HAL open science

Mesure de la qualité du grain de blé dur par spectrométrie proche infrarouge

Frederic Compan, Martin Ecarnot, Pierre Roumet

To cite this version:

Frederic Compan, Martin Ecarnot, Pierre Roumet. Mesure de la qualité du grain de blé dur par spectrométrie proche infrarouge. Cahier des Techniques de l'INRA, 2013, 80, 8 p. hal-00939821

HAL Id: hal-00939821

https://hal.science/hal-00939821v1

Submitted on 30 Jan 2014

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.

Distributed under a Creative Commons Attribution - ShareAlike 4.0 International License

Mesure de la qualité du grain de blé dur par spectrométrie proche infrarouge

Frédéric Compan[1], Martin Ecarnot[1], Pierre Roumet[1]

Résumé. Le blé dur fait l'objet de nombreux programmes d'amélioration génétique qui, outre la sélection sur des caractères agronomiques (productivité, résistance aux maladies), portent sur l'amélioration des propriétés du grain en relation avec sa valorisation dans le processus de transformation en semoule et/ou en pâtes. Au cours de ce processus industriel, différents critères liés au contenu biochimique du grain (teneur en azote, couleur) ou à ses propriétés physiques (taille, masse volumique, taux de mitadin) sont pris en considération. Le coût des analyses nécessaires, leur caractère destructif, la diversité des appareillages nécessaires font qu'il n'est pas réaliste de mesurer l'ensemble de ces paramètres sur un très grand nombre de génotypes comme cela est classiquement le cas dans les programmes de sélection. La spectrométrie proche infrarouge (en anglais NIRS: Near InfraRed Spectroscopy) a été utilisée afin de développer une méthode rapide et non destructive, directement sur les grains entiers. Les spectres obtenus par réflectance ont été collectés dans les zones du visible et du proche infrarouge (400-2500nm). En parallèle, des mesures ont été réalisées au laboratoire en suivant les méthodes chimiométriques normalisées permettant de construire des modèles statistiques. Les calibrations/ validations obtenues permettent de correctement prédire la teneur en protéines, le taux de mitadin, le rendement semoulier ($R^2 > 0.85$). Les calibrations pour le poids de 1000 grains et l'indice de jaune ont des résultats légèrement inférieurs ($0.68 < R^2 < 0.80$).

Mots clés : NIRS, mesure quantitative, qualité, mesure par réflectance, méthodes chimiométriques

Introduction

Le grain de blé dur est destiné quasi exclusivement à l'alimentation humaine et, en particulier, à la fabrication de la semoule et des pâtes alimentaires. Pour répondre à ces débouchés, la sélection variétale s'attache à élaborer les variétés les plus adaptées aux besoins des agriculteurs, des transformateurs et des consommateurs. Pour créer de telles variétés, les sélectionneurs réalisent de nombreuses analyses physico chimiques pour évaluer les propriétés du grain et mesurer leurs adéquations avec le cahier des charges de cette filière industrielle. Du fait du coût, du caractère destructif de ces méthodes, les sélectionneurs n'ont pas les moyens d'analyser de grands nombres de génotypiques dans le court temps qui sépare la récolte et le semis de deux générations consécutives. Pour y remédier, il a fallu penser à une solution d'analyseur, permettant de caractériser simultanément de multiples variables, à haut débit, et de façon non destructive. Pour cela les potentialités de la spectrométrie visible et proche infra-rouge ont été étudiées avec l'utilisation d'un spectromètre Foss 6500.

Figure 1. *Transformation du grain de blé dur (1a) en semoule (1b) et en pâtes (1c).*

[1] INRA, 1334 UMR AGAP 2, Place Viala, F-34060 Montpellier, France
companf@supagro.inra.fr

Description de la méthode

La mesure par spectrométrie proche infrarouge

La spectrométrie proche infra-rouge repose sur la mesure de la réflectance d'un rayonnement émis à une longueur d'onde donnée dans le visible ou l'infra-rouge. Les différentes liaisons chimiques du matériel étudié (type O-H, N-H ou C-H) absorbent à des longueurs d'onde spécifiques égale à leur fréquence de vibration et passent ainsi d'un état fondamental à un état excité. L'ensemble de ces fréquences (ou longueurs d'onde) d'absorption constituent le spectre d'absorption.

Description du NIRS 6500

Figure 2. Vue du spectromètre FOSS 6500. Cet appareil peut travailler avec deux présentations des échantillons « grains entiers » : la grande cellule (10 à 150 g de grains de blé), et la mini-coupelle (100 à 150 grains de blé).

Le principe de fonctionnement général de l'appareil se compose comme suit :

- le faisceau lumineux est issu d'une source proche infra-rouge. Les lampes les plus utilisées sont les "quartz, tungstène, halogène" (QTH) ;
- le faisceau passe à travers une fente d'entrée puis il est réfléchi par un miroir pour arriver sur un disperseur (réseau holographique) qui décompose les différentes longueurs d'onde de cette lumière ;
- une série de filtres sélectionne la longueur d'onde voulue et celle-ci passe à travers une fente de sortie pour irradier l'échantillon à analyser, placée dans des cellules spéciales avec une vitre en quartz.

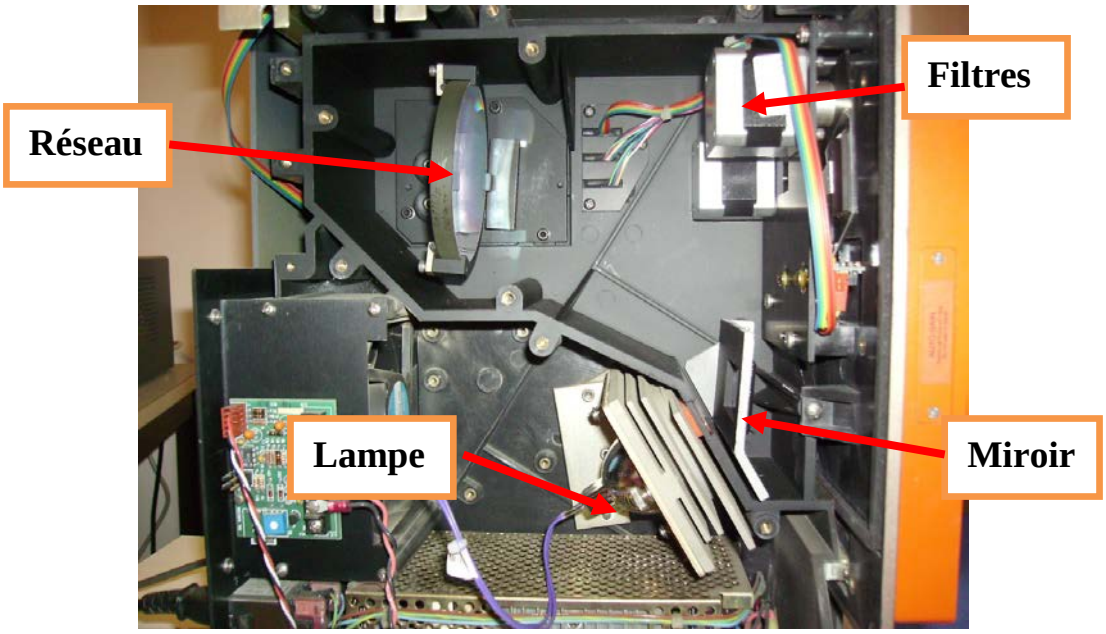

Figure 3. *Vue intérieure du spectromètre FOSS 6500.*

- Le faisceau réfléchi est réceptionné par des capteurs et converti en signal.

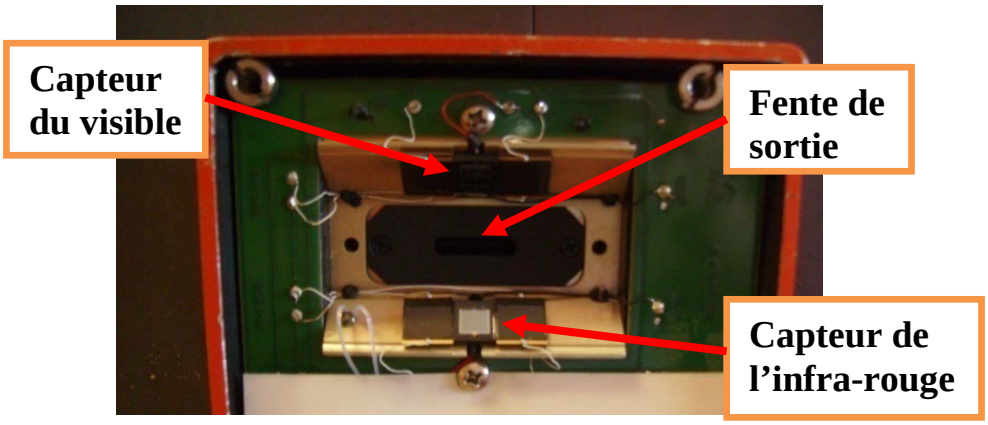

Figure 4. *Sortie de la lumière monochromatique, et capteurs dans 2 gammes de longueurs d'onde.*

Sur ce NIRS 6500, les capteurs du visible sont placés au dessus de la fente de sortie et ceux de l'infra rouge en dessous. Avec cet appareil, on peut obtenir un spectre avec une gamme de longueurs d'onde comprises entre 400 nm et 2500 nm par pas de 2 nm, ce qui représente en tout 1050 longueurs d'ondes différentes. Les échantillons de grains entiers sont placés au choix soit dans des mini coupelles (environ 150 grains) soit dans des cellules plus importantes - grande cellule- pouvant contenir 150 g de grains. Un exemple de spectre acquis sur grains entiers est présenté à la Figure 4.

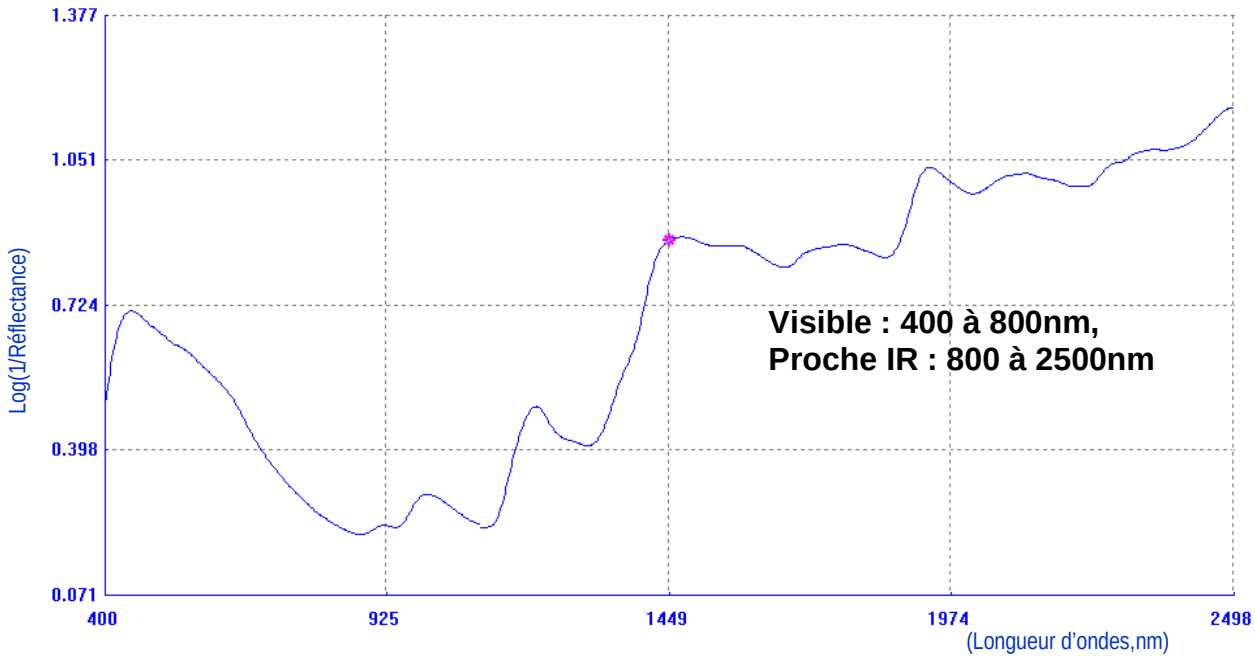

Figure 5. *Exemple de spectre d'absorbance de grains entiers de blé dur.*

Développement des calibrations

La calibration est au cœur de l'analyse NIRS. C'est un procédé visant à relier, par un modèle mathématique (ou équation) les mesures spectrales à une variable d'intérêt mesurée par une méthode de référence. Pour ces travaux, nous avons utilisé le logiciel WinISI 1.5.La population d'apprentissage, ou jeu de calibration correspond à un groupe d'échantillons pour lequel nous disposons de l'ensemble de l'information de base (spectres + valeurs de référence obtenues en laboratoire). Nous utilisons ce jeu de données pour calibrer le modèle. La calibration obtenue devra à la fois être robuste (utilisable quel que soit le génotype considéré et les conditions de production), et précise afin de générer des estimations les plus proches possibles des mesures issues de la méthode de référence.

Dans notre étude, les échantillons de cette population d'apprentissage proviennent de différents lieux de récolte, sur plusieurs années, et représentent une diversité de génotypes couvrant l'ensemble du fond génétique des variétés élites du blé dur.

Les spectres subissent d'abord différents prétraitements :

- normalisation SNV (Standard Normal Variate), pour limiter les différences spectrales dues à la granulométrie de l'échantillon ;
- correction de tendance (Detrend), pour contrôler une éventuelle dérive de ligne de base du spectre ;
- dérivée, afin de séparer les pics d'absorption proches (dérivée 1ère ou 2nde) ;
- dérivée, afin de séparer les pics d'absorption proches (dérivée 1ère ou 2nde).

La calibration est ensuite effectuée par régression PLS (Partial Least Squares). Cette méthode permet de condenser l'information du spectre dans des variables latentes, le nombre de variables latentes retenu déterminant la dimension du modèle. Cette dimension est un compromis entre la précision recherchée et la robustesse. La construction du modèle de prédiction a été réalisée en deux étapes. Une 1ère étape, utilisant la totalité des spectres disponibles, vise à déterminer la meilleure dimension du modèle. Dans une 2nde étape, les paramètres du modèle sont estimés en utilisant les 2/3 du jeu de données. La validation du modèle construit est réalisée sur le jeu de données restant.

On obtient finalement les indices statistiques (R^2, Erreur standard de calibration = SEC, Erreur standard de Cross-Validation = SECV) qui permettent de qualifier la qualité de la calibration. Une fois ce travail effectué, il sera possible d'appliquer cette calibration sur des spectres nouveaux, et d'obtenir directement une prédiction de la variable agronomique d'intérêt.

Dans le domaine qui nous intéresse, nous avons développé des calibrations sur les variables suivantes :

- variables impliquées dans la valeur semoulière :
    - rendement semoulier
    - poids de mille grains
    - poids spécifique
    - taux de Mitadin

-variables définissant la valeur pastière :

    - teneur en azote totale Protéine
    - indice de Jaune

Les caractéristiques des calibrations sont présentées dans les Tableaux 1 et 2. La valeur du RPD (=Residual Predictive Deviation) est également indiquée. Cette valeur correspond au rapport Ecart-type/SECV permet de quantifier la performance de la calibration, puisqu'elle compare la capacité de prédiction (SECV) à la dispersion du jeu de données (<2 : modèle moyen, >2 : bon modèle, >3 : excellent modèle).

Il apparaît clairement que les calibrations sont meilleures avec l'utilisation de la grande cellule, plutôt que la mini-coupelle. Cela est dû au fait que la mesure de référence est faite sur une quantité de grains de l'ordre de 150 grammes par échantillon. Avec une grande cellule, l'échantillon passé au NIRS est plus représentatif de la mesure de référence, alors qu'avec la mini-coupelle, la collecte spectrale sur quelques grains génère un problème de représentativité de l'échantillon analysé. Toutefois, ce problème d'échantillonnage pourrait être contrôlé grâce à une augmentation du nombre de sous-échantillons du lot de référence (résultats non montrés).
La variable qui est estimée le plus précisément est la teneur en protéines (RPD>4). En effet, les protéines sont en quantité relativement importante dans le grain de blé dur, ce qui facilite une détection par NIRS. De plus, les molécules contenant des liaisons N-H (comme les acides aminés des protéines) ont différentes zones d'absorbance spectrales spécifiques (2050 et 2180 nm). Le mitadin est également bien estimé, d'une part parce qu'il est fortement corrélé au taux de protéines et, d'autre part, car les taches blanches caractéristiques du mitadin on une réflectance différente d'un grain non-mitadiné uniformément jaune dans la partie visible du spectre.
La calibration de la masse à l'hectolitre montre également de bons résultats. Les meilleurs résultats de calibration ont été trouvés en conservant la normalisation SNV, ce qui signifie que la granulométrie n'est pas directement mesurée. La masse à l'hectolitre est donc quantifiée de manière indirecte grâce à la corrélation qu'elle possède avec des composés biochimiques tels que les protéines ou l'amidon. Le poids de 1000 grains montre des performances légèrement inférieures, probablement à cause d'un jeu de données un peu plus bruité.
L'indice de jaune est plus difficile à prédire. Cette difficulté était prévisible dans la mesure où l'analyse de référence se fait sur le pâton, donc sur les grains transformés. L'indice de jaune mesuré dépend du taux de caroténoïdes présents dans le grain mature mais également de l'activité lipoxygénasique qui va cataboliser en partie ces pigments au cours du processus de fabrication de la semoule. Cette activité enzymatique étant variable d'un génotype à l'autre, la mesure faite sur le grain mature n'est pas un paramètre suffisant pour prédire cet indice de couleur.

Tableau 1. *Caractéristiques de chaque équation obtenue à partir de scans de grains entiers disposés dans des mini coupelles*

Paramètres	Années de collecte des échantillons	Unité	Méthode de référence	N	Moy**	Gamme	SECV	R^2	SD/SECV
Protéines	2000-2010	% MS	Kjeldahl norme ISO 20483	1763	15.7	9.7 - 21.9	0.45	0.94	4.00
Indice de jaune	2000-2010		Colorimetre Minolta AACC méthode 14-22.01	2034	37.46	24.6 - 47.7	1.84	0.73	1.78
Mitadin	2000-2010	%	Farinotome de Pohl Doc 184 BIPEA	1356	50.15	0.3 - 100	9.30	0.89	2.87
Rendement semoulier	1993/94 1998/99 2000/05		Semoulerie pilote mesure sur 150kg par échantillon	113	73.43	65.6 – 78.2	1.26	0.91	2.06
Poids 1000 grains	2000-2010	g	Numigral et pesée ISO-520	1457	40.10	22.4 – 58.3	3.48	0.68	1.73
Masse à l'hectolitre	2000-2010	Kg par hL	Mesure Ohaus + pesée ISO-7971	882	76.7	63.5 – 89.6	1.25	0.89	2.67

Tableau 2. *Caractéristiques de chaque équation obtenue à partir de scans de « grains entiers » en grande cellule*

Paramètres	Années de collecte des échantillons	Unité	Méthode de référence	N	Moy**	mini	SECV	R^2	SD/SECV
Protéines	2000-2012	% MS	Kjeldahl norme ISO 20483	3124	14.32	9.5 – 20.2	0.22	0.98	7.28
Indice de jaune	2000-2012		Colorimetre Minolta AACC méthode 14-22.01	3025	37.67	24.6 – 47.7	1.78	0.72	1.81
Mitadin	2000-2012	%	Farinotome de Pohl Doc 184 BIPEA	1860	25.74	0.3 – 100	8.22	0.90	3.13
Rendement semoulier	1993/94 1998/99 2000/05	%	Semoulerie pilote mesure sur 150kg par échantillon	134	73.43	65.6 – 78.2	0.98	0.907	2.48
Poids 1000 grains	2000-2012	g	Numigral et pesée ISO-520	1516	40.54	20.2 – 61.9	2.78	0.78	2.09
Masse à l'hectolitre	2000-2012	Kg par hL	Mesure Ohaus + pesée ISO-7971	2701	81.99	70.4 – 89.6	1.26	0.86	2.58

Conclusions

Les mesures collectées sur le NIRS FOSS 6500 couplées avec des mesures de référence constituent une base de données suffisamment grande et variée pour nous permettre d'obtenir des calibrations robustes à l'échelle de l'espèce blé dur. Les paramètres de qualité du grain, comme le mitadin, le rendement semoulier, et surtout la teneur en protéines sont estimés avec une bonne précision. D'autres calibrations, comme le poids de 1000 grains ou l'indice de jaune ont une précision plus faible.

La technique de mesure par NIRS permet aux programmes de sélection variétale de blé dur d'être plus efficaces en facilitant l'accès à ces différentes composantes du grain. L'analyse des paramètres agronomiques peut ainsi se faire sur un grand nombre d'échantillons, rapidement et à un coût raisonnable.