

Imagerie proche infrarouge : analyse de l'alimentation animale

par Vincent BAETEN, Juan Antonio FERNANDEZ PIERNA, Antoine MICHOTTE RENIER et Pierre DARDENNE

Suite aux récentes crises de la chaîne alimentaire (vache folle, poulet à la dioxine, etc.), des outils d'analyse rapide des aliments composés à destination animale sont devenus indispensables au contrôle de la qualité. L'imagerie PIR est une technique performante pour la détection et le dosage à de faibles niveaux de farines d'origine animale, mais aussi végétale ou minérale.

Vincent BAETEN est attaché scientifique et responsable du développement des techniques microscopiques et d'imagerie proche infrarouge au Centre wallon de recherches agronomiques (CRA-W), département qualité des productions agricoles.

baeten@cra.wallonie.be

Juan Antonio FERNANDEZ PIERNA est attaché scientifique au CRA-W. Il est expert en chimimétrie.

Antoine MICHOTTE RENIER est attaché scientifique au CRA-W. Il est expert en imagerie proche infrarouge.

Pierre DARDENNE est le chef du département qualité des productions agricoles du CRA-W.

1. L'alimentation animale, un monde en pleine évolution

La production d'aliments à destination animale est l'un des secteurs d'activité les plus importants de l'agriculture. Aujourd'hui, environ 120 millions de tonnes d'aliments sont annuellement produits au sein de l'Union européenne [1]. Suite aux différentes crises, dont celle dite de la vache folle qui est apparue en 1986 et a rebondi à la fin de l'année 2000, l'accent a été mis non plus sur la productivité mais bien sur la **protection de la santé animale et humaine**. L'ampleur de l'épidémie d'encéphalopathie spongiforme bovine (ESB), près de 189 000 cas recensés depuis 1986, et d'autres crises telles que celle de la dioxine, ont conduit les pouvoirs politiques à instaurer des **normes européennes et nationales** afin de redonner aux consommateurs confiance dans la chaîne alimentaire et plus particulièrement dans le secteur de la production animale.

L'ESB est une maladie chronique dégénérative qui atteint le système nerveux central des bovins et qui est systématiquement mortelle. Les symptômes les plus marquants de cette maladie sont une modification de la température, une posture anormale et une

difficulté à se maintenir debout, un manque de coordination des mouvements, une baisse de la production de lait et une diminution de masse. De nombreuses théories sont avancées pour expliquer l'origine de l'agent responsable de l'ESB, mais le consensus se porte sur la théorie du prion. Après la mise en évidence de l'épidémie de la vache folle au sein du cheptel bovin, un nouveau variant de la maladie humaine de Creutzfeldt-Jakob (nvCJD) a été diagnostiqué. Ce dernier se différencie de la forme classique par le fait qu'il affecte des personnes plus jeunes et que ses symptômes sont similaires à ceux observés pour l'ESB. Des données épidémiologiques ont conduit la communauté scientifique à s'accorder sur l'existence d'un lien direct entre l'ESB et le nvCJD [2]. D'autre part, il est apparu que la transmission et le développement de celle-ci au sein du cheptel bovin ont pour principale origine l'ingestion d'aliments pour bétail contaminés par des ingrédients provenant de vaches atteintes de l'ESB. La théorie de l'aliment contaminé comme voie principale de transmission est largement étayée par des études épidémiologiques portant sur les procédés de transformation et sur l'impact des différentes restrictions et interdictions de l'utilisation des farines animales.

En vue d'empêcher l'extension de l'épidémie d'ESB et d'éradiquer cette maladie, différentes législations européennes ont été instaurées afin de prévenir l'introduction de protéines animales contaminées. Dans un premier temps (1994), l'utilisation de tissus de mammifères dans la production d'aliments à destination des ruminants a été interdite. Des conditions très strictes de production des farines animales ont également été instaurées (1996). Suite à la résurgence de l'épidémie, une nouvelle directive européenne a été introduite afin d'interdire l'utilisation de l'ensemble des farines animales pour tous les animaux d'élevage à destination de l'alimentation humaine. Cette interdiction totale ainsi que d'autres directives ont été introduites au sein de l'Union européenne suite aux manquements relevés lors du contrôle de l'application de la première interdiction. La législation actuelle requiert le développement et la validation d'outils permettant l'**analyse rapide des**

ESB : encéphalopathie spongiforme bovine

BSE : bovine spongiform encephalopathy

nvCJD : new variant Creutzfeldt-Jakob disease

Sur la production animale :

Productions animales intensives et santé des consommateurs

[F 1 100] de G. Mouthon, C. Sestier et A. Benaouda

Sécurité sanitaire des aliments [F 1 110] de M. Chambolle

ingrédients et des aliments composés à destination animale. Ces outils doivent être utilisés tant au niveau du laboratoire de contrôle qu'au niveau des unités de production et de stockage qui ont la charge de mettre en place un autocontrôle efficace.

À côté de la méthode de référence (la microscopie optique classique) mise en place pour le contrôle de qualité en alimentation animale, on assiste depuis quelques années au développement de nouveaux outils analytiques utilisant la **biologie moléculaire**, les techniques de **chromatographie** ou la **spectroscopie proche infrarouge** [3]. Depuis 1998, le Centre wallon de recherches agronomiques (CRA-W) a été à l'origine d'initiatives européennes visant à développer et à valider la méthode de référence et de nouvelles méthodes alternatives pour la détection de farines animales dans les aliments composés [4]. Le CRA-W est particulièrement actif dans le développement de méthodes de spectroscopie proche infrarouge (projet européen Stratfeed). Cette démarche s'inscrit dans le souci du CRA-W de mettre à la disposition du secteur de la production animale des outils analytiques permettant un contrôle rapide de la composition des aliments à destination animale afin de détecter la présence de contaminants ou d'ingrédients illicites.

2. Intérêts de la spectroscopie proche infrarouge

Le spectre proche infrarouge est constitué de bandes harmoniques et de bandes de combinaison des bandes fondamentales observées dans la région moyen infrarouge du spectre électromagnétique. L'origine des bandes proche infrarouge est l'absorption de la lumière proche infrarouge par des liaisons de molécules organiques. Par définition, l'absorbance à une longueur d'onde donnée est le résultat de l'interaction de l'absorption d'un grand nombre de molécules différentes, rendant l'interprétation des spectres proche infrarouge très difficile. D'une manière générale, l'allure des spectres proche infrarouge de particules issues d'un aliment composé dépend principalement du type et de la teneur de celles-ci en protéines, matières grasses, sucres et eau. Les spectres proche infrarouge sont une empreinte chimique unique des particules.

L'intérêt de développer des méthodes analytiques basées sur l'utilisation de la spectroscopie proche infrarouge (SPIR) afin de lutter contre l'addition accidentelle ou délibérée de farines animales est principalement justifié par le fait que cette technique est largement utilisée dans le secteur animal [5] [6] [7]. Le principe de la SPIR repose sur l'absorption de la lumière à des longueurs d'onde du spectre électromagnétique qui sont spécifiques des molécules constitutives de l'échantillon. Les avantages généralement attribués à cette technique sont la rapidité, l'absence d'utilisation de solvant, la simplicité de la mesure, l'aspect non destructif, le faible coût de sa mise en œuvre et de sa maintenance, l'excellente répétabilité des mesures atteinte par la génération actuelle des instruments et la possibilité d'automatiser l'ensemble des étapes de l'analyse. D'autre part, la SPIR étant largement adoptée par le secteur de l'alimentation animale pour le contrôle journalier de la qualité, son utilisation pour des appli-

cations nouvelles telles que la détection d'ingrédients illicites en fait une méthode de choix. La limitation majeure de la technique SPIR est qu'elle soit indirecte. De ce fait, elle requiert de nombreux échantillons de référence et la construction de modèles empiriques.

Les spectres dans le proche infrarouge d'ingrédients ou d'aliments composés comprennent principalement des bandes d'absorption caractéristiques des constituants majeurs que sont l'eau, les protéines, la matière grasse et les hydrates de carbone. Cette information est utilisée en production animale pour l'analyse de routine afin de déterminer des paramètres chimiques (teneur en eau, en protéines, en matières grasses, en cendres, en sucres, en amidon et en fibres) et des paramètres biologiques (mesure de la digestibilité et de la valeur énergétique) [8] [9]. Plus récemment, l'utilisation de la signature en proche infrarouge a été proposée pour la détection et la quantification de farines animales dans les ingrédients et les aliments composés à destination animale [10]. Les auteurs ont mené une étude préliminaire qui a montré le potentiel de la SPIR pour détecter la présence de farines animales. Ils utilisent dans leur étude un spectromètre SPIR classique et des échantillons contaminés à hauteur de 0,5 à 4 % en masse. En 2001, Murray et coll. [11] ont utilisé un instrument identique pour démontrer les potentialités de cette technique pour la détection de farines faites à partir d'animaux terrestres dans les farines de poisson. Ils travaillèrent avec des échantillons de farines de poisson contaminés à hauteur de 3 %, 6 % et 9 % en masse. Cette étude a permis de mettre en évidence la possibilité d'utiliser l'information contenue dans le spectre infrarouge pour la **discrimination de l'origine des espèces animales**.

L'une des caractéristiques les plus importantes de la méthode SPIR est la quantité d'échantillons analysés par mesure. En effet, la mesure SPIR se fait généralement sur un échantillon d'aliment composé de 10 à 100 g, permettant de tenir compte de son inhomogénéité naturelle et réduisant la probabilité de faux négatifs résultant d'une procédure d'échantillonnage inappropriée. Par ailleurs, une attention particulière doit être portée à la constitution de bibliothèques spectrales qui couvrent autant que possible la variabilité naturelle observée dans les aliments composés, et ce afin d'obtenir des équations les plus robustes possibles. À l'heure actuelle, la limitation majeure de l'application de la technique SPIR à l'analyse des farines animales est la limite de détection supérieure à 1 % en masse. Soulignons encore que cette technique pourrait faire partie de la première ligne de défense de la chaîne alimentaire en permettant de sélectionner les échantillons suspects sur lesquels toute l'attention devra se porter par la suite.

3. De la spectroscopie proche infrarouge à la microscopie proche infrarouge

Afin de dépasser les limitations des techniques classiques de la SPIR, le CRA-W s'est tourné vers les instruments de dernière génération que sont la

Stratfeed
<http://stratfeed.cra.wallonie.be>

Sur la SPIR :
Spectroscopie dans l'infrarouge [P 2 845]
de M. Dalibart et L. Servant

SPIR : spectroscopie proche infrarouge
MPiR : microscopie proche infrarouge

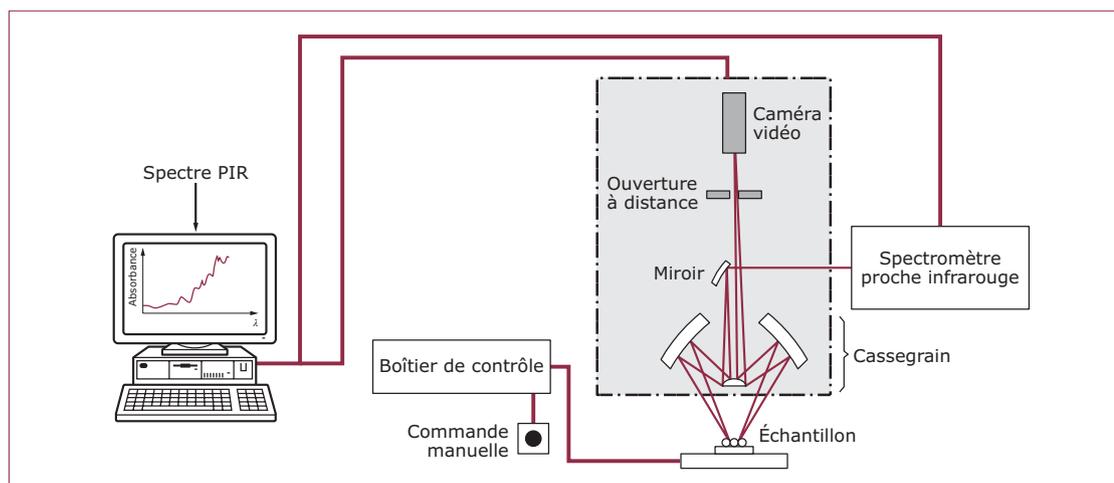


Figure 1 – Principe de la microscopie proche infrarouge

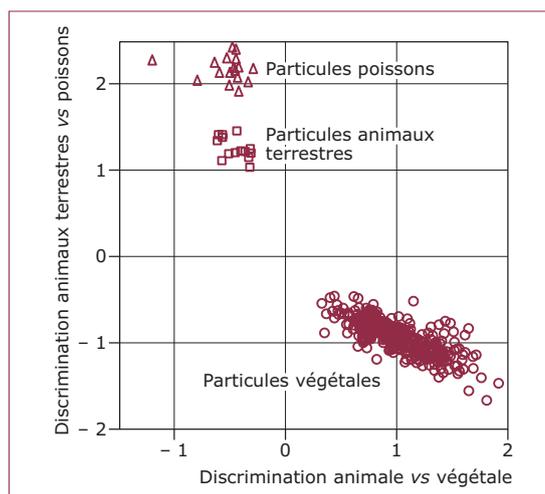


Figure 2 – Détection de farines animales dans un échantillon

microscopie proche infrarouge et l'imagerie proche infrarouge. Avec la technique SPIR classique, l'analyse d'un échantillon conduit à l'obtention d'un spectre infrarouge unique. En revanche, avec un microscope proche infrarouge et une caméra proche infrarouge, plusieurs centaines, voire plusieurs milliers, de spectres sont acquis lors de chaque analyse d'un échantillon d'aliment composé [12]. La technique de microscopie proche infrarouge (MPIR) combine les avantages analytiques de la spectroscopie proche infrarouge et de la microscopie classique [13]. Ce type d'instrument focalise le faisceau lumineux, en utilisant un microscope approprié, sur une particule provenant de l'échantillon, permettant ainsi l'acquisition de son spectre dans le proche infrarouge. La figure 1 présente un schéma du principe de la microscopie proche infrarouge. Le résultat de l'analyse par MPIR d'un aliment composé est une série de spectres proche infrarouge qui sont chacun

une signature unique et spécifique de la nature chimique et de l'origine des particules constitutives de l'aliment.

Piraux et Dardenne [14] ainsi que Baeten et coll. [12] ont démontré le potentiel de la microscopie proche infrarouge pour la détection et le dosage de farines animales. Dans ces études, des bibliothèques spectrales incluant des milliers de spectres proche infrarouge de particules issues d'ingrédients d'origine végétale, minérale ou animale ont été utilisées pour construire des modèles mathématiques permettant de détecter la présence de farines animales et de les doser dans des aliments composés. Des centaines d'échantillons adultérés et non adultérés ont été analysés par cette technique. Tous les échantillons adultérés ont été détectés comme positifs, alors que les échantillons ne comprenant pas d'ingrédients illégitimes ont été détectés comme négatifs. La figure 2 présente le résultat de la détection de farines animales dans un échantillon comprenant des ingrédients d'origine animale (5 et 6,3 % en masse de farines provenant respectivement d'animaux terrestres et de poissons). Au total, 300 particules de l'échantillon ont été analysées et classées dans les différents groupes en utilisant l'information contenue dans leur spectre proche infrarouge. L'axe des abscisses de la figure 2 est le résultat de la discrimination entre l'origine végétale (cercle) ou animale (triangle et carré) des particules de l'échantillon. L'axe des ordonnées de la figure 2 est le résultat de la discrimination des particules animales suivant qu'elles proviennent d'ingrédients produits à partir d'animaux terrestres (carré) ou de poissons (triangle). La discrimination est obtenue grâce à des équations de calibrage qui permettent de déterminer le groupe auquel appartient une particule en utilisant les absorbances spectrales.

La limite de détection de la technique MPIR dépend du nombre de particules analysées. Ainsi, les statistiques nous enseignent que près de 3 000 particules d'un échantillon doivent être analysées afin de détecter une adultération à un niveau de 0,1 % avec une probabilité de 95 %. Toutefois, en raison de limitations instrumentales (prise séquentielle des spec-

D'emploi courant dans la littérature traitant du développement de méthodes analytiques pour la détection de contaminations ou de fraudes, le terme **adultération** désigne ici la contamination par des farines d'origine animale.

tres), l'analyse de ce nombre de particules par MPIR prend plusieurs jours et rend l'analyse irréaliste. Afin de contourner cette limitation, deux stratégies ont été proposées. La première concerne l'introduction d'une étape de sédimentation avant l'analyse par microscopie proche infrarouge. L'étape de sédimentation est la base de la microscopie classique et permet de concentrer les fragments d'os dans une fraction plus réduite. Cela permet de réduire le nombre de particules à analyser. L'autre stratégie consiste à utiliser l'imagerie proche infrarouge.

4. L'imagerie proche infrarouge, une technique d'avenir

L'imagerie proche infrarouge (imagerie PIR) est le fruit des développements technologiques les plus récents et permet d'acquérir simultanément l'information spectrale d'un ensemble de points. La base de l'imagerie PIR est l'**intégration dans une seule analyse des informations spatiales et spectrales d'un échantillon**. Développée au départ pour des applications dans le domaine de l'astronomie et de la télédétection, cette technique trouve peu à peu sa place dans les laboratoires d'analyse et de l'industrie. Actuellement, les applications de cette technique dans le domaine agricole sont la télédétection (satellitaire ou aéroportée) pour le suivi des cultures, l'imagerie macroscopique pour le contrôle de qualité (détection de défauts externes et internes) des productions agroalimentaires tels les fruits, les grains et les poulets, ainsi que l'imagerie microscopique pour obtenir une information chimique en plusieurs points d'un échantillon considéré. L'imagerie PIR est une approche interdisciplinaire qui fait appel à de nombreux domaines tels que la chimie, la physique et l'ingénierie. Avec cette technique, le résultat analytique qualitatif ou quantitatif peut être lié à une information morphologique. Le tableau 1 reprend quelques-unes des applications actuelles de l'imagerie PIR en agroalimentaire.

4.1 Instrumentation

Pour obtenir des images en proche infrarouge, deux stratégies peuvent être suivies. On peut acquérir les images PIR suivant une méthode de **balayage** par laquelle l'information spectrale complète (ou spectre) d'une série de points (ou pixels) disposés en ligne est successivement acquise afin de construire le volume spatial et spectral complet de l'échantillon. La seconde stratégie consiste à obtenir les images PIR par l'**acquisition séquentielle** de l'information spectrale d'un échantillon à chaque longueur d'onde ou nombre d'onde afin de construire un cube de données à trois dimensions (aussi appelé hypercube). Les deux premières dimensions donnent les coordonnées spatiales, tandis que la troisième dimension correspond à l'absorbance des différentes fréquences. D'autre part, en fonction du nombre de bandes spectrales mesurées, on distingue les systèmes multispectraux et hyperspectraux. Les systèmes multispectraux mesurent les radiations d'un nombre défini de bandes spectrales qui ne se recouvrent pas nécessairement *via* l'utilisation de filtres interférentiels. Les systèmes hyperspectraux utilisent en revanche un sélecteur d'onde pour acquérir des images infrarouges de bandes spectrales successives.

Dans ces études menées afin de développer une méthode rapide pour la détection de farines animales, le CRA-W utilise un instrument hyperspectral ayant une plage spectrale allant de 900 à 1 700 nm. La figure 3 présente un schéma de la caméra proche infrarouge.

Celle-ci est équipée d'une caméra du type InGaAs (240 pixels × 320 pixels) qui permet l'acquisition d'hypercubes comprenant 76 800 spectres en quelques minutes et dont la résolution spectrale minimale est de 6 nm. La technologie LCTF (*liquid crystal tunable filter*) permet la sélection des bandes passantes pour l'acquisition successive des absorbances aux différentes longueurs d'onde. Suivant l'optique utilisée, une surface de 1,6 cm² à 3,2 cm² permet d'analyser en une seule mesure de 150 à 500 particules ayant un diamètre supérieur à 250 µm.

Tableau 1 – Applications de l'imagerie PIR

Application	Références
Analyse de poulets (carcasses, détection de tumeurs et de maladies du cœur)	[15] [16] [17]
Contrôle de la maturité des tomates	[18]
Identification des composants majeurs dans les kiwis	[19] [20]
Contrôle de qualité des fruits	[21] [22] [23]
Analyse de la dégradation des pommes durant la conservation	[24]
Discrimination de différentes fractions issues de farines végétales	[25]
Détermination de l'humidité des feuilles	[26] [27]
Distribution des sucres dans les melons	[28]
Analyse graine à graine du maïs	[29] [30]
Classification automatique des grains	[31]
Détection d'insectes et d'autres contaminants dans les céréales	[32] [33]
Détection de farines animales dans les aliments composés	[34]

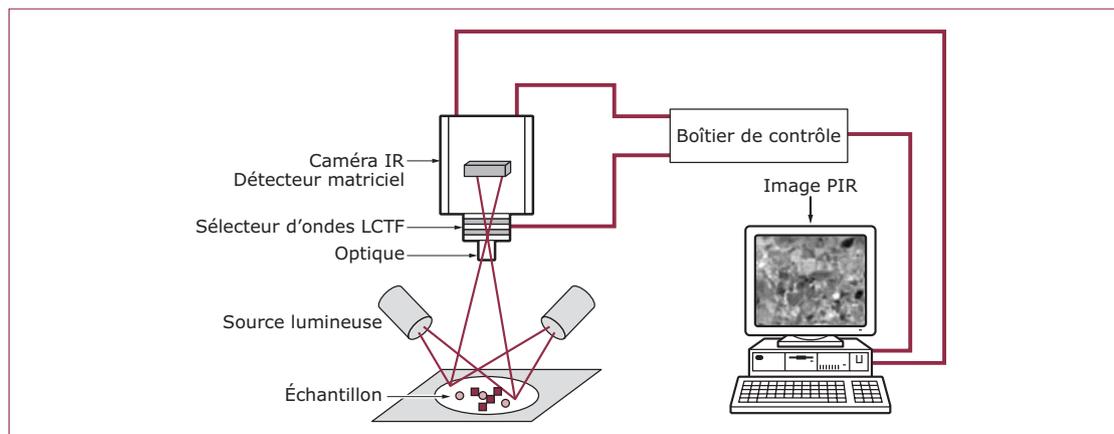


Figure 3 – Principe de la caméra proche infrarouge

Pour l'analyse, les particules de la fraction brute ou de la fraction sédimentée sont disposées sur un porte-objet en céramique et éclairées par quatre lampes orientables et dont l'intensité peut être ajustée. L'énergie réfléchie est concentrée par un dispositif optique et est transmise au détecteur *via* le LCTF qui laisse passer successivement l'énergie correspondant à une bande spectrale déterminée. Les photons atteignent le détecteur matriciel dont chaque élément photosensible mesure l'information spectrale correspondant à un pixel de l'image.

4.2 Potentiel de la technique

La figure 4 présente une image infrarouge comprenant une série de particules d'échantillon d'origine végétale (figure 4a) ou animale (figures 4b, c et d). Chaque échantillon est le résultat d'un mélange de huit différentes farines de la même origine. L'échantillon d'origine végétale a été obtenu par le mélange d'aliments composés représentatifs des différentes formulations utilisées en alimentation animale. Chacun des échantillons d'origine animale est également le résultat de mélanges de farines animales sélectionnées afin de couvrir la variabilité observée dans la composition et le processus de fabrication des aliments à destination animale. Cette figure montre la valeur des coordonnées factorielles pour la 3^e composante principale résultant de l'analyse en composante principale (ACP). L'ACP est une technique de chimiométrie qui permet de condenser les données originales (dans notre cas, les absorbances à différentes longueurs d'onde) en un nombre réduit de nouvelles variables (appelées composantes principales) qui contiennent la quasi-totalité de l'information et qui ont l'avantage d'être non corrélées [35]. Par ailleurs, le spectre moyen de chacun des échantillons est présenté sur la figure 4. Les spectres moyens des échantillons d'origine animale (figures 4b, c et d) montrent des différences significatives par rapport au spectre moyen de l'échantillon d'origine végétale (figure 4a), principalement dans la région spectrale allant de 1 400 à 1 600 nm. D'autre part, entre les différents échantillons d'origine animale, des différences sont surtout observées dans les régions allant de 1 150 à 1 250 nm et de 1 550 à 1 650 nm.

Pour extraire et exploiter l'information contenue dans les spectres d'absorbance associés à chaque pixel de l'image infrarouge, une combinaison de techniques d'analyse d'image et de techniques chimiométriques a été testée [36]. Les meilleurs résultats ont été obtenus en utilisant la technique récente de chimiométrie *support vector machines* (SVM) qui est capable de détecter et de discriminer aisément l'origine des particules d'un aliment composé [34]. La méthode SVM consiste en la recherche d'un hyperplan qui permet de séparer et de classer une série de données en des groupes distincts. Dans notre cas, l'objectif est évidemment de construire des modèles de discrimination qui permettent la détection et la quantification de la présence éventuelle de farines animales ainsi que l'identification de l'origine de celles-ci. La figure 5 présente deux résultats de l'application de modèles de discrimination SVM à deux échantillons adultérés avec des farines d'origine animale. Les figures 5a et 5b présentent respectivement les images résultant de la détection d'ingrédients d'origine d'animaux terrestres et de poissons. Ces résultats montrent que l'imagerie infrarouge est adaptée pour la détection de contaminants d'origine animale et permet également de donner une indication quant à l'origine du contaminant.

4.3 Avantages et limitations

■ **L'imagerie proche infrarouge est basée sur l'analyse de particules** : le principe de la méthode d'imagerie proche infrarouge suit la même démarche que la méthode de référence, à savoir la microscopie classique. En effet, tout comme la méthode de référence, la méthode d'imagerie infrarouge concerne l'analyse et l'identification de particules constitutives d'un aliment composé. L'utilisation de la lumière visible et de l'œil ainsi que de l'expérience du microscopiste pour la détection d'ingrédients d'origine animale sont remplacées dans le cas de l'imagerie infrarouge par l'utilisation de la lumière infrarouge, de détecteurs appropriés et d'équations discriminantes. L'analyse en imagerie infrarouge est réalisée tant sur des particules issues de la fraction brute que sur celles issues de la fraction sédimentée et permet la **détection de faibles ajouts ou de contamination croisée**

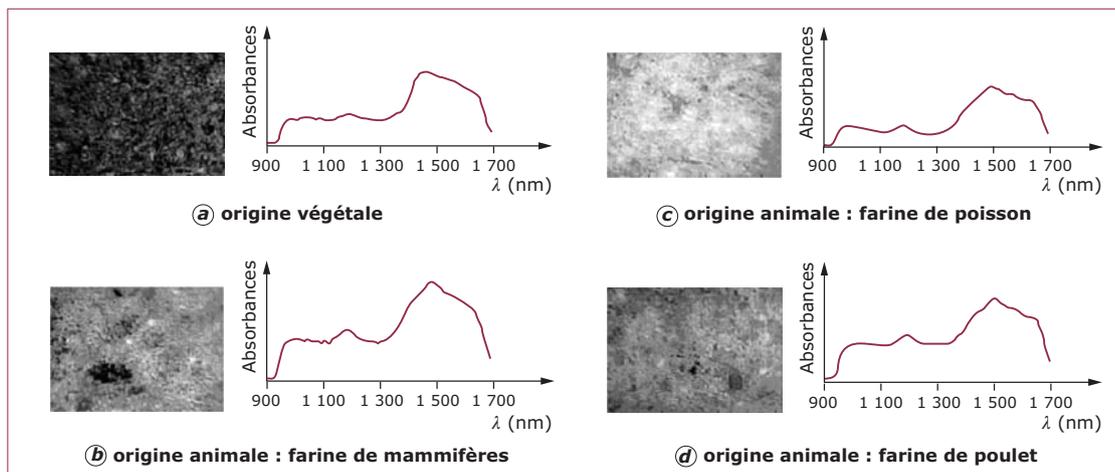


Figure 4 – Images PIR d’une série de particules

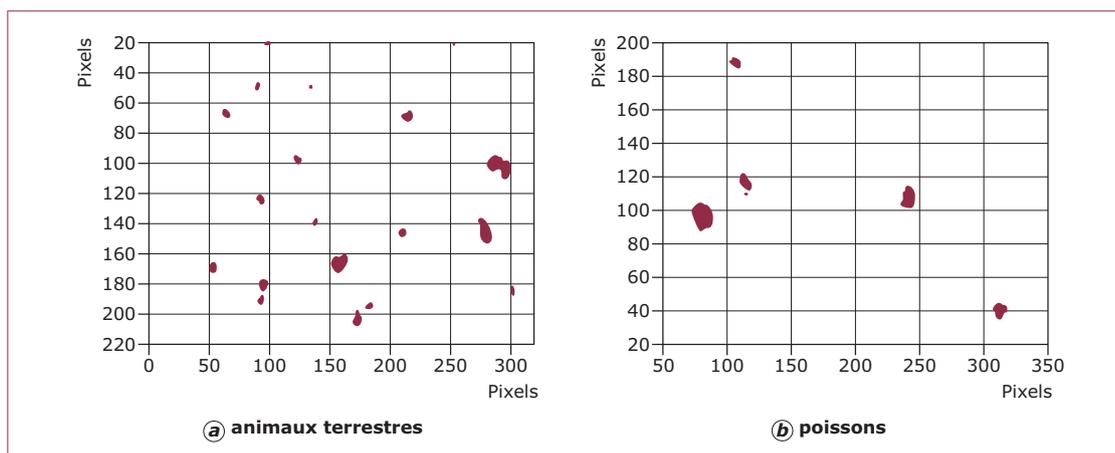


Figure 5 – Résultat de deux modèles de discrimination SVM sur deux échantillons adultérés avec des farines d’origine animale

($\leq 0,1$ % en masse) [37]. D’autre part, le taux de faux positifs et de faux négatifs est largement inférieur à 5 %, rendant cette technique très attractive pour le **contrôle rapide** des aliments composés. À côté de l’information spectrale des particules, une **information morphologique** peut être acquise lors de l’analyse en imagerie infrarouge. Cet avantage est déterminant dans la détection d’ingrédients tels que les farines de plumes. Évidemment, l’analyse de particules part du postulat que chaque particule provient d’un seul et unique ingrédient et donc qu’elle n’est pas un agrégat de particules venant de différents ingrédients. Dans la pratique, c’est bien ce que l’on observe, excepté pour certains minéraux qui peuvent inclure des agrégats de fines particules ($< 250 \mu\text{m}$). Par ailleurs, le fait que l’analyse par imagerie proche infrarouge se fonde sur l’analyse de particules rend cette méthode inefficace pour la détection de farines animales dans des liquides ou des pâtes. Pour ce genre de produits, les seules méthodes envisageables

sont les méthodes basées sur la biologie moléculaire telles que les méthodes immunologiques et géniques.

■ **Facilité de mise en œuvre et caractère non destructif de la méthode** : un avantage indéniable des méthodes basées sur la spectroscopie proche infrarouge est qu’elles sont facilement applicables et nécessitent peu de formation pour leur mise en œuvre. En revanche, la microscopie classique requiert un personnel hautement qualifié et entraîné afin de pouvoir identifier les caractéristiques microscopiques des particules d’origine animale. L’expertise pour la détection de fragments d’os, de coquilles d’œufs et d’arêtes ou d’écaillés de poissons révélateurs de la présence d’ingrédients d’origine animale dans l’aliment composé est relativement aisée à acquérir après un apprentissage de quelques jours seulement. En revanche, la détection et la reconnaissance sans équivoque d’autres types de particules d’origine animale (par exemple, des poils) sont beaucoup plus complexes et requièrent une expertise

élevée afin de ne pas être confondue avec certaines particules d'origine végétale. D'autre part, la détection et la différenciation de particules d'os d'animaux terrestres sont rendues beaucoup plus compliquées en présence de farines de poissons et réduisent significativement la limite de détection de la méthode. L'imagerie proche infrarouge réalise la détection et l'identification de particules d'origine animale grâce à l'utilisation de différentes équations mathématiques. Cela signifie que l'analyste n'intervient pas lors de l'identification et du classement des particules dans les différents groupes d'origine. En outre, l'imagerie proche infrarouge permet dans la même analyse de détecter la présence d'autres ingrédients d'origine végétale par exemple. En effet, il est possible de détecter la présence ces autres ingrédients moyennant le développement de différentes équations adéquates, tout en détectant et identifiant la présence de farines animales.

Le caractère non destructif de la méthode de l'imagerie proche infrarouge permet d'analyser des échantillons par cette technique et ensuite d'utiliser une autre méthode afin d'avoir des informations complémentaires sur cet échantillon. Ainsi, l'imagerie PIR permet de sélectionner les particules d'origine animale et ensuite celles-ci peuvent être analysées par des **techniques de biologie moléculaire** telles que la PCR (*polymerase chain reaction*) afin de déterminer sans ambiguïté l'espèce animale d'origine de la farine utilisée. Une telle démarche est en développement au sein du CRA-W et devrait être un atout majeur dans la détection et l'identification précise d'ajouts ou de contamination de farines d'origine animale dans les aliments composés.

5. Conclusion et perspectives

Après plusieurs années de recherche intensive au sein du CRA-W, nous pouvons affirmer que l'imagerie PIR est un outil analytique avantageux pour la détection et la quantification de la présence à de faibles niveaux de farines d'origine animale dans les aliments composés. Cette technique permet une détection rapide et peut être appliquée pour la détection simultanée d'un grand nombre d'ingrédients d'origine animale, mais aussi végétale ou minérale. L'imagerie PIR fait partie de la nouvelle génération d'instruments à la disposition des analystes et devrait connaître une expansion rapide. Elle s'avère être une technique de choix dans la mise au point de méthodes pour la détection de contaminants, le test de l'homogénéité de mélanges, la détection de défauts divers et l'étude de la distribution d'un composé dans une matrice complexe pour des produits agroalimentaires tels les farines à destination animale et humaine, les céréales et les semences (mesure graine à graine), ainsi que les mélanges d'épices.

Remerciements

Les auteurs remercient le Service public fédéral (SPF) Santé publique (RCS-S6112) et le Fonds national de la recherche scientifique (FNRS) pour leur soutien financier.

Bibliographie

Références

- [1] LAMÉZAS (C.I.) et ADAMS (D.B.). – *Analyse du risque des maladies à prions chez les animaux*. Office international des épizooties, revue scientifique et technique, 22 (2003).
- [2] « *Vache folle* » et nouvelle forme de la maladie de Creutzfeldt-Jakob : un lien plus fort que jamais. Dépêche caducee.net (1999). <http://www.caducee.net/breves/breve.asp?idp=&idb=214>
- [3] GIZZI (G.), VAN RAAMSDONK (L.W.D.), BAETEN (V.), MURRAY (I.), BERBEN (G.), BRAMBILLA (G.) et VON HOLST (C.). – *An overview of tests for animal tissues in animal feeds used in the public health response against BSE*. Sci. Technical Rev., 22 (1) (2003).
- [4] BAETEN (V.) et DARDENNE (P.). – *The contribution of near infrared spectroscopy to the fight against the mad cow epidemic*. NIRS news, 12 (6), 12-13 (2001).
- [5] GARRIDO-VARO (A.). – *Current and future applications of NIRS technology in the feed industry*. Options Méditerranéennes, 26, 87-92 (1997).
- [6] WILLIAMS (P.) et NORRIS (K.). – *Near-infrared technology in the agricultural and food industries*. American Association of Cereals Chemists, St Paul, Minnesota (1997).
- [7] GARRIDO-VARO (A.). – *La spectroscopie infrarouge : une technologie d'appui pour un service integral en alimentation animale*. La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques (D. Bertrand et E. Dufour, éd.), Tec & Doc, Paris, chap. 20, 473-496 (2000).
- [8] BISTON (R.) et DARDENNE (P.). – *Application de la spectrométrie de réflexion dans le proche infrarouge : prévision de la qualité des fourrages en vue de leur exploitation rationnelle*. P. Bull. Rech. Agron. Gembloux, 20, 1/2, 23-41 (1985).
- [9] VERHEGGEN (J.), DARDENNE (P.), THEWIS (A.) et BISTON (R.). – *Application of Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS) for predicting chemical composition, cellulase digestibility of organic matter and energy values of compound feedingstuffs for ruminant*. International Conference on Near Infrared Spectroscopy. Agricultural Research Publishing, Gembloux, Belgique, 287-290 (1991).
- [10] GARRIDO-VARO (A.) et FERNANDEZ (V.). – *NIRS technology for the quantitative prediction of the percentage of meat and bone meal added to a feed compound. A feasibility study*. Report of the Workshop Identification of animal ingredients in compound feeds (J.S. Jorgensen éd.) CEMA – DG VI – SMT Program. 26 Mai 1998, Lyngby, Danemark (1998).
- [11] MURRAY (I.), AUCOTT (L.S.) et PIKE (I.H.). – *Use of discriminant analysis on visible and near infrared reflectance spectra to detect adulteration of fish meal with meat and bone meal*. Journal of Near Infrared Spectroscopy, 9, 297-311 (2001).
- [12] BAETEN (V.), MICHOTTE-RENIER (A.), SINNAEVE (G.) et DARDENNE (P.). – *Analyses of feedingstuffs by near-infrared microscopy (NIRM) : detection and quantification of meat and bone meal (MBM)*. Proc. of the sixth International symposium on food authenticity and safety, Nantes, 1-11 (28-30 nov. 2000).
- [13] BAETEN (V.) et DARDENNE (P.). – *Spectroscopy : Developments in Instrumentation and Analysis*. Grasas y aceites, 53 (1), 45-63 (2002).
- [14] PIRAUX (F.) et DARDENNE (P.). – *Feed authentication by near-infrared microscopy*. Proc. of the 9th International Conference on Near-Infrared Spectroscopy (Davies A.M.C. et Giangiacomo R. éd.), Vérone, Italie (juin 1999).

- [15] CHAO (K.), CHEN (Y.R.), HRUSCHKA (W.R.) et PARK (B.). – *Chicken Heart Disease Characterization by Multi-Spectral Imaging*. Applied Engineering in Agriculture, 17 (1), 99-106 (2001).
- [16] CHAO (K.), CHEN (Y.R.), HRUSCHKA (W.R.) et GWOZDZ (F.B.). – *On-line inspection of poultry carcasses by a dual-camera system*. Journal of Food Engineering, 52(3), 185-192 (2001).
- [17] CHAO (K.), MEHL (P.M.) et CHEN (Y.R.). – *Use of Hyper- and Multi-Spectral Imaging for Detection of Chicken Skin Tumors*. Applied Engineering in Agriculture, 18 (1), 113-119 (2002).
- [18] POLDER (G.), VAN DER HEIJDEN (G.W.A.M.) et YOUNG (I.T.). – *Hyperspectral Image Analysis for Measuring Ripeness of Tomatoes*. 2000 ASAE International Meeting, Paper number 003089, Milwaukee, Wisconsin (9 au 12 juill. 2000).
- [19] MARTINSEN (P.) et SCHAARE (P.). – *Measuring soluble solids distribution in kiwifruit using near-infrared imaging spectroscopy*. Postharvest Biology and Technology 14, 271-281 (1998).
- [20] MARTINSEN (P.), SCHAARE (P.) et ETEWES (M.). – *A versatile near infrared imaging spectrometer*. Journal Near Infrared Spectroscopy, 7, 17-25 (1999).
- [21] LU (R.) et CHEN (Y.R.). – *Hyperspectral imaging for safety inspection of food and agricultural products*. Proceeding of SPIE : Pathogen Detection and Remediation for safe eating, 3544, 121-133 (1998).
- [22] LU (R.). – *Detection of Bruises on Apples Using Near-Infrared Hyperspectral Imaging*. Transactions of the ASAE, 46 (2), 523-530 (2003).
- [23] LU (R.). – *Multispectral imaging for predicting firmness and soluble solids content of apple fruit*. Postharvest Biology and Technology, 31 (2), 147-157 (2004).
- [24] PEIRS (A.), SCHEERLINCK (N.), DE BAERDEMAEKER (J.) et NICOLAÏ (B.M.). – *Starch index determination of apple fruit by means of a hyperspectral near infrared reflectance imaging system*. Journal Near Infrared Spectroscopy, 11, 379-389 (2003).
- [25] ROBERT (P.), BERTRAND (D.), DEVAUX (M.F.) et SIRE (A.). – *Identification of chemical constituents by multivariate near infrared spectral imaging*. Anal. Chem., 64, 664-667 (1992).
- [26] TRAN (C.D.). – *Visualising chemical composition and reaction kinetics by the near infrared multispectral imaging technique*. J. Near Infrared Spectrosc., 8, 87-99 (2000).
- [27] TRAN (C.D.) et GRISHKO (V.I.). – *Determination of water contents in leaves by a near-infrared multispectral imaging technique*. Microchemical Journal, 76, 91-94 (2004).
- [28] SUGIYAMA (J.). – *Visualization of sugar content in the flesh of a melon by near infrared imaging*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 47, 2715-2718 (1999).
- [29] CODGILL (R.P.), HURBURGH (C.R.), JENSEN (T.C.) et JONES (R.W.). – *Single-Kernel Maize Analysis by Near-Infrared Hyperspectral Imaging*. Proceedings of the 10th International Conference on Near-Infrared Spectroscopy (éd. A.M.C. Davies ET R.K. Cho), Corée, 2001, 243-247 (2002).
- [30] CODGILL (R.P.), HURBURGH (C.R.) et RIPPKE (G.R.). – *Single kernel maize analysis by near-infrared hyperspectral imaging*. Trans. ASAE 47 (1), 311-320 (2004).
- [31] STEVERMER (S.W.), STEWARD (B.L.), CODGILL (R.P.) et HURBURGH (C.R.). – *Automated Sorting and Single Kernel Analysis by Near-Infrared Hyperspectral Imaging*. 2003 ASAE International Meeting, n° 036159, Las Vegas, Nevada (27 au 30 juill. 2003).
- [32] RIDGWAY (C.) et CHAMBERS (J.). – *Detection of insects inside wheat kernels by NIR imaging*. Journal Near Infrared Spectroscopy, 6, 115-119 (1998).
- [33] RIDGWAY (C.), DAVIES (R.) et CHAMBERS (J.). – *Imaging for the High-Speed Detection of Pest Insects and Other Contaminants in Cereal Grain in Transit*. 2001 ASAE International Meeting, n° 013056, Sacramento, Californie (30 juill. au 1er août 2001).
- [34] FERNÁNDEZ PIERNA (J.A.), BAETEN (V.), MICHOTTE RENIER (A.), COGDILL (R.P.) et DARDENNE (P.). – *Combination of SVM and NIR imaging spectroscopy for the detection of MBM in compound feeds*. Journal of Chemometrics, 19 (1) (2005).
- [35] BERTRAND (D.), COURCOUX (P.) et QANNARI (E.M.). – « Méthodes exploratoires ». Dans *La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques*, édité par D. Bertrand et E. Duforn, chap. 11, 267-294. Tec & Doc (2000).
- [36] FERNANDEZ-PIERNA (J.A.), BAETEN (V.), MICHOTTE-RENIER (A.) et DARDENNE (P.). – *Application de SVM (Support Vector Machine) pour la discrimination des particules végétales et animales en imagerie spectrale dans le proche infrarouge*. Chimométrie 2003, Paris (déc. 2003).
- [37] BAETEN (V.), MICHOTTE-RENIER (A.), SINNAEVE (G.), GARRIDO-VARO (A.) et DARDENNE (P.). – *Analysis of the sediment fraction of feed by near infra-red microscopy (NIRM)*. Proc. 11th Int. Conf. on Near Infra-red Spectroscopy, Cordoue (6 au 11 avr. 2003).

Dans les Techniques de l'Ingénieur

- MOUTHON (G.), SESTIER (C.) et BENAOUA (A.). – *Productions animales intensives et santé des consommateurs*. [F 1 100], Agroalimentaire (1998).
- CHAMBOLLE (M.). – *Sécurité sanitaire des aliments*. [F 1 110], Agroalimentaire (2003).
- DALIBART (M.) et SERVANT (L.). – *Spectroscopie dans l'infrarouge*. [P 2 845], Analyse et caractérisation (2000).

Thèses

- RÉMOND (A.). – *Utilisation de la spectroscopie proche infrarouge pour le contrôle de l'uniformité de teneur d'un comprimé : application à la spécialité Médiator®*. Thèse de doctorat, université René-Descartes, Paris (2004).
- LAFARGUE (M.). – *Nouvelles approches pour le contrôle d'homogénéité des matrices agroalimentaires par spectroscopie proche infrarouge*. Thèse de doctorat, Institut national agronomique Paris-Grignon (2003).
- ROGGO (Y.M.). – *Détermination de la qualité de la betterave sucrière par spectroscopie proche infrarouge et chimio-métrie*. Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille (2003).
- GRISTI (C.). – *Les intérêts et les diverses applications de la spectroscopie proche infrarouge (SPIR) dans les industries agroalimentaires et pharmaceutiques : étude expérimentale : mise au point d'une analyse quantitative*. Thèse de doctorat, université de Bordeaux-II (2003).
- LIVACHE (L.). – *La spectroscopie proche infrarouge appliquée au contrôle de la qualité des pommes*. Mémoire de DEA, université de Nantes (2000).
- FARVACQUE (T.). – *Mélange de poudres et dosage proche infrarouge*. Thèse d'exercice, université de Lille-II (2000).

Sites Internet

- Centre wallon de recherches agronomiques (CRA-W)**
<http://cra.wallonie.be/francais>
- Stratfeed**
<http://stratfeed.cra.wallonie.be>