

**EUR 2402.f**

LIBRARY COPY

**COMMUNAUTÉ EUROPÉENNE DE L'ÉNERGIE ATOMIQUE – EURATOM**

**ÉTUDE SUR LES MÉTHODES D'IDENTIFICATION  
DES DENRÉES ALIMENTAIRES IRRADIÉES**

**par**

**A. LAFONTAINE et L. BUGYAKI**

**1965**



**Contrat Euratom N° 016-63-12 PSTB**

## AVERTISSEMENT

Le présent document a été élaboré sous les auspices de la Commission de la Communauté Européenne de l'Energie Atomique (EURATOM).

Il est précisé que la Commission d'EURATOM, ses cocontractants ou toute personne agissant en leur nom:

- 1° — Ne garantissent pas l'exactitude ou le caractère complet des informations contenues dans ce document, ni que l'utilisation d'une information, d'un équipement, d'une méthode ou d'un procédé décrit dans le présent document ne portent pas atteinte à des droits privés.
- 2° — N'assument aucune responsabilité pour les dommages qui pourraient résulter de l'utilisation d'informations, d'équipements, de méthodes ou procédés divulgués dans le présent document.

Ce rapport est vendu au prix de 50,— francs belges, sur demande adressée à: PRESSES ACADEMIQUES EUROPEENNES - 98, chaussée de Charleroi, Bruxelles 6.

Le paiement se fait par versement à:

- la BANQUE DE LA SOCIETE GENERALE (Agence Ma Campagne) - Bruxelles - compte n° 964.558,
- la BELGIAN AMERICAN BANK AND TRUST COMPANY - New York - compte n° 22.186,
- la LLOYDS BANK (Europe) Ltd. - 10 Moorgate, London E.C. 2,

en mentionnant la référence: « EUR 2402.f . ETUDE SUR LES METHODES D'IDENTIFICATION DES DENREES ALIMENTAIRES IRRADIEES. »

Achévé d'imprimer par Snoeck-Ducaju & Fils, Gand.  
Bruxelles, avril 1965.

Manuscrit reçu le 23 février 1965

**EUR 2402.f**

COMMUNAUTÉ EUROPÉENNE DE L'ÉNERGIE ATOMIQUE – EURATOM

**ÉTUDE SUR LES MÉTHODES D'IDENTIFICATION  
DES DENRÉES ALIMENTAIRES IRRADIÉES**

par

**A. LAFONTAINE et L. BUGYAKI**

1965



Contrat Euratom N° 016-63-12 PSTB

## TABLE DES MATIERES

	Pages
1 -- INTRODUCTION ET BUT DU RAPPORT . . . . .	4
2 -- EXPOSE DES METHODES . . . . .	7
2. 1 -- Mesure de l'état paramagnétique de l'atome . . . . .	7
2. 2 -- Electrophorèse . . . . .	8
2. 3 -- Potentiel d'oxydo-réduction (rH) . . . . .	9
2. 4 -- Polarographie . . . . .	9
2. 5 -- Spectrophotométrie . . . . .	9
2. 6 -- Chromatographie . . . . .	11
2. 7 -- Colorimétrie . . . . .	11
2. 8 -- Structure microscopique . . . . .	13
2. 9 -- Immunologie . . . . .	13
2.10 -- Microbiologie . . . . .	14
2.11 -- Emballage . . . . .	15
2.12 -- Modification des caractères organoleptiques . . . . .	17
3 -- COMMENTAIRES SUR LES METHODES . . . . .	20
4 -- SUGGESTIONS ET RECOMMANDATIONS . . . . .	26
5 -- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES . . . . .	31

## **ETUDE SUR LES METHODES D'IDENTIFICATION DES DENREES ALIMENTAIRES IRRADIEES**

### **PREFACE**

D'une façon relativement aiguë, se posent actuellement sur le plan mondial des problèmes concernant une production accrue d'aliments et surtout la mise en œuvre de leur conservation et de leur distribution en des endroits parfois éloignés, tout en leur gardant leurs propriétés nutritives. C'est pourquoi, l'application pratique des radiations ionisantes à la conservation des aliments a été envisagée depuis un certain nombre d'années; ses perspectives peuvent être considérées comme favorables et plusieurs pays ont déjà autorisé la mise en vente de quelques aliments irradiés. Cependant, dans certains pays on estime qu'il existe encore une incertitude au sujet de la salubrité des aliments irradiés, ce qui a conduit les autorités sanitaires de ces pays à prendre des mesures préventives et des dispositions réglementaires en vue de limiter l'importation et la mise en vente des produits irradiés et même, parfois, d'interdire l'irradiation de produits alimentaires destinés à la consommation.

Le problème général est de pouvoir disposer de moyens de contrôle commodes, permettant une identification des denrées irradiées tant sur le plan quantitatif que sur le plan qualitatif: il faudrait être en mesure de déterminer si une denrée a été ou non irradiée, et d'évaluer la dose à laquelle elle aurait été exposée au cours du traitement. Même si théoriquement il existe un certain nombre de méthodes susceptibles d'être utilisées à cet effet, différentes raisons en rendent l'emploi difficile en vue d'un contrôle régulier et systématique des aliments.

Le présent rapport a été établi à la demande de la Direction Protection sanitaire: il donne un aperçu des différentes méthodes qui pourraient être envisagées en mentionnant les avantages et les inconvénients de chacune d'elles; les critères auxquels devraient répondre les techniques les plus adéquates ont été également précisés.

Cette publication veut être une contribution intéressante à une meilleure connaissance des études entreprises en vue de mettre au point une méthode pratique d'identification des aliments irradiés et fait apparaître les voies dans lesquelles des recherches complémentaires devraient être conduites.

Dr. P. RECHT

## 1. INTRODUCTION

### BUT DU RAPPORT

La conservation et l'entreposage des aliments ont toujours été un problème essentiel associé au développement de la société humaine. Son importance n'a fait que grandir et il est certain que l'accroissement de la population du globe, l'augmentation de la densité humaine dans certaines régions et la nécessité d'assurer parfois le transport des denrées sur de longues distances exigent, outre une amélioration quantitative et qualitative de la production, des recherches pour une meilleure conservation des denrées alimentaires produites.

Les denrées destinées à l'alimentation humaine sont pour la presque totalité périssables: leur altération débute souvent immédiatement après la récolte ou l'abattage. Cette altération peut entraîner des perturbations parfois importantes de leur valeur nutritive et parfois l'apparition de produits indésirables voire toxiques. De plus, les denrées peuvent servir de vecteurs à des infections parasitaires ou microbiennes. Enfin, au cours de leur conservation elles peuvent être détruites par de nombreux prédateurs.

Jusqu'à la mise en œuvre des radiations ionisantes, les principales méthodes de conservation des aliments étaient le séchage, la salaison, la marinade, le fumage, le froid, la stérilisation thermique et l'emploi de certains antiseptiques chimiques: le plus grand progrès de notre époque fut la découverte de la possibilité de conserver les aliments stérilisés par la chaleur à l'intérieur de récipients étanches (appertisation).

Les procédés classiques ont leurs avantages et leurs inconvénients: parmi ceux-ci il faut noter l'altération parfois profonde des caractères organoleptiques, la diminution de certaines propriétés nutritives et la perte éventuelle de certains composants essentiels. L'utilisation de certains conservateurs chimiques permet de résoudre certaines difficultés mais elle introduit un risque nouveau non négligeable, à savoir la toxicité de l'agent conservateur pour l'être humain. L'application du froid élimine la plupart des désavantages, mais, malgré les progrès réalisés dans les procédés de réfrigération, les difficultés techniques restent considérables pour réaliser une chaîne permanente du froid et des facteurs économiques empêchent par ailleurs d'en étendre géographiquement l'utilisation à un nombre croissant de denrées.

Il était normal que les possibilités offertes par les radiations ionisantes, surtout depuis le développement des emplois de l'énergie nucléaire, soient explorées: leur action sur la désinfestation, la désinfection, la stabilisation et la conservation des denrées ouvrirait en effet la voie à des applications encourageantes, qui occuperaient une place à part dans la gamme des procédés utilisés jusqu'à présent.

Dès 1930, un brevet fût déposé concernant un procédé de conservation des aliments par les rayons X. Depuis lors les essais d'applications industrielles se sont multipliés que les radiations ionisantes soient produites par des accélérateurs d'électrons ou par des substances radioactives artificielles.

Notre souci dans le présent rapport n'est pas d'étudier les procédés techniques ou d'envisager les aspects économiques de l'utilisation des radiations ionisantes dans la conservation des aliments: notre but est d'évoquer la répercussion éventuelle d'un tel usage sur la santé de l'homme amené à consommer des denrées irradiées et surtout de faire le point des procédés qui pourraient être mis en œuvre pour dépister de telles denrées et connaître la dose d'irradiation à laquelle elles ont été soumises.

\* \* \*

Les radiations ionisantes cèdent de l'énergie à la matière: les atomes, qui ont absorbé cette énergie, deviennent « excités ». Si l'énergie transférée est suffisante, l'excitation de l'atome atteint un tel degré que le noyau devient instable et peut émettre une particule devenant ainsi lui-même radioactif. De cette façon, les radiations ionisantes peuvent induire la radioactivité dans une substance qui ne présentait pas ce caractère. La possibilité d'une telle induction dépend d'un côté de la nature de la substance et d'un autre côté de l'énergie de la radiation. Sans entrer dans les détails, nous pouvons affirmer que les rayons gamma d'énergie inférieure à 2,2 MeV et le flux d'électrons d'énergie inférieure de 10 MeV ne peuvent dans aucun cas donner naissance à une radioactivité préoccupante dans les denrées alimentaires irradiées: la radioactivité induite est toujours très faible et n'intéresse par ailleurs que des radioisotopes à vie courte: cela veut dire que les techniques actuellement recommandées qui recourent soit au rayonnement  $\gamma$  du Cobalt ou du Césium, soit aux accélérateurs d'électrons émettant des particules dotées d'une énergie inférieure à 10 MeV ne sont pas dangereuses par les substances radioactives éventuellement induites mais, en même temps, cela signifie que le dépistage des denrées par la mesure de leur activité est un leurre. Le danger de radioactivité induite écarté, reste, entre autres, le risque provenant des substances chimiques de grande réactivité, créées par la radiation ionisante sur son trajet. En effet, si l'énergie communiquée par l'irradiation n'est pas suffisante pour induire la radioactivité dans les aliments traités, elle est capable par exemple d'éjecter un électron orbital des atomes « excités », laissant derrière elle un ion chargé positivement. L'électron éjecté peut réagir avec un ou plusieurs autres atomes en les ionisant suivant le processus précédent, jusqu'au moment où l'énergie de cet électron s'affaiblit. Il peut alors être capté par un atome et s'insérer dans sa couronne électronique, en formant un ion chargé négativement. Si les atomes, excités sous l'influence de l'irradiation, font partie d'une molécule, la molécule entière peut devenir excitée. L'excitation peut être assez importante pour rompre une ou plusieurs liaisons moléculaires. Cette rupture donne naissance à des radicaux, qui même s'ils sont électriquement neutres, sont toujours chimiquement très actifs et capables d'entraîner des réactions en série. Les modalités d'une telle réaction sont loin d'être toutes connues et par conséquent nous ignorons généralement quels peuvent être les produits formés au cours de ces réactions. Plusieurs produits finals ont été pourtant identifiés, parmi lesquels quelques-uns sont reconnus nocifs (comme certains peroxydes ou certains aldéhydes). Par ailleurs, quelques auteurs comme Ehrenberg et ses collaborateurs ont suggéré que, abstraction faite du danger provenant des produits nocifs évoqués plus haut et nés de la réaction en chaîne, une partie de l'énergie communiquée par l'irradiation à l'aliment, y reste accumulée temporairement. Cette « énergie emmagasinée » pourrait être libérée ulté-

rieurement et entraîner des altérations biologiquement importantes. On comprend que ces considérations théoriques corroborées par certaines données expérimentales aient fait naître un doute en ce qui concerne l'innocuité des aliments irradiés: il en est résulté des études destinées à éclairer la situation et à nous fixer au sujet de la comestibilité et l'innocuité des denrées irradiées. De nombreuses recherches ont été entreprises qui font appel à de nombreuses disciplines biologiques: en effet à côté du risque éventuel de l'apparition de substances toxiques, cancérigènes ou mutagènes et de l'éventuelle énergie emmagasinée, il ne faut pas perdre de vue les destructions éventuelles d'éléments nutritifs essentiels d'une part et les répercussions microbiologiques d'autre part. A ce dernier propos, les germes anaérobies en raison de leur radiorésistance relative posent des problèmes sérieux sans parler de l'hypothèse plausible de mutation génétique induite dans certaines espèces microbiennes.

Les résultats de ces recherches sont parfois fort divergents: certains auteurs affirment que les aliments irradiés peuvent être consommés sans danger tandis que d'autres concluent à un risque indubitable. Cette divergence résulte en partie du fait que les doses d'irradiation appliquées varient avec le but recherché (de 0,008 Mégard pour inhiber la germination des pommes de terre à 5 Mégard pour une stérilisation) et du fait de la variété des denrées irradiées: une réunion d'experts à Rome en avril 1964 sous les auspices de la F.A.O., de l'O.M.S. et de l'A.I.E.A. a abouti à la conclusion que les essais de comestibilité et d'innocuité à appliquer devaient être envisagés denrée par denrée, compte tenu du but de l'irradiation et de la technique utilisée.

Il est en tous cas prématuré d'émettre un jugement définitif sur l'ensemble du problème: néanmoins, dès à présent, certains pays comme les U.S.A., le Canada et l'U.R.S.S. ont autorisé la mise en vente de plusieurs aliments irradiés et il faut prévoir que les transactions concernant certains d'entre eux ne se limiteront pas à la mise en vente du produit à l'intérieur des frontières nationales. Se pose donc, sur le plan du contrôle national et international, le problème de l'identification des aliments irradiés en vue de les différencier des denrées conservées par les méthodes classiques et en vue, secondairement, de déterminer la dose d'irradiation.

\* \* \*

Nous avons recherché dans la littérature scientifique les travaux déjà faits dans un tel but et nous avons étudié ceux qui, en rapports étroits avec l'analyse des aliments irradiés, permettraient d'envisager la découverte de méthodes susceptibles de démontrer et de mesurer l'irradiation antérieure éventuelle d'un aliment.

Nous avons à cet effet parcouru les revues encyclopédiques et les publications spécialisées afin de rassembler le plus grand nombre possible de documents relatifs au problème qui nous était confié: nous avons ensuite à partir de ces travaux remonté à certaines recherches fondamentales pour aboutir à une documentation aussi complète et détaillée que possible pour les confronter à certaines recherches personnelles que nous conduisons.

Les principaux travaux que nous avons retenus figurent dans la bibliographie annexée à la présente étude.

## 2. TECHNIQUES ET METHODES EVENTUELLEMENT UTILISABLES POUR IDENTIFIER L'IRRADIATION ANTERIEURE D'UNE DENREE ALIMENTAIRE

Nous avons cru utile de grouper les techniques et les méthodes éventuellement utilisables en les classant d'après les diverses disciplines auxquelles les chercheurs ont fait appel: celles-ci sont très diverses et vont de la physique pure à la microbiologie en passant par l'histologie, la chimie, voire l'étude des caractères organoleptiques.

Dans ce chapitre, nous ne commenterons pas chaque technique ou méthode éventuellement utilisable: nous avons jugé plus facile de grouper nos remarques en un chapitre intitulé « Commentaires » où nous passons en revue les avantages et les désavantages de chacune d'entre elles en fonction du but poursuivi.

### 2.1. Mesure de l'état paramagnétique de l'atome

La langue anglaise emploie plutôt les termes « measure of the electron spin resonance » (ESR): dans notre exposé, nous recourons à cette abréviation internationalement utilisée.

Nombreux sont les ouvrages qui décrivent la théorie et les aspects expérimentaux de l'ESR en général: nous en citerons deux que nous estimons excellents [1, 2] et qui permettent d'atteindre une connaissance plus approfondie sur cette méthode récente.

Sans vouloir entrer dans les détails, nous évoquerons les principes de la méthode et les aspects de son utilisation en biologie.

Essentiellement, la mesure de l'ESR vise la détection d'un électron isolé (célibataire) ou du désappariement des électrons (découplés) gravitant autour des noyaux atomiques.

L'aptitude d'une substance de pouvoir modifier le champ magnétique régnant à l'endroit qu'elle occupe, est appelée « paramagnétisme »: elle est liée à certains éléments de la structure même de la substance, les électrons. Ceux-ci, en gravitation sur des orbites atomiques ou moléculaires et en mouvement sur eux-mêmes, jouent le rôle de minuscules aimants qui s'orientent selon les lignes de force du champ.

La mesure de l'interaction des électrons célibataires et découplés et du champ magnétique régnant permet de déterminer leur concentration (quantité), mais ne donne pas d'information sur leur environnement. Pour y parvenir et partant pour identifier la nature des substances chimiques, il faut pouvoir mesurer l'interaction très faible (hyperfine force) qu'exerce l'état paramagnétique du noyau sur celui de l'électron: cette interaction est fonction de l'orientation relative du moment magnétique du noyau et de celui de l'électron.

La mesure de l'ESR est capable en principe de nous éclairer non seulement de la quantité des électrons célibataires ou découplés, mais elle est également apte à nous renseigner de la nature de la substance: la méthode permet des mesures quantitatives et qualitatives.

La mesure de l'ESR est utilisée de plus en plus depuis quelques années dans les recherches de radiochimie. Elle fut appliquée d'abord sur des substances pures à l'état

cristallin. Ensuite, elle fut expérimentée avec des composés plus complexes et même avec des produits biologiques: cheveux, os, plumes, hydrates de carbone et protéines déshydratées.

La méthode fut également utilisée avec succès sur des fragments de tissu humain (foie) à des fins d'analyses cliniques [3]. Les auteurs de ces travaux affirment en outre que la plupart des tissus normaux d'animaux contiennent  $10^{-8}$  M de radicaux libres, associés au mécanisme enzymatique cellulaire.

Nous n'avons trouvé qu'un seul travail spécialement consacré à l'analyse de denrées alimentaires, en l'occurrence les graisses.

H. Luck et coll. [4], étudiant, à l'aide de l'ESR, des graisses irradiées, ont pu démontrer dans celles-ci la présence de radicaux parmi lesquels les peroxydes et les radicaux allylés ont pu être identifiés. Les auteurs soulignent les difficultés d'interprétation qui surgissent en raison de la variation structurelle des graisses selon la température d'analyse.

Par ailleurs, nous citerons les travaux de W. Bradshaw et F.K. Truby [5] qui par l'ESR ont montré l'apparition de radicaux libres dans la viande irradiée, dans les glycérides et l'albumine de l'œuf, tandis que F.K. Truby avec J.P. O'Meara et T.M. Shaw [6] ont montré que l'apparition des radicaux libres détectables par l'ESR dans les aliments irradiés est fonction des multiples facteurs intervenant dans les conditions d'irradiation et après l'irradiation tout en soulignant que certains types de radicaux libres sont spécifiques de l'irradiation.

## 2.2. Electrophorèse

Deschreider [7] a étudié les modifications décelables par l'électrophorèse qui surviennent au niveau des protéines dans la poudre d'œuf irradiée. Ces recherches ont porté sur la composition de certains éluats obtenus par des extractions fractionnées. Notamment les éluats obtenus à pH 4,0 sur colonne de sable et ceux obtenus à pH 5,0 et 7,1 sur colonne de carboxyméthyl cellulose ont été étudiés: dès la dose de 0,5 Mégarad, on observe l'affaiblissement considérable ou l'effacement des bandes caractéristiques, altérations qui n'apparaissent pas, même après un an, dans la poudre d'œufs conservée par d'autres techniques. Malheureusement il faut, comme nous venons de le dire, pour obtenir ces modifications caractéristiques, atteindre ces doses élevées de rayonnement qui sont la limite supérieure de celles couramment recommandées pour l'élimination des pathogènes (salmonella) dans les poudres d'œufs.

A. Caputo [8] a étudié quelques caractéristiques physico-chimiques de la sérum-albumine de bœuf, irradiée par 5 Mégarad de rayons X.

L'analyse électrophorétique met en évidence que les molécules ont subi de profondes modifications: on distingue deux groupes de molécules dont le comportement électrophorétique est différent de celui de l'albumine non irradiée. 60 % des molécules appartiennent au premier groupe; leur vitesse est augmentée, 40 % appartient au deuxième groupe: elles restent immobiles dans le champ électrique. Le point isoélectrique des composants du premier groupe, calculé sur la base des valeurs de la mobilité à des pH divers se situe à pH 4,27 (contre pH 4,75 pour l'albumine normale).

Nous mêmes, en collaboration avec Bruaux, nous avons entrepris des études électrophorétiques et immuno-électrophorétiques sur la viande irradiée au delà du Mégard: certaines modifications du spectre protidique semblent être en relation spécifique avec l'irradiation parce qu'elles ne se superposent pas aux altérations observées sous l'influence d'autres techniques de conservation.

### 2.3. Potentiel d'oxydo-réduction (rH)

Schmidt-Lorenz [9] a publié les résultats des mesures du potentiel d'oxydo-réduction, effectuées sur le poisson et la viande emballés en sachet de polyéthylène et irradiés en vue d'une pasteurisation: les doses utilisées étaient de l'ordre de 0,5 à 3 Mégard.

Il ressort de ces travaux que le rH des échantillons irradiés augmente rapidement et se maintient à une valeur élevée (+ 300 mV) pendant la période de conservation (10 semaines), tandis que dans les échantillons témoins, il descend vers la valeur négative et se stabilise aux environs de -200 à -300 mV. Le glissement du rH vers des valeurs positives dans les échantillons irradiés serait dû aux réactions chimiques produites par l'irradiation et notamment aux peroxydes, tandis que l'abaissement du rH dans les échantillons non irradiés résulterait du métabolisme des bactéries en phase de multiplication intensive.

A la suite de ces observations, l'auteur recommande la détermination du rH dans des préparations de viande et de poisson traitées par l'irradiation en vue de leur conservation: une valeur positive indiquerait l'irradiation antérieure de la préparation. Par ailleurs, les valeurs très négatives du rH renseigneraient sur la pollution microbienne de l'échantillon et éviteraient ainsi l'application des fastidieuses méthodes microbiologiques.

### 2.4. Polarographie

Les auteurs japonais Tetsujiro Obara et coll. [10] ont effectué des analyses polarographiques sur la viande irradiée. Les résultats de leurs recherches ont été publiés dans une série d'articles en japonais, dont nous n'avons pas pu obtenir la traduction intégrale jusqu'à présent. A défaut des détails, nos considérations sont basées sur les résumés parus dans la revue « Nuclear Science Abstracts ». En tous cas, les mesures polarographiques faites sur les extraits de la viande obtenus à l'aide d'ammoniaque ou d'une solution aqueuse de NaCl à 7 % sont capables de mettre en évidence la dénaturation des protéines par irradiation. En ce qui concerne l'extrait réalisé avec la solution de chlorure de sodium, la polarographie, faite immédiatement après l'irradiation, n'indique pas de différence entre la viande irradiée et le témoin. Par contre, les mesures exécutées ultérieurement, pendant la période de conservation, indiquent des changements notables, provenant de l'altération des protéines.

### 2.5. Spectrophotométrie

Tuchscheerer [11, 12] s'est préoccupé des modifications de certaines constantes optiques (indice de réfraction et absorption dans la lumière visible et dans l'U.V.) ainsi que des variations de viscosité dans les fruits (pêches) et les jus de fruits (jus de

raisin): l'irradiation des fruits et des jus de fruits est faite dans diverses conditions (absence et présence d'air, températures variables).

Si la viscosité et l'indice de réfraction ne subissent aucune modification caractéristique, la spectrométrie serait par contre capable de mettre en évidence des modifications qui permettent de conclure à la nature du traitement appliqué. En utilisant des modèles de solutions composites de sucre, Tuschsheerer a démontré que les modifications optiques sont liées aux altérations relatives des sucres présents. La situation de la bande d'absorption dépend de la proportion initiale des divers sucres dans l'échantillon avant l'irradiation: cette bande se situe à 2650 Å pour le jus de raisin qui contient 8,50 g de fructose et 6,50 g de glucose par 100 ml.

L'auteur souligne l'importance de la quantité de fruits utilisés pour réaliser l'extraction afin d'obtenir des extraits homogènes et représentatifs.

Tuschsheerer estime que pendant les 4 semaines qui suivent la préparation du jus, il est possible de savoir s'il y a eu ou non irradiation à la condition que l'on dispose de deux échantillons témoins équivalents de même couleur: l'un traité par irradiation, l'autre traité par la chaleur.

De plus, l'auteur signale que l'allure des courbes obtenues en portant sur un diagramme l'évolution des modifications relevées périodiquement permet de distinguer, pour un jus de fruit inconnu, si celui-ci a été traité par l'irradiation ou la pasteurisation thermique.

Tuschsheerer formule toutefois des réserves quant à l'application de la méthode à des mélanges de jus ou à des jus additionnés de conservateurs chimiques.

Deschreider [7, 13] a également fait des mesures d'adsorption dans le spectre visible et dans l'ultra-violet sur les éluats de l'extraction fractionnée de la farine et de la poudre d'œufs irradiés.

En ce qui concerne la farine, la fraction la plus intéressante est obtenue à l'aide de butanol, au cours de l'extraction progressive: cette fraction contient un nombre élevé de composants, parmi lesquels des lipides, des lipoprotéines, des caroténoïdes, des xanthophylles, des flavonoïdes et des composés semblables à la chlorophylle. Les caroténoïdes sont particulièrement sensibles à l'irradiation. Leur dosage à l'aide de la spectrométrie en lumière visible démontre qu'ils ont totalement disparu après une irradiation d'1 Mégarad, tandis que leur diminution atteint déjà 11 % pour une irradiation de 0,2 Mégarad.

Fait important, des modifications proportionnellement analogues s'observent pour la farine non irradiée en tant que telle mais provenant de grains irradiés avec des doses du même ordre. Il semble donc que cette méthode puisse être valable pour l'identification des farines et des blés irradiés: même si la farine provient de blé irradié, elle accuse, aux doses égales, cette diminution par rapport au témoin. Ce serait donc une méthode de valeur pour l'identification de la farine irradiée.

Deschreider [7] a également soumis à l'analyse spectrométrique des éluats de la poudre d'œufs irradiée: l'action fortement dénaturante des radiations sur les caroténoïdes du jaune d'œuf, ainsi que leur influence sur les lipides, sont mises en évidence par des modifications enregistrées dans les spectres en lumière visible et en lumière ultra-violette de la fraction lipidique.

Le spectre des caroténoïdes en lumière visible présente deux sommets d'absorption très nets qui disparaissent dès que la dose atteint 0,5 Mégarad: pourtant si la mesure est

effectuée quelques jours après l'irradiation, on voit réapparaître discrètement ces deux sommets.

Quant au spectre d'adsorption des lipides dans l'ultra-violet, il montre, après irradiation, la disparition de la bande de 2800 Å et l'augmentation des bandes de 2300 Å et 2690 Å.

Pour la fraction protidique de la poudre d'œuf, on observe après irradiation un changement d'allure du spectre dans l'ultra-violet pour les éluats pH 10. Cette modification est absente pour les éluats pH 10 des témoins et le spectre obtenu s'apparente à celui du lysozyme. Malheureusement cette modification caractéristique n'apparaît que pour des doses supérieures au Mégard, c'est-à-dire supérieures à celles utilisées technologiquement pour ce produit.

## 2.6. Chromatographie

A.R. Deschreider, étudiant des farines traitées par des doses d'irradiation de 0,2 à 5 Mégard, a soumis à une analyse chromatographique les diverses fractions obtenues par extraction progressive: son attention s'est portée sur les protéines et sur les produits de dégradation des polysaccharides, ces derniers semblant jouer un rôle protecteur vis-à-vis des protéines.

L'auteur note une augmentation du rapport non protéines/protéines pour les trois premiers solvants de la séquence. Il constate également des altérations du diagramme d'élution des protéines: pour les fortes irradiations, le déplacement porte sur 14 à 18 % des protéines et le glissement s'opère vers les pH acides ou les concentrations salines faibles tandis que pour les irradiations de l'ordre de 0,2 Mégard, le déplacement porte sur seulement 4 % des protéines et le glissement se fait vers les pH alcalins ou les concentrations salines fortes.

Ces modifications d'après l'auteur seraient suffisamment importantes pour déceler une irradiation antérieure.

Le même auteur [7] a soumis à l'analyse chromatographique les éluats de l'extraction fractionnée de la poudre d'œufs irradiée avec des doses de 0,5, 1 et 2 Mégard. Il conclut de ses essais que la répartition des protéines dans les divers éluats n'est pas suffisamment significative pour en tirer des conclusions certaines. Cependant, les différences sont plus nettes lorsque la dose atteint 2 Mégard: elles se présentent sous forme de la diminution de la fraction pH 7,1, de l'augmentation sensible de la fraction pH 10,0 et de l'insoluble.

## 2.7. Colorimétrie

J.H. Wertheim et coll. [14] ont étudié la colorimétrie du lait irradié en employant comme réactif l'acide thiobarbiturique (ATB). Ils ont conclu qu'il y a rapport direct entre la dose d'irradiation et l'intensité de la réaction. La séparation chromatographique a démontré qu'il s'agit d'un groupe de pigments formés au cours de l'irradiation. Le pigment rougeâtre, dont l'absorption se situe à 5350 Å, est produit aussi bien dans la fraction lipidique que dans la délipidée. Par contre, on ne trouve pas dans la fraction lipidique irradiée le pigment qui a un maximum d'absorption à 5000 Å. Les pigments qui inter-

viennent dans la réaction de TBA ne sont pas responsables de l'altération marquée du goût et de l'odeur observée dans le lait irradié.

N.L. Smith et coll. [15] ont adapté à la viande la réaction à l'ATB, l'irradiation de celle-ci induit la formation des composants qui réagissent avec l'ATB en donnant une coloration rouge. Ces auteurs ont réussi à les séparer en 2 groupes, dont un présente le maximum de son absorption à 5340 Å et l'autre à 5520Å. Le premier groupe correspond à la réaction de l'ATB avec l'aldéhyde malonique, le second à la réaction de l'ATB avec le glyoxal. L'aldéhyde malonique résulte de l'oxydation des acides gras non saturés à la suite de l'irradiation, tandis que le glyoxal peut provenir aussi bien des protéines que des glucides ou des lipides.

G. Thieulin et coll. [16] se sont inspirés des travaux des auteurs précédents et ont vérifié la valeur de la méthode pour l'identification de la viande irradiée.

En dehors de l'ATB, ils ont étendu leurs recherches à un autre réactif, à savoir le 3-méthyl-2-benzo-thiazolone-4-hydrazone sous forme de chlorhydrate (MBTH) qu'ils ont trouvé supérieur à l'ATB. D'essais faits avec le glyoxal et l'aldéhyde malonique, à l'état pur, ou additionnés à la viande, ils démontrent que la réaction colorée est due à la présence de ces deux aldéhydes: les maximum d'adsorption sont les mêmes (5350 Å pour ATB et 6400 Å pour MBTH). La base de la méthode de Thieulin est donc le dosage des produits carbonylés de courte chaîne, notamment ces deux aldéhydes. Certes, la production des composés carbonylés n'est pas spécifique du processus d'irradiation; l'auto-oxydation des lipides, en particulier, est susceptible de les produire. De plus, d'autres aldéhydes, responsables des odeurs anormales, qui prennent naissance lors de l'irradiation de la viande avec des fortes doses ne semblent pas être en relation étroite avec les deux aldéhydes étudiées par les auteurs.

Les auteurs ont étendu leurs recherches au problème des additifs qui pourraient modifier la réaction. Ils ont trouvé que l'adjonction du borate de soude à raison de 2,5 g pour 100 g de viande estompait très fortement l'intensité de la réaction. Avec 10 ml de solution à 1 % de chinosol pour 100 g de viande, la réaction disparaît complètement ou du moins devient ininterprétable.

En conclusion des travaux cités ci-dessus, il semble que le dosage des aldéhydes à courte chaîne soit une des épreuves susceptibles de dépister une viande irradiée. Elle n'est pas spécifique, mais on pourrait augmenter considérablement sa fidélité en éliminant l'interférence avec le rancissement physiologique des graisses.

Il serait peut-être également utile de différencier l'aldéhyde malonique du glyoxal: ceci est réalisable par l'emploi des orthodiamines aromatiques qui donnent une réaction extrêmement sensible avec le glyoxal.

En ce qui concerne les additifs chimiques qui pourraient annihiler ou masquer la réaction, leur présence pourrait être mise en évidence par des réactions chimiques spécifiques.

H. Gaisch [17] se sert du dosage des aldéhydes pour identifier les œufs irradiés. Il utilise la réaction à la 2,4-dinitrophénylhydrazine, dont il détermine l'intensité à l'aide du colorimètre. Il affirme qu'il est possible de différencier les œufs irradiés des œufs non irradiés. En outre, ce dosage des aldéhydes permettrait d'évaluer la dose de l'irradiation utilisée.

## 2.8. Structure microscopique

R. Biebl et coll. [18] ont publié leurs observations faites sur les tubercules d'oignon rouge irradiées avec des rayons gamma. Comme indicateur de l'effet de l'irradiation, les auteurs ont utilisé les altérations cellulaires provoquées par le rayonnement et contrôlables sous le microscope. Notamment, les cellules de la pelure de l'oignon contiennent des vacuoles colorées par un pigment anthocyanique: cette coloration des vacuoles s'efface sous l'effet de l'irradiation et est en relation avec la dose. En outre, il signale l'apparition de phénomènes de plasmolyse qui seraient également très utiles pour différencier les cellules vivantes de celles qui sont mortes suite à l'irradiation et dont la proportion est fonction de la dose.

R. Zender et coll. [19] ont effectué des recherches fondamentales concernant l'origine des altérations microscopiques survenues dans la viande après irradiation. Ils affirment que la cause de ces modifications est l'autolyse musculaire dans laquelle les enzymes jouent un rôle important. Les enzymes ayant une plus grande résistance à l'irradiation que les bactéries, survivent même aux doses stérilisantes et amènent des altérations indésirables de la viande, qui sont en corrélation avec les modifications structurales des fibres musculaires.

Leur méthode d'analyse consiste en l'observation de la fibre musculaire à l'aide du microscope en contraste de phase. Ces examens permettent d'observer l'état de la paroi, du sarcolemme et des striations transversales. Les modifications constatées sont surtout des plissements, des contractions, des fractionnements transversaux ou longitudinaux. A l'intérieur de la fibre, on constate des bandes bombées ou granulées. L'examen microscopique permet, en outre, d'apprécier la turgescence, l'aplatissement et la flaccidité (mollesse). Certaines de ces modifications ne s'observent guère qu'après irradiation et leur fréquence augmenterait avec la dose

## 2.9. Immunologie

De nombreux auteurs ont signalé le changement survenu dans la molécule protéinique suite à l'irradiation. Cette altération entraîne la modification des caractéristiques immunologiques. D'un côté, c'est le phénomène de liaison anticorps-antigène qui s'est montré modifié, d'un autre côté la production des anticorps dans l'animal auquel on injecte l'antigène irradié, diffère de celle qui suit l'inoculation du même antigène, mais non irradié. Les analyses *in vivo* aussi bien que celles pratiquées *in vitro*, indiquent les altérations.

Les méthodes immunologiques ont été considérablement perfectionnées pendant la dernière décade et elles ont atteint un degré remarquable de sensibilité et de spécificité. Parmi ces méthodes, c'est l'immuno-précipitation en milieu gélosé qui se montre la plus prometteuse par sa sensibilité et sa grande simplicité. Pour illustrer la valeur de la méthode, nous citerons le fait qu'elle est en mesure de mettre en évidence la différence entre les caractères immunogéniques des organes de la même espèce.

Nous basant sur de telles considérations, nous estimons que la méthode mérite d'être prise en considération en vue de l'identification des aliments irradiés.

F. Hutchinson a mesuré l'intensité de la combinaison anticorps-antigène par l'épaisseur de la couche d'anticorps adsorbé par l'antigène. Il a trouvé une diminution