). L'ETH dispose également d'un groupe très dynamique autour des approches quantitatives de la durabilité des procédés alimentaires (Sustainable Food Processing group), dont les approches pourraient être très complémentaires des nôtres. Enfin, en termes d'expertise autour de produits spécifiques, IATE autour des céréales et autres protéines végétales, SQPOV autour des fruits et légumes et STLO autour des produits laitiers et ovo-produits, développement des expertises très intéressantes. De même, un partenariat avec l'URD ABI et l'UMR URCOM de l'Université du Havre autour des produits cosmétiques présenterait à mes yeux un fort intérêt.

Au plan international toujours, je suis un membre actif de l'European Federation of Food Science and Technology (EFFoST) depuis ma participation au PhD workshop organisé avec l'EFCE en 2014. Au-delà de ma participation au congrès annuel, je fais partie du groupe Young EFFoST, au sein duquel j'ai co-organisé en 2018 le premier workshop dédié aux jeunes chercheurs (Master, doctorants, post-doctorants et jeunes chercheurs) lors du 32^{ème} congrès EFFoST, à Nantes. Je profite également du programme de mentorship proposé aux jeunes chercheurs ayant remporté le « Young Scientist Award » de l'IUFoST (International Union of Food Science and Technology), grâce notamment au soutien des Pr. Lilia Arhné

(Copenhague) et Pr. Dietrich Knorr (Berlin). Le réseau EFFoST me permet d'échanger avec d'autres jeunes chercheurs européens et d'envisager des partenariats (étude en cours avec Azad Emin du Karlsruhe Institute of Technology – KIT, proposition de réseau COST à l'initiative d'Anet Režek Jambrak de l'Université de Zagreb...).

2.2. Gestion de projet court à moyen terme

Je cultive à dessin le [lien privé/public au sein de mes recherches](#). Preuve en est ma forte implication dans le tutorat de projets de fin d'études de nos élèves ingénieurs de dernière année au sein de la dominante « Conception Développement Produits » (CDP), ou encore dans les projets d'année des élèves ingénieurs IA et 2A, ainsi que des M1 et M2 (Master Paris Saclay FIPDes ou IPP). Ainsi, depuis 2014, j'ai (co)-tutoré [22 projets de 3^{ème} année CDP, 3 « junior projects » M1 FIPDes, 5 projets bibliographiques M2 IPP, 4 projets ingénieur IA et 2 projets ingénieur 2A](#). Ceux-ci sont très majoritairement construits en collaboration avec des partenaires industriels, et m'ont régulièrement permis d'amorcer des relations de confiance qui perdurent encore aujourd'hui. La Figure 3 met en perspective les projets en lien à un ou plusieurs partenaires industriels, dans lesquels je me suis impliquée. Par la suite, cela s'est traduit dans le montage de projets partenariaux et la valorisation des résultats sous forme de publications ou de participations à des congrès.

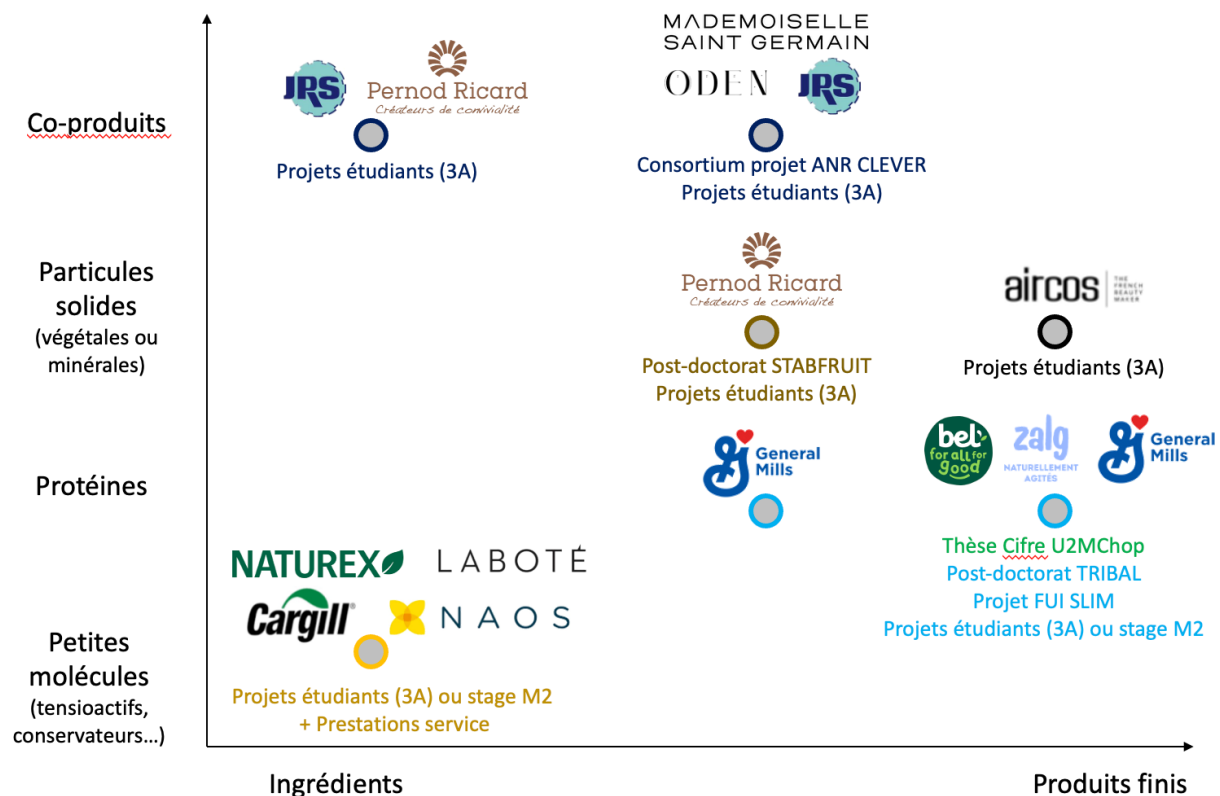


Figure 3 : Représentation des partenariats industriels menés à travers divers projets sur la période 2014 - 2020

Cette schématisation est construite sur un axe X donnant le niveau de complexité du système, des ingrédients vers leur assemblage en produit fini, et un axe Y proposant un classement depuis de petites molécules vers des polymères et particules solides. Elle permet également d'identifier plusieurs collaborations initiées par les projets étudiants :

- Projets 2 et 3A avec ODEN entre 2018 et 2021, ayant permis des réflexions autour des interactions produit/procédé au sein de systèmes lipidiques : broyage raisonné de graines de cameline (approche de type « minimal processing ») ayant amorcé le projet

inter-départements Germinoléo ; formulation d'émulsions à haute teneur en huile (approche de type « High Internal Phase Emulsion ») pour coupler la stabilité physique (coalescence/crémage) à la stabilité chimique (oxydative) ayant initié une valorisation sous forme d'article scientifique (en cours de finalisation).

- Projets 3A avec Pernod Ricard entre 2014-2015 et 2016-2017, qui ont amorcé le post-doctorat de 18 mois d'Abir Sadkaoui, autour de la thématique de la stabilisation de boissons à base de fruits, sans utiliser d'additif mais uniquement via un traitement physique (projet STABFRUIT). Les échanges avec l'entreprise se sont poursuivis et en 2018-2019 puis 2020-2021, trois nouveaux projets 3A ont été réalisés sur une nouvelle thématique : la valorisation de coproduits issus de la distillerie de whisky. Là encore, ceux-ci sont en lien direct à mes activités de recherche, cette fois avec les réflexions menées lors du montage du projet ANR CLEVER.
- Projets 3A menés avec JRS Rettenmaier entre 2017 et 2019, qui est devenu par la suite le partenaire industriel de CLEVER. Les travaux menés par les deux étudiantes en 2017 et 2018 ont été largement valorisés par 3 articles acceptés dans des revues à comité de lecture (ACL 17, 18 et 19) + 1 soumis (ACL 22).

Au-delà de ces projets, je me suis également impliquée dans le tutorat de stages, sur des durées de 2 à 6 mois, au sein desquels des partenariats industriels étaient régulièrement impliqués. A ce jour, j'ai ainsi accompagné [24 étudiants](#) de niveau M1/Ingénieur 2A et M2/Ingénieur 3A lors de stages de 2 à 6 mois, dont la liste est proposée dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Récapitulatif des stages co-encadrés sur la période 2011 – 2021 (en bleu les encadrements réalisés durant ma thèse de doctorat)

Prénom	Nom	Niveau	Durée	Année	Cursus	% Encadrement
Larissa	Bertollo	M1	4 mois	2011	FIPDes	30
Julien	Mottet	M2 Spécialisé	9 mois	2012	SUPELEC	50
Jeanne	Barreau	M2 Ingénieur	6 mois	2013	La Salle Beauvais	50
Elham	Tehrani	M2	6 mois	2014	FIPDes	50
Ying	Wei	M1	3 mois	2014	AgroParisTech	30
Claire	Bedoussac	M2	6 mois	2015	AgroParisTech	50
Julien	Noray	M2 Ingénieur	6 mois	2015	AgroParisTech	30
Nisrine	Tlili	Master 2	6 mois	2016	UPMC	50
Léo	Puiroud	Master 1	2 mois	2016	AgroParisTech NSA	50
Marzouk	Mamou	Master 2	6 mois	2016	Univ. Angers	50
Clément	Pare	2ème année	1,5 mois	2016	ESCOM	50
Antoine	Monier	4ème année	6 mois	2016-2017	UTC	50
Nadia	Ayouni	Master 1	2 mois	2017	AgroParisTech NSA	30
Mai	Duong Ngoc	Master 2	6 mois	2017	UPMC/ESPCI	50
Wiviane	Wieser	Master 1	5 mois	2017	ENSIACET	30
Philippine	Grimaud	Master 1	5 mois	2018	Univ. Grenoble Alpes	10
Tik Sum	Chan	Master 1	2 mois	2018	AgroParisTech NSA	30
Clémentine	Alessio	4ème année	3,5 mois	2018	ESCOM	50
Diana	Rueda Gonzalez	Master 1	2 mois	2019	AgroParisTech NSA	33
Safa	Mohamed Ismail	Master 2	6 mois	2019	UPMC/ESPCI	50
Paula	Khati	Master 2	6 mois	2021	FIPDes	50
Alejandra	Garcia	Master 2	6 mois	2021	FIPDes	50
Faidat	Mze Hamadi	Master 1	2 mois	2022	AgroParisTech NSA	50
Rodrigo	Costa	Master 1	2 mois	2022	AgroParisTech NSA	30

Parmi les faits marquants, j'aimerais pour conclure sur les projets « court-termes », mettre en exergue les stages pour lesquels j'ai particulièrement contribué au montage de projet, notamment via la Direction de la Recherche et de la Valorisation (DRV) d'AgroParisTech ou des AIC :

- 2016. Stage de N. Tlili, Master 2, d'une durée de 6 mois, poursuivi l'année suivante par le stage de M1 de 5 mois d'A. Monier. Sujet = émulsions de Pickering stabilisées par des particules d'amidon. Collaboration avec le Dr. Véronique Bosc. Initiation d'une thématique que j'orienterai par la suite vers d'autres particules biosourcées, amorce de montage de projet de plus grande envergure.
- 2017-2019. Stages de M. Duong Ngoc, de C. Alessio et S. Moahmed-Ismaïl, Master 2, Master 1 et Master 2, d'une durée de 6, 5 et 6 mois. Sujet = étude de gels biosourcés à base de nanocristaux de cellulose et d'un tensioactif issu de la valorisation du glycérol. Collaboration avec le Dr. Sandra Domenek. Initiation de deux AIC avec le LCA de Toulouse. Possibilité de dépôt d'invention encore à l'étude.
- 2019 – 2021. Projet 3A de Z. Bouhjlia, Ingénieur 3A. Sujet = De la graine germée à l'émulsion sèche par minimal processing, ou « Germinoléo », Projet à l'interface de 3 UMRs (aujourd'hui 2 suite à la fusion entre GENIAL et GMPA en SayFood) alliant des compétences très interdisciplinaires, de la physiologie aux procédés de séparation et lyophilisation en passant par la caractérisation physicochimique des émulsions. Le projet s'est poursuivi avec le stage M2 d'A. Garcia (Février – Juillet 2021), en co-encadrement avec la Pr. Marie-Noëlle Maillard.

Les activités de [recherche partenariale](#) occupent une part importante de mes activités d'enseignant chercheur. Ainsi, les seuls stages tutorés depuis ma thèse représenteraient plus de 64 mois de recherche. De même, les projets 3A présentés précédemment correspondraient à environ 19 mois de recherche, en considérant que les étudiants passent l'équivalent de 2 mois au laboratoire. Ces équivalences représentent 3 thèses en temps de recherche qui ont été quantifiées en appliquant un « coefficient d'efficacité » de 0,4 pour caractériser ces projets plus court terme. Bien que morcelées dans le temps, ces activités de recherche et de formation ont donc été précieuses pour explorer différentes preuves de concept et hypothèses. Ainsi, en veillant à la cohérence de l'ensemble de ces études dans le temps, j'ai construit un fil rouge au sein de mes activités de recherche. J'ai également acquis une bonne expérience dans l'accompagnement d'étudiants, issus de formations et de parcours divers, francophones ou anglophones. Ces expériences m'ont aussi permis de continuer à forger de solides compétences en gestion de projet : montage en amont, construction d'un rétro-planning mis à jour durant le projet, gestion logistique, définition des livrables, animation de réunions etc sont autant de compétences acquises grâce à ces « petits projets ».

2.3 A plus long terme

L'investissement mis en œuvre dans les précédents projets m'a donné les clés pour participer puis construire des sujets de recherche à plus long terme. J'aimerais illustrer ces aspects montage/gestion de projets à travers trois opportunités survenues entre ma thèse et mes présentes activités de recherche : 1) le continuum U2MChop → TRIBAL → SLIM, 2) l'accompagnement ponctuel et spécifique de doctorants au sein de notre Unité de Recherche et 3) la genèse du projet CLEVER.

- ☑ SLIM est un projet FUI coordonné par Yoplait France, il regroupait cinq autres partenaires privés et publics : Häagen Dazs, Emulsar, CAD instruments, l'UMR GENIAL (équipes SP2 et HAP) et le CBMN (Laboratoire de Chimie et Biologie des Membranes et Nano-objets). Afin de répondre à des enjeux de santé publique et sociaux-économiques, l'objectif était de créer des leviers technologiques via la formulation et/ou le procédé, pour réduire la teneur en matière grasse de produits laitiers tout en conservant des caractéristiques organoleptiques similaires aux produits non-allégés (aspect gourmand). Deux thèses se sont déroulées en parallèle dans le projet SLIM, dont celle de Marine Moussier, doctorante au sein de l'équipe SP2 (aujourd'hui GéPro), que j'ai co-encadrée (30%) entre Octobre 2015 et Février 2019. Ce projet s'est inscrit dans la continuité des travaux amorcés durant mon post doctorat (projet TRIBAL en Figure 5), d'une durée de 10 mois déjà en partenariat avec Yoplait France. Nous avons interrogé le lien entre un descripteur sensoriel typique des yaourts et spécialités laitières riches en matière grasse, et ses propriétés instrumentales. Une méthode originale (ACL 9) avait été proposée pour mesurer les propriétés rhéologiques et tribologiques de yaourts dans des conditions se rapprochant de celles de la consommation (de type « food oral processing »). Outre les avancées méthodologiques, plusieurs corrélations entre variables instrumentales et sensorielles ont été mises en exergue, ainsi qu'une classification des consommateurs en 3 groupes en fonction des leviers impactant leurs préférences. A l'issue de TRIBAL, j'ai eu l'opportunité d'observer la construction du FUI SLIM. Suite à mon recrutement comme Maître de Conférences contractuel puis titulaire (concours passé en 2015 pour une prise de poste au 01/09/2015), j'ai pu prendre un rôle actif au sein de SLIM.

Encadrer une doctorante a été une expérience particulièrement enrichissante. Adapter les responsabilités à lui confier tout en restant en soutien, apporter un regard non pas de censeur mais de partenaire de recherche, encourager la valorisation des résultats : autant d'expériences clefs. 4 articles scientifiques ont été publiés (ACL 12 à 15) à l'issue de la thèse de Marine Moussier. Ce projet d'envergure m'a également permis de retrouver les divers jalons découverts lors de ma thèse (projet régional U2MChop), tels que les Comités de pilotage, Comités scientifiques, les réunions intermédiaires au sein des lots, les Comités de thèse etc. Dans les deux cas, les projets étaient multipartenaires, à l'interface privé/public et menés sur différents sites, d'où une complémentarité et un intérêt très fort, mais aussi d'importants défis logistiques voire stratégiques à relever. Je pense avoir été à bonne école grâce au continuum U2MChop → TRIBAL → SLIM. Durant 8 ans, j'ai eu bien sûr l'occasion d'approfondir mon expertise scientifique (émulsions laitières, pilotage des propriétés fonctionnelles des produits par des facteurs de composition et de procédé, décorrélation des leviers mis en œuvre pour hiérarchiser les mécanismes de structuration multi-échelle, développement méthodologique etc). J'ai également pu construire le socle sur lequel je m'appuie aujourd'hui pour initier des projets de recherche et envisager des perspectives à plus long terme.

- ☑ Une seconde opportunité qui m'a été donnée ces dernières années est de venir en appui à des projets de thèses menés au sein de notre UMR. En effet, l'une des spécificités de notre positionnement en recherche est la mise en œuvre d'une forte complémentarité entre physico-chimie, génie des procédés, réactivité chimique, génie microbiologique et analyse sensorielle. De fait, un sujet construit autour d'un de ces axes comme dominante de recherche, en intégrera presque systématiquement une ou plusieurs autre(s) de façon complémentaire. C'est ainsi que j'ai participé à des projets de thèse dont je n'étais pas co-encadrante par ailleurs, en apportant un appui scientifique parfois associé à l'encadrement d'un stagiaire impliqué sur le sujet. Mon rôle était d'aider le doctorant à répondre à une problématique de physico-chimie par une approche multi-échelle de type

science des matériaux. Cela été le cas lors des thèses de Josselin Bousquière (2013-2016), de Salma Ben-Harb (2014-2017), d'Anne Flore Monnet (2014-2018) et de Svneja Krause (2018-2021). Mes interventions les plus significatives ont été réalisées pour l'analyse des propriétés surface-actives de macromolécules (dérivés de cellulose et protéines de pois) en conditions de foisonnement et en lien aux propriétés finales de mousses obtenues (taux de foisonnement, nombre et taille des bulles).

Ces activités d'expertise en appui à des doctorants de notre UMR m'ont donné l'opportunité d'échanger avec d'autres groupes projet, d'étendre mes connaissances sur les interfaces et les produits étudiés, notamment vers l'espace céréalier (3 thèses/4) et de systèmes rendus mixtes par l'ajout de protéines issues de légumineuses (3 thèses/4). Ils m'ont permis de consolider mon positionnement au sein de mon UMR et ont par ailleurs donné lieu à une valorisation sous forme d'articles et de participations à des congrès.

- ☑ Le **projet CLEVER** et plus particulièrement sa genèse jusqu'à sa sélection par l'ANR dans le cadre de l'Appel à Projet Générique 2020 Jeunes Chercheuses Jeunes Chercheurs (JCJC). Ce projet a pour thématique la valorisation de coproduits alimentaires végétaux pour stabiliser des émulsions de Pickering, *i.e.* stabilisées par des particules solides. Le fort parti pris est de considérer les coproduits dans leur intégralité, c'est à dire sans fractionnement, purification ou modification chimique. Nous ne cherchons pas à extraire une molécule d'intérêt comme des protéines, des fibres ou des polyphénols. Nous souhaitons justement proposer une voie de valorisation alternative aux pratiques actuelles. CLEVER, ou « Clean-Label Emulsions: Valorizing food by-products & mastERING the products quality », s'est construit petit à petit, sur une durée de près de 3 ans : deux années de pré-tests, de démonstration de faisabilité et de preuves de concept en partenariat avec JRS Rettenmaier et AMI Ingrédients, puis une année de montage de projet pour la demande de financement auprès de l'ANR. La Figure 4 synthétise les hypothèses de travail du projet : 1) les particules insolubles se positionnent à l'interface huile-eau et permettent une excellente stabilité physique ; 2) la fraction soluble de la poudre de marc de pomme hydratée permet d'obtenir des tailles de gouttelettes de l'ordre de 30 μm , qui n'auraient pas été accessibles si les seules particules insolubles de 5-6 μm de diamètre avaient été utilisées sous forme purifiées. Ainsi, là où la seule fraction soluble peut stabiliser une émulsion pendant quelques jours, la poudre de marc de pomme dans son ensemble assure une stabilité physique vis-à-vis de la coalescence comme du crémage ou du drainage pendant des mois à température ambiante. Les protéines et pectines (a minima) toujours présentes dans le coproduits non fractionnés agissent donc de façon complémentaire aux particules solides. La structuration des émulsions résulte alors d'une combinaison d'augmentation de la fraction volumique des objets dispersés (gouttelettes d'huile et particules solides), de la mouillabilité des particules solides tant par l'huile que par l'eau, de l'adsorption préalable de composés amphiphiles de plus petite taille (tensioactifs, protéines, pectines ?), de la viscosité apportée dans la phase continue par des espèces solubles (sans doute les pectines ou autre polymères solubles issus des parois végétales), et du réseau probablement créé dans la phase continue par les particules elles-mêmes, formant un gel faible. Tous ces mécanismes potentiels sont concomitants et nécessitent d'être hiérarchisés et mieux explicités à l'avenir.

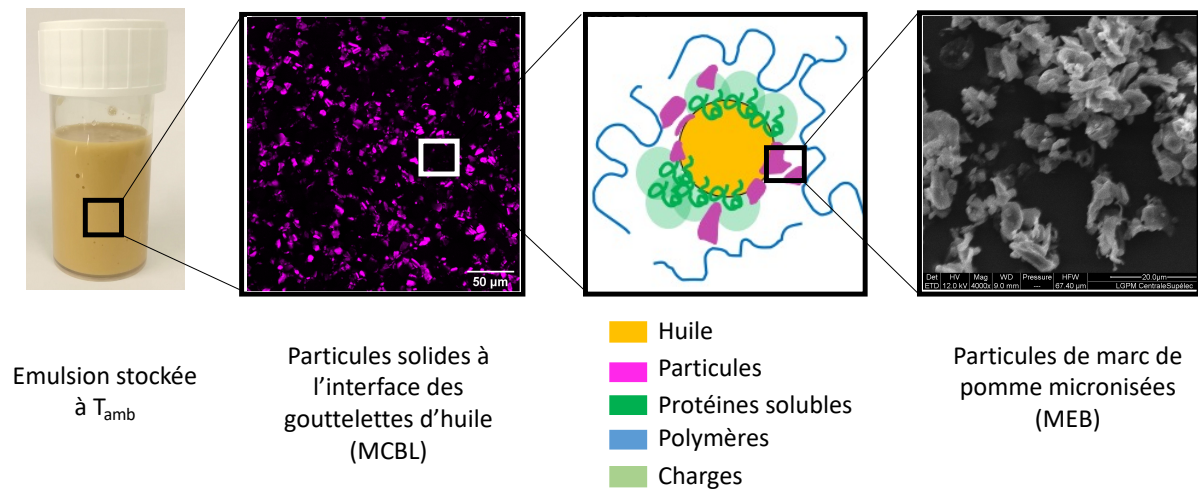


Figure 4 : Stabilisation d'une émulsion huile/eau par une poudre de marc de pomme micronisée (Huc-Mathis et al., 2021)

A titre personnel, la genèse de CLEVER s'est révélée passionnante et sera déterminante pour la suite de mes recherches, grâce aux échanges réalisés (au sein de l'Unité, avec le partenaire industriel JRS Rettenamier, avec la communauté scientifique lors de la valorisation des résultats obtenus en pré-tests). L'opportunité de construire ce projet de zéro, comme la recherche des différentes solutions possibles pour en assurer le financement m'a confirmé mon [goût pour le montage et la gestion de projet](#). D'autre part car cela m'a permis de construire un partenariat fort et durable avec des collaborateurs industriels, comme au sein de l'UMR (projet inter-équipes).

Au plan scientifique, CLEVER représente un jalon important pour ma thématique de recherche comme la suite de ma carrière. Au plan de la coordination de projets de recherche, je me positionne pour la première fois à l'initiative et en coordinatrice. Outre la rédaction scientifique, j'ai en effet pris en charge l'organisation en différents lots avec planning associé, le dimensionnement du budget, de la répartition des missions entre le/la doctorant(e) et la/le post-doctorant(e) du projet. Les échanges autour de la rationalisation du projet pour répondre aux dossiers requis pour l'ANR et d'autres sources de financement (bourse de l'école doctorale ABIES, demi-bourse INRAE) ou labellisation (Pôles de compétitivité Valorial et Vitagora) ont déjà été riches. Nous sommes ainsi en train de finaliser la création d'un réseau partenarial autour de CLEVER, qui devrait regrouper 7 à 8 partenaires industriels ayant manifesté un intérêt pour ce projet. Notre objectif sera de fédérer un groupe de travail autour des questions de limitation des pertes, valorisation des coproduits végétaux et formulation d'émulsions stabilisées par des ingrédients moins purifiés. Les fonds générés par les tickets d'entrée au sein du réseau nous permettrons également de financer des suites à donner à CLEVER, comme une thèse et quelques stages de master, autour des questions de valorisation de coproduits. Nous pourrions ainsi explorer d'autres dimensions (qualité microbiologique des matières premières et des produits finis, liens entre stabilisation physique et chimique des émulsions, ouverture vers d'autres systèmes dispersés...).

Ainsi, j'ai eu l'opportunité de suivre plusieurs projets de thèse depuis 2015, auxquels s'ajoutent aujourd'hui le démarrage d'une thèse Cifre avec le CNIEL (Décembre 2021) et une seconde thèse Cifre en cours de montage (soumission du dossier à l'ANRT en Janvier 2022). L'ensemble des thèses et post-doctorats que j'ai co-encadrés sont récapitulés dans le Tableau 2 suivant.

Tableau 2 : Récapitulatif des thèses et post-doctorats co-encadrés sur la période 2011 - 2021

Prénom	Nom	Statut	Durée	Année	% Encadrement	Projet
Marine	Moussier	Doctorante	3 ans	2015-2018	30	FUI SLIM
Abir	Sadkaoui	Post-Doctorante	18 mois	2017-2018	30	PR STABFRUIT
Charlotte	Hollestelle	Doctorante	3 ans	2021-2024	50	ANR CLEVER
Shruti	Aravindakshan	Doctorante	3 mois	2021	10	H2020 FOODENGINE
Adiguna	Bahari	Doctorante	3 mois	2021	10	H2020 FOODENGINE
Marine	Haas	Doctorante	3 ans	2021-2024	25	Cifre CNIEL
Marie	Cafiero	Doctorante	3 ans	2022-2025	50	Cifre

- ☑ **Et ensuite ?** 2020-2021 a représenté une charnière en termes de montage de projet. La sélection du projet CLEVER par le CE2I « Alimentation et systèmes alimentaires » de l'ANR est bien sûr déterminante. Un autre projet vient tout juste de démarrer (Décembre 2021). Il s'agit d'une thèse Cifre dont nous avons remporté l'appel à manifestation d'intérêt émis par le CNIEL en 2019-2020. Je suis co-encadrante de Marine HAAS, doctorante du projet, aux côtés du Pr. Denis Flick et du Dr. Véronique Bosc. L'objectif est d'étudier le devenir des interfaces de gouttelettes au sein de produits laitiers lors du procédé d'homogénéisation et le pilotage en conséquence des propriétés fonctionnelles des produits finis. Comme pour CLEVER, j'ai participé au montage de ce projet, la présentation au CNIEL a été réalisée en équipe en Novembre 2019. Ce projet s'inscrit en droite ligne dans la continuité de TRIBAL et SLIM, me permettant de poursuivre mes recherches sur la structuration des interfaces laitières en lien au procédé de fabrication et aux usages. Enfin, je tiens à souligner le projet Germinoléo, sélectionné par la Direction de la Recherche et de la Valorisation (DRV) d'AgroParisTech pour sa pluridisciplinarité. Il regroupe en effet des expertises variées portées par les UMRs IJPB et SayFood : biologie moléculaire et génétique appliquées aux végétaux, génomique fonctionnelle, génie des procédés, réactivité chimique, physicochimie... Notre objectif est d'obtenir et comprendre les propriétés fonctionnelles « d'émulsions naturelles » conservant la structure et l'intégrité des corps lipidiques, ou oélosomes. Mon rôle au sein du projet est de caractériser ces structures, de la graine jusqu'aux émulsions. Germinoléo m'a donné l'occasion de découvrir des procédés de transformation plus doux (dans une approche de « minimal processing »), toujours appliqués à des matières premières végétales. Pour finir, une autre thèse Cifre actuellement en cours de montage, avec pour objectif la compréhension des mécanismes de structuration d'émulsions sèches performantes, sensorielles et durables, viendra compléter cette charnière avec un démarrage espéré avant l'été 2022 (dossier soumis à l'ARNT en Janvier 2022).

Pour conclure, j'ai ainsi participé durant les 7 dernières années à divers projets de recherche, de court à plus long terme, me consacrant de plus en plus au montage de projet. Le diagramme suivant propose une représentation illustrant la répartition des projets de plus grande envergure, depuis ma thèse de doctorat (2010 – 2013), jusqu'à ce jour (Figure 5).



Figure 5 Principaux projets de recherche réalisés depuis ma thèse. Les articles valorisant les résultats sont précisés dans la dernière colonne via un numéro faisant référence à leur identification proposée en 2.c).

Sont indiqués en couleur transparente les temps de pré-tests et montage, devant les projets dont j'ai assuré la coordination (STABFRUIT et CLEVER). D'autres projets ont été conçus en réponse à des appels à manifestation d'intérêt, comme la thèse Cifre proposée par le CNIEL, ou le projet transdisciplinaire inter-départements soutenu par la DRV d'AgroParisTech (Germinoléo). Le code couleur est également pensé pour mettre en exergue les liens entre les projets : en bleu le fil rouge autour de la structuration multi-échelle de produits laitiers, débuté lors de mon propre doctorat, jusqu'à la thèse vient de démarrer en Décembre 2021 avec le CNIEL ; en vert les projets en lien à la structuration de matrices végétales (fruits, légumes, légumineuses, algues) par le procédé ; en rouge les projets axés sur l'évaluation de matières premières moins purifiées comme ingrédients multifonctionnels ; en gris sont indiquées les expertises plus ponctuelles que j'ai réalisées pour accompagner des doctorants et d'autres collaborateurs de l'UMR autour des propriétés interfaciales de composés (protéines végétales ou tensioactifs issus la valorisation de glycérol) et l'organisation des éléments dispersés au sein de matrices de type mousse, gel ou émulsion.

2.4 Production scientifique

En bref...

Le récapitulatif des divers éléments de valorisation auxquels j'ai participé depuis ma thèse est présenté ci-après (Tableau 3). Le détail est fourni par la suite et ne fait pas mention des participations à des activités de valorisation auprès du grand public, ni de la construction de supports d'enseignements.

Tableau 3 : Synthèse de la valorisation des résultats de recherche réalisée depuis 2010. La colonne « Total » ne comptabilise que les publications acceptées et les participations à congrès déjà réalisées à ce jour.

Nombre par Rang d'auteur	1 ^{er} auteur	2 ^{ème} auteur	Dernier auteur	Autre	Total
Articles revues à comité de lecture	12 (dont 1 soumis)	2	2	5 (dont 1 soumis)	21 (dont 2 soumis)
Articles revues sans comité de lecture					0
Chapitres d'ouvrage					0
Communications orales invitées	5	0	1	0	6
Communications orale congrès avec actes	3	1	0	1	5
Communications orale congrès sans actes	8	5	0	1	14
Communications par affiche	5	5	3	4	17
Brevets					0

ACL : Articles dans des revues internationales ou nationales avec comité de lecture

ACL 1. Chauve M., Mathis H., Huc D., Casenave D., Monot F., Lopez-Ferreira N. (2010). Comparative kinetic analysis of two fungal β -glucosidases. *Biotechnology for Biofuels* 3:3.

- ACL 2. Huc D., Matignon A., Barey P., Desprairies M., Mauduit S., Michon C. (2014). Interaction between modified starch and carrageenan during gelatinization. *Food Hydrocolloids*, 36, 355-361.
- ACL 3. Huc D., Moulin G., Mariette F., Michon C. (2013). Investigation of curd grains in Swiss-type cheese using light and confocal laser scanning microscopy. *International Dairy Journal*, 33, 10-15.
- ACL 4. Musse M., Challoy S., Huc D., Quéllec S., Mariette F. (2014). MRI method for investigating eye growth in Swiss-type cheese. *Food Engineering*, 121, 152-158.
- ACL 5. Huc D., Mariette F., Michon C. (2014). Rheological characterization of semi-hard cheese using lubricated squeezing flow test. *International Dairy Journal*, 36, 101-109.
- ACL 6. Huc D., Michon C., Challoy S., Roland N., Mariette F. (2014). Influence of salt content on eye growth in Swiss-type cheeses. *International Dairy Journal*, 35(2), 157-165.
- ACL 7. Huc D., Mariette F., Challoy S., Barreau J., Moulin G., Michon C. (2014). Multi-scale investigation of eyes in semi-hard cheese. *Innovative Food Science and Emerging Technologies - special issue "Food Microstructure"*, 24, 106-112.
- ACL 8. Huc D., Challoy S., Monziol M., Michon C., Mariette F. (2014). Spatial characterization of eye-growing kinetics in semi-hard cheeses with propionic acid fermentation. *International Dairy Journal*, 39, 259-269.
- ACL 9. Huc-Mathis D., Michon C., Bedoussac C., Bosc V. (2016). Design of a multi-scale texture study of yogurts using rheology, and tribology mimicking the eating process and microstructure characterization. *International Dairy Journal*, 61, 126-134.
- ACL 10. Huc-Mathis D., Bousquière J., Mamou M., Bonazzi C., Michon M. (2017). Multiscale evaluation from one bubble to the foam of surface active properties of cellulose derivatives used for a starchy model sponge cake. *Food Hydrocolloids*, 71, 129-140.
- ACL 11. Ben-Harb S., Panouillé M., Huc-Mathis D., Moulin G., Saint-Eve A., Irlinger F., Bonarme P., Michon C., Souchon I. (2018). The rheological and microstructural properties of pea, milk, mixed pea/milk gels and gelled emulsions designed by thermal, acid, and enzyme treatments. *Food Hydrocolloids*, 77, 75-84.
- ACL 12. Moussier M., Bosc V., Michon C., Pistre V., Chaudemanche C., Huc-Mathis D. (2019). Multi-scale understanding of the effects of the solvent and process on whey protein emulsifying properties: Application to dairy emulsion. *Food Hydrocolloids*, 87, 869-879.
- ACL 13. Moussier M., Huc-Mathis D., Michon C., Bosc V. (2019). Rational design of a versatile lab-scale stirred milk gel using a reverse engineering approach based on microstructure and textural properties. *Journal of Food Engineering*, 249, 1-8.
- ACL 14. Moussier M., Huc-Mathis D., Michon C., Chaudemanche C., Bosc V. (2019). Tailoring cream by modifying the composition of the fat and interfacial proteins to modulate stirred milk gel texture. *International Dairy Journal*, 96, 102-113.
- ACL 15. Moussier M. & Guénard-Lampron V., Lachin K., Moulin G., Turgeon S.L., Michon C., Huc-Mathis D. & Bosc V. (2019). What do stirred yogurt microgels look like? Comparison of

laser diffraction, 2D dynamic image analysis and 3D reconstruction. *Food Structure*, 20, 100107.

ACL 16. Huc-Mathis D., Journet C., Fayolle N., Bosc V. (2019). Emulsifying properties of food byproducts: valorizing apple pomace and oat bran. Special Issue VSI: Food Colloids in Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 568: 84-91.

ACL 17. Laridon Y., Grenier D., Doursat C., Huc D., Roland N., Flick D., Lucas T. (2020). Growth of a single bubble in semi-hard cheese: Comparison between simulation and experiment. *Food Research International*, 129, 108858.

ACL 18. Huc-Mathis D., Guilbaud A., Fayolle N., Bosc V., Blumenthal D. (2020a). Valorizing apple by-products as emulsion stabilizers: experimental design for modeling the structure-texture relationships. *Journal of Food Engineering*, 287, 110115.

ACL 19. Huc-Mathis D., Almeida G., Michon C. (2021). Pickering emulsions based on food byproducts: a comprehensive study of soluble and insoluble contents. *Journal of Colloid and Interface Science* 581, 226–237.

ACL20. Krause S., Asamoah E.A., Huc-Mathis D., Moulin G., Jakob R., Bonazzi C., Rega B. (2022). Applicability of pea ingredients in baked products: links between formulation, reactivity potential and physicochemical properties. *Soumis, Food Chemistry*.

ACL 21. Huc-Mathis D., Hollestelle C., Cafiero M., Michon C. (2002). “One-step High Internal Phase Pickering Emulsions stabilized by uncracked micronized orange pomace”. *Soumis, Journal of Colloid and Interface Science*.

[C-INV : Conférences données à l'invitation du comité d'organisation dans un congrès national ou international](#)

C-INV 1. Huc D., Mariette F., Michon C. “Observations of local heterogeneities around eyes in semi- hard cheeses: better understanding of an eye structuring”. 28th EFFoST Conference. Uppsala, 25- 28/11/2014.

C-INV 2. Huc-Mathis D., Chevaleyre M., Monnet AF., Michon C. “Characterization of the surface-active properties of a Quillaia extract and its application in sponge cakes”. 18th World Congress of Food Science and Technology. Dublin, 21-25/08/2016.

C-INV 3. Huc-Mathis D., Guilbaud A., Fayolle N., Bosc V., Blumenthal D., “Sustainable emulsions made without surfactant to meet consumer demands”. *Food Ingredient Europe*, 03-05/12/2019.

C-INV 4. Huc-Mathis D., Hollestelle C., Blumenthal D., Masson M., Michon C. (2021). “Les coproduits, une nouvelle matière première : quelles opportunités ? ». Journée Cosmed « ingrédients ça bouge », Paris, 28/09/2021.

C-INV 5. Huc-Mathis D., Hollestelle C., Cafiero M., Michon C. (2022). « Stabilizing High Internal Phase Pickering Emulsions with uncracked vegetal by-products ». *Food Physics*, en ligne, 1-2/02/2022.

C-INV 6. Hollestelle C., Blumenthal D., Masson M., Michon C., Huc-Mathis D. (2022). “La valorisation de coproduits végétaux alimentaires pour réduire le gaspillage d’agro-ressources”. Journées BioTrace, 1-2/02/2022.

C-ACTI : Communications avec actes dans un congrès international

C-ACTI 1. Huc D., Mariette F., Challoy S., Barreau J., Moulin G., Michon C. « Multi-scale investigation of eyes in Swiss-type cheese ». InsideFood Symposium. Leuven, 9-12/04/2013. (5 pages).

C-ACTI 2. Huc-Mathis D., Bosc V., Leverrier C., Binois D., Cuvelier G. “Stabilization of Açai Juice using mechanical treatments”. 29th EFFoST Conference. Athènes, 10-12/11/2015. (6 pages).

C-ACTI 3. Masson M., Saint-Eve A., Huc D., Blumenthal D. “Modeling sensory properties against instrumental measurements by PLS-Path Modeling: application to dairy products”. AgroStat, Lausanne, 21-24/03/2016. (6 pages).

C-ACTN : Communications avec actes dans un congrès national

C-ACTN 1. Huc D., Bertollo L., Mariette F., Michon C. « Caractérisation des propriétés rhéologiques d’une pâte fromagère en extension biaxiale ». Congrès annuel du Groupe Français de Rhéologie (GFR). Nancy, 19-21/10/2011.

C-ACTN 2. Bosc V., Huc D., Bedoussac C., Michon C. « Apport de la nanotribologie à la caractérisation de produits laitiers frais ». 26ème Journées Internationales Francophones de la Tribologie. Mulhouse 26-28/04/2014.

C-COM : Communications orales sans actes dans un congrès international ou national

C-COM 1. Huc D., Moulin G., Mottet J., Mariette F., Michon C. « Characterization of the resistance of a Swiss-type cheese as regards to its structure ». 6th International Symposium on Food Rheology and Structure (ISFRS). Zurich, 10-13/04/2012.

C-COM 2. Huc D., Michon C., Mariette F. “Multi-scale study of industrial semi-hard cheese: better understanding the eye growth phenomenon”. 8th European Workshop on Food Engineering & Technology. Quakenbrück 01-02/04/2014.

C-COM 3. Huc D., Bosc V., Chaudemanche C., Demetri N., Sieffermann JM., Michon C. “Investigation of Texture-Structure-Perception relationships of protein-enriched yogurts with different fat contents”. 7th International Symposium on Food Rheology and Structure (ISFRS). Zurich, 07- 11/06/2015.

C-COM 4. Masson, M., Lucet, N., Huc, D., Saint-Eve, A., Delarue, J. & Blumenthal. « Modélisation des liens entre mesures instrumentales et mesures sensorielles via les équations structurelles : application aux yaourts ». Journée de Workshops de la Société Française d’Analyse Sensorielle. Massy, 09/11/2015.

C-COM 5. Huc-Mathis D., Bousquières J., Bonazzi C., Michon C. “Multiscale evaluation from one bubble to the foam of surface-active properties of cellulose derivatives used for a starchy model sponge cake”. 19th Gums & Stabilizers for the Food Industry Conference, Berlin, 27-30/06/2017.

C-COM 6. Huc-Mathis D., Journet C., Fayolle N., Bosc V. “Emulsifying properties of food byproducts: valorizing apple pomace and oat bran”. EFFoST Conference, Nantes, 6-8/11/2018.

C-COM 7. Moussier M., Huc-Mathis D., Michon C., Chaudemanche C., Bosc V. “Tailored structuration of stirred yogurt type dairy foods using realistic formulation and process levers”. EFFoST Conference, Nantes, 6-8/11/2018.

C-COM 8. Moussier M., Huc-Mathis D., Michon M., Bosc V. “Approches rhéologiques du comportement de globules de matières grasses laitières en fonction de la cristallisation et de la nature de l’interface”. GFR, Brest, 29-31/10/2018.

C-COM 9. Fayolle N., Huc-Mathis D. “Natural alternatives to synthetic powders”. In-Cosmetics, Paris, 02-04/04/2019.

C-COM 10. Huc-Mathis D., Guilbaud A., Fayolle N., Bosc V., Blumenthal D. “Valorizing vegetal food by-products in sustainable Pickering emulsions for cosmetic applications”. Cosmetic 360, Paris, 16- 17/10/2019.

C-COM 11. Huc-Mathis D., Fayolle N. “Valorizing food by- products in green & clean emulsions better for our environment and our skin: AgroParisTech and JRS expertise in Pickering emulsions”. Plant Based Summit, Reims, 22-24/09/2021.

C-COM 12. Huc-Mathis D., Hollestelle C., Cafiero M., Michon C. “One-step High Internal Phase Pickering Emulsions: up-cycling orange pomace”. EFFoST Conference, Lausanne, 1-4/11/2021.

C-COM 13. Hollestelle C., Huc-Mathis D., Blumenthal D., Masson M., Fayolle N., Michon C. « Screening of mildly processed food by-products for emulsion stabilization: a material science approach ». EFFoST Conference, Lausanne, 1-4/11/2022.

C-COM 14. Khati P., Huc-Mathis D., Leverrier C. “Creation of plant particles weak gels through High Pressure Homogenization (HPH) to limit sedimentation in juices”. AERC - The Annual European Rheology Conference, Seville, 26-28/04/2022.

[C-AFF : Communications par affiche dans un congrès international ou national](#)

C-AFF 1. Matignon A., Huc D., Barey P., Despraïries M., Mauduit S., Michon C. “Interaction between starch and carrageenan through gelatinization”. NIZO Dairy Conference. Amhem, 21-23/09/2011.

C-AFF 2. Musse M., Challos S., Huc D., Quellec S., Mariette F. “Quantitative MRI method for individual eye growing kinetic in Swiss-type cheese”. International Conference on the applications of Magnetic Resonance in Food (MR in Food). Wageningen, 26-29/06/2012.

C-AFF 3. Huc D., Bedoussac C., Saglio A., Michon C. & Bosc V. « Contribution de la nanotribologie à la caractérisation de yaourt. 26èmes Journées Internationales Francophones de Tribologie ». Mulhouse, 26-28/05/2014.

C-AFF 4. Huc D., Bosc V., Binois D., Cuvelier G. “Stabilization of açai juice using mechanical treatments”, 7International Symposium on Food Rheology and Structure (ISFRS). Zurich, 07- 11/06/2015.

C-AFF 5. Leverrier C., Huc-Mathis D., Almeida G., Bosc V., Binois D., Cuvelier G. “Impact of mechanical treatment and particle concentration on fruit suspensions stability”. Fruit & Vegetable Processing, Avignon, 04-06/04/2016.

C-AFF 6. Moussier, M., Sieffermann, JM., Huc-Mathis D., Michon, C., Chaudemanche, C., Demetri, D., Bosc, V. “Impact of fat reduction in high-fat yogurt: sensory and instrumental screening”. International Conference on Food Oral Processing, Lausanne, 03-06/07/2016.

C-AFF 7. Huc-Mathis, D., Chevaleyre, M., Michon, C. “Surface active properties of Quillaia extract & protection against coalescence”. World congress of food science and technology (IUFoST), Dublin, 21-25/08/2016.

C-AFF 8. Leverrier C., Sadkaoui A., Cuvelier G., Ayouni N., Huc-Mathis D. “Effect of mechanical treatment on the structural and rheological properties of different fruit-based preparations”. EFFoST International Conference, Sitges, 13-16/11/2017.

C-AFF 9. Huc-Mathis D., Journet C., Fayolle N., Bosc V. “Applications of micronized cellulose fibers obtained from food waste for Pickering emulsions”. Food Colloids Conference, Leeds, 8- 11/04/2018.

C-AFF 10. Rakotozafy L., Monnet A.F., Michon C., Garcia R., Huc-Mathis D. “Surface active properties of fractionated pea proteins solubilized from pea flour in conditions relevant with baking process”. Food Colloids Conference, Leeds, 8-11/04/2018.

C-AFF 11. Moussier M., Huc-Mathis D., Michon C., Chaudemanche C., Bosc V. “Impacts of thermo- mechanical treatments on whey protein interfacial properties in dairy emulsion: From the proteins physicochemical characteristics to the emulsions microstructures”. Food Colloids Conference, Leeds, 8-11/04/2018.

C-AFF 12. Leverrier C., Huc-Mathis D., Sadkaoui A., Almeida G., Cuvelier G. “Creation of weak gel from plant particles”. AERC, Sorrento, 17-20/04/2018.

C-AFF 13. Huc-Mathis D., Guilbaud A., Fayolle N., Bosc V., Blumenthal D. “Minimal-processed food byproducts valorized in Pickering emulsions: an experimental design approach”. EFFoST Conference, Rotterdam, 12-14/11/2019.

C-AFF 14. Bahari A., Moelants K., Kloeck M., Huc-Mathis D., Wallecan J., Mangiante G., Mazoyer J., Hendrickx M., Grauwet T. “Understanding carrageenan extraction principles to adjust the process for possible side products valorisation”. EFFoST Conference, Lausanne, 1-4/11/2021.

C-AFF 15. Krause S., Asamoah E.A., Huc-Mathis D., Moulin G., Bonazzi C., Rega B. “Impact of pea ingredients (flour, protein isolate, starch) on structure and reactivity of bakery products”. EFFoST Conference, Lausanne, 1-4/11/2021.

C-AFF 16. Hollestelle C., Blumenthal D., Masson M., Fayolle N., Michon M., Huc-Mathis D. “Criblage de coproduits végétaux pour la stabilisation d’émulsions « Clean-label » ». Cosm’ing, St Malo, 7-8/12/2021.

C-AFF 17. Garcia-Munoz A., Huc-Mathis D., Soto P., Granda P., Hayert M., Moussa M., D’Andrea S., Maillard M. “Are camelina oleosomes effective candidates for stabilizing oil-

3) Bilan : activités de recherche au sein de GENIAL/SayFood

3.1 Stratégie d'analyse et objets étudiés : aliments et bioproduits

Je propose d'ouvrir le bilan scientifique par un retour aux définitions et à la présentation des objets sur lesquels portent mes recherches. L'objectif sera d'une part de bien repositionner la terminologie, mais aussi de mettre en exergue le large spectre d'applications que je vise dans mes recherches. En effet, si je développe un cœur d'activité centré sur les aliments, celui-ci s'est largement étendu ces dernières années vers les bioproduits. Ceux-ci peuvent être définis comme des « *produits énergétiques et industriels issus du végétal hors des domaines de l'alimentaire et de la santé, dont les applications principales portent sur l'énergie, la chimie organique et les biomatériaux* » (Etude MAP 07 G2 01 01, 2017). La distinction se joue donc sur l'application du produit fini, bien que leurs constituants proviennent tout ou partie du végétal ou de la biomasse dans les deux cas. Cela permet d'introduire le regroupement des aliments et des bioproduits sous la terminologie commune de produits biosourcés. Ceux-ci seraient alors définis comme « *entièrement ou partiellement issus de biomasse (végétaux, animaux, algues...)* ». La biomasse sera considérée comme « *l'ensemble des matières d'origine biologique, à l'exclusion des matières fossilisées comme le pétrole ou le charbon* ». Un autre point commun à l'ensemble de ces produits à vocation alimentaire, cosmétique, emballage ou construction est apporté par la science des matériaux, qui permet de penser tous ces objets en termes de structure. Ils peuvent alors être considérés en écrasante majorité (hormis l'eau et les solutions aqueuses associées, telles que le miel, les sirops etc) comme des systèmes dispersés ou multiphasiques, constitués d'au moins une phase continue et une phase dispersée, d'où l'apparition d'au moins une interface.

Cette approche m'a conduite à mettre en œuvre des études de type multi-échelle, seules en mesure de décrire les différents niveaux d'organisation au sein des produits, depuis l'échelle moléculaire jusqu'à l'échelle macroscopique. La notion de « matrice » est essentielle, notamment lorsqu'il s'agit d'aliments, de par son impact sur les processus de vectorisation, diffusion, et autres transferts. L'avantage immédiat de cette stratégie repose sur la possibilité de décrire non seulement les constituants de la matrice, mais aussi leurs interactions (synergies ou compétitions, assemblages ou ségrégations etc). C'est bien la prise en compte de ces deux aspects, et ce tout au long des procédés de transformation, qui permettra de faire le lien à la perception et aux usages des produits étudiés. Le schéma suivant illustre cette approche multi-échelle appliquée à un exemple alimentaire : les fromages à pâte pressée non cuite avec des ouvertures propioniques, ou « yeux » (Figure 6). J'ai choisi ce cas d'étude car il permet de représenter les différentes porosités mises en jeu dans le produit : macro au niveau des « yeux », micro voire nano à l'échelle des pores du gel protéique. Par ailleurs, il me permet également de faire ressortir l'interface, phase entre les phases continue (aqueuse) et dispersées (gaz, matière grasse, clusters bactériens, autres particules), qui se trouve être au centre de mes activités de recherche. De fait, que cela soit au niveau de la mousse (dispersion des « yeux » principalement constitués de CO₂ dans une matrice viscoélastique), de l'émulsion entre matière grasse (MG) et protéines laitières (Prot), ou de la dispersion (colonies de bactéries, matière grasse partiellement cristallisée à froid etc), chaque objet est délimité par une interface donnée. Il est clair également que les méthodes à développer pour étudier ce type de système en multi-échelle devront être variées et surtout complémentaires.

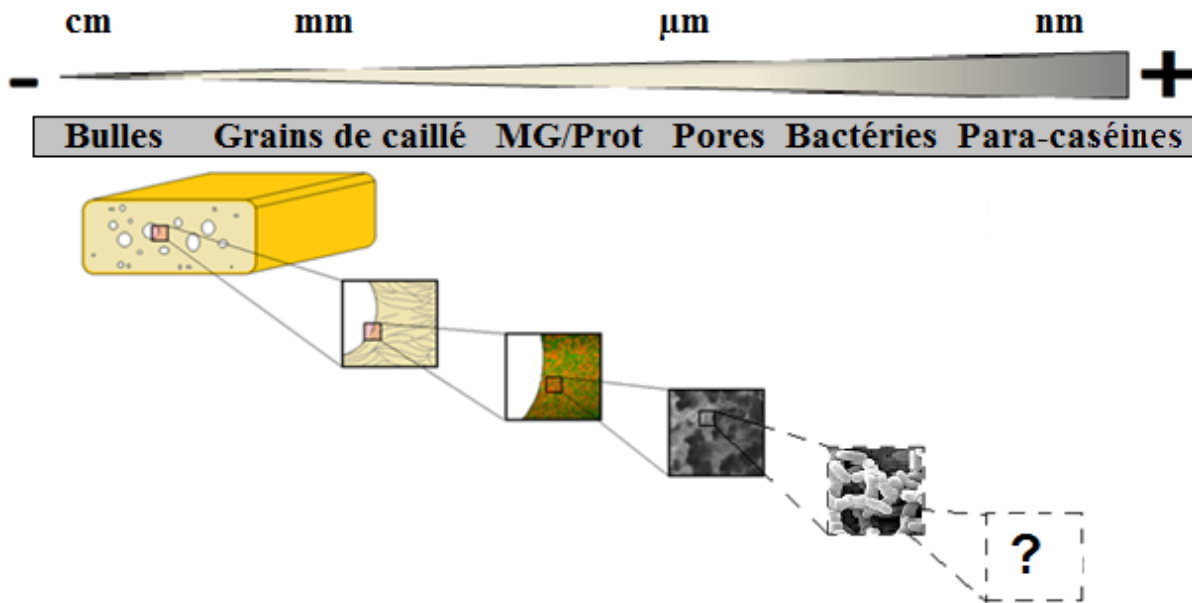


Figure 6 : Représentation multi-échelle des différents niveaux d'organisation au sein d'un fromage à pâte pressée non cuite illustrant la vision d'un système dispersé d'une échelle macroscopique (-) à moléculaire (+)

Enfin, un dernier élément d'introduction important est la notion de [système modèle vs réel](#). En effet, pour une recherche dite appliquée en science des matériaux biosourcés, il est essentiel de disposer de systèmes maîtrisés, permettant de contrôler les variables, ceci afin d'accéder à une compréhension fine des mécanismes sous-jacents, voire de les prédire dans des conditions données. Ces matrices modèles, aussi simples qu'elles puissent être, doivent cependant être conçues pour mimer des systèmes plus réalistes, via leur composition et/ou leurs étapes de transformation, conduisant à l'élaboration du produit fini. Elles pourront ainsi être confrontées à des systèmes réels, d'où un impact majeur sur les problématiques d'innovation, de reformulation, d'optimisation etc.

Le schéma suivant propose un résumé des principaux objets étudiés au cours de mes recherches, sous forme d'une représentation croisée avec les principales méthodes d'analyse mises en œuvre, de ma thèse jusqu'à aujourd'hui (Figure 7). J'ai opté pour une organisation en trois grandes familles de systèmes dispersés : mousses, émulsions et suspensions. Cela me permet de représenter à la fois l'élément dispersé principal (étant bien évident que dans de nombreux systèmes biosourcés, plusieurs éléments dispersés sont présents de façon concomitante), mais aussi de donner une première idée de l'organisation interfaciale (étant bien entendu que là encore, il est rare de trouver un seul composé aux propriétés tensioactives dans un produit réel). Enfin, la précision des méthodes d'analyse les plus couramment employées me permet de démontrer la gamme mise en œuvre pour caractériser les objets aux différentes échelles, mais aussi de repositionner mon [expertise technique](#), centrée sur l'observation des objets de façon plus ou moins invasive, la quantification de leurs propriétés intrinsèques (taille, charge, morphologie...) et la caractérisation de leurs propriétés fonctionnelles en lien aux usages (tensioactives, rhéologiques...).

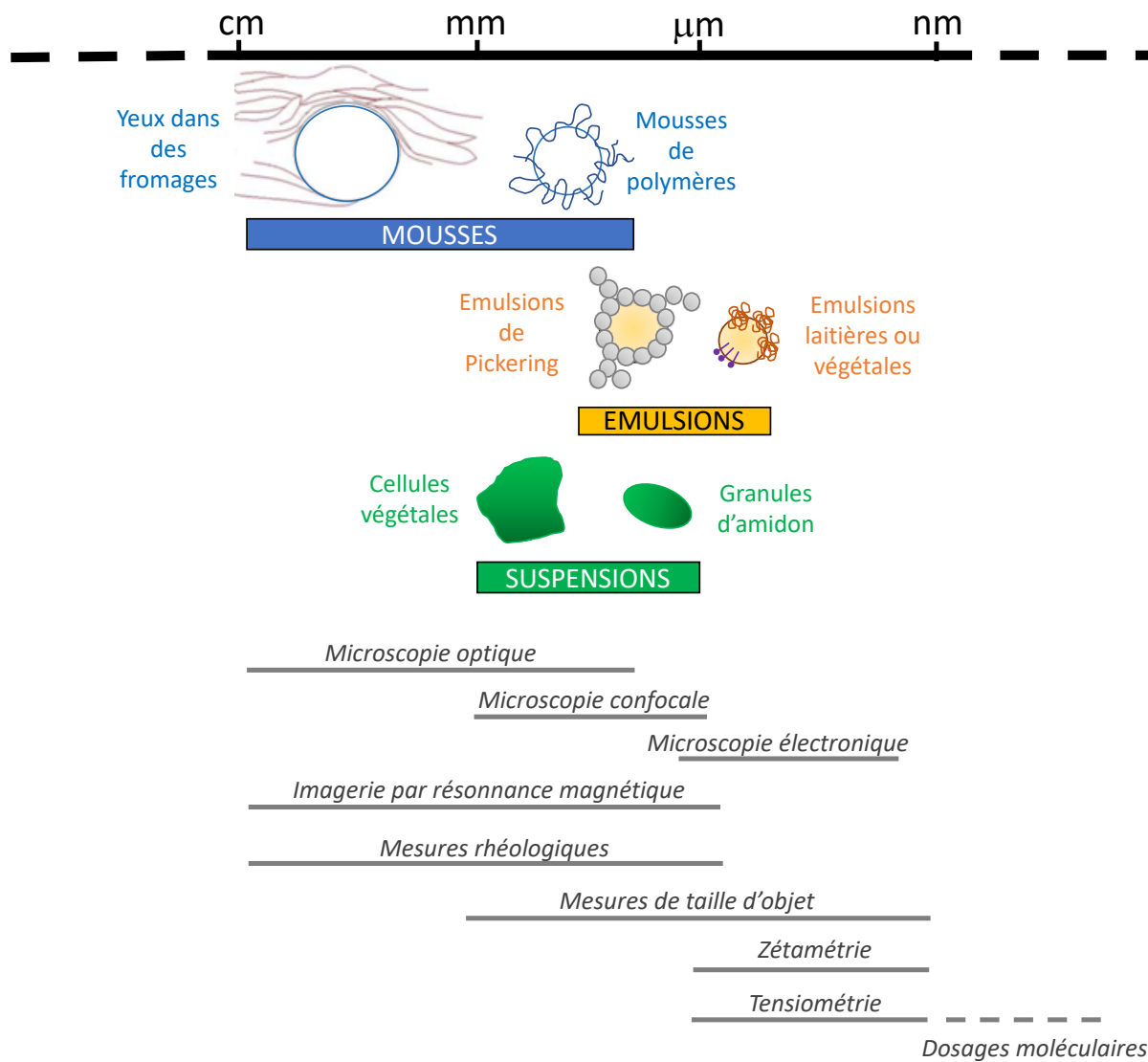


Figure 7 : Résumé des principaux objets étudiés et méthodes d'analyses mises en œuvre depuis le démarrage de mon activité de recherche (2010 – 2020)

Le **dénominateur commun de mes objets d'étude est donc leur origine biosourcée**, que je souhaite aujourd'hui croiser davantage avec l'itinéraire technologique suivi par les ingrédients, en interrogeant la question d'assemblage, jusqu'à parvenir au produit fini.

3.2 Structuration des interfaces au sein de systèmes dispersés

Étymologiquement, l'interface est un terme latin désignant « la façon dont se présente (*facies*) la relation entre (*inter*) différents éléments ». Trois définitions sont proposées dans le dictionnaire Larousse pour décrire une **interface** au sens physico-chimique du terme : 1) Plan ou surface de discontinuité formant une frontière commune à deux domaines aux propriétés différentes et unis par des rapports d'échanges et d'interaction réciproques ; 2) Limite commune à deux systèmes, permettant des échanges entre ceux-ci ; 3) Surface séparant deux phases chimiques non miscibles. Ces différentes définitions mettent en exergue la difficulté d'étudier cette « phase entre les phases ». De fait, **l'échelle d'observation** des phénomènes sera dépendante de la nature des deux (au moins) phases en présence (Air/Liquide, Liquide/Liquide, Solide/Liquide...), ainsi que des éléments en mesure de se positionner entre elles (tensioactifs, protéines et autres polymères, particules solides...). Autre notion clef : la **cinétique**, puisque les définitions précédentes font mention d'échanges

et d'interactions entre les phases, qui ont lieu via l'interface. Atteindre un équilibre entre deux phases non miscibles nécessite un apport d'énergie (sauf cas particulier comme les microémulsions thermodynamiquement stables). L'échelle de temps sera donc d'une part celle du procédé de fabrication du système dispersé, suivie des étapes de stockage et usage.

Pour privilégier une approche globale de type science des matériaux permettant de décrire les particularités des systèmes étudiés, les interfaces seront plus particulièrement décrites via les espèces capables de s'y adsorber, s'organiser, se réorganiser, interagir, voire se désorber ensuite. A l'issue de ce repositionnement du contexte et des objets de mes recherches, je propose d'illustrer les thématiques auxquelles je me suis plus spécifiquement intéressée, autour de la structuration des interfaces au sein des systèmes dispersés. J'ai souhaité les regrouper sous la forme de 3 piliers principaux, afin de bien illustrer le socle sur lequel se construit mon expertise scientifique.

Axe 1 : méthodes innovantes pour l'étude multi-échelle des systèmes

En bref..

L'élaboration de nouveaux protocoles d'analyse des systèmes dispersés est l'un des fils rouges de mon parcours de recherche. L'objectif est d'apporter une vision globale, dite « multi-échelle » des différents objets composant le produit étudié et d'interroger la question de leur(s) assemblage(s). En sciences des matériaux, cette stratégie est essentielle afin de lier les structures et mécanismes micro- ou méso- (voire nano-) avec les propriétés quantifiées à l'échelle plus macro-, en lien aux usages. Elle permet de s'appuyer sur des indicateurs bien définis pour illustrer des descripteurs par ailleurs très génériques, comme la « texture » ou la « stabilité ». Combiner les méthodes de façon raisonnée constitue un point clef pour étudier les interfaces des systèmes multiphasiques. De ma thèse, j'ai gardé le goût des schémas permettant d'illustrer les hypothèses de recherche. Je continue d'y avoir recours dans mes publications scientifiques comme dans mes enseignements. Enfin, à noter la spécificité grâce à ma formation au sein de l'équipe IRMFood de l'INRAE Rennes (ex IRSTEA), autour du développement de méthodes non invasives, en suivi cinétique (de l'assemblage aux usages) et en lien aux procédés de transformation.

Projets clefs : M2 DHM, U2MChop, TRIBAL, SLIM, T1&T3

Parmi les développements méthodologiques auxquels j'ai contribué, se trouvent des protocoles d'observation, autant que possible quantitative, de la structure des systèmes dispersés. Au-delà du développement de connaissances techniques liées aux méthodes d'observation, non invasives, invasives ou destructives, j'ai également acquis des compétences en traitement d'images obtenues par microscopie ou IRM (ACL 3, 4, 7, 10, 13, 15). Parmi les méthodes mises en œuvre se trouvent le développement d'un code dédié, en appui à un ingénieur de recherche spécialisé (ACL 4) mais aussi des adaptations de méthodes existantes au sein de nos laboratoires : comptabilisation du nombre et de la taille de bulles à partir d'images de microscopie optique sur des mousses (ACL 10), utilisation d'un programme de morphologie mathématique pour des images issues de microscopie électronique (ACL 7) ou confocale (ACL 13 & 15).

Depuis ma thèse, j'ai toujours travaillé à établir des liens entre la microstructure des produits étudiés et leurs propriétés physiques en lien aux usages, principalement en termes de texture/rhéologie et de stabilité. Ce terme est trop générique ainsi résumé car il recouvre de nombreuses disciplines selon que l'on considère une stabilité microbiologique, chimique, physique ou les 3 à la fois. Je contribue pour ma part au dernier critère, bien que depuis quelques temps je pense intéressant de ne plus décorréler la stabilité physique, c'est-à-dire vis-à-vis de phénomènes de déstabilisation gravitationnelle (de type coalescence,

mûrissement d'Ostwald, crémage ou sédimentation), de la stabilité chimique, c'est-à-dire principalement oxydative. C'est d'ailleurs tout le propos du projet Germinoléo au sein duquel ces deux facettes du prisme « stabilité » sont étudiées ensemble. Pour revenir aux liens microstructure <-> propriétés d'usage, ils sont présents dans la majorité de mes travaux, mais plus généralement dans les projets portés par l'UMR SayFood.

A titre d'exemple, le projet TRIBAL m'a permis de relier propriétés instrumentales (notamment de texture) avec la composition de yaourts, le tout dans des conditions réalistes vis à vis de la consommation en bouche (de type « food oral processing »). Le protocole obtenu combinait caractérisation rhéologique et tribologique. Il a pu être réutilisé au cours de la thèse de Marine Moussier (projet FUI SLIM) au cours de laquelle nous avons pu nous intéresser plus spécifiquement à l'interface. Des mesures de tensiométrie, menées en goutte montante en mode statique et dynamique, ont permis d'apporter des informations supplémentaires sur l'organisation des protéines autour des gouttelettes de matière grasse. Une étude a été axée sur les propriétés des protéines laitières (ACL 12), une autre sur les propriétés de la matière grasse laitière et ses fractions (ACL 14). Divers paramètres physicochimiques ont complété l'étude des propriétés interfaciales, rhéologiques et tribologiques : profil calorimétrique, taille des protéines globulaires, taille des globules gras, hydrophobicité et charge de surface. Ainsi, des schémas de structuration de émulsions ont finalement été postulés, de l'échelle moléculaire jusqu'aux conséquences pour les gouttelettes, en passant par l'interface.

Pour conclure, le point clef est la [mise en œuvre d'une stratégie multi-échelle](#). Elle nous permet d'émettre des hypothèses de mécanismes de structuration des systèmes dispersés. Par la suite, la [dichotomie solubles vs insolubles](#) sera souvent mise en exergue. Elle est notamment rendue possible par ces approches. De même, le lien établi dans nos travaux de recherches avec les perceptions sensorielles par exemple, nécessitent de bien penser aux indicateurs qui décriront ou discrimineront au mieux les systèmes. Ceux-ci étant d'autant plus pertinents s'ils sont pensés comme des produits réalistes. Ainsi, la question de système modèle vs réel est également clef pour identifier et hiérarchiser des leviers de formulation et/ou de procédé, mais encore faut-il que le transfert de tels résultats soit possible. Pour cela, je m'attache à : 1) bien penser dès l'échelle laboratoire les conditions d'environnement dans lesquelles sont étudiés les ingrédients/composés d'intérêt (pH, force ionique, traitement thermomécanique mis en jeu etc) ; 2) penser les produits modèles comme les plus réalistes possibles, mais aussi étudier des produits réels dans toute leur complexité ; 3) inclure dès que possible l'échelle pilote, voire industrielle, sur la base de collaborations avec des partenaires privés. Ce faisant, je m'inscris dans les pratiques communes à la plupart des chercheurs de l'UMR SayFood. A ce titre, j'ai ainsi participé à plusieurs projets de thèse en apportant un appui plus spécifique sur l'étude des propriétés interfaciales au sein de produits céréaliers dont le développement original a été décisive pour les études suivantes (thèse de J. Bousquières - ACL 10 ; puis thèse d'A.F. Monnet et thèse de S. Krause – ACL 21).

Sur la base de ces différentes expériences, j'ai eu l'opportunité de découvrir et mettre en œuvre plusieurs techniques d'analyse complémentaires. Cela m'a permis de poursuivre l'application de la stratégie multi-échelle que j'ai découverte durant ma thèse puis mon post-doctorat. Je souhaite poursuivre en ce sens pour la suite de mes recherches. Je suis convaincue qu'au-delà de l'originalité certaine de ces démarches vis-à-vis de la littérature, le recours à des méthodes complémentaires aux différentes échelles représente un fort potentiel pour la compréhension des mécanismes de stabilisation des émulsions et autres systèmes biosourcés. J'aimerais particulièrement travailler à nouveau avec des méthodes non destructives telles que l'IRM ou la tomographie RX. La possibilité de monitorer la

cinétique d'un même lot de produits dans le temps, dans des conditions d'environnement données (vieillesse accéléré par exemple), permettrait de mieux prendre en compte la variabilité et l'hétérogénéité intra- comme inter-batch. L'encadrement du « secondment » (Juin-Juillet 2021) de Shruti Aravindakshan, doctorante au sein du projet H2020 FOODENGINE, m'a récemment permis de mettre ce souhait en pratique. Par la suite, l'étude de matières premières moins fractionnées nécessitera d'appréhender tant leur variabilité que leur hétérogénéité. La question du système modèle vs réel sera également clef, comme pour le projet CLEVER au sein duquel nous pensons les émulsions comme des matrices plateformes, facilement déclinables tant en agroalimentaire qu'en cosmétique par exemple.

Axe 2 : systèmes stabilisés par des molécules et/ou macromolécules surface-actives

En bref...

*L'étude des systèmes dispersés, plus particulièrement le lien entre structuration des interfaces et propriétés fonctionnelles macroscopiques, est au cœur de mes activités de recherche. J'ai pu étudier plusieurs familles d'espèces capables de s'adsorber à l'interface en cherchant à mettre en exergue les mécanismes sous-jacents. Les tensioactifs, petites molécules en constante adsorption/désorption, ainsi que les macromolécules amphiphiles comme les protéines et certains polymères, sont les stabilisants les plus courants. Avec un fil rouge résolument orienté autour d'espèces biosourcées, je me suis intéressée au potentiel de tensioactifs d'origine végétale comme des saponines issues de *Quillaja saponaria*, et des phospholipides d'avoine. Je me suis également intéressée au potentiel de macromolécules telles que les protéines de lait et de pois, ou les dérivés de cellulose. La stratégie d'étude est toujours multi-échelle, passant par la caractérisation à l'interface dans des systèmes dilués et maîtrisés par tensiométrie, alliée à la quantification d'indicateurs de fonctionnalités macroscopiques au sein des produits finis.*

Projets clefs : SLIM, T1&T3, projets 3A CDP, EMULSION

Les interfaces huile-eau ou air-eau se trouvent au cœur des projets précédemment évoqués. Nous nous attachons dès que possible à formaliser de façon multi-échelle, l'organisation des systèmes dispersés sous la forme de schémas mécanistiques. Il s'agit d'une caractéristique partagée par plusieurs chercheurs de l'UMR à laquelle je souscris également.

Les études TRIBAL et SLIM, associées aux travaux menés sur des protéines de pois à l'interface (dans le cadre de la thèse d'A.F. Monnet) et sur des dérivés de cellulose (dans le cadre de la thèse de J. Bousquières), m'ont permis d'appréhender la complexité de l'organisation interfaciale de plusieurs macromolécules. Un soin particulier a été apporté à établir un lien avec la structure des éléments dispersés, leurs propriétés rhéologiques globales, mais aussi leur stabilité physique (taille et nombre des gouttes ou bulles par exemple). L'étude de l'état de l'art montre que de nombreux débats sont toujours en cours quant à la conformation qu'adoptent les protéines une fois adsorbées aux interfaces. Leur déploiement (ou dénaturation) n'est pas encore complètement caractérisé(e). Le point clef des études présentées reste par ailleurs leur mise en œuvre dans des conditions réalistes, tant de formulation (perméat plutôt qu'eau distillée, gels brassés et pas seulement fermes, divers prétraitements étudiés en sus du procédé d'émulsification classique par rotor-stator etc) que de mesures (pour mimer au mieux des conditions se rapprochant du « food oral processing » ou des usages des produits).

En sus des macromolécules de type protéines et polymères, je me suis intéressée à d'autres composés surface-actifs. L'exemple le plus significatif est l'étude de saponines extraites de *Quillaja saponaria*, dit « arbre à savon », en collaboration avec Naturex. Elle s'est déroulée sous la forme de 3 projets d'ingénieur de dernière année. Chaque étudiante a pris en charge

une matrice différente (céréalière, laitière et confiserie), à l'issue du premier projet ayant exploré le potentiel tensioactif de cet extrait. L'intérêt pour ce sourcing provenait du fait qu'un cahier des charges précis était respecté pour l'obtention des tensioactifs : récolte limitée (35% de la biomasse maximum), réalisée au Chili sans abattre les arbres (récoltes de branches uniquement) et contrôlée par la CONAF (Chile's National Forestry Corporation), extraction des saponines réalisée avec de l'eau pour seul solvant... Comme précédemment, nous avons mis en œuvre une stratégie multi-échelle allant de l'étude des propriétés tensioactives de l'ingrédient, en partenariat avec un fournisseur d'ingrédients. La Figure 8 propose une synthèse des résultats obtenus en tensiométrie, Nous avons étudié les deux interfaces air-eau et huile-eau afin de faire le lien aux propriétés fonctionnelles des gâteaux, marmalades et crèmes laitières foisonnées auxquels 0,5% d'extrait de quillaia ont été ajoutés.

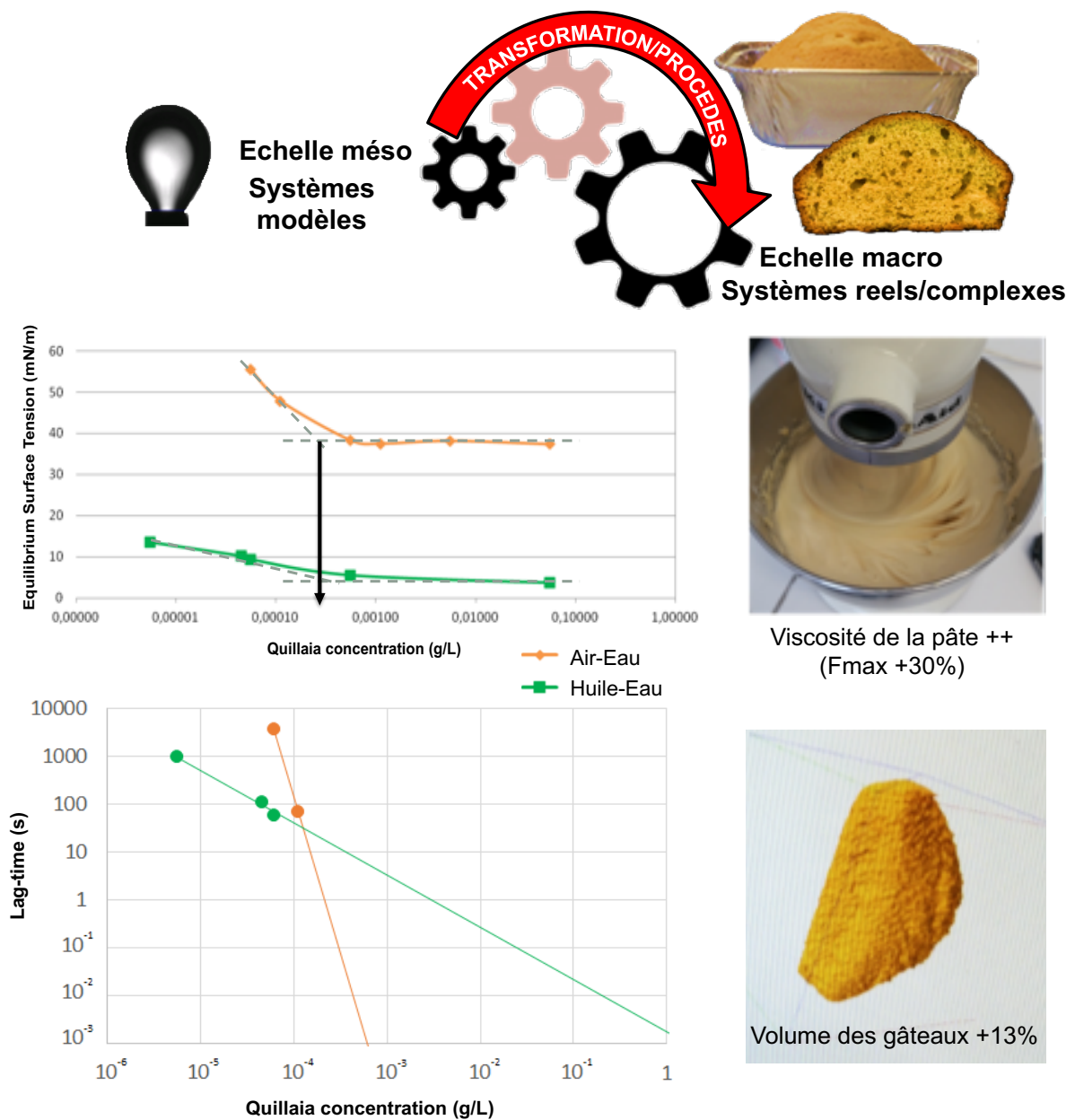


Figure 8 : Synthèse des résultats de l'étude multi-échelle menée sur les propriétés interfaciales d'un extrait de Quillaia saponaria de l'échelle méso (tensiométrie statique et dynamique) à macro (texture et volume de gâteaux contenant 0 ou 0,5% de quillaia). Interface air-eau en orange et huile-eau en vert.

La Figure 8 prend pour exemple le cas des gâteaux de type cakes, fabriqués sans (référence) ou avec +0,5% d'extrait de quillaia. 3 paramètres physiques ont été mesurés : la densité de la pâte au cours du temps de battage (avant et après l'ajout de l'huile), la texture de la pâte évaluée par rétroextrusion, et le volume des gâteaux après cuisson mesuré par analyse d'image (Volscan®). La Figure 8 montre, sur la gauche, les mesures réalisées par tensiométrie (échelle méso) et sur la droite les mesures réalisées sur la pâte avant cuisson ou les cakes après cuisson (échelle macro). La CMC de $2.5 \cdot 10^{-3}$ g/L déterminée à l'interface huile-eau, est très proche de celle obtenue à l'interface air-eau. En revanche, le temps de latence est beaucoup plus court à l'interface air-eau, pour lequel seules deux concentrations de quillaia ont donné lieu à l'apparition d'un temps de latence. En extrapolant les droites vers des temps plus réalistes avec le battage, il faudrait ainsi ajouter environ 10^{-3} g/L d'extrait de quillaia pour que le temps de latence soit de l'ordre de 1 ms (ordre de grandeur compatible avec la création de bulles lors du battage). A l'échelle macroscopique, l'ajout de 0,5% d'extrait de quillaia a eu des conséquences positives sur l'incorporation d'air dès le battage, avant et même après l'addition d'huile. La viscosité de la pâte, approchée par rétroextrusion, a ainsi augmenté : la force maximale relevée en texturométrie augmente de +30% dans les pâtes avec quillaia. Après cuisson, le volume des cakes est resté supérieur à la référence sans quillaia de +13%. Ainsi, même si une partie de l'air supplémentaire incorporé lors du battage est perdue lors de la cuisson, les gâteaux restent néanmoins plus expansés lorsque du quillaia est ajouté dans la pâte. Enfin, notre étude a mis en exergue des interactions entre saponines du quillaia et l'huile (sans doute les mono et diglycérides et/ou les phospholipides présents dans les huiles végétales). En effet, un film a été formé sur les gouttelettes à une dilution au 18^{ème} et au 180^{ème} de l'extrait de quillaia, comme une sorte de peau qui s'opposait à l'éjection de la goutte en tensiométrie (apparition de rides en surface de cette « peau »). Ce phénomène n'est pas apparu à l'interface air-eau. Pour finir, l'étude de matrices autres que céréaliers a révélé que l'extrait de quillaia ne possédait pas le même potentiel dans tous les cas de figures. En effet, si l'ajout de quillaia a bien augmenté le taux de foisonnement et la viscosité de marshmallows, permettant le remplacement de 50% de la gélatine par une alternative biosourcée, il ne permet pas en revanche une bonne formation de la coalescence partielle au sein de crèmes laitières, qui ne peuvent donc pas être foisonnées correctement en présence de quillaia.

Ces différentes études m'ont permis de me familiariser puis d'approfondir mes connaissances des méthodes d'analyse des propriétés interfaciales. La tensiométrie à goutte est la technique plus particulièrement mise en œuvre, d'autant que plusieurs prestations de services ont complété cet exercice. Cela m'a permis de prendre conscience de la variété des profils d'organisation interfaciale, et de l'intérêt majeur de combiner tensiométrie statique et dynamique, comme nous le faisons par ailleurs en rhéologie « classique » (pour l'étude des propriétés en « bulk »). Au-delà des aspects méthodologiques, ces travaux m'ont donné à réfléchir aux liens entre « potentiel tensioactif », tel que déterminé à l'échelle d'une goutte (ou d'une bulle) et son expression en conditions réelles au sein d'un produit. Une corrélation directe n'est pas toujours avérée, il est donc essentiel disposer d'indicateurs à ces deux échelles. J'aimerais aujourd'hui être en mesure de produire davantage de généralité dans nos approches, tenter d'identifier des liens plus prédictifs entre le comportement des molécules à l'interface et leurs conséquences fonctionnelles dans un bioproduit. Dans une démarche de plus en plus courante de type « reformulation » (remplacer un composé par un autre, enlever un additif etc), cela se révélera vite indispensable. De fait, j'aimerais généraliser davantage les [approches de plans d'expérience](#), permettant la modélisation prédictive d'indicateurs donnés et leur optimisation. Pour finir, il me semble essentiel de poursuivre mes recherches en saisissant les opportunités qui se présenteront afin de parfaire mes connaissances d'autres espèces aux propriétés surface-actives. L'étude de [synergies ou](#)

compétitions (polymères et/ou particules et/ou tensioactifs) est également un objectif pour une meilleure compréhension des mécanismes de structuration des interfaces. Cela sera d'ailleurs indispensable pour mener à bien l'étude du potentiel d'ingrédients moins purifiés que les fractions traditionnelles (de type isolat par exemple).

Axe 3 : émulsions stabilisées par des particules solides

En bref..

Depuis 3 ans, j'ai orienté mes recherches vers l'étude des propriétés dites « stabilisantes » (pouvoir émulsifiant et moussant notamment), d'ingrédients moins purifiés, issus de sources végétales. Par exemple, des protéines de pois extraites par hydratation de farine en conditions réalistes en comparaison des procédés boulanger/pâtissier (solvant de type eau + poudre levante, temps réduit de mise au contact avec la solution aqueuse, mélange intense durant cette étape), ou encore des poudres de coproduits ayant subi uniquement des traitements thermomécaniques pour leur obtention (ni fractionnement, ni extraction, ni purification ou modification chimique d'aucune sorte). Mon objectif était d'évaluer un autre aspect de la transition vers un système alimentaire plus durable au niveau des ingrédients eux-mêmes. Afin de générer une plus-value pertinente pour les filières, la valorisation des poudres de coproduits a été proposée sous la forme d'agents stabilisants pour des émulsions. Il s'agit d'un mécanisme bien connu dans la littérature sous la dénomination « émulsions de Pickering », c'est-à-dire stabilisées par des particules solides. Cette thématique de recherche a pris de l'ampleur à l'issue de l'obtention d'une preuve de concept viable, associée à un essai de transfert d'échelle concluant, puis à la formalisation des mécanismes sous la forme d'une boîte à outils de type modélisation prédictive. L'ensemble a donné lieu à une large dissémination des résultats, auprès de la communauté scientifique bien sûr, mais aussi auprès d'un public industriel via des salons professionnels.

Projets clefs : Fond d'amorçage DRV AgroParisTech, projets 3A CDP, projet ANR JCJC CLEVER

Ma première tentative visant à découvrir les émulsions de Pickering avait pour objet l'étude d'émulsions stabilisées par des amidons natifs, en comparaison (comme référence) à la version modifiée dite OSA (octényle succinate amidon, E1450). Celle-ci représente l'écrasante majorité des amidons testés en littérature pour leur capacité stabilisante, suite au greffage d'un groupement hydrophobe, conférant à l'amidon une meilleure affinité pour les interfaces huile-eau. Lors du stage de M2 de N. Tlili co-encadré avec le Dr. Véronique Bosc, nous avons testé plus particulièrement un amidon de riz. Les premiers résultats obtenus se sont révélés encourageant car malgré une concentration de la phase émulsifiée dans la partie supérieure des tubes, accompagnée d'une sédimentation de granules d'amidon en excès, la taille des gouttelettes d'huile dans l'émulsion restait stable durant plus d'un mois. Bien sûr, lorsque la version OSA était utilisée dans les mêmes conditions, les déstabilisations gravitationnelles précédentes n'avaient plus cours, l'émulsion étant homogène visuellement sur toute la hauteur du tube, mais aussi beaucoup plus visqueuse qu'avec l'amidon natif. Dans les deux cas, un fluide à seuil était obtenu et un réseau était créé, compte tenu de l'importante fraction volumique occupée tant par les gouttelettes d'huile que les granules d'amidon. Néanmoins, le gel était beaucoup plus fort pour l'amidon modifié OSA, avec un module élastique mesuré dans l'émulsion (phase supérieure du tube pour l'amidon natif) plus de 30 fois supérieur à la version native (Figure 9).

Amidon de riz		Natif	OSA
Stabilité vis-à-vis de	Coalescence	+++ (25 mm)	+++ (25 mm)
	Crémage	+ (60% hauteur émulsifiée)	+++ (100% émulsifiée)
	Sédimentation	+ (30% hauteur sous forme culot)	+++ (pas de culot)
Viscosité (10 s^{-1}), Pa.s		0,07	0,6
Seuil d'écoulement, Pa		0,09	4
Module élastique au plateau, Pa		3	105

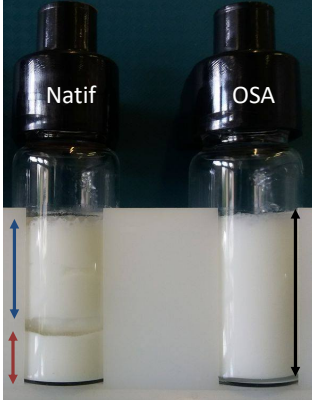


Figure 9 : Synthèse des caractérisations physicochimiques d'émulsions stabilisées par un amidon de riz natif ou modifié (OSA) : taille des gouttelettes d'huile, hauteurs de crémage et de sédimentation, viscosité à 10s^{-1} et seuil d'écoulement issus des courbes d'écoulement à 25°C et module élastique issu des mesures dynamiques de balayage en déformation à fréquence constante 1 Hz , 25°C . Emulsions obtenues avec 50% d'huile et 200 mg/mL d'huile d'amidon de riz.

Ces premiers résultats ont démontré la possibilité de stabiliser des émulsions vis-à-vis de la coalescence puisque la taille des gouttelettes n'augmentait que de $4\ \mu\text{m}$ au bout de 35 jours (+ $2\ \mu\text{m}$ dans les 2 premiers jours et + $2\ \mu\text{m}$ à nouveau après 1 mois de stockage à T_{amb}). Néanmoins, la stabilisation visuelle complète n'est pas atteinte, puisque la Figure 9 montre bien la présence de 3 phases distinctes : l'émulsion en phase supérieure, la phase continue drainée en phase intermédiaire et l'amidon en excès sédimenté en partie basse. Nous avons ensuite cherché à aller plus loin dans la compréhension de ce système grâce au stage M2 d'A. Monier. Son objectif était l'étude d'émulsions stabilisées exclusivement à base d'amidon de riz natif dans des conditions plus réalistes d'industrialisation (charge en amidon moindre, effet de la teneur en sel, effet de la teneur en huile, effet d'une chauffe lors de la dispersion et de l'émulsification).

Bien que l'amidon natif représente une piste intéressante car biosourcée et sans modification chimique pour stabiliser des émulsions dites « clean-label », il reste difficile d'obtenir un résultat complètement satisfaisant. En effet, la meilleure piste est obtenue en chauffant et cisailant l'amidon de riz, afin de relarguer en phase continue des composés de type amylose, amylopectine et protéines, capables de stabiliser l'interface huile-eau. Il ne s'agit donc pas ou pas uniquement d'un mécanisme de type Pickering. Par ailleurs, l'amidon restant un ingrédient alimentaire, les solutions obtenues ne pourraient pas forcément être appliquées aux bioproduits, sans entrer en compétition avec les aliments. Enfin, sa sensibilité à la teneur en sel et aux traitements thermiques pourrait poser d'autres problèmes en vue d'une industrialisation. Ce sont les raisons pour lesquelles j'ai fait le choix de conserver la base de travail établie, mais de rechercher un **nouveau sourcing de particules solides**. C'est alors que j'ai découvert les poudres de coproduits déjà commercialisées après séchage et micronisation par JRS Rettemaier. 2 projets d'élèves ingénieur 3A ont été montés en collaboration avec ce partenaire afin de démontrer le potentiel de ces poudres non plus seulement en tant qu'agent sensoriel (effet douceur) mais aussi comme agent stabilisant. Cette fois, nous avons donc misé sur des particules principalement cellulosiques, issues de coproduits végétaux (pomme et avoine, puis orange et betterave). Mais ces ingrédients étaient également beaucoup plus complexes et hétérogènes que l'amidon précédemment étudié, car ils n'ont pas fait l'objet d'un fractionnement préalable. En effet, les coproduits du jus de pomme par exemple, contiennent les restes de pulpe, mais aussi les pépins et la peau. Ils ont déjà subi les opérations unitaires visant à fabriquer le jus de pomme à partir du fruit. Par conséquent, ils contiennent, au-delà de leur composé majoritaire qu'est la cellulose, encore des protéines, des pectines et autres polymères de paroi, etc. L'hypothèse suivante est donc proposée : la fraction insoluble majoritaire au sein de ces poudres de coproduit serait

responsable d'un mécanisme de stabilisation de type Pickering, et elle serait accompagnée d'une stabilisation complémentaire par les composés solubles passés en phase continue. Reprenant le modèle postulé précédemment avec l'amidon, notre pari résidait dans le fait que la fraction insoluble serait bien adsorbée à l'interface et moins sensible aux paramètres physicochimiques de type pH, teneur en sel et température. L'objectif était également d'obtenir des émulsions non seulement stables vis-à-vis de la coalescence comme pour l'amidon, mais aussi vis-à-vis du crémage, du drainage et de la sédimentation.

Nous avons donc entrepris une première étude de faisabilité (ACL 16), sur la base des données de formulation (50% huile, 100 mg de poudre/mL d'huile, soit 4,8% wt/wt) et de procédé de dispersion + émulsification mis au point préalablement pour l'amidon. Les premiers résultats se sont révélés particulièrement encourageants, surtout pour la poudre de pomme, comme le montre la Figure 10 suivante.

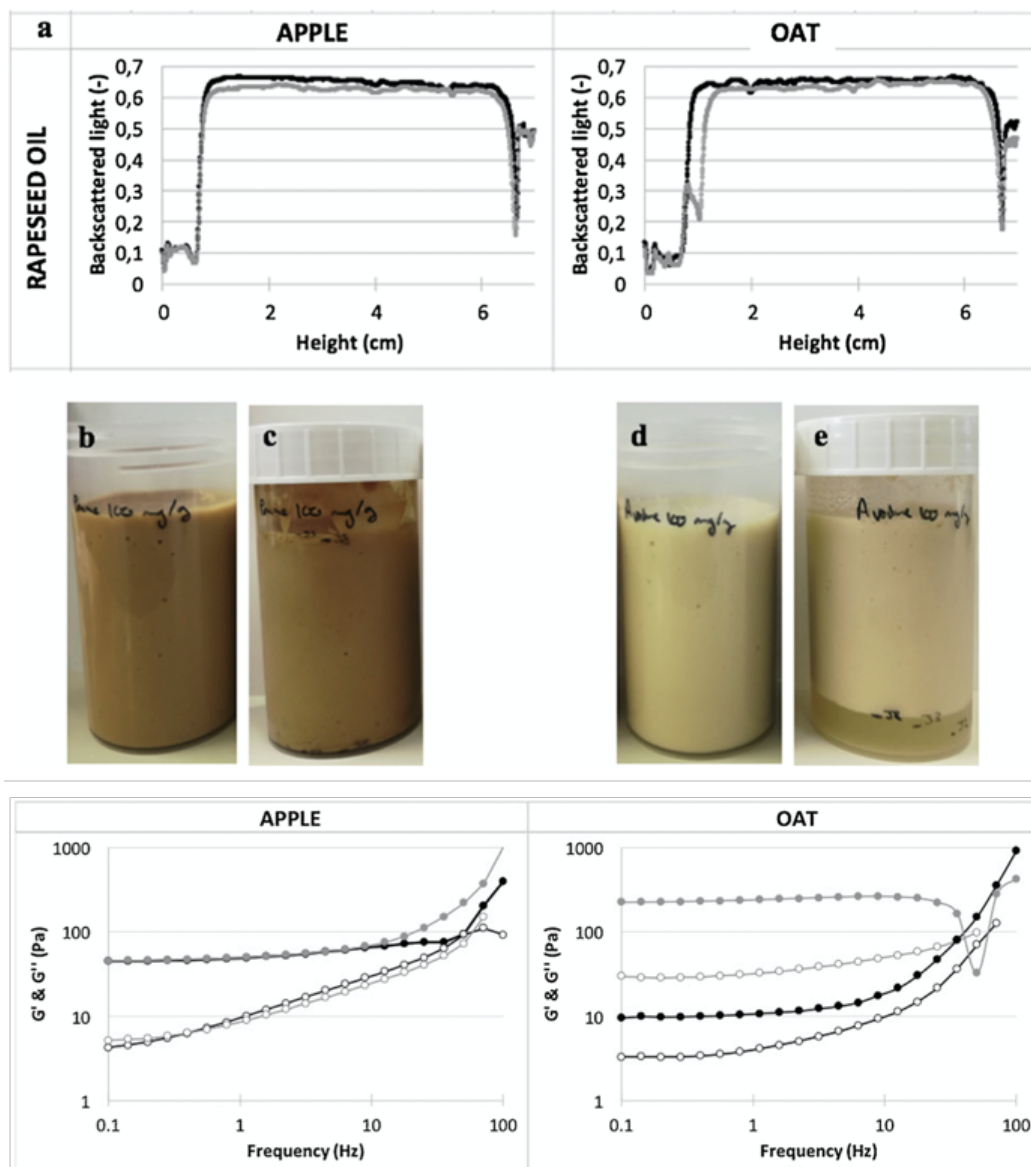


Figure 10 : Synthèse des résultats obtenus lors de la formulation d'émulsions contenant 50% d'huile de colza et 4,8% de poudres de coproduits (gamme VITACEL®) de pomme (gauche) ou d'avoine (droite) : évolution de l'intensité de lumière rétrodiffusée mesurée au Turbiscan®, aspect visuel des émulsions à t0 et t+15j et mesures des modules élastiques et visqueux en rhéologie dynamique par balayage en fréquence (déformation fixée à 0,1%). D'après [Huc-Mathis et al., 2019](#).

Cette étude a permis d'obtenir une solide [preuve de concept](#) pour la poudre de pomme, car les gouttelettes d'huile n'étaient pas sensibles à la coalescence durant 15 jours de stockage à température ambiante. De plus, l'émulsion obtenue était visuellement homogène, ce qui a été confirmé analytiquement par suivi cinétique avec le Turbiscan®. Enfin, l'analyse des propriétés rhéologiques en mode dynamique a également confirmé cette stabilité, avec une superposition des signaux G' et G'' entre t_0 et $t+15j$ (Figure 10). La poudre d'avoine a également permis de conférer aux émulsions une stabilité vis-à-vis de la coalescence, mais pas au drainage d'un peu de phase continue en deçà de la phase émulsifiée. C'est la raison pour laquelle, lorsque les modules élastiques et visqueux ont été mesurés après 15 jours de stockage, l'échantillon prélevé en phase supérieure (dans la partie émulsifiée) est apparu comme un gel plus fort. En effet, l'émulsion s'était tout simplement concentrée suite à la perte d'une partie de la phase aqueuse par drainage. Enfin, nous avons pu tester lors de cette étude, plusieurs huiles (colza, jojoba et myrtille 318), nous permettant de généraliser, à termes, l'utilisation des poudres de coproduits dans des bioproduits de type cosmétique par exemple. Par la suite, nous avons mené deux études complémentaires nous permettant d'aller plus loin (ACL 18 et ACL 19). En utilisant la poudre de pomme comme support de formulation, nous avons à nouveau eu recours à une approche de type plan d'expérience, afin de modéliser les liens entre 3 variables : teneur en huile, teneur en poudre et teneur en polymère. L'autre étude a au contraire étendu la gamme de coproduits étudiés (pomme, avoine, betterave et orange), avec comme objectif de mieux comprendre les mécanismes de structuration des émulsions par ces ingrédients hétérogènes et complexes. Pour cela, nous avons divisé l'étude en deux grandes parties : l'une s'intéressant à la fraction soluble uniquement (taille et charge des composés solubilisés après passage au rotor-stator des poudres hydratées, dosage des protéines solubles, détermination des propriétés interfaciales par tensiométrie etc, l'autre aux poudres dans leur globalité (taille des particules sèches, capacité de gonflement lors de l'hydratation, densité etc).

Le [plan d'expérience](#) a permis d'établir les liens entre les variables de formulation et les indicateurs caractérisant les émulsions (propriétés d'écoulement, module élastique, taille des gouttelettes). D'une part, la gamme de viscosité et de taille de gouttelettes obtenues suite à la formulation des 16 émulsions s'est révélée très étendue : de 200 à 7500 mPa.s pour la viscosité à $10s^{-1}$, et de 18 to 46 μm pour le diamètre médian $d(0,5)$. Le potentiel en termes d'innovation était donc réel, d'autant que les perceptions sensorielles évaluées de façon topique par le partenaire industriel se sont également révélées intéressantes. D'autre part, les effets les plus significatifs sur les différents indicateurs ont pu être mis en lumière, comme le montre la Figure 11.

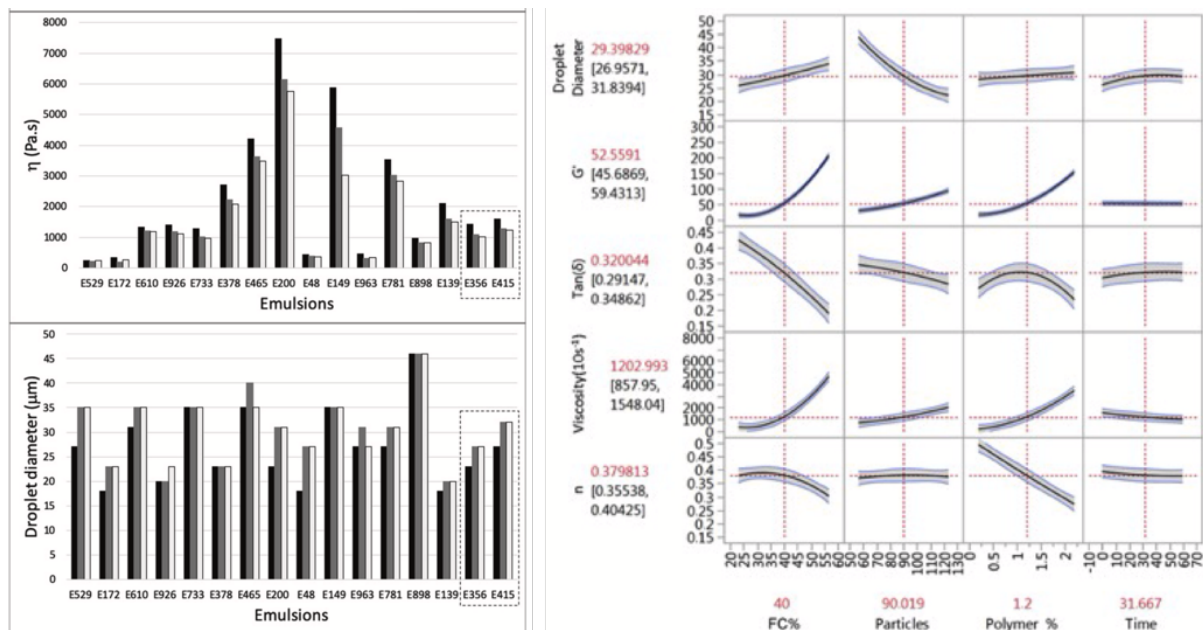


Figure 11 : Gamme de viscosité et de taille de gouttelettes obtenue lors de la formulation de 16 émulsions composées d'huile de myrtil 318, poudre de pomme Vitacel®, eau et polymère Vivapur® dans le cadre d'un plan d'expérience (gauche). Effet des facteurs teneur en huile (FC), teneur en poudre (particules), teneur en polymère (Polymer) et du temps (Time) sur les indicateurs liés à la stabilité des émulsions (diamètre médian des gouttelettes, module élastique, $\tan(\delta) = \text{ratio } G''/G'$, viscosité à 10s⁻¹ et indice de comportement rhéofluidifiant. D'après Huc-Mathis et al., 2020.

Nous avons eu la bonne surprise de mettre en exergue un [lien direct entre teneur en poudre et taille des gouttelettes d'huile](#) obtenues au sein des émulsions. Bien que la teneur en huile joue également un rôle (significatif), le coefficient était bien moindre que pour la teneur en poudre. De plus, l'effet du temps s'est révélé très faible : négatif sur la taille des gouttelettes pour la variable « temps » et positif sur le même indicateur pour la variable « temps x temps ». Enfin, lors de cette étude, nous avons poussé la montée en réalisme en soumettant 3 émulsions à des tests de vieillissement accéléré (par centrifugation ou mise en étuve, avec référence conservée à T_{amb} ou à 4°C). Une émulsion jugée comme prometteuse en termes de perceptions topiques a même été fabriquée à l'échelle semi-pilote, passant des 200 mL du laboratoire à 12L. L'ensemble de ces résultats a fait l'objet d'une publication dans un journal à comité de lecture (ACL 18), mais aussi de plusieurs présentations lors de congrès scientifiques et salons professionnels.

La troisième étude que nous avons mise en œuvre nous a permis de creuser la [compréhension des mécanismes de structuration de ces émulsions stabilisées par des coproduits végétaux](#). Pour cela, nous avons étendu la gamme de coproduits, mais surtout les méthodes analytiques, afin de comprendre la composition des poudres non seulement en termes d'insolubles mais aussi en phase continue (éléments solubilisés dans l'eau lors des procédés de cisaillement). Ce faisant, nous avons appliqué une stratégie de simplification des poudres, qui aurait également pu nous servir à recréer des solutions de composition connue, en ôtant certains composés par exemple, afin d'en vérifier l'action. Cette stratégie sera employée lors du projet CLEVER (formulations de complexité croissante). L'étude des poudres sèches a révélé que la plus fine était la pomme, la plus grossière l'avoine, sans que les écarts, bien que significatifs, ne soient très importants : $5,3 \pm 0,4 \mu\text{m}$ pour la pomme et $6,6 \pm 0,01 \mu\text{m}$ pour l'avoine. L'écart est resté significatif mais encore plus réduit lors de la mesure de la taille des poudres hydratées, avec respectivement 7 et 7,8 μm pour la pomme et l'avoine. Cette capacité à gonfler à présence d'eau a été évaluée comme minimale pour la pomme avec +32%. En revanche, l'aspect des particules était très différent, comme l'a montré l'étude de la morphologie des poudres sèches par microscopie électronique environnementale (voir

Figure 12, gauche). Les particules de poudre de pomme ne sont pas agglomérées, bien que peu denses. Au contraire, les particules d'avoine sont plus grosses et plus allongées, certaines ressemblant à des fibres, voire présentant de véritables fibrilles à la surface. Elles sont plus individualisées que pour la pomme. Les particules de betterave se situent entre ces deux extrêmes, avec des formes plus variées. Elles ne sont pas agglomérées et présentent une surface plutôt lisse. D'autres analyses ont été menées sur la seule fraction soluble. La poudre de pomme a révélé une forte teneur en protéines solubles et la présence de pectines. Les charges de surface (potentiel zéta) de sa fraction soluble sont très électro-négatives. De plus, la fraction soluble présentait de bonnes propriétés tensioactives, avec une tension de surface minimale atteinte au pseudo-équilibre (5 mN/m). Nous nous attendions donc à ce qu'elle représente une bonne candidate en tant qu'agent stabilisant d'émulsions, via la complémentarité entre fractions solubles et insolubles. Au contraire, l'avoine, bien que possédant la teneur en insolubles la plus élevée, ne possédait pas de pectines et peu de protéines solubles. Ses insolubles étaient par ailleurs composés des particules les plus grosses et de forme fibreuse. Elle avait donc moins de chance de stabiliser des émulsions composées de petites gouttelettes, et le levier principal devrait être les insolubles. Si ce n'est que sa fraction soluble présentait les charges de surface les plus électro-négatives, ce qui pourrait être un bon point pour créer des répulsions entre gouttelettes d'huile. Enfin, il a été plus difficile de prévoir le potentiel de la betterave puisqu'elle était intermédiaire sur de nombreux indicateurs. Cependant, elle présentait la fraction soluble la plus tensioactive. Nous avons donc émis l'hypothèse qu'elle pourrait sans doute générer de petites gouttelettes, qui ne seraient pas dues au mécanisme de Pickering mais à une stabilisation « classique » par des composés surface-actifs solubilisés en phase aqueuse, puis adsorbés à l'interface. La Figure 12 récapitule les observations réalisées sur la poudre sèche (gauche), sur les émulsions (centre) et les schémas de structuration postulés sur la base de l'ensemble des résultats obtenus. En microscopie confocale, nous avons marqué la cellulose à l'aide de rouge congo, car les globules gras étaient déjà bien visibles en microscopie optique, ce qui a également été présenté dans l'article scientifique valorisant ces travaux (ACL 19).

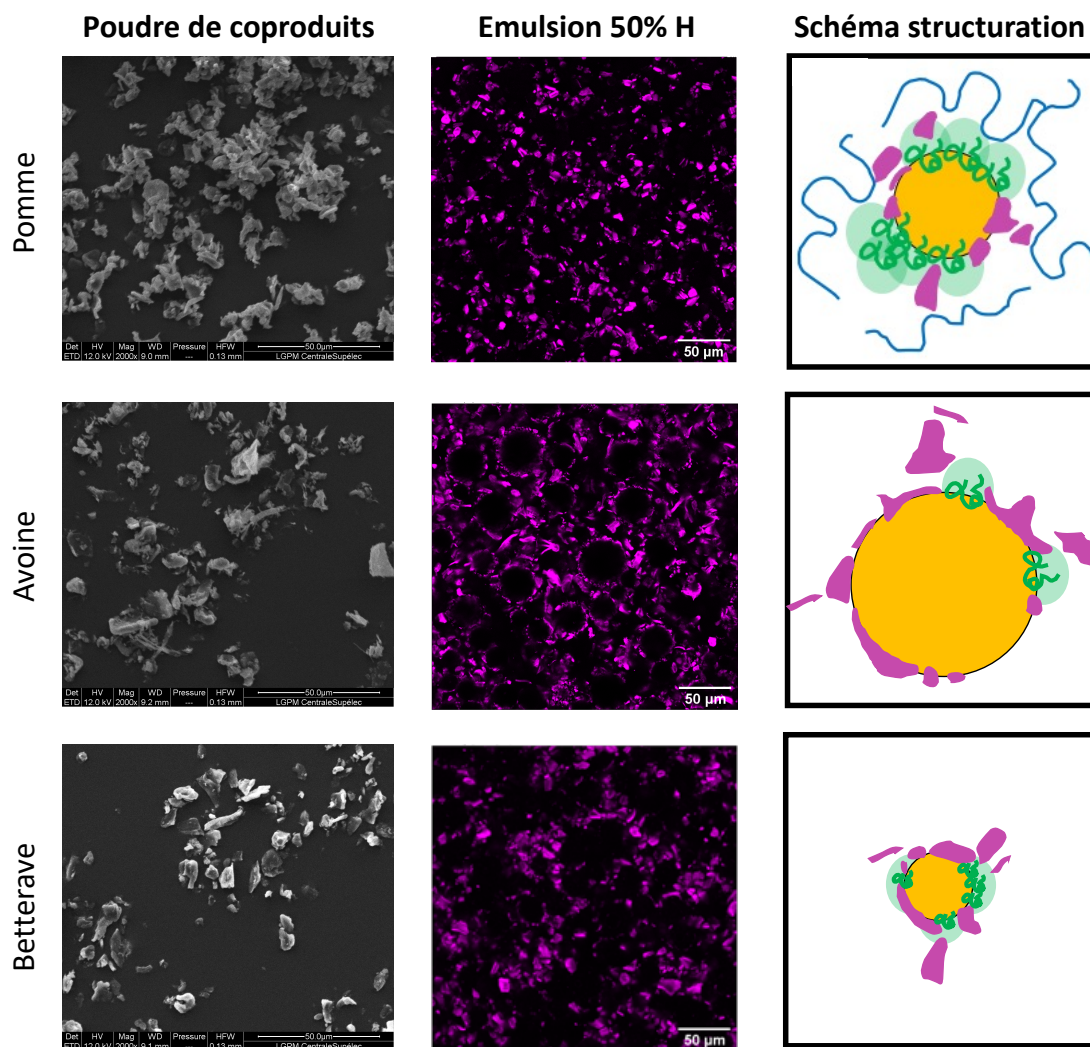


Figure 12 : Synthèse des observations microscopiques réalisées sur des émulsions stabilisées par des poudres de coproduits : pomme, avoine et betterave (émulsions 40% huile de colza + 5,2% poudre coproduits). Microscopie électronique environnementale (ESEM, gauche), microscopie confocale (MCBL, centre), schéma organisationnel postulé pour l'interface huile-eau (droite). Code couleur : huile (jaune), particules (rose), protéines solubles (vert foncé), pectines (bleu), charges des protéines solubles (halo vert clair). D'après Huc-Mathis et al., 2021

A ce stade, nous disposons d'un [faisceau de résultats démontrant l'intérêt de valoriser des coproduits végétaux sans fractionnement](#), sous la forme d'ingrédients à haute valeur ajoutée, pouvant stabiliser des émulsions à vocation alimentaire ou autres (cosmétiques notamment). Afin d'aller au bout de la compréhension de ces nouveaux systèmes, de trancher définitivement la part de Pickering versus une stabilisation « classique » par la phase continue (adsorption de composés solubles et/ou création d'un réseau autour des gouttelettes d'huile), puis de généraliser ces connaissances à des sourcings de coproduits plus étendus, le projet CLEVER a débuté en Février 2021. Il a reçu la labélisation de deux pôles de compétitivité (Valorial et Vitagora) et le soutien de 7 entreprises alimentaires ou cosmétiques. Nous avons l'ambition de proposer, grâce à la thèse de C. Hollestelle puis au recrutement d'un(e) post-doctorant(e), une véritable alternative à la valorisation des coproduits, via la création de nouveaux ingrédients moins purifiés et non chimiquement modifiés. Leur force reposera justement sur la complémentarité des différentes fractions conservées dans l'ingrédient. Une attention particulière sera apportée à l'impact de la micronisation sur les coproduits végétaux pour en faire des poudres à haut potentiel de

stabilisation. Une autre sera apportée à la prise en compte des aspects sensoriels et du point de vue des consommateurs quant à cette approche.

Pour conclure ce chapitre, il est notable que les études précédemment citées sont largement présentées à travers le prisme d'un iso-procédé de fabrication des systèmes dispersés. Il s'agit d'un postulat très/trop fort. J'ai donc souhaité finaliser la présentation de ce bilan recherche en revenant sur les liens établis entre formulation, procédé(s) de transformation et usages des systèmes dispersés.

3.3) Liens au procédé de fabrication et aux usages

La prise en compte des interactions produits-procédés fait partie intégrante des activités de recherche développées au sein de l'UMR SayFood. Les transformations apportées par les traitements thermomécaniques confèrent à un ensemble de constituants, une organisation de système structuré développant les propriétés fonctionnelles souhaitées. Celles-ci vont directement gouverner les perceptions lors de l'usage des produits par les consommateurs, quel que soit le secteur d'application considéré. Mes travaux de recherche se sont donc logiquement inscrits dans cette approche globale. Je m'intéresse notamment à la fonctionnalisation *in situ* de différents composés par le procédé, pour éviter par exemple l'ajout d'additifs. Les questionnements sur la reformulation d'aliments et bioproduits deviennent de plus en plus courants. La capacité à utiliser les traitements thermomécaniques pour stabiliser directement des produits est donc une piste intéressante. La « stabilisation » peut d'ailleurs se décliner tant sur le plan physique (empêcher une sédimentation ou un crémage par exemple), que microbiologique (retirer l'eau libre par lyophilisation ou réduire la charge microbienne par pasteurisation ou application de hautes pressions par exemple). Enfin, un intérêt grandissant est actuellement à l'œuvre pour les procédés doux, dits « mild processing », ou les procédés à minima, dits « minimal processing ». Depuis quelques années, je me suis impliquée dans des projets revendiquant cette approche afin d'en apprendre davantage à ce propos. Je propose d'illustrer ici deux exemples, dont un projet finalisé (STABFRUIT) et un projet en cours (Germinoléo).

- ☑ Le [projet STABFRUIT](#) nous a donné l'opportunité de faire l'acquisition d'un appareil d'homogénéisation haute pression ou HPH (jusqu'à 2 000 bars) à l'échelle laboratoire (volume de l'ordre de 100 mL). Nous l'avons mis à contribution afin de créer des gels faibles au sein de jus et purées de fruits, dans l'objectif de les stabiliser contre la sédimentation. L'enjeu était de ne pas ajouter d'additif de type agent viscosifiant, gélifiant ou masquant (composés dits « cloudifier »). Une première étude réalisée avec la start-up NossaFruits! a démontré le potentiel des traitements (thermo-)mécaniques pour l'amélioration de la stabilité gravitationnelle de jus de fruits à base d'açaï. Les gels faibles obtenus par traitements physiques représentent donc un intérêt stratégique car reposant exclusivement sur les particules végétales, et plus particulièrement leur fraction insoluble, comme l'ont démontré plusieurs travaux de thèse au sein de notre UMR (thèses L. Espinosa, C. Leverrier). Le projet STABFRUIT a bénéficié de l'accord cadre déjà en place entre Pernod Ricard et INRAE. Nous l'avons construit sous la forme d'un post-doctorat de 18 mois, dont j'ai assuré la co-supervision avec C. Leverrier et G. Cuvelier. Les résultats du projet sont toujours confidentiels, mais ont été étayés par 2 projets d'ingénieur 3A CDP ainsi que 2 stages de M1, suivis d'un stage M2 que nous avons supervisé en 2021 avec C. Leverrier. Au cours du projet STABFRUIT, nous avons évalué près de 40 sources différentes de fruits et légumes. Nous avons proposé diverses classifications : botanique bien sûr mais aussi physico-chimique (basée sur la composition issue de la littérature et/ou de pré-tests réalisées en laboratoire). Ceux-ci nous ont notamment

permis, à travers le criblage de 12 sources, de constituer des groupes de fruits plus ou moins sensibles au traitement par HPH (Figure 13).

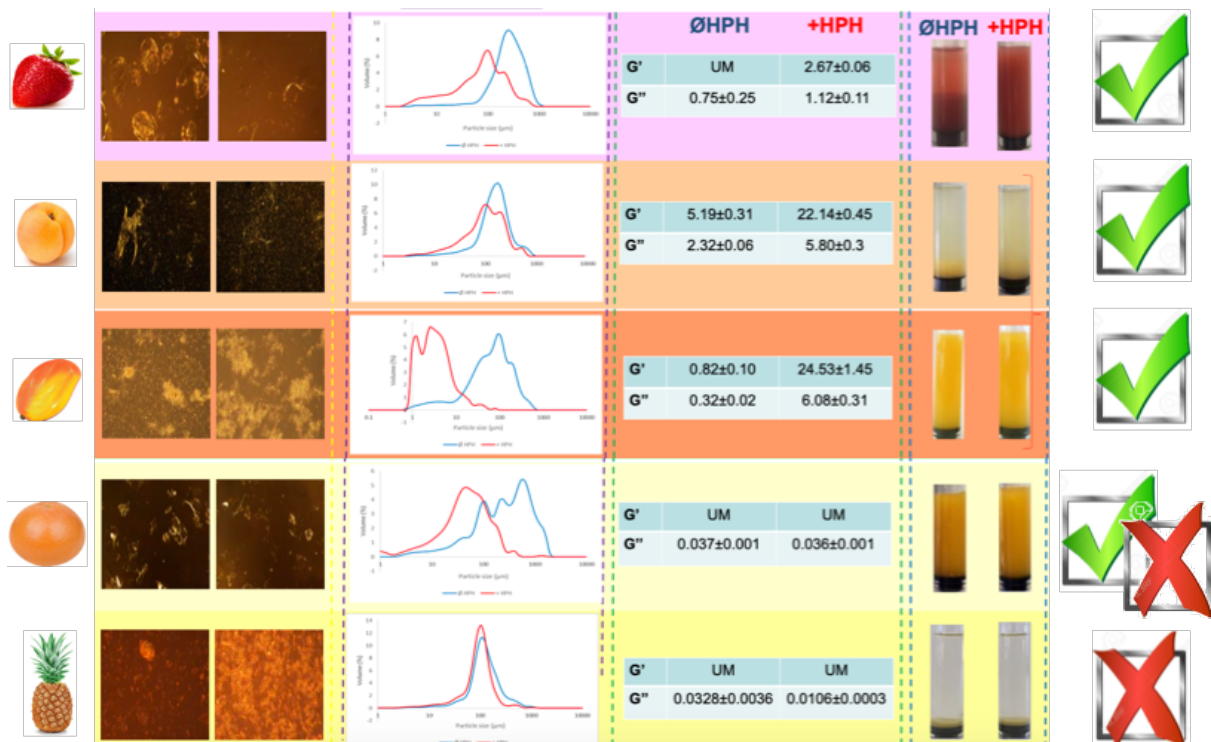


Figure 13 : Succès ou échec de création de gels faibles structurant des jus de fruits de différentes sources : fraise, abricot, mangue, pamplemousse et ananas (de haut en bas). En colonne : observations microscopiques ; profil de distribution granulométrique ; mesures des propriétés rhéologiques dynamiques ; observation visuelle des tubes suivis en cinétique au Turbiscan® avec à gauche le standard sans traitement (aussi en bleu) et à droite le produit traité par HPH (aussi en rouge). D'après Sadkaoui et al., congrès EFFoST 2017.

L'impact de l'HPH est très différent selon le type de fruit utilisé, notamment car la quantité d'insolubles est très variable d'une source à l'autre. Notre hypothèse principale dans le projet en dépendait, puisque nous avons postulé qu'une teneur minimale en insoluble serait nécessaire pour que le traitement mécanique puisse créer un réseau de type gel faible, capable de stabiliser les suspensions végétales contre la sédimentation. Ainsi, les jus de fruits à base de mangue, abricot ou fraise sont facilement fonctionnalisés par l'HPH. La taille des particules décroît, plus ou moins fortement, et un module élastique plus ou moins fort (de 2 à 25 Pa) apparaît après traitement. D'autres fruits comme le pamplemousse par exemple, sont en apparence tout aussi sensible à l'HPH en termes de diminution de taille des particules. Néanmoins, aucun réseau n'est créé, ce qui ne permet pas de stabiliser les jus dans le temps. Enfin, la troisième famille est constituée de fruits comme l'ananas, insensibles au traitement mécanique, en termes de réduction de taille de particules comme de création d'un réseau. Ce cas extrême est aussi le plus rare. Nous cherchons toujours à l'heure actuelle à expliciter cette résistance au traitement, étant donné les hauts niveaux de cisaillement qui sont appliqués. Les cellules végétales sont peut-être constituées d'une paroi plus structurée, ou elles seraient peut-être très flexibles, donc capables de résister à de hauts cisaillements sans se casser. Le projet STABFRUIT nous a également permis de réutiliser la stratégie de plan d'expérience pour 4 sources différentes, nous donnant accès aux modèles prédictifs de la texture et stabilité des boissons formulées à base de ces fruits. Ces résultats sont encore confidentiels mais ont fait l'objet d'une présentation plénière auprès du Groupe de Travail innovation au sein de l'entreprise (Dublin, 2018).

Nous n'avons pas (encore) pu généraliser notre approche en nous ramenant à un niveau d'énergie mécanique appliquée selon la typologie de procédé, ce qui serait extrêmement intéressant. De plus, si nous mesurons l'impact de l'HPH en comparant le produit en entrée et celui en sortie, nous n'avons pas postulé de mécanismes d'action des hauts niveaux de cisaillement subis lors de cette opération par les cellules végétales. Le projet de thèse Cifre avec le CNIEL actuellement soumis à l'ANRT devrait nous permettre de creuser le mécanisme d'action sur des systèmes dispersés laitiers. Peut-être pourrions-nous combiner les connaissances acquises avec celles issues de STABFRUIT pour obtenir une meilleure compréhension globale des mécanismes sous-jacents.

- ☑ Le [projet Germinoléo](#) a été sélectionné par la Direction de la Recherche et de la Valorisation (DRV) d'AgroParisTech pour un financement de 2 ans, comme projet transdisciplinaire. Il regroupe des chercheurs et enseignants chercheurs INRAE et AgroParisTech, d'expertises variées : biologie végétale, génie des procédés ou encore physicochimie. Notre objectif est de déterminer la faisabilité de fabriquer des émulsions sèches conservant la structuration native de l'huile dans les graines de cameline. Cette « émulsion naturelle » devra donc conserver la structure et l'intégrité des corps lipidiques, ou oéosomes. Mon rôle au sein du projet est de parvenir à caractériser la structure des oléosomes depuis les premiers stades de la transformation de la matière première, soit dans les graines en cours puis en fin de germination, au cours du broyage doux puis à l'issue de la lyophilisation, dont l'objectif est de retirer l'eau libre restante pour l'obtention *in fine* d'émulsions sèches. J'ai d'ores et déjà co-encadré un premier projet ingénieur 3A CDP avec la Pr. M.N. Maillard, ce qui nous a permis d'étudier les protocoles de caractérisation de la morphologie des oléosomes et de leurs propriétés anti-oxydantes. Un projet 3A ingénieur de la dominante Génie des Procédés (GPP) mené d'Octobre 2020 à Février 2021 a permis de mieux maîtriser le procédé d'ultrasons nécessaire à la séparation des graines et de leur mucilage. Le stage M2 d'A. Garcia Munoz qui s'est terminé en Juillet 2021 nous a également permis de creuser les mécanismes de stabilisation chimique (oxydation) et physique (coalescence et crémage) au sein d'émulsions stabilisées par des oéosomes, en comparaison à des émulsions de référence (stabilisées par de la lécithine, des protéines sériques ou les deux en mélange). Les résultats sont actuellement à l'étude et devraient faire l'objet d'une publication en 2022.

Ce projet me donne l'opportunité de découvrir toute une chaîne de valeur, depuis la germination de graines jusqu'à la formulation d'émulsions en passant par un procédé de transformation de type « minimal processing ». Il s'agit à nouveau de matières premières végétales, cette fois de type graines oléagineuses. Le potentiel des oléosomes peu transformés que nous souhaitons obtenir en tant qu'ingrédients pour la formulation d'aliments ou de bioproduits est très intéressant. J'espère être en mesure d'accroître mes connaissances en termes d'organisation interfaciale, mais aussi au-delà de mon cœur de recherche, vers d'autres disciplines (réactivité chimique, génie des procédés, biologie végétale).

4) Bilan : activités d'enseignement

4.1) Implication dans les enseignements d'AgroParisTech

Mes activités d'enseignement se déroulent au sein de l'Institut National des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech). Celui-ci est divisé en 5

départements de formation et de recherche, dont « Sciences et Procédés des Aliments et Bioproduits » (SPAB), au sein duquel je réalise mes activités d'enseignement, auprès d'étudiants ingénieurs et masters. Nos activités sont centrées sur la transformation d'agro-ressources en produits alimentaires et bioproduits, afin d'en maîtriser la qualité dans toutes ses dimensions, en lien aux usages et aux consommateurs. Au sein de SPAB, je participe à la thématique plus spécifique de [structuration multi-échelle des aliments et bioproduits](#) en menant des enseignements autour des interactions dans les systèmes dispersés, des matières premières aux produits finis. Je présente notamment des méthodes de caractérisation physicochimiques des systèmes dispersés, ou encore la démarche de formulation raisonnée. Mon service d'enseignements en physico-chimie et sciences des matériaux alimentaires est compris selon les années entre 180 et 256h ETD depuis 2015-2016 (Figure 14), les années 2017 et 2020 correspondant à mes deux congés maternité.

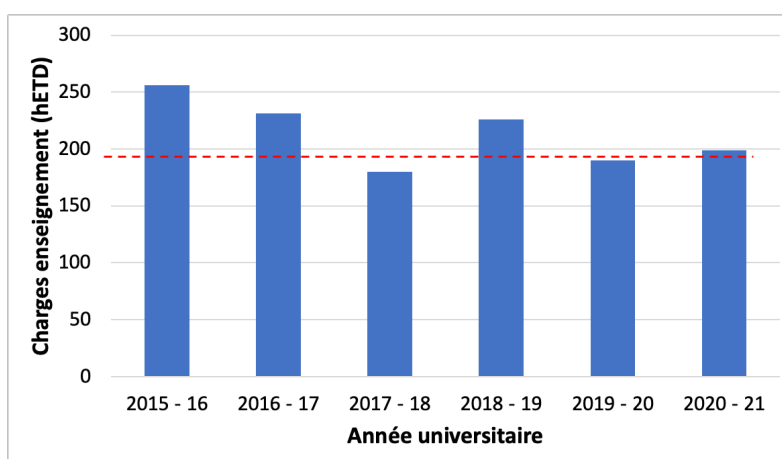


Figure 14 : Synthèse des charges d'enseignement réalisées au sein d'AgroParisTech depuis 2015-2016

Je m'adresse majoritairement à un public de niveau 2ème et 3ème année du cursus d'Ingénieur AgroParisTech, mais aussi M1 et M2 au sein de Masters Université Paris Saclay portés par l'établissement. La grande majorité des enseignements que je dispense est effectuée sous forme de TD/TP et de travaux de groupes de projets. Une part significative de mes interventions se déroule en anglais (Master Erasmus+ Food Innovation and Product Design, dit FIPDes). Je [coordonne 6 Unités d'Enseignement](#) (UE), et m'attache à renouveler mes supports d'enseignement en créant régulièrement de nouveaux contenus. Pour cela, j'utilise la pédagogie inversée, les enseignements à choix, et dans le cas des enseignements sous forme de travaux pratiques, je privilégie une exploration en autonomie par les étudiants qui les amène à remonter jusqu'aux mécanismes de structuration des produits étudiés, en essayant de leur donner très peu de consignes.

4.2) Réflexion sur l'interface recherche & enseignement

Ces dernières années m'ont permis de m'aguerrir en responsabilité d'unités d'enseignements, de développer des formes pédagogiques variées au-delà du montage de cours magistraux, d'où un renouvellement régulier. Le [lien aux applications industrielles est fort](#), à travers le tutorat conjuguant partenaires académiques et industriels, mais aussi via le choix des objets d'étude, qui sont souvent des produits industriels ou des modèles les plus réalistes possibles. Nous pouvons ainsi illustrer directement des itinéraires technologiques reliant amont et aval, tout en gardant une vision mécanistique sur les problématiques soumises aux étudiants. Pour finir, je me suis régulièrement investie depuis 2014 dans de la [formation continue](#) en assurant une intervention sur la structuration des sauces à la demande de Sayens (anciennement Wellience). Réalisée une fois par an à Dijon, cette formation regroupe des ingénieurs et membres de départements R&D d'entreprises de

tailles variées. Nous sommes actuellement en train de construire une formation d'une journée pour Natureux (by Givaudan) pour Avril 2022.

Enfin, je m'emploie à tisser dès que possible des liens étroits entre mes activités d'enseignement et de recherche. J'ai déjà démontré précédemment ma forte implication dans les formes pédagogiques de type projets (1A, 2A, 3A, MI ou M2), qui me permettent de questionner la structuration d'interfaces complexes, pour la formulation de produits innovants. Le renouvellement permanent des objets de recherche, via les partenariats industriels, notamment avec de petites structures très flexibles, est un véritable atout.

Pour résumer, je m'investis particulièrement dans la pédagogie par projet, en utilisant une approche de type science des matériaux appliquée tant aux aliments qu'aux bioproduits. J'ai le souhait de continuer à m'adresser à des publics étudiants variés (ingénieurs, masters, francophones ou anglophones) en mettant l'accent sur les parcours personnalisés. En perspectives, je vais prochainement (2022) prendre la [codirection d'une nouvelle dominante de 3ème année](#) (validation en CE en Août 2020), intitulée Cosm'Ethique. Basée à Orléans, elle représente l'aboutissement de 2 ans de construction d'une chaire d'enseignement et de recherche avec la métropole d'Orléans. Avec un groupe d'enseignants chercheurs issus de plusieurs départements de l'établissement, nous avons proposé un ruban pédagogique comprenant des UEs de 2ème année ainsi que la création de la nouvelle dominante de 3A. A moyen terme, le regroupement de tous les sites franciliens d'AgroParisTech sur le site unique de Saclay va entraîner de nombreuses mutations et opportunités en enseignement comme en recherche. Nous travaillons aujourd'hui à préparer au mieux le déménagement de nos sites, tout en assurant la continuité pédagogique pour nos étudiants.

5) Autres activités en lien à la recherche

En sus de mes activités de recherche et d'enseignement, je suis impliquée au sein de l'établissement dans plusieurs groupes institutionnels. Depuis 2018-2019, je siége au Conseil des Enseignants d'AgroParisTech, comme suppléante en binôme avec une autre collègue jeune chercheuse du département. Auparavant, j'avais été élue en 2015-2016 comme représentante des maîtres de conférences au sein du Conseil de Département SPAB, pour un mandat de 4 ans.

Dans la démarche de fusion des UMRs GENIAL et GMPA, j'ai co-animé des groupes de travail autour de la structuration/déstructuration des aliments et bioproduits, visant à construire, de tables rondes en ateliers, les futures équipes qui composent aujourd'hui l'UMR SayFood.

Hors de l'établissement, j'ai déjà abordé mon implication dans le réseau EFFoST, très important à mes yeux, car je crois essentiel de continuer à entretenir la présence d'AgroParisTech en son sein, dans la lignée de la forte visibilité qui a été la nôtre, notamment au sein du conseil scientifique. Plusieurs chercheurs liés à l'EFFoST se sont positionnés comme mentors à mon égard, et poursuivent encore en ce sens aujourd'hui. Mon objectif est de fédérer un groupe de jeunes chercheuses et jeunes chercheurs qui seraient intéressés à l'idée de construire à l'avenir des projets communs (actions COST, bourses Maria Sklodovska, projets européens, etc). J'aimerais aussi saisir les opportunités liées à l'EFFoST pour faire rayonner davantage nos doctorantes et doctorants à l'international (Student of the year award, PhD student of the year award, GNT award etc).

6) Projet scientifique

6.1) Contexte & enjeux

Sur la base des précédents éléments, mon projet de recherche a pour logique l'étude multi-échelle des aliments et bioproduits, avec un focus l'échelle interfaciale. En termes d'objets, je m'intéresse à l'étude des ingrédients végétaux, en interrogeant le niveau de pureté réellement nécessaire pour les rendre « fonctionnels ». Parmi les enjeux d'intérêt, plusieurs questions se posent, notamment le niveau de complexité (ingrédients plus ou moins purifiés, systèmes modèles ou réalistes...). En effet, les aliments et autres bioproduits sont la résultante d'interactions entre divers composants eux-mêmes issus des ingrédients, transformés par diverses opérations de procédé, le tout en constante évolution entre la fabrication et la consommation/l'usage. « La structure » doit donc se concevoir aux différentes échelles (de (macro)moléculaire à macroscopique) et en évolution permanente depuis l'assemblage initial des ingrédients (Figure 15).

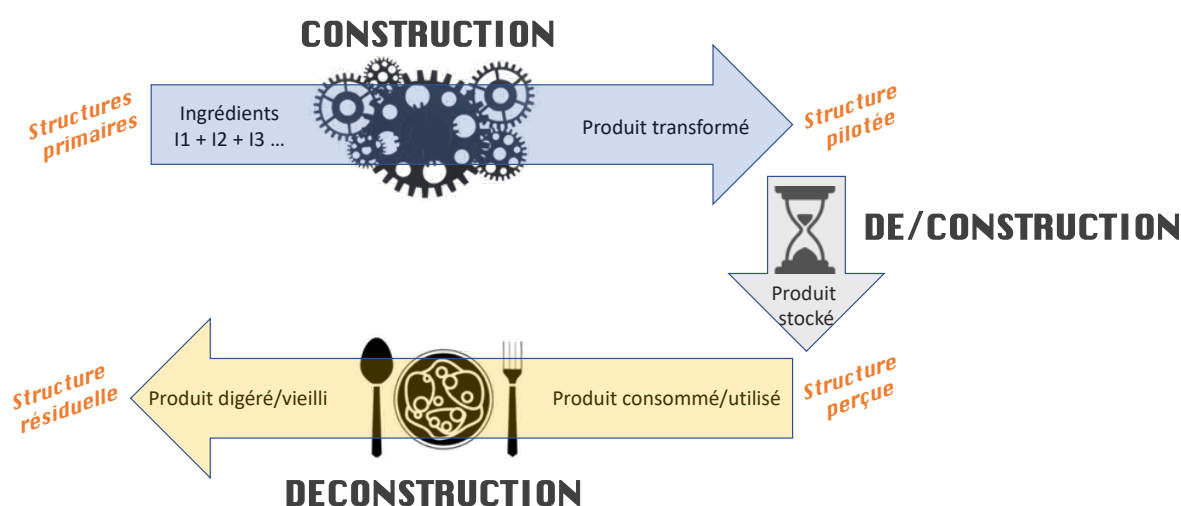


Figure 15 : Réflexions sur la "structuration d'un aliment ou autre bioproduit" de l'assemblage des constituants jusqu'à la déconstruction lors de l'usage. Librement modifié à partir des travaux de J.M. Aguilera.

Les ingrédients possèdent une structure primaire, native ou déjà résultante d'une première transformation de matière(s) première(s). Ils entrent ensuite dans un assemblage assuré par des traitements thermomécaniques plus ou moins nombreux, simultanés ou successifs lors de la fabrication du produit fini. Est alors obtenue une structure souhaitée en sortie de production, idéalement conforme aux spécifications attendues par le cahier des charges. Je l'ai appelée « structure pilotée » en Figure 15. Par la suite, le transport/stockage jusqu'à la consommation ou l'usage peut générer à son tour des transformations de l'ordre de la construction ou de la déconstruction de la structure, puisque la plupart des réactions biochimiques et microbiologiques sont de nature cinétique. Le produit entre ensuite dans une phase de déconstruction lors de mis en bouche ou application sur la surface souhaitée. Sa structure est alors perçue par le consommateur : elle est déconstruite par des actions de nature à nouveau thermomécanique (cisaillement, dilution, séchage etc). Une fois dégluti ou appliqué, le produit est finalement digéré ou vieilli et subira de nouvelles déconstructions jusqu'à atteindre sa structure finale, ou structure résiduelle, selon le schéma proposé en Figure 15.

En conséquence je m'attache à mettre en œuvre une étude ancrée dans les sciences des matériaux, appliquées aux aliments et bioproduits. Elle consiste à déterminer les éléments structurants et les échelles associées, afin de mettre particulièrement en exergue les interactions entre ces « briques élémentaires » et leur rôle dans les mécanismes de structuration et de stabilisation des systèmes dispersés.

6.2) Examen de l'état de l'art : verrous & débats

La littérature est très riche en ce qui concerne l'étude des émulsions, car elles sont des vecteurs d'innovation et permettent d'obtenir de vastes gammes de texture, propriétés optiques, de réactivité et de perceptions sensorielles. Il serait vain de vouloir rendre compte de l'intégralité de ces travaux, je m'attacherai donc à retranscrire les connaissances qui me paraissent clefs vis-à-vis de mon projet de recherche. Comme tout système dispersé, les propriétés d'une émulsion dépendent de ses constituants principaux. Les éléments structurants d'une émulsion sont les deux liquides en présence (très souvent l'huile et l'eau), constituant la phase dispersée (en jaune) et continue (en bleu), ainsi que l'interface, définie par les espèces capables de s'y adsorber, soient les tensioactifs, les protéines et autres polymères et les particules solides (Figure 16).

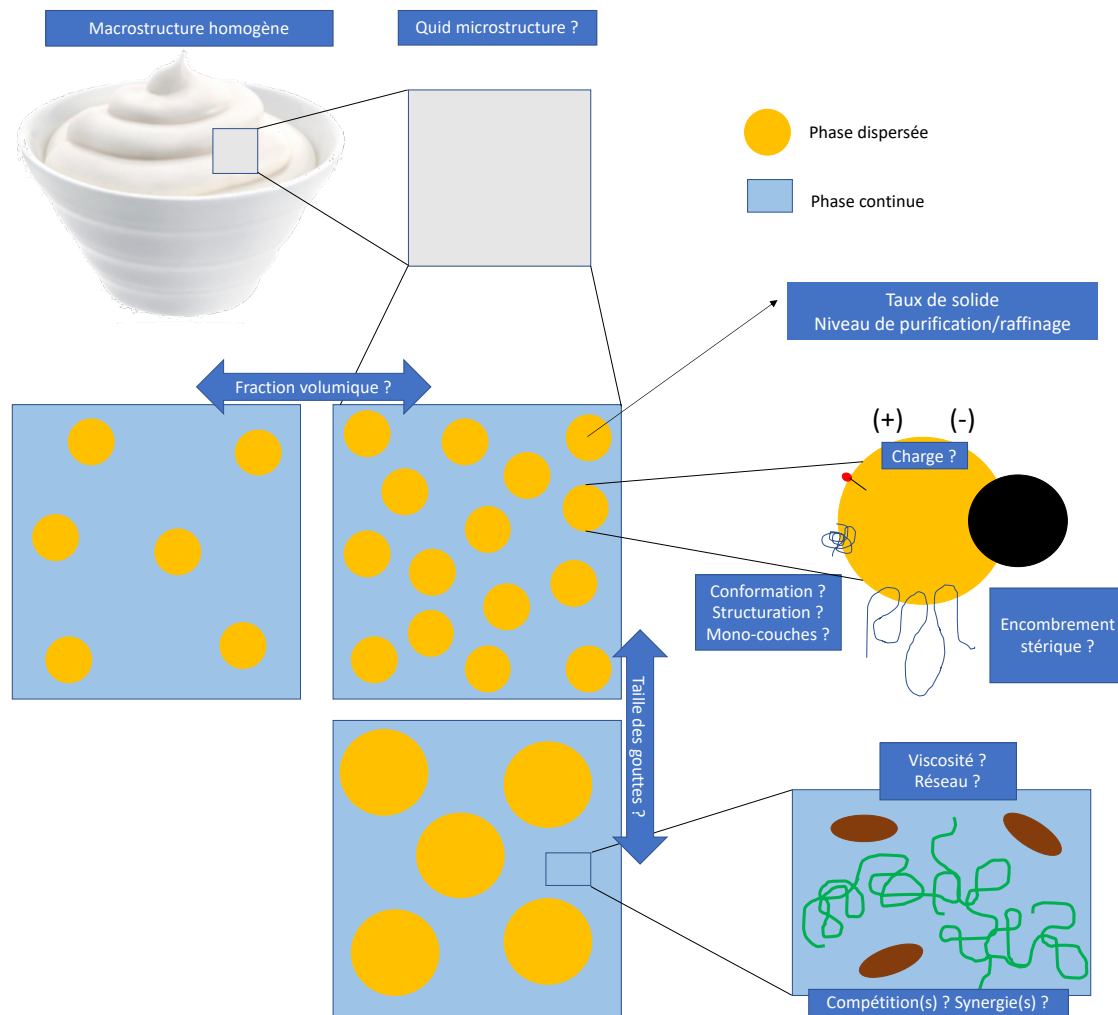


Figure 16 : représentation schématique des éléments structurants d'une émulsion aux différentes échelles : macro - de l'émulsion en apparence homogène, micro - les gouttelettes (jaune) dans la phase continue (bleue), méso à nano - éléments adsorbés à l'interface ou dispersés en phase continue : particules (noir ou marron), polymères (vert), protéines (bleu foncé), tensioactif (rouge et noir). Positionnement des principaux mécanismes de structuration de l'émulsion (encarts bleus)

Cette mise en forme permet de mettre en exergue la nécessité de l'étude multiéchelle des émulsions afin de prendre en compte les divers leviers influençant leurs propriétés fonctionnelles. Il est essentiel de considérer les propriétés individuelles des éléments structurants mais aussi d'identifier les [interactions mises en jeu, en particulier à l'interface \(compétitions et/ou synergies\)](#). Cette stratégie est déjà un parti pris vis à vis de la littérature où une partie des auteurs s'intéressent davantage aux propriétés de systèmes stabilisés par une seule espèce amphiphile, au sein de systèmes simplifiés mais maîtrisés. Il s'agit le plus souvent d'un composé de type tensioactif ou protéique, plus récemment de particules solides purifiées (McClements, 2012). Certaines études s'intéressent désormais à des conditions plus réalistes d'environnement et de procédé. Néanmoins, les systèmes réels ou du moins réalistes (au-delà des solutions d'un ou plusieurs composé(s) aux propriétés surface-actives) restent encore rarement étudiés dans la littérature. Le niveau de complexité de la matrice étudiée est donc un premier enjeu.

Un deuxième défi en termes de recherche sur les émulsions est de relier les variables fondamentales (telles que l'aire interfaciale, le temps de latence, le coefficient de diffusion apparent etc...) aux paramètres plus pratiques qui font l'objet des cahiers des charges industriels (telles que la viscosité, la « stabilité », la couleur etc...). J'ai choisi de me concentrer pour la suite du manuscrit sur les travaux axés autour des protéines et des particules solides, car plus directement en lien avec mes présentes activités de recherche. De fait, si j'ai déjà étudié des tensioactifs comme les phospholipides ou les saponines, ces activités restent plus marginales que celles menées sur les deux autres grandes familles de composés surface-actifs. Pour illustrer les recherches autour des propriétés interfaciales des protéines et des particules solides, j'ai pris le parti de synthétiser les travaux sous forme de tableaux. Le premier est construit sur la base des mots clés suivants : « protein » et « food », associés à « interface », « emulsion » et « emulsifying properties ». J'ai réalisé plusieurs classifications et finalement choisi de centrer la discussion autour des très nombreux articles de revue recensant les avancées des recherches sur les protéines à l'interface. Sans vocation à être exhaustive, j'en propose un aperçu axé sur les 20 dernières années. Outre la démonstration d'un intérêt toujours renouvelé pour l'étude des protéines comme agents émulsifiants, cet état des lieux m'a permis de mettre en exergue plusieurs éléments :

- **Les typologies de protéines.** Les protéines de lait sont sans surprise les plus étudiées pour les applications alimentaires. Mais d'autres sources protéiques font désormais l'objet de plusieurs revues. Les protéines végétales notamment sont de plus en plus étudiées, de par la demande croissante pour identifier des alternatives aux protéines animales. Sont également identifiées les hydrophobines issues de champignons filamenteux, ainsi que les protéines d'insecte, bien que beaucoup plus récemment. Pour ce qui est des protéines animales, le principal verrou à leur étude et future utilisation reste leur impact environnemental, souvent élevé au regard d'alternatives comme les protéines végétales (potentiellement protéines d'insectes). Elles sont bien caractérisées, et les études ont pu aller plus loin au regard de la compréhension des mécanismes de structuration aux interfaces (cas 1) jusqu'à l'évaluation de l'impact de divers procédés et conditions environnementales (cas 2 et 3) sur les protéines et les émulsions résultantes. De fait, le transfert technologique et leur utilisation à l'échelle industrielle s'en trouvent largement facilités. Pour ce qui est des « nouvelles sources de protéines », comprenant notamment les légumineuses, algues et insectes, l'état de l'art n'est pas aussi avancé. Parmi les verrous identifiés, les aspects sanitaires notamment les allergies, mais aussi les « off-notes » ou « off-flavors », la variabilité des matières premières, les filières encore non existantes ou optimisées, les procédés

non adaptés ou optimisés... Plusieurs auteurs soulignent ainsi la nécessité d'aller plus loin pour mieux comprendre les structures interfaciales qui sont formées, les avantages de ces nouveaux composés au regard des protéines animales, et mettent en garde sur le transfert industriel. Les protéines de pois par exemple, subiraient lors du scale-up entre isolats produits en laboratoire ou à l'échelle industrielle, des dommages les rendant moins fonctionnelles (Burger & Zhang, 2019).

- **Les approches scientifiques.** Trois niveaux apparaissent clairement à la lecture des articles « spécifiques » comme des revues : 1) le plan théorique à l'échelle moléculaire, traitant de la conformation des protéines, de la structure du film interfacial et de son évolution en fonction de divers paramètres ; 2) les propriétés fonctionnelles des protéines au sens large, couvrant tant le pouvoir émulsifiant que moussant, mais aussi gélifiant ou encore leur solubilité ; 3) l'évaluation et l'évolution de la stabilité d'émulsions stabilisées par des protéines, en fonction de différents stress d'ordre thermomécanique ou des paramètres physicochimiques mis en jeu. Les trois niveaux proposés dans cette analyse sont reportés dans la première colonne du Tableau 4.

Tableau 4 : Synthèse bibliographique des articles de revue sur les études des protéines aux interfaces au sein d'émulsions alimentaires depuis les années 2000 (les numéros 1 ; 2 ; 3 correspondent aux 3 approches explicitées dans le texte)

	Objectif	Système dispersé	Type de protéines	Référence
1	Propriétés des protéines adsorbées aux interfaces fluides, focus sur adsorption et rhéologie interfaciale jusqu'à la modélisation	émulsions & mousses	protéines de lait	Dickinson, 1999
1	Couches interfaciales des protéines de lait et relations à la stabilité et la rhéologie des émulsions	émulsions	beta-caséines, beta-lactoglobuline etc	Dickinson, 2001
3	Propriétés des émulsions et gels à base de protéines de jaune d'œuf	émulsions	plasma (micelles de LDL, livétines) et granules (HDL et phosvitine)	Kiosseoglou, 2003
1	Etude de l'organisation du film interfacial et des mécanismes de déstabilisation colloïdale au sein d'émulsions stabilisées par des protéines	émulsions	protéines en général	van Aken et al., 2003
3	Influence de la composition du solvant et de stress environnementaux sur la stabilité d'émulsions à base de protéines	émulsions	protéines globulaires	McClements, 2004
2	Structure des hydrophobines et auto-assemblages aux interfaces. Identification de leurs propriétés d'intérêt	mousses	Hydrophobines	Linder, 2009
2	Effet des traitements thermiques sur les fonctionnalités des protéines de lait dans le bulk & à l'interface	émulsion	protéines de lait	Raikos, 2010
1	Rhéologie interfaciale des films protéiques depuis 2002	émulsions & mousses alimentaires	protéines, protéines+tensioactifs, protéines+polysaccharides	Murray, 2011
3	Fomation & stabilité des mousses et émulsions aérées. Exemple des hydrophobines. Examen de méthodes pour identifier de nouvelles molécules d'intérêt	émulsions aérées & mousses alimentaires	Hydrophobines	Green et al., 2013
3	Facteurs affectant la stabilité d'émulsions à base de protéines et leurs éventuels complexes avec des polysaccharides	émulsions	Protéines végétales et animales pour une application alimentaire	Lam & Nickerson, 2013
1	Conformations et repliements des protéines aux interfaces	émulsions & mousses	Alpha-lactalbumine, beta-lactoglobuline, beta-caséine, BSA, lysozyme, myoglobine...	Zhai et al., 2013
3	Etudes propriétés spécifiques des émulsions stabilisées par des protéines vis à vis de celles classiquement stabilisées par des émulsifiants	émulsions	Protéines en général	Hoffmann & Reger, 2014
2	Agrégation thermique des protéines végétales et l'utilisation des agrégats pour stabiliser émulsions et mousses	émulsions & mousses	Protéines végétales globulaires	Amagliani & Schmitt, 2017
3	Stabilité thermique des émulsions stabilisées par des protéines de lait	émulsions alimentaires	Protéines de lait (Nacasinates, micelles de caséines, protéines sériques, peptides (hydrolysats protéines de lait)	Liang et al., 2017
3	Etude du comportement des émulsions stabilisées par des protéines laitières globulaires et impact des conditions physiologiques (enzymes & sels biliaires)	émulsions	lactoferrine et beta-lactoglobuline	Singh & Sarkar, 2017
2	Etude comparative des propriétés fonctionnelles de protéines végétales (solubilité, solvatation, texture & surface-active)	émulsions & mousses	Protéines & peptides de quinoa, amaranth et chia	Lopez et al., 2018
2	Evaluation des progrès de l'utilisation des protéines de pois comme émulsifiants	émulsions	Protéines de pois	Burger & Zhang, 2019
2	Propriétés fonctionnelles des protéines d'insectes pour l'étude de leur positionnement comme source alternative de protéines. De la production à la consommation	émulsions & mousses	Protéines d'insectes	Gravel & Doyen; 2019
1	Etude de la construction de structures micro- et nano-architecturées via l'auto-assemblage de protéines pour des applications alimentaires	émulsions alimentaires	Protéines animales & végétales	Tomadoni et al., 2020

En termes de mécanismes, les auteurs identifient deux principaux facteurs d'impact : 1) les répulsions entre gouttelettes recouvertes de protéines qui pour un pH donné, portent la même charge apparente ; 2) l'élasticité de surface conférée lors des réorganisations suivant l'adsorption. Il faudrait ajouter un autre paramètre cinétique qu'est la vitesse de diffusion à l'interface, ainsi qu'un paramètre structurel qu'est l'encombrement stérique des interfaces (en lien aux réarrangements et à la viscoélasticité interfaciale précédemment évoqués). Bien sûr, ces mécanismes ne sont applicables que pour un ratio protéines/phase dispersée donné, qui est un prérequis à toute interprétation. S'il est trop faible, l'interface n'est alors pas suffisamment couverte, la surface interfaciale ne peut pas être maintenue correctement. De plus, des gouttelettes partagent alors des protéines, ce qui favorise les pontages, la floculation, voire la coalescence des gouttelettes : l'émulsion est instable. Au contraire, si le ratio est trop élevé, alors les protéines restant en phase continue vont davantage interagir entre elles, former des agrégats et/ou des réseaux, ce qui peut conduire à une stabilité renforcée ou au contraire à des déstabilisations.

Un intérêt tout particulier est apporté au second mécanisme : l'élasticité des films interfaciaux. Au plan théorique (cas 1), il est aujourd'hui admis dans la littérature qu'une dénaturation/des réarrangements (« unfolding », « denaturation », « conformational rearrangement ») ont lieu lorsque les protéines sont adsorbées aux interfaces. Une technique qui semble se détacher particulièrement est la rhéologie interfaciale, car elle permet d'aller jusqu'au postulat de modèles d'adsorption et de conformations protéiques à l'interface (Kotsmar et al., 2009 ; Maldonado-Valderrama et al., 2010 ; Noskov et al., 2007, 2009). Elle fait l'objet d'articles dédiés (Dickinson, 1999 ; Dimitrova & Leal-Calderon, 2004 ; Murray, 2011 ; Audebert et al., 2019). Ce point me paraît intéressant à souligner car cette méthodologie fait partie des analyses mises en œuvre au laboratoire pour l'étude des interfaces, sur lesquelles j'ai été formée. Nous constatons régulièrement que si la rhéologie interfaciale est connue et son intérêt reconnu, il reste néanmoins plus rare de voir des études proposant son utilisation à l'interface, en comparaison aux études rhéologiques dans le « bulk ». Cela reste donc à ce jour un élément de distinction intéressant quant au savoir-faire de l'équipe vis à vis de la littérature. Plusieurs modèles ont été proposés pour illustrer ces réarrangements protéiques à l'interface, notamment le « train-loop-tail » pour les protéines plus proches des chaînes étendues (caséines β_{SI} par exemple) et le « moten globule » pour les protéines plus condensées de type globulaire.

Au-delà de ces modèles interfaciaux, il est également à noter que les protéines globulaires sont aujourd'hui de plus en plus étudiées pour leur capacité à produire des agrégats, toujours dotés de propriétés émulsifiantes et/ou foisonnantes (Amagliani et al., 2017). Ces systèmes hybrides entre protéines et particules représentent un intérêt pour structurer les systèmes dispersés en fonctionnalisant, *in situ* ou au préalable, des protéines (comme les protéines laitières par exemple). Les sources les plus utilisées sont les protéines de lait (Gao et al., 2017 ; Zhu et al., 2017 ; Mantovani et al., 2018 ; Lv et al., 2020), de soja (Zhu et al., 2017 ; Benetti et al., 2019) et de pois (Jiao et al., 2018 ; Ning et al., 2020 ; Zhang et al., 2020).

VERROUS & DEBATS

Il est aujourd'hui reconnu qu'il existe au sein des films interfaciaux diverses hétérogénéités, au moins spatiales et rhéologiques. Pour les protéines, des corrélations ont été mises à jour avec les propriétés rhéologiques des protéines en bulk (Félix et al., 2020), notamment dans des systèmes gélifiés (comportement rhéologique non linéaire). La littérature admet communément qu'une forte élasticité interfaciale est un facteur positif pour la stabilité des émulsions stabilisées par des protéines. Néanmoins, certains auteurs démontrent aujourd'hui que ce n'est pas toujours le cas. Ainsi, il y a toujours débat à l'heure actuelle

quant à ce qui doit être considéré ou pas comme une « forte » ou « faible » viscosité et élasticité interfaciale. Murray (2011) va même jusqu'à écrire que cela est « *a matter of context anyway* ». Autre verrou toujours présent : la difficile connexion entre les modèles de réarrangements à l'interface et les divers postulats théoriques obtenus dans des conditions réalistes vis à vis des procédés de transformation (cisaillement et température), en lien à la stabilité des systèmes (Murray, 2002). Enfin, un troisième verrou dans cette même perspective est l'absence d'études de systèmes réels/réalistes, donc complexes. Ce sont les systèmes modèles qui font loi. Ayant l'avantage d'être maîtrisés, avec une unique espèce comme focus (parfois en mélange avec un autre composé si tel est l'objectif de l'étude), ils permettent d'aller jusqu'à des hypothèses mécanistiques plus poussées. Cependant, ce paradigme sous-entend que les ingrédients dits « stabilisants, émulsifiants, foisonnants » etc se doivent d'être parfaitement purifiés, sans quoi ces études ne s'appliqueraient pas, ou mal. Or la formulation d'un aliment ou bioproduit ne fait que très rarement appel à un seul de ces ingrédients, et elle doit aussi être évaluée au regard des traitements thermomécaniques mis en jeu lors du procédé de fabrication. Une telle approche a fait ses preuves pour construire la connaissance des mécanismes sous-jacents à la stabilisation des systèmes dispersés. Le système modèle reste essentiel pour poursuivre dans cette voie. Cependant, il me semble que cela ne devrait pas être la seule stratégie : il y aurait beaucoup à gagner à la combiner avec une approche plus globale, prenant en compte des ingrédients non purifiés, qui réagiront donc très différemment aux procédés de transformation. Le recours à une stratégie de type complexité croissance de la formulation pourrait amener cette information complémentaire : attribution des impacts de chaque ingrédient à bon escient mais aussi prise en compte des interactions, entre ingrédients et/ou avec les opérations thermomécaniques essentielles.

Un autre point clef issu de l'analyse bibliographique est la source des composés surface-actifs étudiés. Notamment avec l'émergence des « nouvelles matières premières » utilisées dans les émulsions. Ayant bien conscience que ce terme pourrait être l'objet d'un long débat, je l'ai néanmoins choisi afin d'introduire une famille de composés qui se rattachent aux tendances actuelles. La transition vers des systèmes alimentaires plus durables se décline tant au niveau des produits finis que des ingrédients. Au-delà des protéines végétales (légumineuses, algues), issues de fermentation ou d'insectes, d'autres ingrédients dits stabilisants sont également étudiés, notamment des polysaccharides, des amidons ou des fibres, tous issus de végétaux. Les coproduits de plusieurs industries (notamment IAA), comme la cellulose et la chitine, font également l'objet de nombreux travaux. Cependant il est à noter qu'il s'agit très majoritairement d'étudier leur valorisation sous forme de fractions (nano- ou micro-cristaux, fibrilles etc). Cependant, l'intensité de la transformation et les solvants éventuellement utilisés, sont autant de composantes devant être discutées lorsque sont évalués de « nouveaux ingrédients ». Au-delà du sourcing, le choix de travailler sur des fractions plus ou moins purifiées sera donc déterminant. Plusieurs auteurs de la littérature ont mené cette réflexion, croisant la source de l'ingrédient et son niveau de transformation, comme le montre l'exemple suivant (Figure 17).

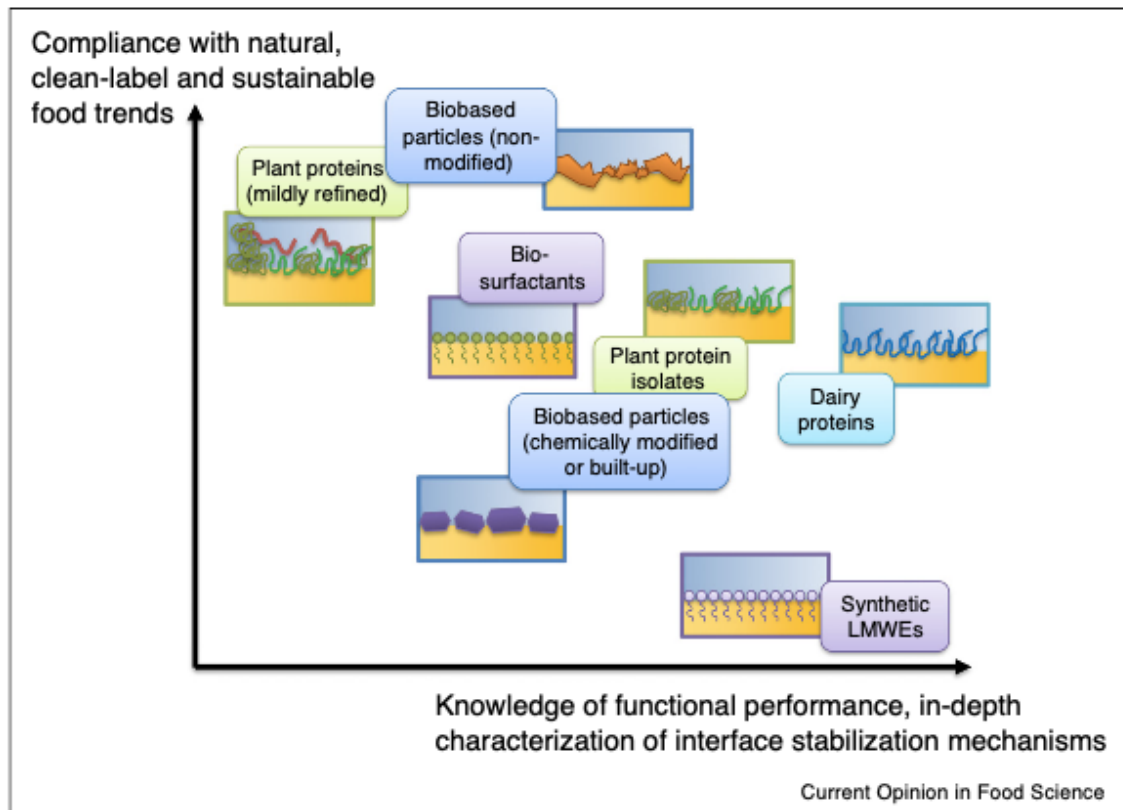


Figure 17 : Comparaison de différents émulsifiants alimentaires en fonction de leur fonctionnalité émulsifiante et leur comportement interfacial selon l'état de l'art (axe X) et leur durabilité potentielle en termes de réponses aux attentes de type clean-label (Berton-Carabin et al., 2019)

Cette cartographie positionne les trois différents composés aux propriétés interfaciales précédemment évoqués : petits tensioactifs (LMWE = Low Molecular Weight Emulsifiers), protéines et particules. Ils se distinguent grâce au code couleur et aux structures schématiques associées. Cette représentation montre bien que les systèmes les plus maîtrisés et les mieux étudiés sont aussi ceux ayant la moindre compatibilité avec les besoins actuels de durabilité et de clean-label. Au contraire, les biosurfactants, les particules biosourcées et surtout les protéines végétales sont, de l'avis des auteurs, les systèmes nécessitant le plus d'études. Une contribution intéressante à l'état de l'art serait ainsi d'étoffer les connaissances en termes de structure moléculaire et supramoléculaire, pour pouvoir ensuite faire le lien à la stabilité des émulsions, puis aux autres propriétés d'usage (perception sensorielle, digestibilité, intérêt nutritionnel, etc). Cependant, d'après la précédente étude bibliographique, les protéines végétales font d'ores et déjà l'objet de nombreux travaux. C'est le niveau de purification qui fait la différence, entre les isolats protéiques, mieux caractérisés, et les fractions moins purifiées, qui sont également bien moins étudiées. On retrouve donc la notion de fraction plus ou moins purifiée, avec un net besoin de renforcer l'état de l'art autour des fractions « mildly refined ».

La Figure 17 permet également d'introduire la famille des particules biosourcées. Celles-ci sont jugées plus ou moins adéquates en termes de durabilité selon qu'elles sont conservées natives ou au contraire modifiées chimiquement ou assemblées. Les émulsions stabilisées par des particules solides, ou émulsions de Pickering, sont bien connues dans la littérature via le recours à des particules inorganiques comme la silice par exemple. La recherche d'alternatives biosourcées fait l'objet de très nombreux travaux depuis 10 à 15 ans, voire d'un véritable « boom ». Rayner et al. (2014) ont noté une augmentation exponentielle du nombre d'articles scientifiques et de brevets autour des émulsions de Pickering depuis leur

découverte au début des années 1900 (Ramsden, 1903 ; Pickering, 1907). Ils ont relevé sur Scifinder plus de 5 500 publications contenant les mots clefs « Pickering emulsion » ou « particle stabilized emulsions » dont 346 avec en sus le terme « food » ou « cosmetic ». Cette tendance a été confirmée très récemment, sur la base des mots clefs « Pickering emulsions », « Pickering emulsions & food » et « Pickering emulsions & protein » (Yan et al., 2020).

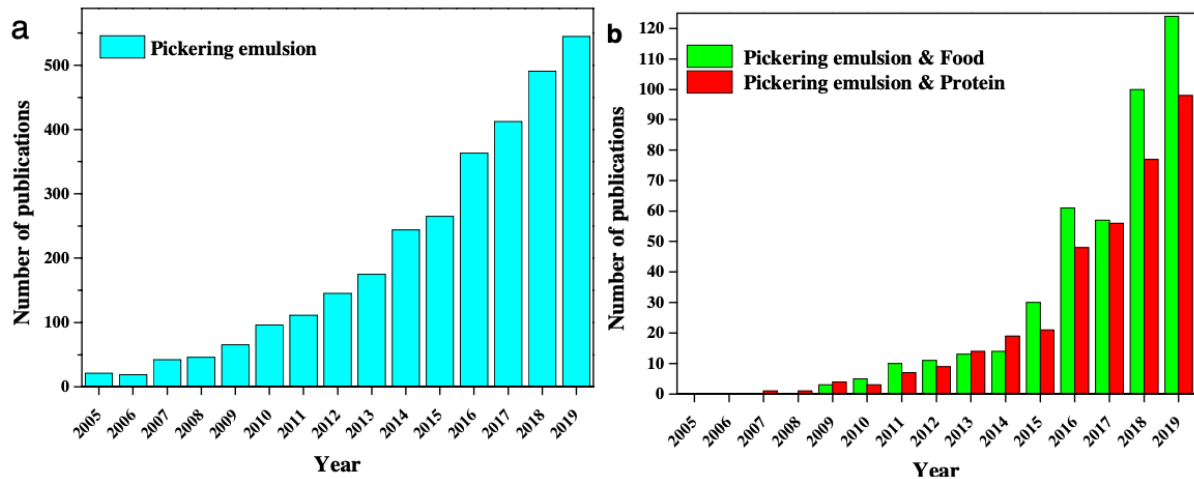


Figure 18 : Nombre de publications comportant les mots clefs "Pickering emulsions", "Pickering emulsions + food" et "Pickering emulsions + protein". Données obtenues depuis Web of Science en Avril 2020, d'après Yan et al., 2020

Cet intérêt et tel que certains auteurs parlent désormais de « neo-Pickering era » (Dickinson, 2020). Mais alors, une contribution supplémentaire dans ce domaine fait-elle encore sens ? D'autant que ces travaux de recherche sont très variés, les particules solides pouvant être de différentes tailles (notamment micro ou nano), natives ou modifiées (notamment rendues partiellement hydrophobes), amorphes ou cristallines etc. Même en resserrant le scope autour des particules organiques biosourcées, les particules solides testées pour leur capacité stabilisante sont légion : spores, bactéries, nano-cristaux de cellulose, amidon ou chitine, micro-cellulose, lignine, chitosane, particules obtenues par assemblage de protéines, granules d'amidons greffées etc. Ainsi, l'écrasante majorité des études menées dans la littérature a pour objet des particules certes biosourcées mais modifiées ou assemblées par la suite. C'est pour cette raison que j'ai trouvé intéressant la séparation des particules biosourcées dites « non modifiées » sur la cartographie de la Figure 17. D'autres auteurs font écho à cette distinction, comme Murray (2019), soulignant dans un récent article de revue : « challenges remain finding particles with no or acceptable chemical modification ». C'est ici que se situe l'originalité de mes travaux de recherche. Ainsi, j'ai choisi de poursuivre cet état de l'art en me focalisant uniquement sur des [particules organiques biosourcées issues de végétaux](#) (pas de mention des composés minéraux), [à l'échelle micro](#) (l'échelle nano est actuellement trop sujette à controverse pour des applications alimentaires) [et sans m'attarder sur les assemblages](#) (protéines, polymères, cristaux de matières grasses etc) qui nécessitent des manipulations supplémentaires pour obtenir les particules (gélification, polymérisation, précipitation, séparation...). La synthèse des travaux de recherche possédant toutes ces caractéristiques est présentée dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Etude des travaux de la littérature traitant des émulsions stabilisées par des microparticules végétales (Huc-Mathis et al., 2021)

Particles	Modifications	Oil phase	Particles load	Emuls. vol.	Emulsification	Drop. size (µm)	Storage	Reference
Starch (rice, potato, wheat)	Precipitation, fractionation and OSA (potato) // heating (other sources)	50% vol (corn & anisole oil)	5 %wt	4 mL	Vortex mixer 1 min	130 - 300	24 hours	Chen et al., 2019
Cocoa	Defatting	10 - 50%wt (sunflower)	0.5 - 12 %wt	20g	Turrax, US, microfluidization pressure	5	30 days	Joseph et al., 2018
Amorphous cellulose	Phosphoric acid, centrifugation, cleaning	20% (dodecane)	0.07 - 1.11 % w/v	20mL	Dispersion 10,000 rpm 3 min	20 - 30	7 days	Jia et al., 2015
Starch (rice, maize, potato, wheat)	Native	50% (paraffin)	15%wt	14mL	Dispersion 10,000 rpm 4 min	> 190	2 months	Li et al., 2013
Starch (rice, maize, potato, wheat)	OSA & spherulites	30% (orange oil)	3% w/v	?	Dispersion 20,000 rpm 2 min	14 - 35	30 days	Li et al., 2019
Maize starch	Milling (MiniSeries machine) for 25h	30, 40 or 50% vol (soy bean oil)	2.4 ; 7.2 or 10%wt	?	Turrax (13,000 rpm; 3 min)	10 - 900	24 hours	Lu et al., 2018a
SigmaCell cellulose Type 20	Milling (MiniSeries machine) for 15h	30 or 60% vol (MCT oil)	0.2 - 3.7 %	?	Turrax (10,000 rpm; 3 min)	40 - 70	24 hours & 1 month	Lu et al., 2018b
Quinoa starch	on of granules from quinoa	27 - 84% (mygliol, paraffin & peanut)	39 - 214 mg/g oil	14mL	Vortex	15 - 74	2 months	Marku et al., 2012
Starch (sourcing?)	OSA	60 - 81,5% (paraffin, Tegosoft)	7.1 - 25% w/v	?	Turrax (9,600 - 22,000 rpm, 20 - 300 s)	80 - 140	3 months	Marto et al., 2015
Starch (quinoa, maize, oat)	OSA	5% MCT oil (mygliol 812)	200 - 1769 mg/ g oil	7 mL	Vortex 10 s + high-shear 22,000 rpm 1, 3 or 5 min	10 - 80	no storage	Saari et al., 2019
Quinoa starch	Extraction of granules from quinoa + OSA	7 ou 10% (paraffine, MCT)	214 - 600 mg/mL oil	3mL	Dispersion 22,000 rpm 30s	30 - 45	2 months	Sjoo et al., 2015
Rice starch	OSA	16 - 75% (soy bean oil)	50 - 247 mg/mL oil	100 - 200 mL	Dispersion 11,000 rpm 2min	6 - 40	35 days	Song et al., 2015
Quinoa starch	Extraction of granules from quinoa + OSA	12.5 - 33.3%	12 - 1200 mg/mL oil	7mL	Dispersion 22,000 rpm 30s	20 - 65	1 day	Timgren et al., 2011
Starch (various sources)	OSA or hydrophobic modification	20% (tetradecane)	1 - 3%wt	?	HPH 300 bar	0.8 - 13	?	Yusoff&Murray, 2011

Cette étude met en exergue que la grande gagnante des particules biosourcées étudiées pour stabiliser des émulsions alimentaires est aujourd'hui l'amidon. Issu de différentes sources botaniques (riz, quinoa, amarante, maïs, avoine, blé...), les amidons sont très largement mis en œuvre sous une forme chimiquement modifiée par greffage d'un groupement hydrophobe induisant la fonctionnalisation dite Octenyl Succinate Amidon (OSA). Seuls 3 auteurs ont étudié des particules natives ou obtenues par des seuls traitements (thermo-)mécaniques. Il faut aussi noter qu'une seule étude fait mention d'émulsions de volume supérieur à quelques dizaines de mL, la notion de changement d'échelle n'est de fait, presque jamais abordée. Ces différents points clés sont représentés en gris sur le Tableau 5.

VERROUS & DEBATS

Plusieurs verrous à la généralisation des ingrédients végétaux sont aujourd'hui identifiés dans la littérature : sécurité chimique (dérivés de pesticides, métaux lourds...), microbiologique et autres allergies potentielles ; aspects sensoriels, notamment le profil aromatique (notes vertes considérées comme « off-note »), la question des filières à construire et du changement d'échelle pas toujours bien anticipé etc. Les protéines végétales font aujourd'hui l'objet de nombreux travaux, tout comme les alternatives aux tensioactifs « classiques » (de synthèse), notamment leur remplacement par des particules solides. Dans tous les cas, la question du niveau de pureté des ingrédients est cependant peu abordée. De même, les travaux de recherche sont souvent loin du niveau de complexité et de produits finis et il est rarement fait mention d'un potentiel scale-up. La démonstration de preuves de concept industrielles incluant la prise en compte du changement d'échelle et des modèles prédictifs allant au-delà de la dépendance au système étudié seraient de vrais plus. Pour finir, il me semble également essentiel de préciser que la dénomination « émulsion de Pickering » fait elle-même débat dans la littérature. En effet, tous les auteurs s'y réfèrent systématiquement, sans forcément vérifier qu'il s'agit bien d'une stabilisation des gouttelettes par les particules solides adsorbées à l'interface par mouillabilité. En effet,

nombreuses sont les particules solides capables de stabiliser un système dispersé non seulement par l'occupation d'une fraction volumique, mais aussi en formant un réseau en phase continue, voire même un gel. Il est donc raisonnable de s'interroger sur l'emploi de ce terme à bon escient, comme le soulignent certains auteurs : "the label 'Pickering' is routinely applied to a wide range of systems stabilized by a plethora of diverse complexes, aggregates or coacervates. The label is even applied to systems containing droplets that are simply entrapped within some kind of particle network." (Dickinson, 2020); "aggregation of droplets and/or trapping of droplets with highly aggregated particle networks can immobilize droplets and enhance their kinetic stability, but it can be argued that this is not true Pickering stabilization, merely trapping droplets with a particle network or particle gel" (Murray, 2019). Il sera donc particulièrement important de prendre garde à bien expliciter les phénomènes lors de l'étude d'émulsions stabilisées par des particules solides, d'autant plus si elles sont non fractionnées.

6.3) Pistes de réflexion et définition de mon projet de recherche

Si les particules solides sont actuellement très étudiées pour stabiliser des émulsions, il est désormais clair qu'une origine biosourcée n'est pas toujours synonyme de durabilité. Or le fort intérêt pour ces systèmes se justifie en premier lieu dans la perspective de remplacer les émulsifiants synthétiques (notamment pétrochimiques) conventionnels, ou encore pour limiter les interactions irritantes avec la peau et les muqueuses (cas des cosmétiques). Il est donc nécessaire de [faire la part des choses autour des niveaux de transformation et de modification nécessaires pour obtenir des composés fonctionnels](#). Dans ce prolongement, il me semble pertinent de s'interroger également sur la compétition entre application alimentaire et autres bioproduits. De fait, utiliser par exemple l'amidon pour stabiliser des émulsions non alimentaires pourrait être un choix questionnable, comme l'ont été par exemple les biocarburants de première génération. La cellulose, la lignine, ou encore la chitine, pourraient être des sourcings intéressants en la matière. Mais puisque le fractionnement, gourmand en énergie et solvants, et les modifications chimiques ne sont pas forcément les meilleures réponses en termes de durabilité, comment combiner l'ensemble dans un même cahier des charges ?

Une première piste consiste à encourager le recours à des fractions moins purifiées, avec un recours préférentiel aux procédés de séparation avec moins ou sans eau (« dry fractionation »). C'est la ligne de conduite défendue par exemple par des équipes de Wageningen (groupe de Remko Boom). L'avantage de ces fractions enrichies moins purifiées est qu'elles possèdent encore (au moins pour partie) la structure native de la matière première brute. Cela pourrait générer des opportunités en termes d'applications et d'innovation produit et pourrait même avoir un impact positif sur la biodisponibilité des micronutriments. Une étude de la littérature autour d'ingrédients moins purifiés, dits « mildly refined », appliqués au domaine alimentaire, a permis de dégager plusieurs points clefs, comme synthétisés dans le Tableau 6 :

- Assez peu d'études et encore moins d'équipes de recherche se sont emparées des questions autour d'ingrédients peu ou pas purifiés (12 articles sur les 17 recensés proviennent de l'Université de Wageningen).
- L'écrasante majorité des sourcings étudiés sont les légumineuses, les quelques autres études portant sur des graines oléagineuses. Ces « nouvelles matières premières » n'ont pas encore de filières aussi bien installées que d'autres matières notamment animales, peut-être cela explique-t-il ce focus.

- La grande majorité des études proposent encore des fractionnements, même si largement basés sur la classification à air, ou le fractionnement à sec. Ces concentrats ou « fractions enrichies » restent plus purifiés que le stade « farine » simplement issu d'un broyage. Ce point est peu commenté dans les articles de recherche.
- Dernier point mais non des moindres : l'intégralité des articles étudient les fractions ou farines sous leur forme sèche ou en dispersion dans l'eau. Certaines s'intéressent aux propriétés interfaciales par la mise en œuvre des fractions au sein d'émulsions par ajout d'huile végétale ou de mousses par foisonnement. Aucune n'a, à ma connaissance, proposé une étude de ces ingrédients moins purifiés au sein de produits formulés réels ou du moins réalistes.

Tableau 6 : Etude des travaux de la littérature traitant des ingrédients moins purifiés pour des applications alimentaires

Raw materials	Fractions	Fractionation process	Purification level	Product	Ref
Legumes	Starch	Dry fractionation (milling + air classification)	Fine & coarse fractions	Flours & dispersions	Clouett et al., 1986
Field pea, faba bean	Proteins	Dehulling, air classification (pin milling). Isolate = hydration, grinding, sieving, alkaline wet milling, centrifugation, isoelectric precipitation, neutralization & drying	Flours, fraction & isolate	Dispersions & emulsions	Sosulki & McCurdy, 1987
Cowpea	Proteins	Dehulling, grinding (domestic grinder), defatting (n-hexane), autoclaving, drying	Flours	Raw & heated flour dispersions, O/W emulsions & foams	Abbey & Ibeth, 1988
Yellow pea	Proteins, fibers & starch	Dehulling, grinding, passing through screen, acidic solution, centrifugation, isoelectric precipitation. Hulls grounded separately (fibers)	Concentrates	O/W emulsions & foams	Aluko et al., 2009
Lentil, chickpea, pea	Proteins & starch	Commercial flours + heated flours (boiling, freeze-drying, grinding, storing 4°C)	Flours	Raw & heated flour dispersions, O/W	Ma et al., 2011
Yellow pea	Proteins & starch	Dry fractionation (milling + air classification)	Concentrates	Flours, dispersions & foams	Pelgrom et al., 2013
Lupin	Proteins	Dry fractionation (milling + air classification)	Concentrates	Flours, dispersions & foams	Pelgrom et al., 2014
Yellow pea	Proteins & starch	Dry fractionation (milling + air classification), centrifugation, ultrafiltration	Concentrates	Dispersions of flours & foams	Pelgrom et al., 2015
Yellow pea	Starch	Dry fractionation (milling + air classification), centrifugation, freeze-drying	Enriched fractions	Dispersions	Geerts et al., 2017
Yellow pea	Proteins & starch	Dry fractionation (milling + air classification), centrifugation, cooling 4°C	Enriched fractions	O/W emulsions	Geerts et al., 2017
Quinoa	Proteins & starch	Dry fractionation (milling + air classification)	Enriched fractions	Dispersions	Opazo-Navarrete et al., 2018
Sunflower	Protein, fiber or cake	Cold-pressing (<45°C), milling & sieving // Aqueous dispersion pH7 + milling, centrifugation. All samples redispersed in water then dialysed & spray-dried	Enriched fractions	O/W emulsions	Karefylakakis et al., 2019
Yellow pea	Proteins	Vacuum filtration	Concentrates	O/W emulsions	Sridharan et al., 2020
Yellow pea	Proteins	Aqueous dispersion, centrifugation (+ precipitation & centrifugation), freeze-drying	Concentrates	Dispersions	Kornet et al., 2021
Yellow pea	Proteins, albumin & globulin	Aqueous dispersion, centrifugation, freeze-drying	Concentrates	Dispersions	Kornet et al., 2021
Yellow pea	Proteins, starch or flour	Milling, dry or mild wet fractionation + freeze-drying	Enriched fractions	Dry powders	Möller et al., 2021
Liquorice	Glycyrrhizin (saponins)	Aqueous dispersion, centrifugation, filtration, rotary evaporation, freeze-drying	Purified & non-purified extracts	O/W emulsions	Taarji et al., 2021
Rapeseed	Proteins & oleosomes	Soaking, blending, centrifugation, diafiltration, defatting in hexane, centrifugation, freeze-drying	Concentrates	A/W foams	Yang et al., 2021

Ce recensement démontre également que les auteurs de la littérature s'intéressent systématiquement à une ou plusieurs fractions issues des ingrédients végétaux, mais rarement au broyat initial, que j'ai appelé « flour » dans le tableau ci-dessus. Celui-ci représenterait pourtant l'aboutissement de la démarche de moindre purification. Plus complexe et hétérogène, sans doute plus variable, la farine initiale pourrait malgré tout représenter un intérêt technologique, comme c'est déjà le cas pour les céréales, où même la farine complète est un ingrédient employé et reconnu notamment pour ses propriétés nutritionnelles. Il apparaît donc que cette thématique de moindre purification, tout du moins de réflexion sur le niveau de fractionnement réellement nécessaire selon les applications souhaitées, représente bien un sujet innovant, s'inscrivant directement dans l'accompagnement des filières vers plus de durabilité.

Une deuxième piste serait d'envisager un sourcing plus atypique : les coproduits, notamment végétaux mais pas seulement, comme les carapaces ou des coquilles d'œufs par exemple (Pal et al., 2016 ; Ferraro et al., 2020 ; Vazquez et al., 2020). Par définition, les

coproduits ne sont pas le produit fini désiré par la transformation de la matière première, ils sont générés pour y parvenir, sans que leur qualité soit vraiment contrôlée. Dans le présent contexte de transition vers un système alimentaire plus durable, la question des pertes et des déchets (« food loss » et « food waste ») est devenue l'un des éléments clés pour atteindre les objectifs fixés au plan national comme international. Plusieurs stratégies sont mises en œuvre pour déterminer comment ces « side streams » pourraient être mieux employés, comme le montre par exemple la revue de Boye and Arcand (2013). Selon les auteurs, trois approches sont à considérer, classées par durabilité décroissante : 1) développer des procédés réduisant voire évitant la production de coproduits, ce qui revient à utiliser plus entièrement (plus efficacement ?) les matières premières ; 2) réutiliser les coproduits sur site ; 3) recycler les coproduits hors site. La première approche ayant déjà été abordée précédemment, je me concentrerai désormais sur les deux suivantes. Une autre stratégie de plus en plus investiguée dans la littérature est l'extraction de petits composés à haute valeur ajoutée à partir des coproduits. Ceux-ci sont de moins en moins considérés comme des déchets, et davantage comme des sources potentielles de composés d'intérêt, notamment en protéines et autres polymères, fibres, composés phénoliques etc. Sans possibilité d'être exhaustive, voici quelques sourcings étudiés dans la littérature : poissons & fruits de mer (Ferraro et al., 2010 ; Pal & Suresh, 2016 ; Vasquez, 2019), fruits & légumes (Schieber et al., 2001 ; Federici et al., 2009 ; Berbel & Posadillo, 2018 ; Rico et al., 2020), céréales, coproduits de distillerie et marc de raisin (McKee & Latner, 2000 ; Muhlack et al., 2018) etc. McKee & Latner (2000) proposent une classification des composés d'intérêt issus de coproduits en trois catégories : les insolubles, les solubles dans l'eau et les solubles dans la matière grasse. Il s'agit de l'approche conventionnelle de description des ingrédients : sous forme de fractions fonctionnelles, issues d'opérations de séparation et purification. En effet, de nombreuses études ont été menées pour identifier des procédés (conventionnels ou pas) permettant d'isoler ces composés à haute valeur ajoutée (Galanakis, 2012 ; Muhlack et al., 2018). Cependant, il est légitime de questionner l'efficacité de ces méthodes en termes d'impact énergétique, mais aussi d'applications industrielles. En effet, le recours à divers solvants, variations de pH et/ou température, voire de pression, sont souvent nécessaires pour récupérer les molécules d'intérêt. En sus de ces opérations souvent intensives en termes énergétiques, il faut ensuite purifier afin d'obtenir les composés d'intérêt sous forme plus concentrée. Or, le fait d'injecter de l'énergie pour extraire les molécules de leur matrice n'est pas forcément la solution la plus durable, d'autant plus que cette approche génère à son tour ses propres coproduits !

Tableau 7 : Etude des travaux de littérature portant sur l'emploi de co-produits pour des applications alimentaires

Raw materials	Fractions	Fractionation process	Product	Country	Ref
Vegetable	Cauliflower stem	Separation of the vegetal zone of interest, isolation of AIR with frozen samples boiled in EtOH, homogenization, cooling, filtration (x3)	Extracts	UK	Femenia et al., 1998
	Artichoke bracts				
	Chicory				
Cocoa by-product	cocoa nib	BP obtained from industry. Antioxidants = Soxhlet extraction using 7 solvents, removal of solvent with rotary evaporation, storage air-tight amber bottles flushed with nitrogen at -30°C	Extracts	Malaysia	Azizah et al. 1999
	cocoa powder				
	cocoa shell				
Processed fruits & vegetables	Flour	BP obtained from fruit juices or vegetable canning, Drying at 60°C during 48h, grinding in centrifugal mill. Same for oat bran + defatting	Extracts (soluble & insoluble fractions)	Spain	Grigelmo-Miguel & MartmHn-Belloso, 1999
Grape pomace	Phenolic acids & phenolic alcohol, flavonoids	Bunch-pressing (no soaking), cold storage & freeze-dried, finely ground (1 mm), extraction methanol, rotary evaporation under vacuum, defatting with hexane, freeze-drying	Extracts (methanol)	NZ	Lu & Foo, 1999
Apple, grape pomace & orange, citrus peel	Flour	Residues from juices. Washing, drying 60°C during 30 min, grinding (500-600 µm),	Fiber concentrates	Chile	Figuerola et al., 2005
Vegetable	Artichoke blanching water	ABW homogenized and freeze-dried, stored at -20°C.	Supplemented tomato juice	Spain	Larrosa et al., 2005
	Blanched bracts & stems				
	Cauliflower leaves & stems	Water extraction (boiling in 1L of water for 1h), hand-squeezing,			
	Carrot bottom & tips				
	Celery leaves & stems				
	Onion peel & outer ring				
Phenolic fraction of BP	Sep-Pal filtration, activated with methanol (x2)				
Onion	Juice	Removal of roots, friction screw to separate liquid from solid fractions, sterilisation, pasteurisation, freeze-drying. BP were submitted to methanol extraction for the chemical analysis.	Extracts (methanol)	Spain	Roldan et al., 2008
	Paste				
	Bagasse				
Processed fruits & vegetables	Phenolic compounds	9 sources. Samples are cut, freeze-dried, stored. Extraction of antioxidant by milling, vortex, centrifugation, filtration, storage at -20°C	Antioxidant extracts	Ireland	Wijngaard et al., 2009
Oat bran	Flour	No information on the BP. Pasta made by sheeting, lamination, cutting, drying, Cooking.	Pasta	Argentina	Bustos et al., 2011
Pumpkin & carrot pomace	Flour	Washing, peeling, pomace remaining after juice extraction, washing with water, drying 50°C for 8h, milling (435 µm), storing	Cookies	Turkey	Turksoy & Ozkaya, 2011
Brewer's spent grain & apple pomace	Flour	BSG retrieved from industry, AP freeze-dried. Both BP milled (laboratory mill).	Wheat dough	Ireland	Ktenioudaki et al., 2013
Wine grape pomace	Flour, liquid extracts & dried extracts	WGP = annual collection of skins & seeds, freeze-drying, sieving (0.85 & 0.18 mm). Liquid extracts = acetone extraction, US, centrifugation (x3), rotary evaporation, freeze-drying	Yogurt & salad dressing	USA	Tseng et Zhao, 2013
Hazelnut	Flour	Skins separated from roasted kernels industrially, milling, sieving (0.5 mm) with ultra-centrifugal mill, storage at 4°C	Yogurt	Italy	Bertolino et al., 2015
Processed plants	26 BP from food industry	Recovered from the industry all around Europe	Extracts	Italy	Müller-Maatsch et al., 2016
Oat bran	Extract	3-time defatting (n-pentane), stirring, centrifugation, decantation, extractoin in methanol (x3) & methanol+water (x3), filtration under vacuum, freeze-drying	Extract (methanol) & emulsion	Germany	Ralla et al., 2018
Apple pomace	Phenolic compounds	Pomace = milling, enzymatic digestion & pressing, freeze-drying, storing in dark conditions. Extracts = boiling in water + acetic acid (pH 2.5), filtration (Whatman paper). Extractions x3. Concentration under reduced pressure, freeze-drying.	Extracts (aqueous) + Yogurt	Potugal	Fernandes et al., 2019
Coffee	Husk	Wet-processing // powdered (patent WO 2013/004873)	Extracts (aqueous)	Spain & Germany	Iriondo-DeHond et al., 2019
	Parchment				
	Coffee silverskin (CS)				
Apple & orange pomace	Flour	AP = peel + pulp + seeds after juicing, OP = peel & pulp after juicing (= cold press). Wet pomaces freeze-fried, milled (<355 µm), stored at -20°C.	Suspensions & extracts	Ireland	O'Shea et al., 2019
Berry pomace, bush pruning & overripe fruits	Phenolic compounds	Freeze-drying, milling (<0.2mm), sealing in bags, storing in darkness. Polyphenols extracted with Soxhlet method (EtAc, EtOH, EtAc + EtOH, followed by rotoevaporation, re-dissolution in EtOH, filtration, centrifugation, storage at -80°C.	Antioxidant extracts & emulsions	Colombia	Ospina et al., 2019
Grape marc	Flours	Dried at 35° during 48h, milling (< 250 µm) with hammer mill, storage at 4°C. Extrusion for pasta production	Spaghetti	Italy	Spinelli et al., 2019
Brewer's spent grain					
Maize bran	?				
Grape pomace	Flour	Pressing (no info), drying at 60°C for 12h, milling by pulverisation, sieving (500 µm), sotrage in air-tight bags	Cookies	India	Theagarajan et al., 2019
Grape pomace			3D-printed cookies	India	Jagadiswaran et al., 2021
Apple pomace	Flour	Peel + pulp + seeds from cider-making process, flash blanching, freeze-drying, milling (conical mill, 0.475 mm), storage at -20°C	Yogurt	Canada	Wang et al., 2019
Apple pomace	Flour	Washing, drying 12h at 55°C, grinding (Impact mill) during 6h, wet media mill for micro-nano scale particles, storage at 4°C (some samples freeze-dried)	Powders.& emulsions	China	Lu et al., 2020
Broccoli stalk	Pectin compounds	Cutting in pieces, blending in absolute ethanol, boiling under reflux for recovering AIR, isolation by filtration, washing with ethanol, drying. Pectin extracted from AIR with nitric acid, centrifugation, washing	Extracts & emulsions	Brazil & UK	Petkowicz & Williams, 2020
Apple seed cakes	Defatted	Drying, pressing (screw-press), separation oil from cake, grinding. Bread making.	Wheat bread	Serbia	Puric et al., 2020
Apple	Press cake powder	Freeze-drying, milling (<0.2mm)	Suspensions	Latvia	Radenkovs et al., 2020
Pumpkin pomace	Defatted	Freeze-drying, defatting, vacuum filtration, air-drying	Suspensions (blended + HPH)	Belgium	Atencio et al., 2021
	Destarched	Aqueous dispersion, heating, enzyme treatment, ethanol additon, centrifugation, freezing			
	Deproteinated	Aqueous dispersion, enzyme treatment, ethanol additon, centrifugation, freezing			
	Alcohol insoluble	Homogenization in ethanol, vacuum filtration, stirring in acetone, vacuum filtration, drying 40°C			
	Acid insoluble	Aqueous dispersion, stirring at 80°C, pH adjustment 1.6, centrifugation, vacuum filtration, freezing			

Avocado peel	Phenolic compounds	Ripening, chopping, drying, powdering (ultra-centrifugal mill), dark storing room-temperature + microwave assisted extraction (MAE) or solid-liquid extraction (SLE)	Extracts	Spain	Figuroa et al., 2021
Aniseed pomace flour	Flour	Cold pressing (35°C), milling with grinder, sieving (250 µm), storing -18°C	Muffins	Turkey	Gökseken & Ekiz, 2021
Melon peel	Solid	Crushed in kitchen juice machine under centrifugation, manual pressing,	Extracts (methanol)	Portugal & Mexico	Gomez-Garcia et al., 2021
	Liquid	Centrifugation => clarified supernatant			
	Pellet	Direct storage at -20°C or freeze-drying			
Apple pomace	Flour	Washing, drying 12h at 55°C, milling (Impact mil), milling by high-energy wet media mill during 8h until size 550 nm. Emulsion preparation = 50/50 oil and water + xanthan + sugar + salt. Mixing with HPH	Yolk-free mayonnaise	China	Lu et al., 2021
Mushroom	Concentrate after ergosterol extraction	Mushroom cap removal, extraction of ergosterol, solid residue dried at 30°C for 48h, grounding & sieving (<0.5mm)	Concentrate & emulsion	Spain & France	Umana et al., 2021
Avocado fruit waste	Peel (AP)	Ethanol maceration of dried samples (80% ethanol, 20h, 40°C), centrifugation after incubation, filtration (Whatman paper), rotary evaporation, freeze-drying, powdering with kitchen blender	Extracts & emulsions	Spain & Mexico	Velderrain-Rodríguez et al., 2021
	Seeds (AS)				

Le Tableau 7 propose une étude non exhaustive d'articles scientifiques recensés à partir des mots clefs « byproducts », « food waste », « pomace » et « food ». J'ai volontairement isolé les coproduits végétaux seulement, afin de se sérier le périmètre de recherche. De plus, lorsque des auteurs ont publié plusieurs fois la même année, j'ai choisi un article représentatif de l'ensemble. En effet, la littérature est extrêmement abondante et les premières études que j'ai identifiées datent des années 1990. Je propose un code couleur mettant en relief 2 clefs de lecture de ce tableau de synthèse :

- La thématique. En vert celles portant sur les fibres (« dietary fibers ») et/ou les pectines. En orange celles portant sur les composés phénoliques et plus généralement les antioxydants. Il apparaît aussitôt que la grande majorité des études se focalisent sur l'une ou l'autre de ces thématiques (ou les 2). Seuls 3 articles considèrent les coproduits plutôt en lien au procédé (cuisson, extrusion ...), sachant que Ralla et al., (2018) s'intéressent au pouvoir émulsifiant d'extraits de sons d'avoine.
- Le produit. En jaune les études portant sur des produits formulés (autres que les poudres, les poudres dans l'eau ou les mélanges huile/eau/poudre). Fait notable, la majorité d'entre eux sont issus du domaine céréalier (pâtes, pain, muffins, cookies), suivi du domaine laitier (yaourt), des sauces (sauce salade & mayonnaise) et du jus. Les applications potentielles des coproduits sont donc variées.

Autre fait notable : les études recensées sont issues de multiples équipes de recherche, situées dans le monde entier. Les sources végétales sont tout aussi variées, bien que les fruits, notamment la pomme et le raisin (marc issu du pressage des jus, du vin ou du cidre), reviennent plus régulièrement que d'autres. Enfin, ce tableau nous renseigne sur le traitement appliqué au coproduit initial pour réaliser l'étude. La lyophilisation est quasi systématique, certains auteurs commentant le fait qu'elle est certes très énergivore, mais que ce procédé conserve mieux les propriétés fonctionnelles du produit, notamment antioxydantes. Comme évoqué précédemment, la plupart des coproduits sont également soumis à des extractions, via différents solvants, souvent éthanol, acétone ou méthanol. Dans ce cas, aucun commentaire n'a été identifié sur le devenir des coproduits générés par ces étapes d'extraction/purification, même si cela n'était pas l'objet de l'article bien sûr.

Ainsi, la double approche système modèle // système réaliste est déjà à l'œuvre pour l'étude du potentiel des coproduits végétaux pour des applications en alimentation humaine. Elle permettra une meilleure compréhension des interactions matrices – molécules d'intérêt, d'où un avantage certain pour développer des formules optimisées au plan nutritionnel comme environnemental. Néanmoins, il faut préciser que ces technologies axées sur la valorisation de molécules d'intérêt à partir de coproduits restent malgré tout une exception face à des voies de valorisation classiques, telles que l'alimentation animale (constituant déjà une filière organisée), la production d'énergie, ou encore l'épandage.

En conclusion, combiner les deux idées d'un moindre niveau de purification des ingrédients avec le sourcing « coproduits alimentaires », permettrait d'étudier des objets innovants, représentant de vastes gisements de biomasse, tout en contribuant à créer des modèles circulaires. Deux pistes seraient ainsi explorées en parallèle : la réduction initiale des coproduits en limitant les étapes d'extraction et purification, mais aussi la valorisation des coproduits restant, idéalement pour des applications en alimentation humaine, cosmétiques ou autres bioproduits.

OBJETS DE RECHERCHE

Les ingrédients sont actuellement utilisés pour la formulation des aliments et bioproduits sous formes de fractions purifiées de type isolats ou à minima de concentrats. Ils sont obtenus à l'issue de plusieurs opérations unitaires transformant la matière première pour répondre à un cahier des charges donné. Ce faisant ils sont standardisés et maîtrisés, mais aussi souvent monofonctionnels : pour épaissir ou gélifier, pour émulsifier ou foisonner, pour colorer ou éviter l'oxydation d'une matière grasse par exemple. Rares sont les approches visant à étudier des ingrédients moins ou pas purifiés, donc certainement plus variables ou au moins hétérogènes, mais possédant encore tout ou partie de leur structure native. Mon idée est d'évaluer le potentiel de coproduits alimentaires, plus particulièrement végétaux, comme méta-ingrédients. Pour aller au bout de cette démarche, peu (idéalement pas) d'étape supplémentaire de fractionnement, séparation ou purification, ni aucune modification chimique, n'est envisagée. Cette approche, à contre-courant du principe de cracking intégral en vogue dans les années 1990-2020, parie sur la combinaison complémentaire des constituants : et si elle représentait plutôt qu'une source de variabilité à éviter, une force conférant à ces « nouveaux ingrédients » un panel de fonctionnalités ? Pour cela, il faut néanmoins envisager une transformation mécanique et/ou thermomécanique, permettant de fonctionnaliser les coproduits et d'assurer une innocuité microbiologique. Une réflexion autour des « procédés doux » serait un plus non négligeable pour gagner en généricité et pouvoir proposer des alternatives aux transformations actuelles.

Pour conclure ces réflexions basées sur l'état de l'art et le projet de recherche que je souhaite porter, je terminerai ici par des aspects plus méthodologiques. Après avoir abordé les objets d'étude, leurs transformations et ce que l'on sait aujourd'hui de leur organisation à l'interface, il faut également aborder les outils à disposition pour mener à bien les objectifs annoncés. En effet, la limite de certaines études de la littérature est de ne pas faire aboutir la caractérisation des interfaces, ne pas chercher à comprendre ses propriétés mécaniques par exemple, au profit des propriétés mesurables pour l'émulsion dans sa globalité (viscosité, couleur, « stabilité » etc.). Il est courant de trouver dans de nombreuses publications un focus particulier apporté aux propriétés de la phase dispersée (souvent l'huile), notamment sa composition, la taille et charge des gouttelettes obtenues, leur microstructure (gouttelettes unitaires ou en clusters) etc. Au contraire, la phase continue et surtout l'interface en soi, font l'objet de beaucoup moins de détails. La microstructure peut être centrale pour la stratégie de formulation et un indicateur physico-chimique est principalement ciblé (taille des objets, viscosité du produit...). Cette approche a deux avantages principaux : 1) prendre directement en compte les interactions avec le procédé, 2) permettre des stratégies de type ingénierie réverse, partant des besoins du produit (attentes consommateurs, reformulations etc) pour remonter aux ingrédients par exemple. Cette approche appliquée et résolument tournée vers la formulation, dite « structural design principle » (telle que décrite par exemple par McClements et collaborateurs). Ainsi, ce pilotage par la structure des gouttelettes de phase dispersée va largement impacter l'interface (multicouches) voire en créer de nouveaux

(émulsions multiples). Une autre stratégie courante est de s'intéresser spécifiquement à l'échelle de l'interface et à ses propriétés intrinsèques. Les deux points de vue précédents ne sont pourtant pas antinomiques. Ils peuvent être réunis par une [stratégie multiéchelle de type science des matériaux](#). Il devient alors possible de relier les propriétés intrinsèques de l'interface avec celles des émulsions dans leur entièreté, tout d'abord à l'échelle de la gouttelette, puis à l'échelle macroscopique, jusqu'aux usages. Cette stratégie est mise en œuvre au sein de l'UMR dans de nombreux projets, comme précédemment illustré (Huc et al., 2014 ; Huc et al., 2016 ; Dewaest et al., 2017 ; Huc-Mathis et al., 2017 ; Monnet et al., 2019 ; Moussier et al., 2019 ; Masbernat et al., 2021...).

A ces fins, il faut cependant être en capacité de mesurer les mécanismes à l'œuvre à l'interface. Or, le simple fait de produire la mesure nécessite bien souvent, voire systématiquement, de modifier ou déstructurer l'interface, que l'on cherche justement à caractériser. Par exemple, pour caractériser la surconcentration à l'interface (« surface load »), la méthode la plus courante dans la littérature est de déstabiliser l'émulsion par centrifugation, afin de séparer les phases. Le dosage des composés surface-actifs (souvent les protéines pour les émulsions alimentaires) en excès dans la phase continue, permet par bilan de masse, de remonter à la quantité adsorbée lors de l'émulsification. Ainsi, il est possible d'envisager des innovations méthodologiques permettant de ne pas déstructurer l'interface que l'on souhaite caractériser. D'ores et déjà, des méthodes de référence permettent de mesurer la tension de surface (ou pression de surface), en mode continu statique (au cours du temps) et plus rarement en mode dynamique (propriétés rhéologiques interfaciales).

D'autres méthodes peu invasives et très complémentaires des mesures de tension de surface et de rhéologie interfaciale sont les observations microscopiques, pouvant elles aussi être réalisées à plusieurs échelles. La microstructure des émulsions fait l'objet de multiples recherches, en particulier en microscopie optique et confocale (MCBL). Certains auteurs ont également évalué la microstructure par microscopie électronique (MEB), voire cryo-MEB. Néanmoins, de telles caractérisations nécessitent un échantillonnage, qui pose toujours la question de l'homogénéité des produits (quid des questions de gradients qui peuvent se poser au sein des aliments et bioproduits). De plus, la MCBL et la MEB requièrent un marquage et/ou d'autres traitements plus ou moins invasifs (séchage, extraction par solvant, fracture, métallisation...), tous pouvant interagir avec les composés adsorbés à l'interface, voire en modifier l'organisation.

ASPECTS METHODOLOGIQUES

L'obtention d'émulsions avec des tailles de gouttelettes de l'ordre de quelques dizaines de microns (cas des émulsions de Pickering stabilisées par des particules végétales) ouvrirait de nouvelles possibilités d'étude de la microstructure. En effet, ces échelles rendent possible le recours aux méthodes d'imagerie non destructives et non invasives, telles que la microtomographie RX (résolution du voxel allant jusqu'à 5 μm). Cette éventualité sera investiguée au sein du projet CLEVER. Cela me permettra de faire appel aux connaissances développées durant ma thèse de doctorat en IRM et traitement d'images, tout en constituant, à ma connaissance une première, si nous étions à termes capables de suivre de façon cinétique une même émulsion sous diverses conditions de formulations, procédés, d'environnement de stockage etc. Le réseau et l'organisation des gouttelettes deviendra alors accessible, voire ceux des particules solides. Je souhaite profiter des projets de thèse démarrant pour réaliser des validations sur une zone plus restreinte des échantillons en nano-tomographie RX ou via une soumission de projet pour l'utilisation d'une ligne du Synchrotron SOLEIL. Bien sûr, la dernière étape de l'approche multiéchelle est de caractériser les propriétés de l'émulsion dans sa globalité (viscosité, modules élastique et visqueux, rétrodiffusion, couleur etc) ainsi

que la taille et morphologie des éléments dispersés (les gouttelettes ou les bulles). Une étape supplémentaire sera de prendre en compte les perceptions sensorielles des produits, en bouche et/ou en topique. Selon les problématiques posées, les relations entre ces différentes échelles de structuration devront être mises au regard d'autres propriétés d'usage, en particulier le « food oral processing », la digestibilité et les interactions produits-microbiote. Je ne reviens pas ici sur les méthodes qui existent aujourd'hui pour réaliser des mesures rhéologiques, des mesures de taille d'objets ou encore des suivis de stabilité par interaction lumière-matière. L'étude des fractions solubles en phase continue (taille, charge, hydrophobicité, dosages etc) est également largement décrite en littérature et couramment mise en œuvre au sein de l'UMR SayFood. Mon objectif sera de mettre en œuvre des stratégies expérimentales multi-échelle prenant en compte les aspects cinétiques et faisant appel des méthodes d'analyse complémentaires, afin de rendre compte des liens structure-fonction au sein de systèmes dispersés de complexité croissante.

6.4) Projet de recherche & mise en perspective

Pour conclure, ma thématique de recherche s'organise autour de la compréhension des mécanismes de structuration de systèmes dispersés, notamment les émulsions. Je m'intéresse particulièrement aux liens entre l'échelle interfaciale et les propriétés fonctionnelles des produits, pour des applications alimentaires comme non alimentaires (notamment cosmétiques). Parmi les questions de recherche auxquelles je m'intéresse, se trouve notamment la complexité des ingrédients et matrices étudiés. Est-il toujours nécessaire d'avoir recours à des ingrédients fractionnés pour être les plus purs possibles ? Serait-il envisageable de considérer des ingrédients certes plus complexes, mais aussi moins transformés et modifiés ? Quel serait alors l'impact sur leurs propriétés fonctionnelles et celles des produits formulés à base de ces ingrédients ? Quel serait plus globalement l'impact sur les filières, cela pourrait-il représenter une alternative supplémentaire pour accompagner la transition vers des systèmes alimentaires plus durables ? Dans un contexte où la reformulation prend le pas sur la formulation (« sans additif, sans gluten, sans sucre, sans lactose... »), où consommer « plus naturel », formuler des produits « clean-label », générer de la valeur au sein d'une « économie circulaire » sont autant d'objectifs annoncés : comment assurer une meilleure compréhension et rationalisation des mécanismes mis en jeu ? Enfin, serait-il possible de conjuguer ces sourcings moins purifiés avec des modes de production plus « doux », aussi décrits comme « minimal-processing » ou « mild-processing » ? Autant de questionnements auxquels je souhaite me confronter dans la poursuite de mon activité de recherche.

Pour cela, je développe une analyse multi-échelle, cherchant à identifier, décorrélérer et prioriser les contributions de chaque phase en présence. J'ai choisi d'axer mes recherches autour d'objets biosourcés et me tourne désormais plus avant vers l'assemblage d'ingrédients peu ou pas purifiés, plus hétérogènes et peut-être plus variables que les fractions classiquement étudiées. La rencontre d'une rigoureuse démarche basée sur les principes des sciences des matériaux associés à la planification d'expériences me permet d'envisager l'étude de systèmes modèles à réalistes. Ce projet s'inscrit directement dans le scope de l'UMR SayFood et me permettra d'interagir davantage avec des experts en chimie de l'aliment et des bioproduits (réactivité oxydative, développement aromatique...); en microbiologie (stabilité microbienne, interactions lors de procédés fermentaires...); en analyse sensorielle (perceptions topiques ou en bouche, besoins personnalisés pour des populations cibles); ou encore en modélisation (transferts de masse et de chaleur mis en jeu lors de la transformation des produits). Ce sont les expertises autour desquelles s'est structurée l'UMR SayFood, avec lesquelles je pourrai contribuer à construire des projets

transversaux et pluridisciplinaires. Je suis convaincue de la force des projets intégratifs, qui sont de plus en plus reconnus. La construction de l'Université Paris Saclay, et notre participation à la Graduate School Biosphera (Biologie, Société, Ecologie & Environnement, Ressources, Agriculture & Alimentation) vont également générer une nouvelle plateforme d'échanges scientifiques. Concrètement, la question des risques (chimiques et microbiologiques notamment) associés à de « nouvelles » matières premières comme les coproduits, ou plus généralement aux ingrédients moins purifiés, ne pourra être abordée que de façon pluri-disciplinaire. Parmi les autres thématiques d'intérêt pour construire dans une approche holistique des projets intégratifs, j'ai également identifié : les interactions de produits formulés à base d'ingrédients plus complexes, voire variables, avec le microbiote/microbiome (Micalis, PNCA...), les procédés de transformation physiques du végétal, notamment des approches de type « minimal processing » (BIA, FARE, IATE, Qualisud, SQPOV...), ou encore l'évaluation des performances environnementales. Par ailleurs, plusieurs Unités ont construit des expertises dans des domaines ou techniques spécifiques, dont j'aimerais me rapprocher : URCOM (polymères, secteur cosmétique, modèles de peaux in vitro...); OPAALE (valorisation des matières alimentaires et biomasses, IRM, traitement d'images, RMN, impacts environnementaux...); LTDS (tribologie, applications cosmétiques et alimentaires, capteurs embarqués pour mesurer la friction en bouche de façon interpersonnelle...).

Dans la continuité de cette démarche partenariale académique, j'aimerais également construire des collaborations avec des équipes de recherche au niveau européen. Grâce à mon implication dans le réseau EFFoST, notamment au sein du « Young Scientist Group », j'ai pu identifier des pistes de partenariats. Plusieurs équipes développent des recherches en « food science » autour des procédés (BOKU, ETH, Faculty of food technology and biotechnology of Zagreb, Hohenheim, KIT, Lund, UCPH, Wageningen...), des colloïdes (Leeds, Lund...), des systèmes biosourcés (ETH, KIT, Leuven, Wageningen)... Wageningen, notamment le groupe du Pr. Remko Boom, portent des travaux plus particulièrement axés autour du fractionnement raisonné des agro-ressources, comme le montre le récent (Avril 2021) appel à partenariats intitulé « Gelling and emulsifying fractions from plant residues », ayant comme focus les « functionalities of food grade fractions to be used as ingredients rather than on highly refined pure components, which can allow for less processing and the use of milder conditions ». L'étude des « nouvelles sources » d'ingrédients, notamment protéiques, mais aussi des coproduits alimentaires est également un point commun avec plusieurs équipes évoquées ici. J'ai commencé à mettre en œuvre mes premières collaborations européennes dans le cadre du projet H2020 FOODENGINE, mais aussi lors d'une étude également en cours dans le cadre d'un projet doctoral réalisé au sein du Karlsruhe Institute of Technology (KIT). Celui-ci porte sur la fonctionnalisation de marc de pomme par extrusion. La doctorante s'intéresse plus spécifiquement aux conditions du procédé en lien à la structure du composé obtenu à l'issue de l'extrusion : porosité, solubilité etc. En termes de propriétés fonctionnelles, son équipe a privilégié l'action « viscosifiante » ou « gélifiante » qui pourrai(en)t être accrue(s) suite à l'extrusion. J'ai été sollicitée afin de compléter cette approche par l'étude des propriétés interfaciales du marc de pomme extrudé, toujours en décorrélant le rôle des composés solubilisés après hydratation (solubles) de celui des particules solides (insolubles). Enfin, d'autres projets d'intérêt commun avec des partenaires académiques européens sont en discussion. La question de la durabilité d'ingrédients non purifiés de type coproduits et leur utilisation comme remplacement de tensioactifs synthétiques est notamment discutée avec l'ETH Zurich en termes de score environnemental, associé à la possibilité d'un sourcing de type microalgue. La question du pilotage de la digestibilité de produits formulés à base d'ingrédients moins purifiés serait également pertinente en lien à KU Leuven, faisant suite aux premiers échanges réalisés dans le cadre du projet H2020 FOODENGINE qui vient de se terminer.

Enfin, je suivrai avec intérêt les résultats obtenus par les projets NoEmID (ANR-20-CE18-0033) et européen PickFood (H2020 n°956248) qui ont récemment démarré autour des émulsions stabilisées par des particules solides, destinées au secteur cosmétique ou alimentaire.

Je tiens également à poursuivre la co-construction de projets de recherche avec des partenaires industriels. CLEVER me permettra de me confronter à l'animation d'un réseau de 8 partenaires industriels, couvrant des secteurs variés : industrie laitière, céréalière, distillerie, cosmétique... L'intérêt commun de ce groupe de travail se situe autour de la valorisation de coproduits végétaux. En sus de CLEVER (2021 – 2025), les projets EMULSION (2021 – 2024) et ECLAT (soumis à l'ANRT, durée espérée 2022 – 2025) ont été construits avec des partenaires industriels en tant que thèse Cifre. Ces trois projets font de l'année 2021 une étape clef pour mes activités de recherche en me plaçant en co-encadrement et prochainement en co-direction de thèses et post-doctorats. La thématique fil rouge des trois projets reste la compréhension des mécanismes de structuration d'émulsions, en lien au procédé d'émulsification et/ou aux usages. Les objets aux propriétés surface-actives seront en revanche divers : particules solides insolubles, protéines, phospholipides... Ces projets illustrent bien les mots clefs sur lesquels je souhaite poursuivre le développement de mon projet de recherche : matière première complexe car moins fractionnée, ingrédients éventuellement issus d'un « side-stream » c'est-à-dire restant à valoriser, fonctionnalisation *in situ* de la matière première par un procédé physique, focus sur l'échelle interfaciale sans oublier pour autant l'impact sur les propriétés macroscopiques des émulsions formulées (texture et stabilité physique notamment).

En termes de perspectives, le réseau partenarial construit autour de la valorisation de coproduits végétaux, me permet d'envisager sereinement les suites à donner au projet CLEVER. Parmi les idées que j'aimerais explorer se trouvent notamment l'étude des mousses également obtenues à base de coproduits végétaux, mais aussi les aspects bénéfico-risques de ces biomasses, notamment au plan microbiologique (ferments du futur vs pathogènes potentiels). Cet ensemble est actuellement en train de se structurer et pourrait faire l'objet d'un dépôt de bourse ERC - Starting Grant en Octobre 2022. Enfin, une dernière perspective clef pour les années à venir est le démarrage depuis Septembre 2021 de la Chaire Cosmétique au sein d'AgroParisTech avec le soutien de la métropole d'Orléans. Les recrutements actuellement en cours incluront un(e) post-doctorant(e) prenant en charge des activités de recherche et enseignement en formulation et physico-chimie, à l'horizon de la rentrée 2022-2023. Je serai fortement impliquée dans son accompagnement, pour la création de nouveaux enseignements comme pour les réflexions à mener autour de ses activités de recherche. Les échanges déjà amorcés avec le directeur de la Chaire (Pr. Richard Daniellou) et à venir avec les futurs collègues nous permettront de co-construire des projets visant à faire rayonner la Chaire, sur la base de compétences complémentaires.

7) Références

Abbey B.W., Ibeh G.O. (1988). Functional Properties of Raw and Heat Processed Cowpea (*Vigna unguiculata*, Walp) Flour. *Journal of Food Science*, 53(6), 1775-1777.

Aguilera J.M. (2002). Structure and Food Engineering in *Engineering and Food for the 21st Century*, CRC Press.

Aluko R.E., Mofolasayo O.A., Watts B.M. (2009). Emulsifying and Foaming Properties of Commercial Yellow Pea (*Pisum sativum* L.) Seed Flours. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57, 9793–9800.

Amagliani L., Schmitt C. (2017). Globular plant protein aggregates for stabilization of food foams and emulsions. *Trends in Food Science & Technology*, 67, 248-259.

Atencio S., Bernaerts T., Liu D., Reineke K., Hendrickx M., van Loey A. (2021). Impact of processing on the functionalization of pumpkin pomace as a food texturizing ingredient. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 69, 102669.

Audebert A., Saint-Jalmes A., Beauvils S., Lechevalier V., Le Floch-Fouéré C., Cox S., Leconte N., Pezennec S. (2019). Interfacial properties, film dynamics and bulk rheology: A multi-scale approach to dairy protein foams. *Journal of Colloid and Interface Science*, 542, 222–232.

Azizah A.H., Ruslawati N.M.N., Tee T.S. (1999). Extraction and characterization of antioxidant from cocoa by-products. *Food Chemistry*, 64, 199±202.

Benetti J.V.M., do Pardp Silva J.T., Nicoletti V.R. (2019). SPI microgels applied to Pickering stabilization of O/W emulsions by ultrasound and high-pressure homogenization: rheology and spray drying. *Food Research International*, 122, 383-391.

Berbel J., Posadillo A. (2018). Review and Analysis of Alternatives for the Valorisation of Agro-Industrial Olive Oil By-Products. *Sustainability*, 10, 23.

Bertolino M., Belviso S., Dal Bello B., Ghirardello D., Giordano M., Rolle L., Gerbi V., Zeppa G. (2015). Influence of the addition of different hazelnut skins on the physicochemical, antioxidant, polyphenol and sensory properties of yogurt. *LWT - Food Science and Technology*, 63, 1145e1154

Berton-Carabin C. C., Schroën K. (2015) Pickering emulsions for food applications: Background, trends, and challenges. *Annual Review of Food Science and Technology*, 6(1), 263-297.

Berton-Carabin C. C., Schroën K. (2019). Towards new food emulsions: designing the interface and beyond. *Current Opinion in Food Science*, 27, 74–81.

Boye J.L., Arcand Y. (2013). Current Trends in Green Technologies in Food Production and Processing. *Food Engineering Review*, 5, 1-17.

Burger T.G., Zhang Y. (2019). Recent progress in the utilization of pea protein as an emulsifier for food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 86, 25–33.

Bustos M.C., Pérez G.T., Leon A.E. (2011). Effect of Four Types of Dietary Fiber on the Technological Quality of Pasta. *Food Science and Technology International*, 17(3), 213-21.

Chen B., Hu Z., Li H., Li Z., Li Q., Chen Y. (2019). Intact starch granules for pickering emulsion: Exploring mechanism of cleaning with washing rice water and floury soup, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 561, 155–164.

- Clouett P., Walker A.F., Pike D.J. (1986). Air Classification of Flours of Three Legume Species: Effect of Starch Granule Size Distribution. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 37, 173-184.
- Dewaest M., Villemejjane C., Berland S., Micon C. (2017). Effect of crumb cellular structure characterized by image analysis on cake softness. *Journal of Texture Studies*, 49(3), 328-338.
- Dickinson E (1999). Adsorbed protein layers at fluid interfaces: interaction. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 15, 161-176.
- Dickinson E. (2001). Milk protein interfacial layers and the relationship to emulsion stability and rheology. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 20, 197-210.
- Dickinson E., (2020). Advances in food emulsions and foams: reflections on research in the neo-Pickering era. *Current Opinion in Food Science*, 33, 52-60.
- Dimitrova T.D., Leal-Calderon F. (2004). Rheological properties of highly concentrated protein-stabilized emulsions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 108-109, 49-61.
- Federici F., Fava F., Kalogerakis N., Mantzavinou D. (2009). Valorisation of agro-industrial by-products, effluents and waste: concept, opportunities and the case of olive mill waste waters. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 84, 895-900.
- Felix M., Carrera C., Romero A., Bengoechea C., Guerrero A. (2020). Rheological approaches as a tool for the development and stability behaviour of protein-stabilized emulsions. *Food Hydrocolloids*, 104, 105719.
- Femenia A., Robertson J.A., Waldron K.W., Selvendran R.R. (1998). Cauliflower (*Brassica oleracea* L), Globe Artichoke (*Cynara scolymus*) and Chicory Witloof (*Cichorium intybus*) Processing By-products as Sources of Dietary Fibre. *Journal of the science of food and agriculture*, 77, 511-518.
- Fernandes P.A.R., Ferreira S.S., Bastos R., Ferreira I., Cruz M.T., Pinto A., Coelho E., Passos C.P., Coimbra M.A., Cardoso S.M., Wessel D.F. (2019). Apple Pomace Extract as a Sustainable Food Ingredient. *Antioxidants*, 8(6), 189.
- Ferraro V., Cruz I.B., Ferreira Jorge R., Malcata F.X., Pintado M.E., Castro P.M.L. (2020). Valorisation of natural extracts from marine source focused on marine by-products: A review. *Food Research International*, 43, 2221-2233.
- Figuerola J.G., Borrás-Linares I., Del Pino-García R., Curiel J.A., Lozano-Sánchez J., Segura-Carretero A. (2021). Functional ingredient from avocado peel: Microwave-assisted extraction, characterization and potential applications for the food industry. *Food Chemistry*, 352, 129300.
- Figuerola F., Hurtado M.L., Estévez A.M., Chiffelle I., Asenjo F. (2005). Fibre concentrates from apple pomace and citrus peel as potential fibre sources for food enrichment. *Food Chemistry*, 91, 395-401.
- Galanakis C.H. (2012). Recovery of high added-value components from food wastes: Conventional, emerging technologies and commercialized applications. *Trends in Food Science & Technology*, 26,68-87.

Gao Z., Zhao J., Huang Y., Yao X., Zhang K., Fang Y., Nishinari K., Phillips G.O., Jiang F., Yang H. (2017). Edible Pickering emulsion stabilized by protein fibrils. Part I: Effects of pH and fibrils concentration. *LWT - Food Science and Technology*, 76, Part A, 1-8.

Geerts M.E.J., Strijbos M., van der Padt A., van der Goot A.J. (2017). Understanding functional properties of mildly refined starch fractions of yellow pea. *Journal of Cereal Science*, 75, 116-123.

Geerts M.E.J., Mienis E., Nikiforidis C.V., van der Padt A., van der Goot A.J. (2017). Mildly refined fractions of yellow peas show rich behaviour in thickened oil-in-water emulsions. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 41, 251-258.

Göksen G., Ekiz H.I. (2021). Use of aniseed cold-pressed by-product as a food ingredient in muffin formulation. *LWT - Food Science and Technology*, 148, 111722.

Gómez-Garcíaa R., Campos D.A., Oliveira A., Aguilar C.N., Madureira A.R., Pintado M. (2021). A chemical valorisation of melon peels towards functional food ingredients: T Bioactives profile and antioxidant properties. *Food Chemistry*, 335, 127579.

Gravel A., Doyen A. (2019). The use of edible insect proteins in food: Challenges and issues related to their functional properties. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 59, 102272.

Green A.J., Littlejohn K.A., Hooley P., Cow P.W. (2013). Formation and stability of food foams and aerated emulsions: Hydrophobins as novel functional ingredients. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 18, 292-301.

Grigelmo-Miguel N., MartmHn-Belloso O. (1999). Comparison of Dietary Fibre from By-products of Processing Fruits and Greens and from Cereals. *LWT - Food Science and Technology*, 32(8), 503-508.

Hoffmann H., Reger M. (2014). Emulsions with unique properties from proteins as emulsifiers. *Advances in Colloid and Interface Science*, 205, 94-104.

Huc D., Mariette F., Challoy S., Barreau J., Moulin G., Michon C. (2014). Multi-scale investigation of eyes in semi-hard cheese. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 24, 106-112.

Huc D., Michon C., Bedoussac C., Michon C. (2016). Design of a multi-scale texture study of yoghurts using rheology, and tribology mimicking the eating process and microstructure characterisation. *International Dairy Journal*, 61, 126-134.

Huc-Mathis D., Bousquière J., Mamou M., Bonazzi C., Michon C. (2017). Multiscale evaluation from one bubble to the foam of surface active properties of cellulose derivatives used for a starchy model sponge cake. *Food Hydrocolloids*, 71, 129-140.

Huc-Mathis D., Almeida G., Michon C. (2021). Pickering emulsions based on food byproducts: A comprehensive study of soluble and insoluble contents. *Journal of Colloid and Interface Science*, 581, 226-237.

Iriondo-DeHond A., García N.A., Fernandez-Gomez B., Guisantes-Batan E., Escobar F.V., Blanch G.P., San Andres M.I., Sanchez-Fortun S., del Castillo M.D. (2019). Validation of

coffee by-products as novel food ingredients. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 51, 194–204.

Jagadiswaran B., Alagarasan V., Palanivelu P., Theagarajan R., Moses J.A., Anandharamakrishnan C. (2021). Valorization of food industry waste and by-products using 3D printing: A study on the development of value-added functional cookies. *Future Foods*, 4, 100036.

Jia X., Xu R., Shen W., Xie M., Abid M., Jabbar S., Wang P., Zeng X., Wu T. (2015). Stabilizing oil-in-water emulsion with amorphous cellulose. *Food Hydrocolloids*, 43, 275–282.

Jiang B., Shi A., Wang Q., Binks B.P. (). High-Internal-Phase Pickering Emulsions Stabilized Solely by Peanut-Protein-Isolate Microgel Particles with Multiple Potential Applications. *Angewandte Chemie*, 57(30), 9274–9278.

Joseph C., Savoie R., Harscoat-Schiavo C., Pintori D., Monteil J., Leal-Calderon F., Faure C. (2019). O/W Pickering emulsions stabilized by cocoa powder: Role of the emulsification process and of composition parameters. *Food Research International*, 116, 755–766.

Karefyllakis D., Octaviana H., van der Goot A., Nikiforidis C.V. (2019). The emulsifying performance of mildly derived mixtures from sunflower seeds. *Food Hydrocolloids*, 88, 75–85.

Kiosseoglou V. (2003). Egg yolk protein gels and emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 8, 365–370.

Kornet R., Veenemans J., Venema P., van der Goot A., Meinders M., Sagis L., van der Linden E. (2021). Less is more: Limited fractionation yields stronger gels for pea proteins. *Food Hydrocolloids*, 112, 106285.

Kornet R., Penris S., Venema P., van der Goot A., Meinders M.B.J., van der Linden E. (2021). How pea fractions with different protein composition and purity can substitute WPI in heat-set gels. *Food Hydrocolloids*, 120, 106891.

Kotsmar C.S., Pradines V., Alahverdjieva V.S., Aksenenko, E.V. Fainerman, V.B., Kovalchuk V.I., Krsgel, J., Leser M.E., Noskov B.A., Miller R. (2009). Thermo- dynamics, adsorption kinetics and rheology of mixed protein-surfactant interfacial layers. *Advances in Colloid and Interface Science*, 150(1), 41–54.

Ktenioudak A., O’Shea N., Gallagher E. (2013). rheological properties of wheat dough supplemented with functional by-products of food processing: Brewer’s spent grain and apple pomace. *Journal of Food Engineering*, 116, 362–368.

Lam R.S.H., Nickerson M.T. (2013). Food proteins: A review on their emulsifying properties using a structure–function approach. *Food Chemistry*, 141, 975–984.

Larrosa M., Llorach R., Espin J.C., Tomas-Barberá F.A. (2002). Increase of Antioxidant Activity of Tomato Juice Upon Functionalisation with Vegetable Byproduct Extracts. *LWT - Food Science and Technology*, 35, 532–542.

Li C., Li Y., Sun P., Yang C. (2013). Pickering emulsions stabilized by native starch granules. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 431, 142–149.

- Li S., Li C., Yang Y., He X., Zhang B., Fu X., Tan C.P., Huang Q. (2019). Starch granules as Pickering emulsifiers: Role of octenylsuccinylation and particle size. *Food Chemistry*, 283, 437-444.
- Liang Y., Matia-Merino L., Gillies G., Patel H., Ye A., Golding M. (2017). The heat stability of milk protein-stabilized oil-in-water emulsions: A review. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 28, 63–73.
- Linder M.B. (2009). Hydrophobins: Proteins that self assemble at interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 14, 356–363.
- Lopez D.N., Galante M., Raimundo G., Spelzini D., Boeris V. (2019). Functional properties of amaranth, quinoa and chia proteins and the biological activities of their hydrolyzates. *Food Research International*, 116, 419-429.
- Lu X., Xiao J., Huang Q. (2018). Pickering emulsions stabilized by media-milled starch particles. *Food Research International*, 105, 140-149.
- Lu Y., Foo L.Y. (1999). The polyphenol constituents of grape pomace. *Food Chemistry*, 65,(1), 1-8.
- Lu X., Zhang H., Li Y., Huang Q. (2018). Fabrication of milled cellulose particles-stabilized Pickering emulsions. *Food Hydrocolloids*, 77, 427-435.
- Lu Z., Ye F., Zhou G., Gao R., Qin D., Zaho G. (2020). Micronized apple pomace as a novel emulsifier for food O/W Pickering T emulsion. *Food Chemistry*, 330, 127325.
- Lu Z., Zhou S., Ye F., Zhou G., Gao R., Qin D., Zaho G. (2021). A novel cholesterol-free mayonnaise made from Pickering emulsion stabilized by apple pomace particles. *Food Chemistry*, 353, 129418.
- Lv P., Wang D., Dai L., Wu X., Gao Y., Yan F. (2020). Pickering emulsion gels stabilized by high hydrostatic pressure-induced whey protein isolate gel particles: Characterization and encapsulation of curcumin. *Food Research International*, 132, 109032.
- Ma Z., Boye J.I., Simpson B.K., Prasher S.O., Monpetit D., Malcolmson L. (2011). Thermal processing effects on the functional properties and microstructure of lentil, chickpea, and pea flours. *Food Research International*, 44, 2534–2544.
- Maldonado-Valderrama J., Patino J. M. R. (2010). Interfacial rheology of protein- surfactant mixtures. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 15(4), 271-282.
- Mantovani R.A., de Figueiredo Furtado G., Netto F.M., Lopes Cunha R. (2018). Assessing the potential of whey protein fibril as emulsifier. *Journal of Food Engineering*, 223, 99-108.
- Marto J., Gouveia L., Jorge I.M., Duarte A., Gonçalves L.M., Silva S.M.C., Antunes F., Pais A.A.C.C., Oliveira E., Almeida A.J., Ribeiro H.M. (2015). Starch-based Pickering emulsions for topical drug delivery: A QbD approach. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 135, 183-192.
- Marku D., Wahlgren M., Rayner M., Sjöo M., Timgren A. (2012). Characterization of starch Pickering emulsions for potential applications in topical formulations. *International Journal of Pharmaceutics*, 428(1–2), 1-7.

- Masbernat L., Berland S., Leverrier C., Moulin G., Micon C., Almeida G. (2021). Structuring wheat dough using a thermomechanical process, from liquid food to 3D-printable food material. *Journal of Food Engineering*, 310, 110696.
- McClements D.J. (2004). Protein-stabilized emulsions. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 9, 305–313.
- McClements D.J. (2012). Advances in fabrication of emulsions with enhanced functionality using structural design principles. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 17, 235–245.
- McKee L.H., Latner T.A. (2000). Underutilized sources of dietary fiber: a review. *Plant Foods for Human Nutrition*, 55 (4), 285–304.
- Möller A.C., van der Padt A., van der Goot A.J. (2021). From raw material to mildly refined ingredient – Linking structure to composition to understand fractionation processes. *Journal of Food Engineering*, 291, 110321.
- Monnet A.F., Laleg K., Michon C., Micard V. (2019). Legume enriched cereal products: A generic approach derived from material science to predict their structuring by the process and their final properties. *Trends in Food Science & Technology*, 86, 131–143.
- Moussier M., Bosc V., Micon C., Pistre V., Chaudemanche C., Huc-Mathis D., (2019). Multi-scale understanding of the effects of the solvent and process on whey T protein emulsifying properties: Application to dairy emulsion. *Food Hydrocolloids*, 87, 869–879.
- Muhlack R.A., Potumarthi R., Jeffery D.W. (2018). Sustainable wineries through waste valorisation: A review of grape marc utilisation for value-added products. *Waste Management*, 72, 99–118.
- Müller-Maatsch J., Bencivenni M., Caligiani A., Tedeschi T., Bruggeman G., Bosch M., Petrusan J., Van Droogenbroeck B., Elst K., Sforza S. (2016). Pectin content and composition from different food waste streams. *Food Chemistry*, 201, 37–45.
- Murray B.S. (2002). Interfacial rheology of food emulsifiers and proteins. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 7, 426–431.
- Murray B.S.S (2011). Rheological properties of protein films. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 16, 27–35.
- Murray B.S.S. (2019). Pickering emulsions for food and drinks. *Current Opinion in Food Science*, 27, 57–63.
- Ning F., Ge Z., Qiu L., Wang X., Luo L., Xiong H., Huang Q., (2020). Double-induced se-enriched peanut protein nanoparticles preparation, characterization and stabilized food-grade pickering emulsions. *Food Hydrocolloids*, 99, 105308.
- Noskov B.A., Latnikova A.V., Lin S.Y., Loglio G., Miller R. (2007). Dynamic Surface Elasticity of β -Casein Solutions during Adsorption. *The Journal of Physical Chemistry C*, 111, 45, 16895–16901.

Noskov B.A., Grigoriev D.O., Latnikova A.V., Lin S.Y., Loglio G., Miller R. (2009). Impact of Globule Unfolding on Dilational Viscoelasticity of β -Lactoglobulin Adsorption Layers. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113, 40, 13398–13404.

O'Shea N., Arendt E.K., Gallagher E. (2012). Dietary fibre and phytochemical characteristics of fruit and vegetable by-products and their recent applications as novel ingredients in food products. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 16, 1–10.

Opazo-Navarrete M., Tagle Freire D., Boom R.M., Jansen A.E.M., Schutyser M.A.I. (2018). Dry fractionation of quinoa sweet varieties Atlas and Riobamba for T sustainable production of protein and starch fractions. *Journal of Food Composition and Analysis*, 74, 95–101.

Ospina M., Montaña-Oviedo K., Díaz-Duque A., Toloza-Daza H., Narváez-Cuenca C-E. (2020). Utilization of fruit pomace, overripe fruit, and bush pruning residues from T Andes berry (*Rubus glaucus* Benth) as antioxidants in an oil in water Emulsion. *Food Chemistry*, 281, 114–123.

Pal G. K., Suresh P.V. (2016). Sustainable valorisation of seafood by-products: Recovery of collagen and development of collagen-based novel functional food ingredients. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 37 (B), 201-215.

Pelgrom P.J.M., Vissers A.M., Boom R.M., Schutyser M.A.I. (2013). Dry fractionation for production of functional pea protein concentrates. *Food Research International*, 53, 232–239.

Pelgrom P.J.M., Berghout J.A.M., van der Goot A.J., Boom R.M., Schutyser M.A.I. (2014). Preparation of functional lupine protein fractions by dry separation. *LWT - Food Science and Technology*, 59, 680-688.

Pelgrom P.J.M., Boom R.M., Schutyser M.A.I. (2015). Functional analysis of mildly refined fractions from yellow pea. *Food Hydrocolloids*, 44, 12-22.

Petkowicz C.L.O., Williams P.A. (2020). Pectins from food waste: Characterization and functional properties of a pectin extracted from broccoli stalk. *Food Hydrocolloids*, 107, 105930.

Pickering S.U (1907). Emulsions. *J. Chem. Soc.* 91, 2001.

Purić M., Rabrenović B., Rac V., Pezo L., Tomašević I., Demin M. (2020). Application of defatted apple seed cakes as a by-product for the enrichment T of wheat bread. *LWT - Food Science and Technology*, 130, 109391.

Radenkovs V., Püssa T., Juhnevica-Radenkova K., Kviesis J., Salar F.J., Moreno D.A., Drudze I. (2020). Wild apple (*Malus* spp.) by-products as a source of phenolic compounds and vitamin C for food applications. *Food Bioscience*, 38, 100744.

Raikos V. (2010). Effect of heat treatment on milk protein functionality at emulsion interfaces. A review. *Food Hydrocolloids*, 24, 259–265.

Ralla T., Salminen H., Edelmann M., Dawid C., Hofmann T., Weiss J. (2018). Oat bran extract (*Avena sativa* L.) from food by-product streams as new natural emulsifier. *Food Hydrocolloids*, 81, 253e262.

Ramsden W. (1903). Separation of solids in the surface-layers of solutions and 'Suspensions' (Observations on surface-membranes, bubbles, emulsions, and mechanical coagulation)—preliminary account. *Proc. R. Soc. London*, 72, 156–164.

Rayner M., Marku D., Eriksson M., Sjö M., Dejmek P., Wahlgren M. (2014). Biomass-based particles for the formulation of Pickering type emulsions in food and topical applications. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 458, 48–62.

Rico X., Gullon B., Alonso J.L., Yanez R. (2020). Recovery of high value-added compounds from pineapple, melon, watermelon and pumpkin processing by-products: an overview. *Food Research International*, 132, 109086.

Roldan E., Sanchez-Moreno C., de Ancos B., Cano M.P. (2008). Characterisation of onion (*Allium cepa* L.) by-products as food ingredients with antioxidant and antibrowning properties. *Food Chemistry*, 108, 907–916.

Saari H., Rayner M., Wahlgren M. (2019). Effects of starch granules differing in size and morphology from different botanical sources and their mixtures on the characteristics of Pickering emulsions. *Food Hydrocolloids*, 89, 844–855.

Schieber A., Stintzing F.C., Carle R. (). By-products of plant food processing as a source of functional compounds — recent developments. *Trends in Food Science & Technology*, 12, 401–413.

Singh H., Sarkar A. (2011). Behaviour of protein-stabilised emulsions under various physiological conditions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 165, 47–57.

Sjö M., Cem Emek S., Hall T., Rayner M., Wahlgren M. (2015). Barrier properties of heat treated starch Pickering emulsions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 450, 182–188.

Song X., Pei Y., Qiao M., Ma F., Ren H., Zhao Q. (2015). Preparation and characterizations of Pickering emulsions stabilized by hydrophobic starch particles. *Food Hydrocolloids*, 45, 256–263.

Sosulki F.W., McCurdy A.R. (1987). Functionality of Flours, Protein Fractions and Isolates from Field Peas and Faba Bean. *Journal of Food Science*, 52(4), 1010–1014.

Spinelli S., Padalino L., Costa C., Del Nobile M.A., Conte A. (2019). Food by-products to fortified pasta: A new approach for optimization. *Journal of Cleaner Production*, 215, 985e991.

Sridharan S., Meinders M.B.J., Bitter J.H., Nikiforidis C.V. (2020). Pea flour as stabilizer of oil-in-water emulsions: Protein purification unnecessary. *Food Hydrocolloids*, 101, 105533.

Taarji N., Bouhoute M., Fainassi F., Hafidi A., Kobayashi I., Neves M.A., Tominaga K., Isoda H., Nakajima M. (2021). Interfacial and emulsifying properties of purified glycyrrhizin and non-purified glycyrrhizin-rich extracts from liquorice root (*Glycyrrhiza glabra*). *Food Chemistry*, 337, 127949.

Theagarajan R., Narayanaswamy L.M., Dutta S., Moses J.A., Chinnaswamy A. (2019). Valorisation of grape pomace (cv. Muscat) for development of functional cookies. *International Journal of Food Science and Technology*, 54(4), 1299–1305.

- Tomadoni B., Capello C., Ayala Valencia G., Guitiérrez T.J. (2020). Self-assembled proteins for food applications: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 101, 1-16.
- Timgren A., Rayner M., Sjö M., Dejmeck P., (2011). Starch particles for food based Pickering emulsions. *Procedia Food Science*, 1, 95-103.
- Tseng A., Zhao Z. (2013). Wine grape pomace as antioxidant dietary fibre for enhancing nutritional value and improving storability of yogurt and salad dressing. *Food Chemistry*, 138, 356–365.
- Turksoy S., Ozkaya B. (2011). Pumpkin and Carrot Pomace Powders as a Source of Dietary Fiber and Their Effects on the Mixing Properties of Wheat Flour Dough and Cookie Quality. *Food Science and Technology Research*, 17(6), 545-553.
- Umana M., Turchiuli C., Eim V., Rosselo C., Simal S. (2021). Stabilization of oil-in-water emulsions with a mushroom (*Agaricus bisporus*) by-product. *Journal of Food Engineering*, 307, 110667.
- Van Aken G.A., Blijdenstein T.B.J, Hotrum N.E. (2003). Colloidal destabilisation mechanisms in protein-stabilised emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 8, 371–379.
- Vazquez J.A., Fraguas J., Miron J., Valcarcel J., Perez-Martin R.I., Antelo L.T. (2020). Valorisation of fish discards assisted by enzymatic hydrolysis and microbial bioconversion: Lab and pilot plant studies and preliminary sustainability evaluation. *Journal of Cleaner Production*, 246, 119027.
- Velderrain-Rodríguez G.R., Salvia-Trujillo L., Gonzalez-Aguilar G.A., Martín-Belloso O. (2021). Interfacial activity of phenolic-rich extracts from avocado fruit waste: Influence on the colloidal and oxidative stability of emulsions and nanoemulsions. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 69, 102665.
- Yan X., Ma C., Cui F., McClements D.J., Liu X., Liu F. (2020). Protein-stabilized Pickering emulsions: Formation, stability, properties, and applications in foods. *Trends in Food Science & Technology*, 103, 293-303.
- Yang J., Faber I., Berton-Carabin C.C., Nikiforidis C.V., van der Linden E., Sagis L.M.C. (). Foams and air-water interfaces stabilised by mildly purified rapeseed proteins after defatting. *Food Hydrocolloids*, 112, 106270.
- Yusoff A., Murray B.S. (2011). Modified starch granules as particle-stabilizers of oil-in-water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 25(1), 42-55.
- Wang X., Kristo E., LaPointe G. (2019). The effect of apple pomace on the texture, rheology and microstructure of T set type yogurt. *Food Hydrocolloids*, 91, 83–91.
- Wijngaard H.H, Rößle C., Brunton N. (2009). A survey of Irish fruit and vegetable waste and by-products as a source of polyphenolic antioxidants. *Food Chemistry*, 116, 202–207.
- Zhang S., Holmes M., Ettelaie R., Sarkar A. (2020). Pea protein microgel particles as Pickering stabilisers of oil-in-water emulsions: Responsiveness to pH and ionic strength. *Food Hydrocolloids*, 102, 105583.

Zhu X.F., Zhang N., Lin W.F., Tang C.H. (2017). Freeze-thaw stability of pickering emulsions stabilized by soy and whey protein particles. *Food Hydrocolloids*, 69, 173-184.

Zhu X.F., Zheng J., Liu F., Qiu C.Y., Lin W.F., Tang C.H. (2017). Freeze-thaw stability of Pickering emulsions stabilized by soy protein nanoparticles. Influence of ionic strength before or after emulsification. *Food Hydrocolloids*, 74, 37-45.