

Développement de stratégies analytiques pour la détermination des composés odorants indésirables issus du chauffage de l'huile de colza en vue de sa stabilisation

L'huile de colza est riche en acide gras  $\alpha$ -linoléinique, autrement appelé oméga 3, et essentiel. Suite à un déficit en oméga 3 constaté au sein de la population française, la consommation d'aliments contenant des oméga 3 a été encouragée. Cependant, les acides gras poly-insaturés sont particulièrement sensibles à l'oxydation, et dans le cas de l'huile de colza, des odeurs indésirables caractérisées par une odeur de poisson apparaissent. Dans ce contexte, il a donc été nécessaire de développer des outils analytiques basés sur la chromatographie en phase gazeuse assez performants pour déterminer la présence de différentes molécules volatiles responsables d'odeurs désagréables liées à la dégradation de l'huile de colza, ainsi que d'étudier la stabilité à l'oxydation de différentes formulations.

Pour cela, quatre techniques d'espace de tête appliquées à l'huile de colza ont été comparées et une méthode d'analyse basée sur l'HS Trap a été mise au point. Cette méthode a ensuite été validée en s'appuyant sur la méthodologie du profil d'exactitude. Par la suite, des informations complémentaires sur les composés volatils odorants présents dans l'espace de tête de l'huile de colza dégradée ont été obtenues grâce à une analyse sensorielle réalisée par GC-O. Au vue de la complexité de l'espace de tête de l'huile de colza, une méthode utilisant la GC $\times$ GC, technique avec un meilleur pouvoir résolutif et plus sensible que la GC-1D, a été mise au point et la sensibilité a été suffisante pour détecter tous les composés cibles. Afin de stabiliser l'huile de colza face à l'oxydation, le pouvoir antioxydant de différentes substances a été évalué et il a ainsi été possible de montrer un effet stabilisant de deux huiles essentielles, et des résultats encourageants pour d'autres molécules antioxydantes. Toutefois, une étude de fidélité serait nécessaire pour confirmer ces observations. Enfin, des essais complémentaires pourraient être envisagés avec des prélèvements d'atmosphères de friture.

Mots clés : huile de colza, oxydation, techniques d'espace de tête, chromatographie en phase gazeuse, molécules volatiles, odeur de poisson, stabilité oxydative, chimiométrie

Development of analytical strategies for the determination of undesirable odorant compounds from heated rapeseed oil with a view to contributing to its stabilization

Rapeseed oil is rich in essential  $\alpha$ -linolenic fatty acid, also called omega 3. Due to a possible omega 3 deficiency in the French population, the consumption of food containing omega 3 has been encouraged. However, the poly-unsaturated fatty acids are particularly subject to oxidation, and in the case of rapeseed oil, off-flavors characterized by a fishy odor are formed. In this context, it was necessary to develop analytical tools based on gas chromatography and efficient enough to determine simultaneously the presence of all the volatile molecules responsible for the unpleasant odors due to the degradation of rapeseed oil. The study of the oxidative stability of several formulations was also considered.

Four headspace techniques were applied to rapeseed oil and compared. A method using HS Trap was developed and validated using the accuracy methodology. Complementary information about odorant volatile compounds was then obtained with GC-O. Due to the complexity of the studied samples, it was considered to implement GC $\times$ GC for the characterization of the headspace of rapeseed oil. Indeed, this technique has a better resolution power and sensitivity than 1D-GC and the developed method was sensitive enough to detect all the target compounds simultaneously. In order to stabilize rapeseed oil, the antioxidant power of different materials was evaluated. The stabilizing effect of two essential oils was in particular shown and positive results were also obtained for other antioxidants. However, the precision of these tests should be evaluated to confirm these observations. Finally, complementary analyses could be considered by sampling the atmosphere from frying oils.

Keywords: Rapeseed oil, oxidation, headspace techniques, gas chromatography, volatile molecules, fishy odor, oxidative stability, chemometrics