

REMERCIEMENTS

En préambule à ce mémoire, je souhaiterais tout d'abord adresser mes remerciements au coordinateur de la section spectrométrie du département, Monsieur Vincent Baeten qui m'a autorisée à réaliser mon stage au sein de l'unité qualité des produits du CRA-W

Je tiens à remercier sincèrement Monsieur Philippe Vermeulen, mon maître de stage qui s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'il a bien voulu me consacrer et sans qui ce mémoire n'aurait probablement jamais vu le jour.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Nikaise Kayoka Mukendi, Madame Sandrine Mauro et Monsieur Quentin Arnould, techniciens dans le laboratoire d'imagerie hyperspectrale proche infrarouge qui m'ont transmis leur savoir dans les moindres détails, ainsi que pour leur bonne humeur au quotidien.

J'exprime également ma gratitude à Monsieur Mohamed Boukarta, professeur et promoteur de cet ouvrage, qui m'a conseillée et suivie quotidiennement.

Pour terminer, je remercie mes parents et tous mes proches pour leur contribution, leur soutien et leur patience de près ou de loin.

Enfin, le plus important, je dédie ce travail à ma petite sœur partie beaucoup trop tôt.

RÉSUMÉ

A l'heure où la sécurité des denrées alimentaires joue un rôle considérable dans le secteur de la consommation, il est important d'avoir des techniques rapides, peu coûteuses, multicontaminants et soucieuses de l'environnement pour détecter les **contaminants**. C'est pourquoi, depuis maintenant près de 30 ans, la **spectroscopie** a été mise en place. En effet, c'est un outil très intéressant pour la détermination de la structure moléculaire et donc de la qualité des aliments.

C'est donc dans ce contexte, que le CRA-W a acquis depuis 2000, une expertise dans le domaine de **l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge** au service de différents secteurs du monde agricole et agroalimentaire. Cette technique semble être un outil de choix pour le contrôle en ligne de la qualité des intrants et produits finis dans les diverses filières agricoles et alimentaires.

Dans le cadre de mon mémoire, j'ai utilisé **l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge** afin d'obtenir des résultats analytiques qualitatifs et quantitatifs sur la présence des **contaminants** dans des échantillons de **céréales** et plus spécifiquement le blé. Les échantillons de blé analysés ont été fournis par l'usine de production de bioéthanol « BioWanze » afin de réaliser une étude préliminaire pour le contrôle en ligne des livraisons de **céréales** en utilisant une caméra **hyperspectrale proche infrarouge**. Des modèles de classification utilisant différentes méthodes chimiométriques ont été développés pour mettre en évidence les différents contaminants ou impuretés présent dans les échantillons.

Afin d'obtenir des résultats concluants, l'étude de la problématique des **contaminants** à été réalisée en 3 étapes. Premièrement, une approche de la **spectroscopie proche infrarouge** classique et de **l'imagerie hyperspectrale** proche infrarouge pour la discrimination des différents **contaminants**. Ensuite, une étude plus spécifique sur l'identification des grains cassés. Et enfin, une analyse détaillée d'un set d'échantillons contaminés à différents niveaux ainsi qu'une étude d'hétérogénéité des échantillons.

En conclusion, l'étude préliminaire sur le contrôle des impuretés dans des lots de céréales a montré que **l'imagerie hyperspectrale** permet d'identifier différentes impuretés simultanément. On peut dire que **l'imagerie hyperspectrale** fonctionne réellement mais que les corrélations avec les valeurs de référence nécessitent des facteurs correctifs. Elle constitue donc un outil efficace par son aide dans la prise de décision.

Mots clés : contaminants, imagerie hyperspectrale, proche infrarouge, céréales, spectrométrie

TABLE DES MATIÈRES

1	INTRODUCTION	1
2	OBJECTIFS PERSONNELS	2
3	PARTIE THÉORIQUE	3
3.1	LES CONTAMINANTS.....	3
3.1.1	<i>Qu'est ce qu'un contaminant en général ?</i>	3
3.1.2	<i>Contaminants dans les denrées alimentaires.</i>	3
3.1.3	<i>Les différentes sortes de contaminants dans les céréales</i>	4
3.1.4	<i>Systèmes ou législations de sécurité mis en place.</i>	5
3.1.5	<i>Qualité du froment pour la consommation humaine</i>	7
3.1.6	<i>Quelques projets de détection des contaminants auxquels le CRA-W contribue.</i>	8
3.2	COMPARAISON DE DIFFÉRENTS GRAINS	12
3.3	SPECTROSCOPIE PROCHE INFRAROUGE (NIR)	13
3.3.1	<i>Pourquoi la spectroscopie proche infrarouge ?</i>	13
3.3.2	<i>Propriétés des ondes électromagnétiques</i>	15
3.4	IMAGERIE HYPERSPECTRALE	19
3.4.1	<i>Introduction</i>	19
3.4.2	<i>Avantages et inconvénients de l'imagerie</i>	22
3.5	CHIMIOMÉTRIE	22
3.5.1	<i>Définition</i>	22
3.5.2	<i>Objectifs</i>	22
3.5.3	<i>Méthodes de pré-traitement mathématique des spectres.</i>	23
3.5.4	<i>Différentes méthodes</i>	25
3.5.5	<i>Explication des méthodes chimiométriques utilisées.</i>	26
4	MATÉRIEL ET MÉTHODES	32
4.1	ECHANTILLONS UTILISÉS	32
4.1.1	<i>Matériels de référence</i>	33
4.2	MÉTHODE DE RÉFÉRENCE	34
4.2.1	<i>Echantillonnage</i>	34
4.2.2	<i>Analyse des impuretés</i>	34
4.3	MÉTHODES NIR.....	35
4.3.1	<i>Bruker MPA</i>	35
4.3.2	<i>Description de la caméra SWIR ImSpector- Line scan</i>	36
4.3.3	<i>Description du fonctionnement de la caméra</i>	38
4.4	LOGICIELS UTILISÉS.....	40
4.4.1	<i>Logiciels d'acquisition :</i>	40
4.4.2	<i>Logiciels de traitements de données</i>	40
4.5	DÉVELOPPEMENT DE MODÈLES.....	42
5	EXPÉRIMENTATION	46
5.1	ÉTUDE DES CONTAMINANTS PURS	46
5.2	ÉTUDE SUR LES GRAINS CASSÉS	49
5.3	ÉTUDE DES ÉCHANTILLONS COMPLETS.....	49
6	RÉSULTATS ET DISCUSSION	51
6.1	ÉTUDE DES CONTAMINANTS PURS	51
6.1.1	<i>Résultats du Bruker MPA</i>	52

6.1.2	<i>Résultats de la caméra Linescan</i>	55
6.1.3	<i>Conclusion</i>	59
6.2	ETUDE DES GRAINS CASSÉS	60
6.2.1	<i>Analyse répétée du même échantillon sans repositionnement sur le tapis</i>	60
6.2.2	<i>Analyse répétée du même échantillon avec le repositionnement sur le tapis</i>	62
6.2.3	<i>Conclusions</i>	63
6.3	ECHANTILLONS.....	64
6.3.1	<i>Vérification de la stabilité de la caméra</i>	64
6.3.2	<i>Création du modèle</i>	65
6.3.3	<i>Cartes de contrôles</i>	66
6.3.4	<i>Validation du modèle sur les parties d'échantillons sélectionnées</i>	68
6.3.5	<i>Résultats globaux :</i>	70
6.3.6	<i>Résultats de l'étude de l'hétérogénéité des échantillons.</i>	71
6.3.7	<i>Résultats partiels sur dix pourcent des images.</i>	76
7	CONCLUSIONS	80
8	BIBLIOGRAPHIE	82
8.1	SITES INTERNET ET OUVRAGES	82
8.2	DOCUMENTS JURIDIQUES	83
8.3	THÈSES ET MÉMOIRES.....	84
8.4	PERSONNES RESSOURCES	84
9	ANNEXES	85
9.1	CARACTÉRISTIQUES DES ÉCHANTILLONS	85
9.2	PLAN DES CARROUSELS SUR LE BRUKER	86
9.3	CARTE DE CONTRÔLES	88
9.4	RÈGLEMENT UE N° 1272/2009.....	90

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Légende, www.CONffIDENCE.eu	11
Figure 2: Coupe de deux grains (blé et maïs), infovisual.info	12
Figure 3: Composition chimique moyenne de différents grains (d'après cetiom et enquêtes itcf-onic). (% de la ms).	13
Figure 4 : Longueurs d'ondes et fréquences, www.bibnum.education.fr	15
Figure 5 : Les ondes électromagnétiques, astro.vision.free.fr	15
Figure 6 : Les différents types de vibrations, PowerPoint CRA-W	17
Figure 7 : Les différentes fréquences, homepages.ulb.ac.be	17
Figure 8 : Bande d'absorption NIR, PowerPoint CRA-W	18
Figure 9: Graphique des spectres	19
Figure 10 : Les 3 types d'imagerie, PowerPoint CRA-W	20
Figure 11 : Imagerie point/point, PowerPoint CRA-W	20
Figure 12 : Système linescan, PowerPoint CRA-W	21
Figure 13: Système planescan, PowerPoint CRA-W	21
Figure 14: Représentation de la SNV	23
Figure 15: Représentation de la dérivée	24
Figure 16: Structure des données intervenant dans l'analyse en composante principale	26
Figure 17: Graphique des données brutes.	27
Figure 18: Graphique des données centrées réduites	28
Figure 19: Construction de la première composante principale.	28
Figure 20: Construction de la deuxième composante principale, Bousquet, univ. Bordeaux 2006.	29
Figure 21 : Représentation graphique d'un model SIMCA, tutoriel Matlab	30
Figure 22: Modèle SIMCA	30
Figure 23: Modèle PLS-DA	31
Figure 24: Photo des échantillons fournis par BioWanze.	32
Figure 25: Grille de référence.	33
Figure 26: Echantillon standard	34
Figure 27 : Bruker MPA, photo CRA-W	35
Figure 28: Les différents types de configurations.	36
Figure 29 : Carrousel avec fioles, photo personnelle	36
Figure 30 : Caméra linescan, photo personnelle	37
Figure 31: Dispositif de fonctionnement de la caméra	39
Figure 32: Logo, copie d'écran.	40
Figure 33 : Logo, copie d'écran.	40
Figure 34 : Logo MATLAB, mathworks.com	40
Figure 35: Transformations d'images	41
Figure 36 : Logo, copie d'écran	41
Figure 37 : Logo du logiciel, www.umbio.com	42
Figure 38: PCA des 4 contaminants.	43
Figure 39: Sélection de la classe plastique.	43
Figure 40: Sélection de la classe colza	44
Figure 41: Sélection des grains de blé.	44
Figure 42: Sélection des glumes	45
Figure 43: Validation et application du modèle	45
Figure 44 : Triage des contaminants, photo personnelle.	46
Figure 45 : Etat d'avancement, photo personnelle	47
Figure 46 : Mise au point, copie d'écran	48

Figure 47 : Calibration, photo personnelle	48
Figure 48: Système d'alimentation pour la caméra.	50
Figure 49: Graphique représentant les spectres	52
Figure 50: PCA sur contaminants purs	53
Figure 51: PCA sur contaminants purs et mélanges blé et contaminants	54
Figure 52 : Représentation de spectres, graphique Matlab.	55
Figure 53: Modèle de grains germés	56
Figure 54:Modèle de grains cassés	57
Figure 55: Modèles de plusieurs contaminants.	58
Figure 56: Application du modèle grain cassé	60
Figure 57: PCA de la grille sur 8 matériaux de référence	64
Figure 58: Analyse des spectres	65
Figure 59: Image RGB du standard et image prédite avec le modèle PLS-DA	65
Figure 60: Graphique de répétition du modèle.	67
Figure 61: Application du modèle sur l'image DQ120058-06	68
Figure 62: Graphique représentant la distribution en fonction de la classe.	72
Figure 63: Courbe de distribution par image	72
Figure 64: Variogramme de la classe " autres graines".	73
Figure 65: Graphique de la moyenne de l'échantillon.	74
Figure 66:Graphique représentant la distribution en fonction de la classe.	74
Figure 67:Courbe de distribution par image	75
Figure 68: Variogramme de la classe " Pailles et poussières".	75
Figure 69: Graphique de la moyenne de l'échantillon.	76
Figure 70: Graphique de corrélation entre classe des germes et autres graines.	77
Figure 71:Graphique de corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs de références.	78
Figure 72:Graphique de corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs de références.	79

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Normes selon le règlement (UE) n° 742/2010	7
Tableau 2: Structure du projet CONFIDENCE	11
Tableau 3 : Avantages et inconvénients de la spectroscopie	14
Tableau 4 : Région du spectre électromagnétique et type de transition, la spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques	14
Tableau 5: Liste des principaux contaminants retrouvés dans l'échantillon DQ120058- 13	51
Tableau 6: Comparaison du Bruker avec la caméra.	59
Tableau 7: Résultats de l'analyse de l'image identique	61
Tableau 8: Résultats de l'analyse des images différentes.	63
Tableau 9: Valeur fournies par BioWanze	70
Tableau 10: Prédiction obtenue grâce à la caméra.	70
Tableau 11: Tableau comparatif des résultats	71
Tableau 12: Germes plus autres graines	77
Tableau 13: Germes plus paille	78
Tableau 14: Grains cassés	79

LISTE DES ABRÉVIATIONS

CO-EXTRA	COEXISTENCE et TRAçabilité des filières « OGM » et « non OGM » dans l'alimentation
CONFFIDENCE	Contaminants In Food And Feed : Inexpensive Detection For Control Of Exposure
CRA-W	Centre Wallon de Recherches Agronomiques
MPA	Multi Purpose Analyser
NIR	Near Infrared ou proche infrarouge
PCA ou ACP	Analyse en composantes principales
PCR	Polymerase Chain Reaction ou Réaction en chaîne par polymérase
PLS-DA	Partial Least Squares Analyse Discriminante
QSAFFE	Qualité et Sécurité des Aliments à destination animale et humaine en Europe
REQUASUD	Réseau Qualité Sud
SAFEED-PAP	Détection espèce-spécifique des protéines animales transformées dans l'alimentation animale
SIMCA	Soft Independent Modeling of Class Analogy
SNV	Standard Normal Deviate (Déviation Normale Standardisée)
STRATFEED	Stratégies et méthodes pour détecter et quantifier les tissus animaux dans l'alimentation animale
SWIR	Short Wavelength Infrared

1 INTRODUCTION

A l'heure actuelle, la sécurité des denrées alimentaires joue un grand rôle dans la société aussi bien au niveau du producteur qu'au niveau du consommateur. Avec les années, on a pu voir se succéder diverses crises animales qui ont engendré de graves problèmes tant au niveau de la santé humaine qu'animale. De ce fait, les autorités publiques ont pris des mesures pour éviter que des situations pareilles ne se reproduisent, notamment en instaurant des normes à ne pas franchir.

Lorsqu'on parle de sécurité des denrées alimentaires, on pense directement aux crises animales. Cependant un contaminant peut également avoir une origine végétale, comme la maladie de l'ergot causée par un champignon (*Claviceps purpurea*).

Les aliments que nous consommons proviennent d'un environnement immédiat, mais aussi de plus en plus de divers pays étrangers. Nous, consommateurs, exigeons que nos aliments soient sans danger pour notre santé. Cependant, il arrive que ces aliments soient contaminés par des substances dangereuses pour la santé en cours de production, de transformation, de transport ou de manipulation. Notre environnement est contaminé par des agents chimiques, physiques et biologiques qui risquent de porter atteinte à notre santé. Les aliments constituent probablement la partie de l'environnement humain la plus complexe au point de vue chimique et la plus susceptible d'être contaminée par des substances d'origine naturelle ou par des produits organiques ou inorganiques, d'origine tant environnementale qu'industrielle. La contamination de l'alimentation peut se faire de façon accidentelle ou, s'il s'agit de produits liés à une technologie alimentaire spécifique, de façon volontaire. Divers contaminants peuvent donc être captés par la chaîne alimentaire et ainsi être transférés à l'être humain par voie digestive.

Le contrôle des contaminants en alimentation animale et humaine est essentiel pour assurer la sécurité des denrées alimentaires. Il est également important pour assurer le bon déroulement des processus de transformation dans les industries alimentaires et de production de bioénergies. Les méthodes utilisées sont souvent fastidieuses et longues. De ce fait, il faut donc des méthodes simples, peu coûteuses et rapides qui permettent de détecter simultanément plusieurs contaminants. (1) (2)

Dès lors, l'objectif de ce travail réalisé au Centre Wallon de Recherches Agronomiques est de pouvoir détecter facilement et rapidement des contaminants présents dans les céréales. Dans le cadre de mon mémoire, l'étude a porté sur le potentiel de l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge pour détecter et quantifier des contaminants dans le blé. Cette recherche a été réalisée dans le cadre d'une étude préliminaire pour la société BioWanze au niveau du contrôle des livraisons de céréales destinées à la production de bioéthanol. A cette fin, mon travail comportera 4 étapes, une partie introductive, une partie théorique, une partie sur l'expérimentation et enfin, une partie « résultats et discussion ».

2 OBJECTIFS PERSONNELS

Au terme de mon stage et de mon mémoire, j'aimerais, grâce à l'imagerie hyperspectrale, développer ou mettre en œuvre une nouvelle méthode de détection des contaminants susceptible d'être présent dans des échantillons de blé. L'imagerie étant récente au CRA-W, elle n'est pas encore tout à fait au point et son optimisation reste donc un défi pour le centre de recherche et moi-même.

Parallèlement à ces premiers objectifs, j'aimerais, grâce à mon stage, développer de nouvelles capacités comme le sens de la critique, l'acceptation de l'échec lors d'une manipulation ou de l'interprétation de résultats notamment.

Ce stage est avant tout un premier pas dans le monde du travail afin d'apprendre à s'intégrer dans une nouvelle équipe et à s'adapter à l'environnement de travail.

3 PARTIE THÉORIQUE

3.1 LES CONTAMINANTS

3.1.1 QU'EST CE QU'UN CONTAMINANT EN GÉNÉRAL ?

Un contaminant est une substance qui n'est pas ajoutée intentionnellement dans les denrées alimentaires. Ces substances peuvent être présentes dans les denrées alimentaires comme un résidu de la production, du conditionnement, du transport, du stockage, ou bien à la suite de la contamination par l'environnement. (3)

3.1.2 CONTAMINANTS DANS LES DENRÉES ALIMENTAIRES.

L'Union Européenne veille à prévenir et à limiter toute contamination des denrées alimentaires par des substances indésirables ou des activités humaines néfastes. L'Union réglemente ainsi l'usage de certaines substances chimiques spécifiques, comme celles qui sont utilisées dans l'agriculture ou dans certaines techniques de production ou de transformation des aliments. En plus, d'autres mesures sont prises pour limiter la contamination provenant de la pollution de l'eau, de l'air ou par exposition à la radioactivité. Les risques de contamination par des organismes génétiquement modifiés ou par les emballages alimentaires sont également contrôlés.(4)

Les contaminants alimentaires sont des substances qui peuvent être présentes dans certaines denrées alimentaires à la suite d'une contamination du milieu ambiant, de pratiques culturelles ou de procédés de production. Au-delà d'un certain seuil, ils peuvent constituer une menace pour la santé humaine.

La réglementation de l'UE garantit que les denrées alimentaires mises sur le marché peuvent être consommées (CE 574/2011) en toute sécurité et ne contiennent pas de contaminants dans des proportions susceptibles de nuire à la santé humaine. Certains contaminants se forment naturellement, c'est-à-dire par contact de la denrée alimentaire avec l'eau, l'air ou la terre, tandis que d'autres apparaissent sous la forme d'un sous-produit du processus de production alimentaire.

Voici ci-dessous les différentes catégories de contaminants que l'on peut retrouver, avec un exemple pour chaque catégorie.

- ✓ Contaminants inorganiques et composés azotés ;
 - Arsenic
- ✓ Mycotoxines (toxines élaborées par diverses espèces de champignons microscopiques) ;
 - Ergot du seigle (*Claviceps purpurea*)
- ✓ Toxines endogènes des plantes (toxines propres aux tissus végétaux) ;
 - Acide cyanhydrique (substances naturellement produites par certains végétaux)
- ✓ Composés organochlorés (dioxines et PCB exceptés) ;

- DDT (Dichlorodiphényltrichloroéthane)
- ✓ Dioxines et PCB(Polychlorobiphényles) ;
 - Dioxines
- ✓ Impuretés botaniques nuisibles ;
 - Graines de mauvaises herbes et fruits ni moulus, ni broyés, contenant des alcaloïdes, des glucosides ou autres substances toxiques, isolées ou ensemble,
- ✓ Additifs autorisés dans l'alimentation animale qui font l'objet d'un transfert inévitable vers des aliments pour animaux non ciblés.
 - Décoquinate

3.1.3 LES DIFFÉRENTES SORTES DE CONTAMINANTS DANS LES CÉRÉALES.

Lors de la récolte, les grains récoltés ne sont jamais purs : on y retrouve toujours d'autres particules issues d'un mauvais désherbage, des graines sauvages restées dans le sol, des graines des cultures voisines transportées par le vent, des grains abîmés lors de la récolte...

Voici ci-dessous une liste de ce que l'on peut retrouver à l'œil nu dans un échantillon selon le règlement CE n°1272/2009 (24):

1. Grains brisés : tous les grains dont l'endosperme est partiellement découvert sont considérés comme grains brisés. Les grains endommagés par battage et les grains dont le germe a été enlevé appartiennent également à ce groupe.
2. Impuretés constituées par des grains :
 - Grains échaudés ;
 - Autres céréales : on entend par ce terme tous les grains qui n'appartiennent pas au genre de grains représentés par l'échantillon ;
 - Grains attaqués par les prédateurs : ce sont tous les grains rongés ;
 - Grains présentant des colorations du germe : il s'agit des grains dont l'enveloppe présente des colorations allant du brun au noir brunâtre et dont le germe qui est normal n'est pas en voie de germination ;
 - Grains chauffés par séchage : ces grains présentent des marques extérieures de torréfaction, mais ne sont pas des grains avariés ;
3. Grains mouchetés et/ou fusariés : les grains mouchetés présentent, à d'autres endroits que sur le germe même, des colorations allant du brun au noir brunâtre. Les grains fusariés sont des grains dont le péricarpe est contaminé par le mycélium du *fusarium* ;

4. Grains germés : on voit nettement, à l'œil nu, la radicule ou la plumule ;
5. Impuretés diverses :
 - Graines étrangères : ce sont des graines de plantes, cultivées ou non, autres que les céréales ;
 - Grains avariés : ce sont des grains devenus inutilisables pour l'alimentation humaine et animale suite à une putréfaction, une attaque de moisissures ou de bactéries ou résultant d'autres influences ;
 - Impuretés proprement dites : tous les éléments d'un échantillon de céréales qui sont retenus par un tamis à fentes de 3,5 mm (excepté les grains d'autres céréales et les grains particulièrement gros de la céréale de base) et ceux qui passent par un tamis à fentes de 1,0 mm sont considérés comme impuretés proprement dites.
 - Balles ;
 - Ergots ;
 - Grains cariés ;
 - Insectes morts et fragments d'insectes.

3.1.4 SYSTÈMES OU LÉGISLATIONS DE SÉCURITÉ MIS EN PLACE.

Le principe de la sécurité alimentaire, c'est de garantir la qualité des aliments commercialisés et la réduction maximale des risques pour la santé du consommateur. (5)

Le règlement sur la législation alimentaire générale (règlement (CE) n° 178/2002) stipule que les industries sont responsables de la sécurité des denrées alimentaires qu'elles produisent.

Plusieurs niveaux de sécurité sont mis en place :

- Au niveau international :
 - Le service de la qualité des aliments et des normes alimentaires de la FAO¹ fournit des informations et permet l'harmonisation des normes dans les domaines de la nutrition, de l'agriculture et la pêche. (6)
 - Il existe une instance intergouvernementale chargée de coordonner les normes alimentaires au niveau international, Commission du Codex Alimentarius.

¹ Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

- La norme ISO 17025 contient toutes les exigences auxquelles doivent satisfaire les laboratoires d'essais et d'étalonnages s'ils entendent apporter la preuve qu'ils gèrent un système de qualité, qu'ils sont techniquement compétents et qu'ils sont capables de produire des résultats techniquement valables. Elle est tout à fait compatible avec la norme ISO 9001, traitant du système de management de la qualité. Cette norme est donc appliquée au CRA-W dans le département de la gestion de la qualité.

- Au niveau européen :

- L'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) (1), qui est la pierre angulaire de l'Union Européenne en ce qui concerne l'évaluation des risques relatifs à la sécurité des aliments destinés à l'alimentation humaine et animale.
- Le Système d'Alerte Rapide pour les Denrées Alimentaires et les Aliments pour Animaux (RASFF), qui permet à la Commission Européenne, aux Etats membres et à d'autres pays associés de s'informer immédiatement et de réagir en cas de détection d'aliments dangereux présents sur le marché ou aux frontières.
- Au niveau européen, le règlement N° 742/2010 modifiant le règlement N° 1272/2009 renseigne les normes en ce qui concerne l'achat et la vente de produits agricoles dans le cadre de l'intervention publique.

- Au niveau national :

- Pour la France, il existe une norme de l'AFNOR (Association française de Normalisation) : NF EN 15587 qui détermine le pourcentage d'impuretés dans le blé tendre (*Triticum aestivum L.*), le blé dur (*Triticum durum Desf.*), le seigle (*Secale cereale L.*) et l'orge fourragère (*Hordeum vulgare L.*). Cette norme a été retenue dans le règlement n°742/2010 de la Commission Européenne afin de définir la méthode de référence pour déterminer les impuretés dans le blé tendre, le blé dur et l'orge. (7)
- Pour la Belgique, il existe REQUASUD (Réseau Qualité Sud), qui fournit des informations au niveau de la qualité du froment d'hiver.

3.1.5 QUALITÉ DU FROMENT POUR LA CONSOMMATION HUMAINE

Tableau 1: Normes selon le règlement (UE) n° 742/2010

Classes d'impuretés		% maximal selon le règlement (UE) 742/2010
Pourcentage maximal d'éléments qui ne sont pas des céréales de base de qualité irréprochable		12%
1	Grains brisés	5%
2	Impuretés constituées par des grains	7%
2.1	Impuretés autres que les grains mouchetés	7%
a)	Grains échaudés	x
b)	Autres céréales	x
c)	Grains attaqués par les déprédateurs	x
d)	Grains présentant des colorations du germe	x
e)	Grains chauffés par séchage	0,50%
2.2	Grain mouchetés	n.a
3	Grain germés	4%
4	Impuretés diverses	3%
a)	Graines étrangères	
	Nuisibles	0,1%
	Autres	x
b)	Grains avariés	
	Grains détériorés par un échauffement spontané et par un séchage trop brutal	0,05%
	Grains fusariés	x
	Autres	x
c)	Impuretés proprement dites	x
d)	Balles (fragments de rafles pour le maïs)	x
e)	Ergot	0,05%
f)	Grains cariés	x
g)	Impuretés d'origine animale	x

“X” analyse requise sans limite spécifique, mais dont la teneur est à prendre en compte au titre des limites maximales fixées aux points 2 et 4 du tableau. “n.a.”: non applicable, ne nécessitant pas d’analyse.

Le Tableau 1 nous présente les pourcentages maximaux autorisés pour la consommation humaine.

3.1.6 QUELQUES PROJETS DE DÉTECTION DES CONTAMINANTS AUXQUELS LE CRA-W CONTRIBUE.

Le CRA-W travaille sur la problématique des contaminants depuis de nombreuses années. En effet, il est impliqué dans de nombreux projets.

3.1.6.1 PROJET STRATFEED

Ce projet regroupe les stratégies et méthodes pour détecter et quantifier les tissus animaux dans l'alimentation animale. Le projet STRATFEED contribue à l'adaptation de la décision de la Commission 94/381/EC du 27 juin 1994 améliorée une seconde fois par la décision du 29 janvier 1999. La décision déclare l'interdiction de l'utilisation de protéines d'origine animale dans l'alimentation destinée aux ruminants. Ceci est une conséquence directe de la crise de la « vache folle » qui débutait en 1986.

Le projet STRATFEED avait deux objectifs principaux :

- L'harmonisation et l'amélioration de l'efficacité du contrôle par microscopie classique. Le projet inclut la création d'outils à haute valeur ajoutée (banque d'échantillons, base de données, système d'aide à la décision) pour renforcer le contrôle par microscopie classique des aliments destinés aux animaux.
- Le développement et la validation de nouvelles méthodologies basées sur des techniques alternatives.

Dans ce projet le CRA-W a contribué à la gestion du projet en effectuant plusieurs actions :

- Tests de sondes PCR fiables pour la détection d'ADN dans des extraits de farines animales traitées à des températures définies ;
- Elaboration des protocoles d'analyse par PCR ;
- Utilisation de ces procédures pour la détection d'ADN d'animaux terrestres dans les aliments ;
- Méthode en microscopie proche infrarouge : développement de protocoles et construction de bases de données spectrales ;
- Développement de bases de données et du site web. (8)

3.1.6.2 PROJET SAFEED-PAP

Ce projet a été mis en place afin de permettre une identification beaucoup plus précise des farines animales à l'origine de la crise de l'encéphalopathie spongiforme bovine.

Le projet SAFEED-PAP a donc 3 objectifs principaux qui doivent apporter une solution à la problématique de la détection des protéines animales dans les aliments composés pour animaux :

- Développement et validation de méthodes applicables pour la détection et la quantification des protéines animales dans les aliments composés pour animaux afin de modifier l'interdiction totale ;
- Développement d'outils et kits d'analyse pour l'application correcte des méthodes en laboratoire ;
- Mise en place d'un environnement approprié à l'application des méthodes (Microscopie infrarouge, PCR, imagerie hyperspectrale). (9)

3.1.6.3 PROJET FARIMAL

Ce projet a pour but le développement de méthodes permettant la détection des farines animales au niveau des espèces ou de groupes d'espèces tels que les ruminants. Si, à l'heure actuelle, la microscopie classique est la seule méthode officielle pour la détection de constituants d'origine animale dans l'alimentation du bétail, la technique montre ses limites quant à la classification taxonomique des particules animales. De plus, la microscopie repose essentiellement sur la détection et l'identification de fragments d'os alors que la détection et l'identification de particules de muscle ou de tout autre tissu animal sont essentielles à la mise en place d'un contrôle adéquat. Ce projet vise donc à développer une méthodologie innovante en combinant les avantages des deux méthodologies (microscope dans le proche infrarouge : NIRM et caméra NIR, ainsi que la technique PCR en temps réel) et en répondant complètement aux exigences de la législation, à savoir la détection et l'identification de l'espèce animale à l'origine des particules animales issues de différents tissus (os, muscle, ...) même si leur présence est faible. (10)

3.1.6.4 PROJET CO-EXTRA

Co-Extra est un projet mis en place pour développer des outils analytiques et les intégrer aux méthodologies actuellement utilisées par les systèmes de support et de décision ayant pour but de permettre la coexistence des cultures « OGM » et « non-OGM » (conventionnelles ou biologiques). Il permet aussi la traçabilité des organismes génétiquement modifiés (OGM) et produits dérivés tout au long de la chaîne alimentaire. Ce projet vise également à anticiper l'expansion future des OGM tant quantitativement que qualitativement.

Le CRA- W intervient dans 4 parties du projet :

- 1) Permettre le développement d'un contrôle efficace et des plans d'échantillonnage pour les chaînes de distribution d'aliments et de denrées alimentaires afin de tracer les OGM ;
- 2) Evaluer différentes méthodes chimiques et différents appareils de PCR quantitative en temps réel afin d'accroître la fiabilité des méthodes.
- 3) Evaluer les possibilités et les limitations de méthodes physiques de détection d'OGM. La première approche qui sera évaluée est le rayonnement proche infrarouge hyperspectrale pour son potentiel d'utilisation sur site, son rapport coût-efficacité et son caractère non invasif.
- 4) Valider des méthodes : le CRA-W a participé à des tests inter-laboratoires. Les résultats de ces études ont été compilés et diffusés. Des liens entre une banque de données de méthodes validées et une banque de données contenant des informations récentes (et provenant du monde entier) sur les constructions transgéniques ont été élaborés. (11)

3.1.6.5 PROJET CONFFIDENCE.

CONffIDENCE (contaminants in food and feed : inexpensive detection for control of exposure) est un projet européen de recherche qui a débuté le 1^{er} mai 2008 et qui prendra fin le 30 avril 2012. Ce projet a été financé par la direction générale de la recherche et de l'innovation de la Commission européenne dans le cadre du 7^{ième} programme.

Le projet a été mis en œuvre suite à la présence de produits chimiques dans l'alimentation. Ce souci demeure une préoccupation majeure des consommateurs européens. De plus, vu le nombre d'incidents qui surviennent, tels l'addition frauduleuse de produits chimiques toxiques dans les poudres de lait infantiles en Chine, il est devenu impérieux d'améliorer davantage la sécurité alimentaire. A l'heure actuelle, beaucoup de méthodes analytiques sont utilisées pour assurer la sécurité des denrées, tant au niveau de l'importation que de l'exportation, au sein de l'Union européenne. Cependant ces méthodes sont longues, contraignantes et nécessitent des appareils sophistiqués.










C'est donc dans ce contexte que le projet CONffIDENCE a été créé, de manière à améliorer la sécurité alimentaire en Europe. CONffIDENCE développe des méthodes plus rapides et rentables pour une large gamme de contaminants chimiques dans divers aliments et fourrages pour bétail. Outre le fait d'économiser du temps dans les cycles de production qui sont de plus en plus rapides, on pourra augmenter la surveillance du nombre d'échantillons de denrées alimentaires et d'aliments pour bétail à analyser en raison de la diminution du coût par test. De ce fait, la sécurité alimentaire en Europe sera augmentée.


Le projet CONffIDENCE poursuit divers objectifs :


- Dans un premier temps, ce projet a pour but le développement de nouvelles méthodes simples et peu coûteuses pour détecter, de la ferme au consommateur, les contaminants chimiques de manière à assurer la sécurité chimique et augmenter la qualité dans la chaîne alimentaire ;
- Deuxièmement, permettre le développement de nouveaux outils de détection pour les risques existants ou émergents identifiés par l'EFSA² ;
- Troisièmement, permettre l'amélioration de l'évaluation de la contamination en se basant sur une meilleure estimation des niveaux moyens de contaminants, grâce à un contrôle croissant des données, par des outils de détection simples et bon marché ;
- Ensuite, pouvoir contribuer à la validation des modèles d'étude de risques en accord avec l'agenda de la plateforme technologique européenne (ETP) (Food for Life) ;
- Enfin, rendre accessible à tous (autorités, étudiants, industries) les nouvelles méthodes de détection.

² EFSA : L'Autorité européenne de sécurité des aliments.

Tableau 2: Structure du projet CONffIDENCE

Groupe 1 : Polluants organiques			Groupe 2 : Produits phytopharmaceutiques à usage vétérinaire		Groupe 3 : Métaux lourds	Groupe 4 : Biotoxines		
Polluants organiques persistants (POPs)	Composés perfluorés (PFCs)	Pesticides	Coccidiostatiques	Antibiotiques	Métaux lourds	Alcaloïdes	Biotoxines marines	Mycotoxines
								
Travail en laboratoire ↓								
Contribution à la politique de contrôle, risque toxicologique et évaluation de l'exposition, la modélisation prédictive des risques dans les aliments et aliments pour animaux.								

 =fish and fish feed,

 =feed/cereals,

 =potatoes/vegetables

Figure 1 : Légende, www.CONffIDENCE.eu

Le Tableau 2 nous décrit la structure du projet CONffIDENCE. Il y a 9 groupes répartis en 4 parties. Chaque partie a comme optique d'apporter des solutions durables

Le CRA-W est impliqué dans le développement d'une méthode analytique visant la détection de l'ergot du seigle (*claviceps purpurea*) dans les céréales. Ce choix a été motivé suite à la forte prolifération de cette maladie au cours des dernières années ainsi qu'au manque d'information à ce sujet. L'objectif de ce projet est la mise au point d'une technique rapide et efficace permettant de détecter facilement l'ergot du seigle dans le froment ou dans toute autre céréale. (12)

3.1.6.6 PROJET QSAFFE

Le projet QSAFFE se traduit par « Qualité et Sécurité des aliments à destination animale et humaine en Europe ». Le concept du projet QSAFFE consiste à fournir de meilleurs moyens (plus rapides et moins coûteux), afin de garantir la qualité et la sécurité de l'alimentation animale en Europe. Ce projet de recherche est destiné à fournir de meilleurs outils afin d'éviter les contaminations et les fraudes.

Ce projet présente 4 objectifs :

- Dans un premier temps, fournir des stratégies garantissant, à un stade précoce, la qualité et la sécurité dans la chaîne alimentaire à destination animale ;
- Dans un deuxième temps, développer et améliorer les systèmes d'authenticité et de traçabilité des matières premières pour l'alimentation animale ;
- Ensuite QSAFFE, identifie les nouveaux risques (chimiques et microbiologiques) pouvant provenir des nouvelles sources d'aliments pour animaux et/ou qui pourraient résulter de changements de formulation/composition des aliments à destination animale ou de facteurs économiques ;
- Enfin, prévenir le transfert de contaminants et micro-organismes de l'alimentation animale à l'alimentation humaine. (13)

3.1.6.7 PROJET REQUASUD

REQUASUD est un projet régional proposant des moyens analytiques efficaces, fiables et performants mis à la disposition de la filière wallonne de production afin de mesurer la qualité et aussi les impuretés dans les céréales. Les échanges commerciaux dans la filière des céréales imposent en effet, au niveau du négoce, un contrôle de la qualité des grains à la réception, au cours du stockage et à l'expédition. (14)

3.2 COMPARAISON DE DIFFÉRENTS GRAINS

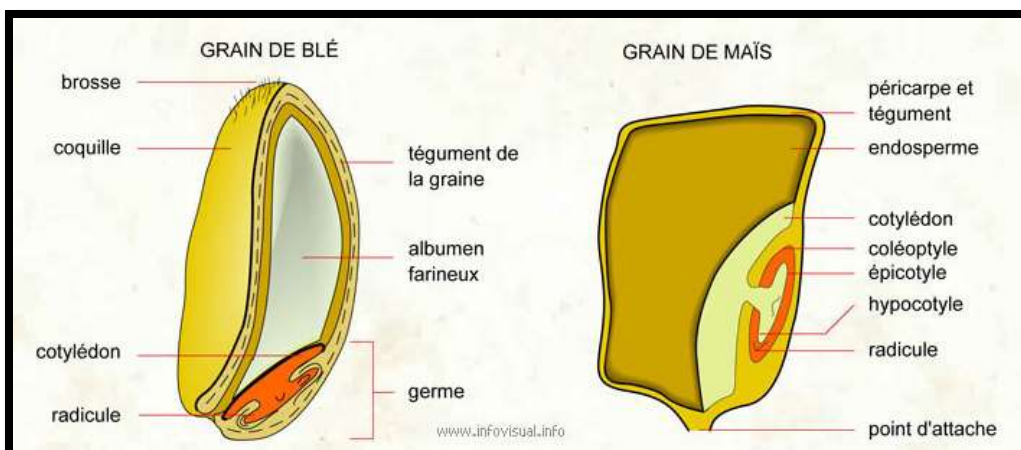


Figure 2: Coupe de deux grains (blé et maïs), infovisual.info

La Figure 2 représente la coupe de deux grains (blé et maïs). Les graines présentent une grande diversité dans leur structure et leur composition. L'albumen farineux du grain de blé contient l'amidon. La partie « germe » est lipidique, on remarque qu'elle est plus importante sur le grain de maïs.

COMPOSANTS GRAINS	AMIDON	PROTEINES	MATIERES GRASSES	CELLULOSE
BLE TENDRE	65	12,5	2	2,5
ORGE	60	11	2,5	5,0
MAIS	72	10	5	2,5
COLZA	- (1)	23	45	7,0
TOURNESOL	- (1)	20	50	27,0
SOJA	- (1)	43	22	6,0
POIS	50	25	17	6,5

Figure 3: Composition chimique moyenne de différents grains (d'après cetiom et enquêtes itcf-onic). (% de la ms).

La Figure 3 présente la composition de différentes graines. En effet, les graines qui contiennent plus de 40% de protéines sont appelés graines protéagineuses. Les graines amylacées contiennent plus de 70 % de glucides. Les graines oléagineuses contiennent plus de 50 % de lipides.

3.3 SPECTROSCOPIE PROCHE INFRAROUGE (NIR)

3.3.1 Pourquoi la spectroscopie proche infrarouge ?

Depuis une trentaine d'années, les recherches et les applications des spectroscopies infrarouges dans le domaine de la science et de l'industrie agro-alimentaire ont essentiellement porté sur le dosage des constituants, soit les protéines, les lipides et les glucides). Dans le cadre de mon mémoire, elle a été appliquée à la détection des contaminants dans les céréales. La bonne connaissance des constituants des matières premières est indispensable mais n'est pas suffisante pour prédire les propriétés technologiques et organoleptiques. De ce fait la spectroscopie est un bon outil pour la détermination de la structure moléculaire et donc de la qualité des aliments. De plus, elle nous donne des informations sur l'état physique et sur la structure moléculaire des principaux constituants des aliments (lipides, protéines, polysaccharides). En fonction du type d'information que renferme le spectre infrarouge, on peut identifier un produit et l'authentifier. (15) (16)

Tableau 3 : Avantages et inconvénients de la spectroscopie.

Avantages	Inconvénients
Courte durée de dosage	Etalonnage préalable
Pas de transformation et destruction du produit analysé	Traitements des résultats par des méthodes chimométriques
Contrôle pendant la production	Établir des bases de données importantes avec une bonne variabilité des échantillons couvrant la plage des valeurs possibles du critère étudié.
Mesures simultanées de plusieurs éléments	
Pas de réactifs	

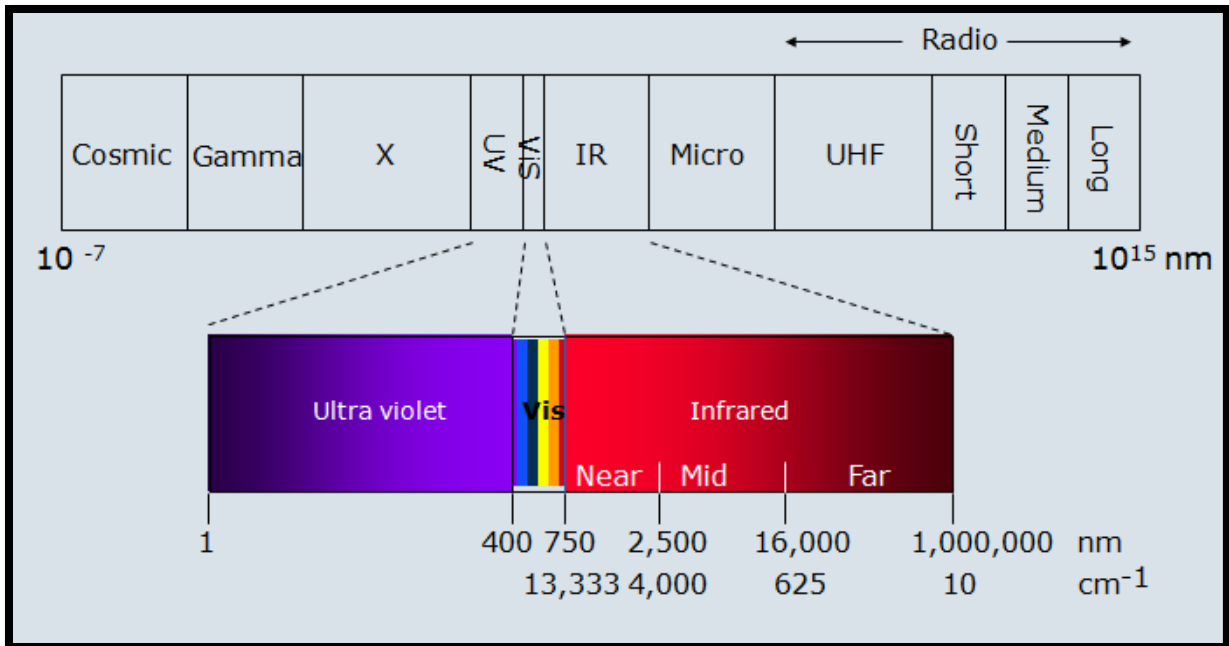
Le Tableau 3 présente les avantages et les inconvénients de la spectroscopie.

Le Tableau 4 et la Figure 4 montrent que la lumière infrarouge est une radiation de nature électromagnétique. Le spectre électromagnétique est généralement divisé de manière arbitraire en diverses régions.

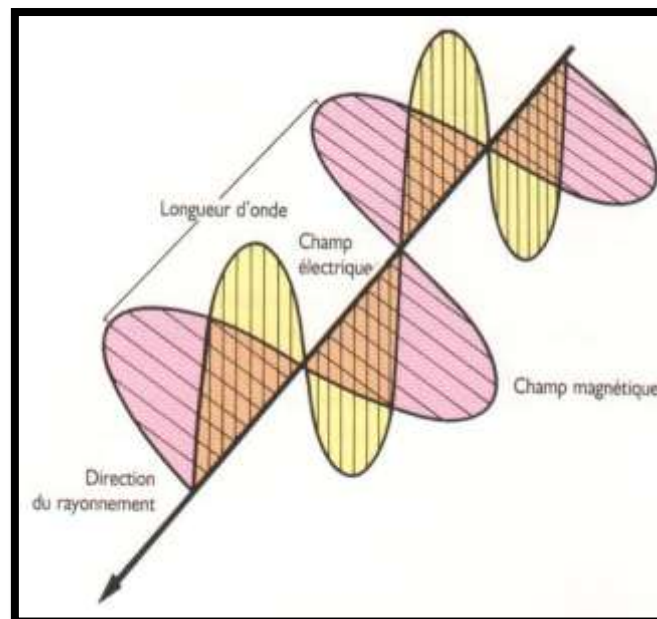
Tableau 4 : Région du spectre électromagnétique et type de transition, la spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques.

Région du spectre	Type de transition
Rayon γ ou X	Electronique (réarrangement des couches profondes)
UV visible	Électronique (réarrangement des couches externes)
Infrarouge	Vibration-rotation
Micro-ondes	Rotation
Radio-fréquences	Spin nucléaire ou de l'électron

Un échantillon irradié par une lumière infrarouge peut absorber partiellement et sélectivement ce rayonnement. Le spectre infrarouge est constitué de bandes que l'on appelle bandes d'absorption.

Figure 4 : Longueurs d'ondes et fréquences, [www. bibnum.education.fr](http://www.bibnum.education.fr)

3.3.2 PROPRIÉTÉS DES ONDES ÉLECTROMAGNÉTIQUES

Figure 5 : Les ondes électromagnétiques, astro.vision.free.fr

Pour expliquer les propriétés d'une onde électromagnétique, on considère que la lumière est une radiation constituée d'un champ électrique et magnétique perpendiculaire qui se déplace dans la lumière c'est-à-dire le rayonnement. La lumière est donc représentée par deux champs ondulatoires sinusoïdaux et perpendiculaires sur des plans à angle droit.

On interprète une onde électromagnétique par la formule :

$$\lambda = c/v$$

Où

- λ = la longueur d'onde exprimée en mètre ou nanomètre (m ou nm)
- c = la vitesse de la lumière (m/s)
- v = la fréquence en hertz (Hz)

Planck ³ a émis une hypothèse selon laquelle l'onde électromagnétique n'était pas continue mais qu'elle était émise par des unités corpusculaires appelées quanta. On peut donc traduire l'énergie d'un quantum de lumière par la relation :

$$E = h.v$$

Où

- E : la quantité d'énergie que contient un photon ($\text{Hz} \cdot \text{s}^{-1}$)
- h : la constante de Planck ($6,63 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$)
- v : la fréquence en hertz

Pour trouver l'énergie totale d'une molécule, sans compter l'énergie nucléaire, il faut faire une addition de plusieurs énergies :

$$E_{\text{moléculaire}} = E_{\text{électronique}} + E_{\text{vibrationnelle}} + E_{\text{rotationnelle}}$$

Où :

- $E_{\text{électronique}}$: énergie associée aux déplacements des électrons sur diverses orbitales
- $E_{\text{vibrationnelle}}$: énergie qui est liée à la rotation des molécules autour de leur point de gravité
- $E_{\text{rotationnelle}}$: énergie due à la rotation de l'ensemble de la molécule.

L'absorption d'un photon par un électron se fait lorsque l'énergie du rayonnement est égale à la quantité d'énergie nécessaire pour faire passer une molécule d'un état fondamental à excité, c'est-à-dire la différence entre les deux états.

Il existe plusieurs types de transitions vibrationnelles pour les molécules polyatomiques : elles ont lieu si la molécule possède plusieurs niveaux d'énergie quantifiés.

³ Planck : physicien allemand (1858-1947) reçu le prix Nobel sur la théorie des quanta.

- vibrations d'élongation (stretching) : elles provoquent des mouvements le long des axes de liaison de telle sorte que la distance entre les atomes varie et entraîne le changement d'orbite.
- vibrations de déformation : elles provoquent une variation de l'angle entre les liaisons. Il en existe de plusieurs types :
 - ✓ torsion (twisting) ;
 - ✓ cisaillement (scissoring) ;
 - ✓ balancement (rocking) ;
 - ✓ hochement (wagging).

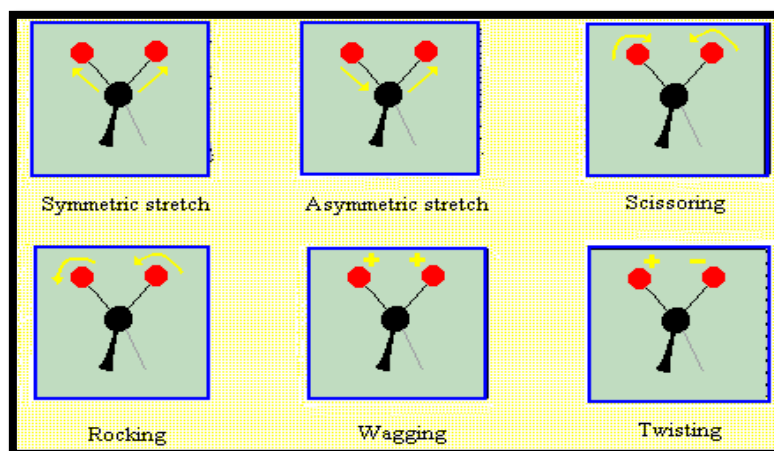
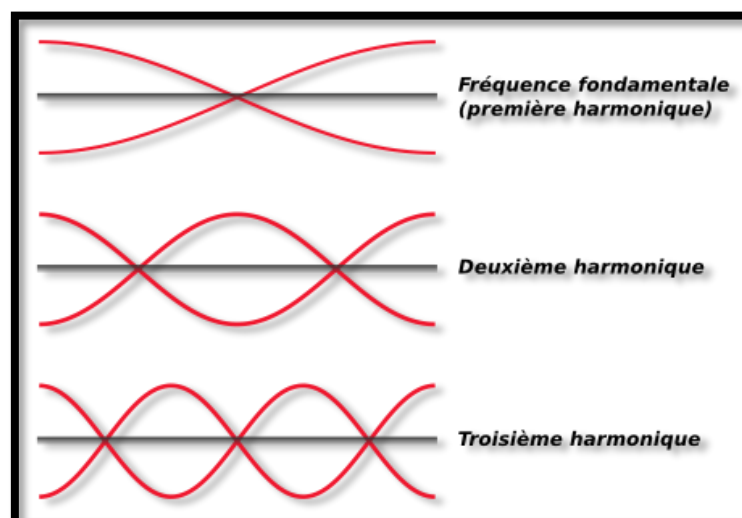


Figure 6 : Les différents types de vibrations, PowerPoint CRA-W

Pour chaque mode de vibration, il existe une fréquence dite fondamentale et plusieurs fréquences harmoniques. La fréquence la plus basse est appelée fréquence fondamentale (ou première harmonique) tandis que les fréquences supérieures sont appelées fréquences harmoniques.

Figure 7 : Les différentes fréquences, homepages.ulb.ac.be

Dans le domaine de l'infrarouge, trois pics d'absorbance peuvent être visibles. Seules les harmoniques sont mesurables en proche infrarouge.

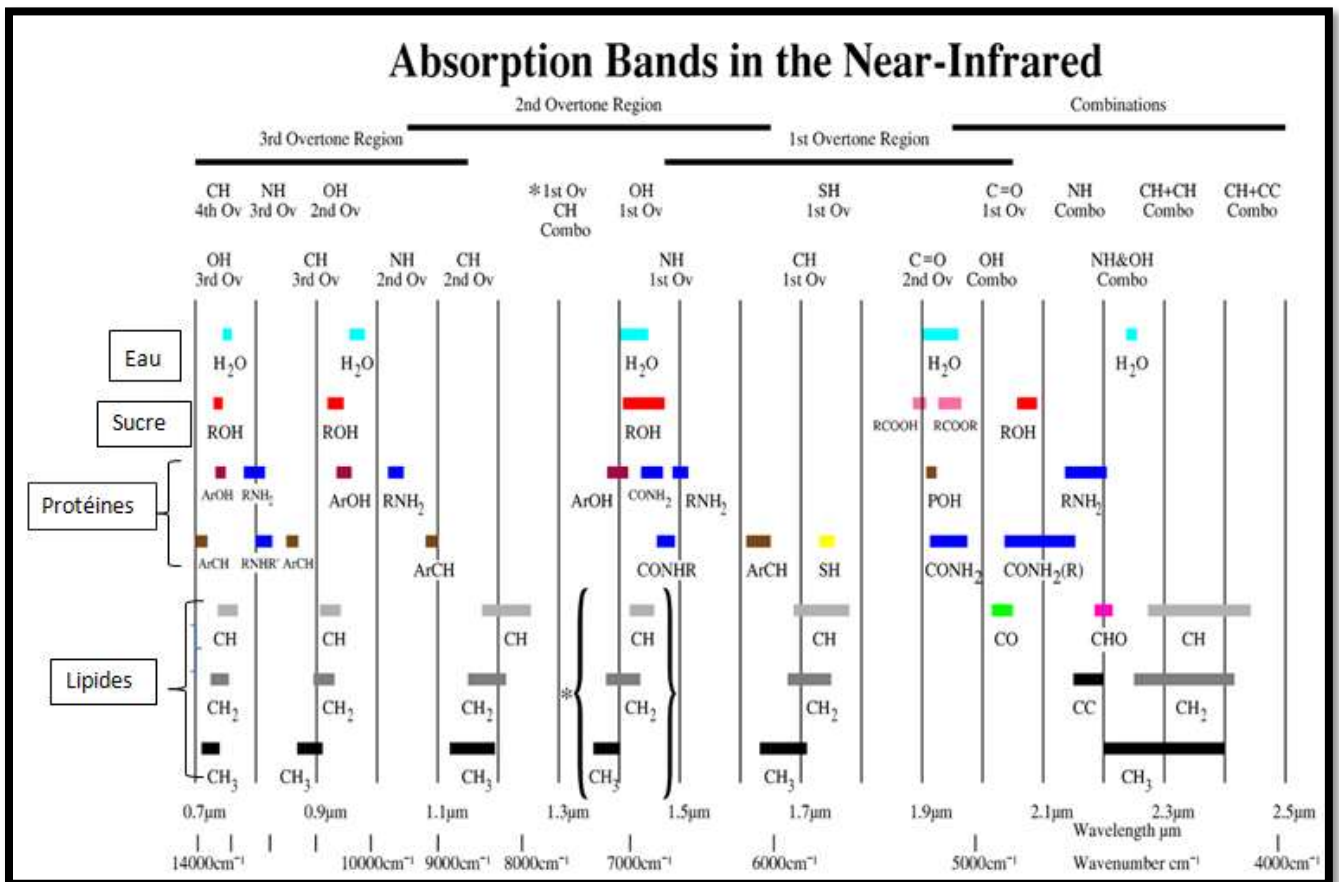


Figure 8 : Bande d'absorption NIR, PowerPoint CRA-W

La Figure 8 nous explique qu'en fonction des régions d'absorption, chaque composé possède des pics d'absorbance bien spécifiques. Ces pics sont situés à des longueurs d'ondes différentes. Dans le cas de l'eau (H₂O), on observe un pic à 700 et 900 nm pour la troisième bande d'absorption, un autre pic à 1400 nm pour la deuxième bande d'absorption, un pic à 1900 nm pour la première bande d'absorption et un pic à 2200 nm pour la bande de combinaison.

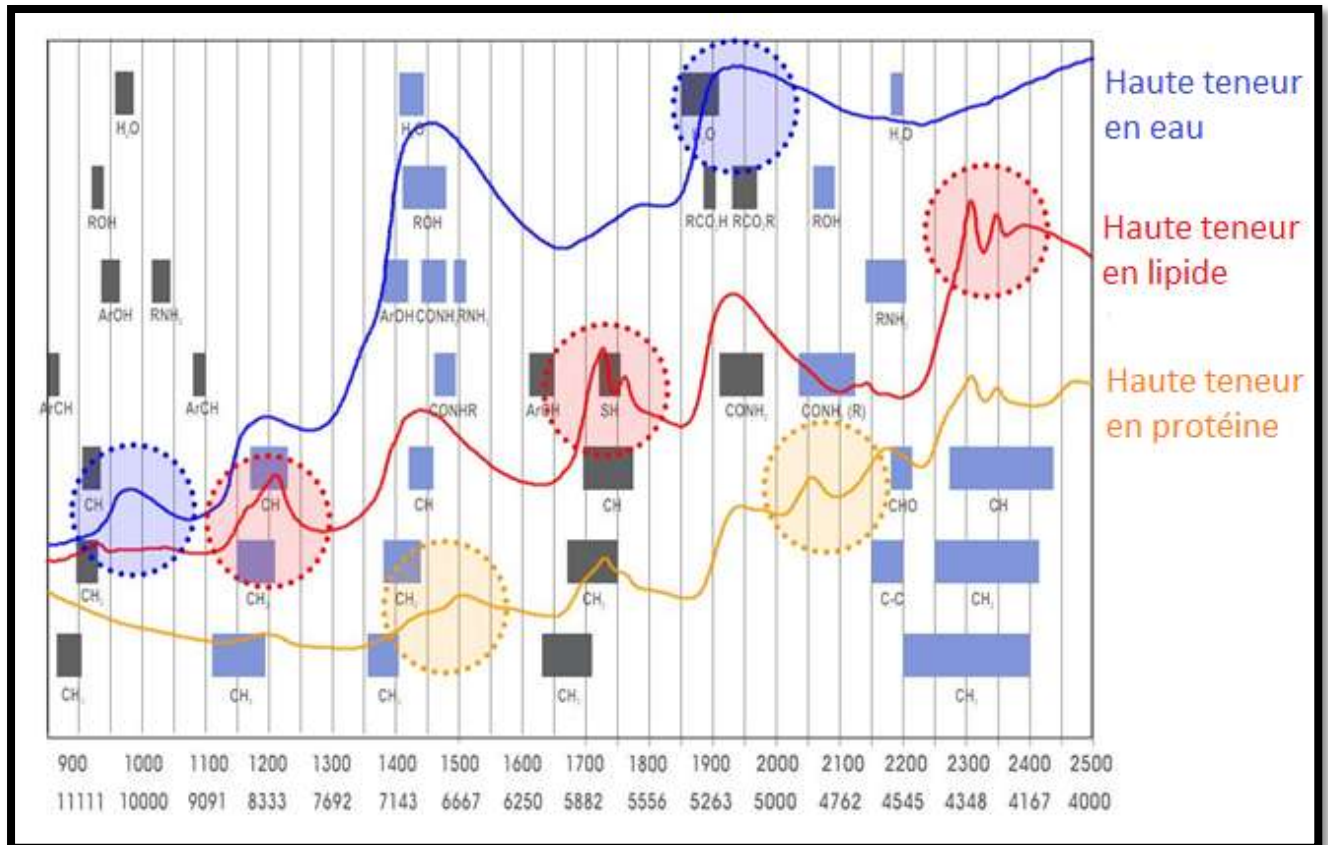


Figure 9: Graphique des spectres

La Figure 9 présente les caractéristiques spectrales de l'eau, des lipides et des protéines.

3.4 IMAGERIE HYPERSPECTRALE

3.4.1 INTRODUCTION

Ces dernières années, l'imagerie hyperspectrale a prouvé ses performances pour le contrôle de la sécurité et de la qualité, notamment dans le secteur des céréales, et ceci en collectant des images spectroscopiques au niveau des grains uniques. On utilise cette technique notamment dans le contrôle de la qualité de la production pharmaceutique, la télédétection, dans le domaine des problèmes environnementaux et dans l'industrie agro-alimentaire.

Une image hyperspectrale consiste en une même scène acquise à plusieurs longueurs d'onde (ou bandes spectrales) différentes. Le terme hyperspectral est généralement utilisé pour des données spectrales contenant des centaines d'échantillons de spectres. Ces échantillons étant acquis pour chaque pixel d'une image, les données produites sont de taille importante : typiquement de l'ordre de 1 Go pour une image.

- Il y a 3 types d'imagerie hyperspectrale :

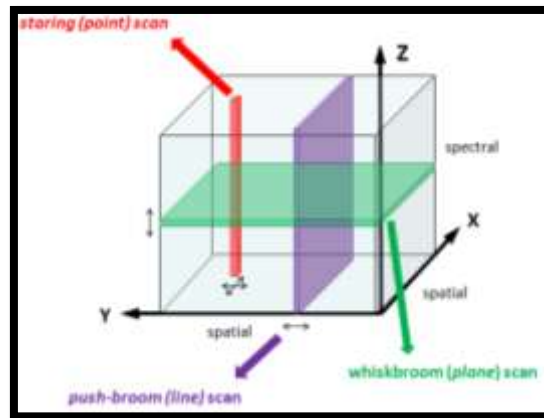


Figure 10 : Les 3 types d'imagerie, PowerPoint CRA-W

1) Point/point : staring (point) scan

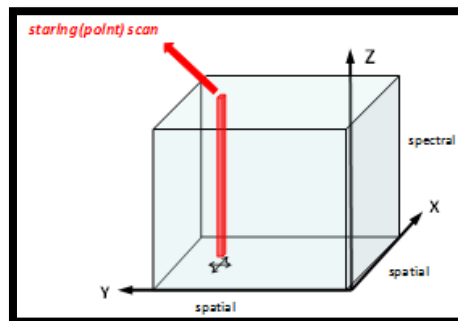


Figure 11 : Imagerie point/point, PowerPoint CRA-W

Un balayage par point est un instrument qui acquiert un spectre à un seul endroit spatial en utilisant la transformée de Fourier⁴. Les images hyperspectrales sont obtenues successivement par la mesure des spectres, tandis que l'échantillon est repositionné dans les dimensions spatiales X et Y. En supposant que la source d'éclairage reste fixe par rapport au spectromètre, l'étalonnage de l'instrument peut être effectué en utilisant un modèle unidimensionnel de calibrage (spectral). Cette configuration de l'instrument est souvent utilisée en microscopie utilisant une étape de haute précision de mouvement XY.

⁴ Transformée de Fourier : utilisée pour les fonctions non périodiques, elle permet de leur associer un spectre en fréquence.

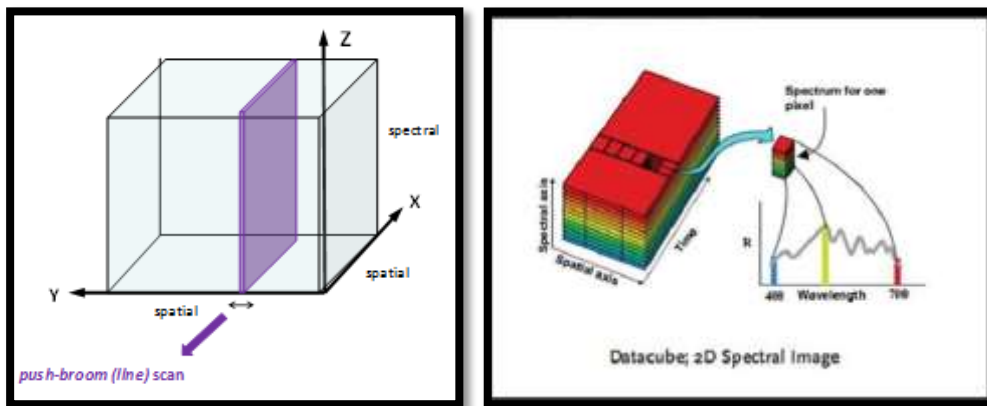
2) Linescan

Figure 12 : Système linescan, PowerPoint CRA-W

Pour les systèmes linescan, une ligne de lumière est projetée sur un plan à deux dimensions. Un modèle à deux dimensions d'étalonnage (spatio-spectral) est nécessaire pour tenir compte des variations de lumière provenant de l'éclairage et de la vitesse. Les images sont empilées pour former une matrice à trois côtés, où X définit l'axe spatial pour le premier cadre, Z représente l'axe spectral et Y représente l'axe du temps correspondant à l'ensemble des spectres pour chaque trame. En raison du nombre élevé de spectres contenus dans une image hyperspectrale, on a recouru à de la chimimétrie pour traiter tous ces spectres.

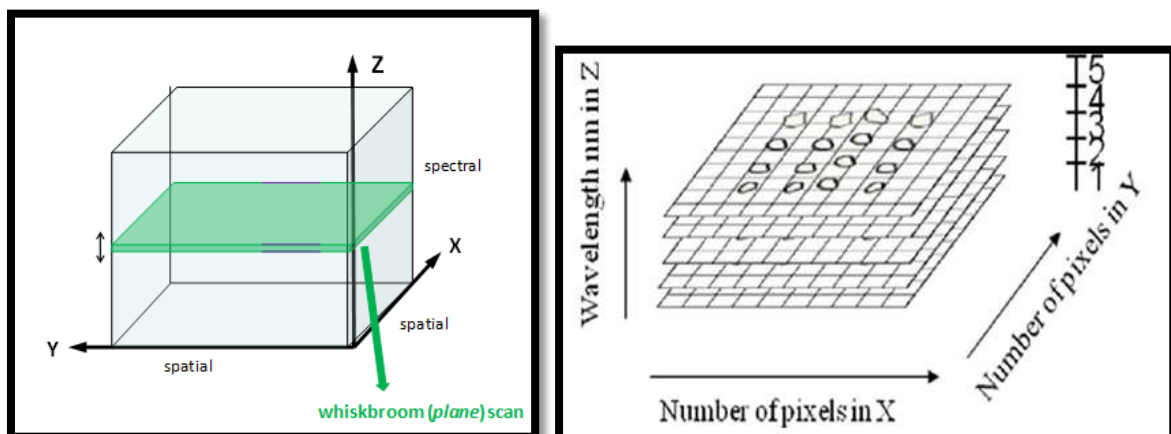
3) Plane scan

Figure 13: Système planescan, PowerPoint CRA-W

Les images sont empilées pour former une matrice à trois côtés, où les deux premiers axes (x et y) définissent le plan d'image (champ de vision), et le troisième (axe z) correspond au spectre à chaque emplacement de pixel.

Les images prises par la caméra sont parallèles à la surface de l'échantillon dès lors, l'obtention d'images spatiales est limitée par la dimension (pixels) du détecteur de la caméra. Les images hyperspectrales sont obtenues en modulant le rayonnement atteignant la caméra grâce à l'utilisation de filtres positionnés en face de celle-ci. Dans cette configuration, un modèle d'étalonnage complet en trois dimensions (spatiale-spatiale-spectrale) doit être déterminé.

3.4.2 AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DE L'IMAGERIE

Le principal avantage des images hyperspectrales est que ces dernières sont non destructrices. L'investissement au niveau de la caméra est très important mais l'utilisation de consommables est presque nul (solvants, gants, azote) et cela est donc favorable au niveau de l'impact environnemental. L'obtention de résultats de façon très rapide constitue un autre avantage. Il existe également des inconvénients dont trois ne sont pas négligeables :

- ✓ Les photos prises par la caméra donnent des images très lourdes dont le traitement est difficile si le matériel n'est pas suffisamment puissant ;
- ✓ Une bonne image exige une lumière puissante qui, si elle est trop forte, endommagera certains échantillons en cours de traitement ;
- ✓ Les images hyperspectrales ne sont pas mises au point pour les composés liquides ou fluides et il est donc impossible de traiter des échantillons liquides.

3.5 CHIMIOMÉTRIE

3.5.1 DÉFINITION

On peut définir la chimiométrie comme la science de l'utilisation des méthodes mathématiques, statistiques et informatiques qui visent à extraire l'information utile présente dans des données de mesures chimiques. (15)

3.5.2 OBJECTIFS

Les méthodes chimiométriques ont deux objectifs principaux :

- La description des données sous une forme synthétique ;
- La prédiction.

Les méthodes exploratoires ont pour objectif la description des données et contiennent des méthodes élémentaires tels que les calculs de moyenne, d'écart type des spectres et de coefficient de variation, ou des méthodes plus sophistiquées comme l'analyse en composante principale (ACP). La classification permet le regroupement des spectres. Les méthodes prédictives ont pour objectif de prévoir au mieux les valeurs d'une ou plusieurs variables pour de nouveaux échantillons à partir de données. Grâce aux méthodes prédictives, on peut construire des modèles à partir d'une base de données, ceux-ci seront construits en trouvant des relations entre diverses matrices d'une base de données. Ensuite, à l'aide de ces modèles, on peut établir une discrimination entre les différents éléments qui constituent le nouvel échantillon.

3.5.3 MÉTHODES DE PRÉ-TRAITEMENT MATHÉMATIQUE DES SPECTRES.

Avant toute analyse, un prétraitement des spectres est souvent nécessaire afin de supprimer certains effets liés à l'acquisition des spectres ou pour mettre en évidence certaines différences spectrales

✓ SNV

La SNV (standard normal deviate, traduit par déviation normale standardisée), est une méthode statistique qui diminue fortement les variations d'intensité générale des spectres afin d'augmenter la corrélation entre eux. (15)

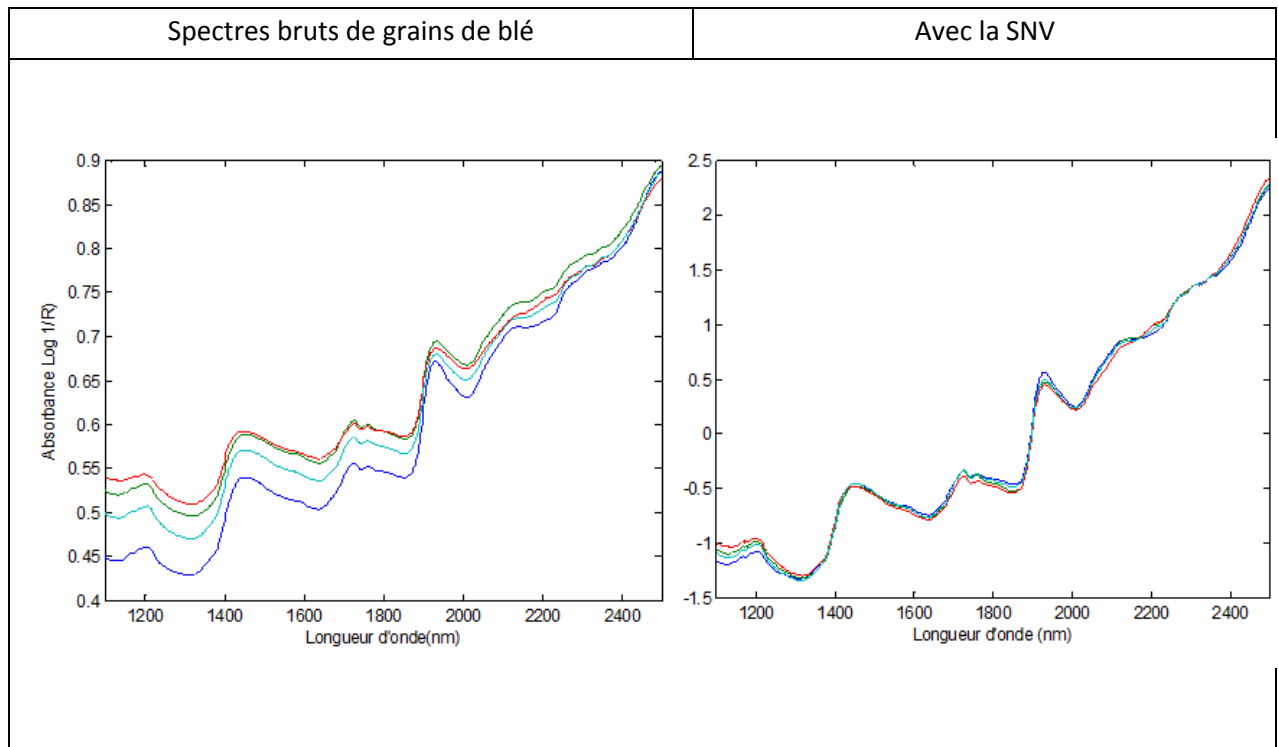


Figure 14: Représentation de la SNV

La Figure 14 représente un ensemble de spectres bruts de grains de blé avant et après application de la SNV. On remarque facilement sur le graphique de droite que l'espace entre les spectres est diminué tout en gardant les caractéristiques des spectres.

✓ Dérivée et lissage : Savitzky Golay

Ce prétraitement permet la transformation des spectres afin de mettre en évidence les différences spectrales.

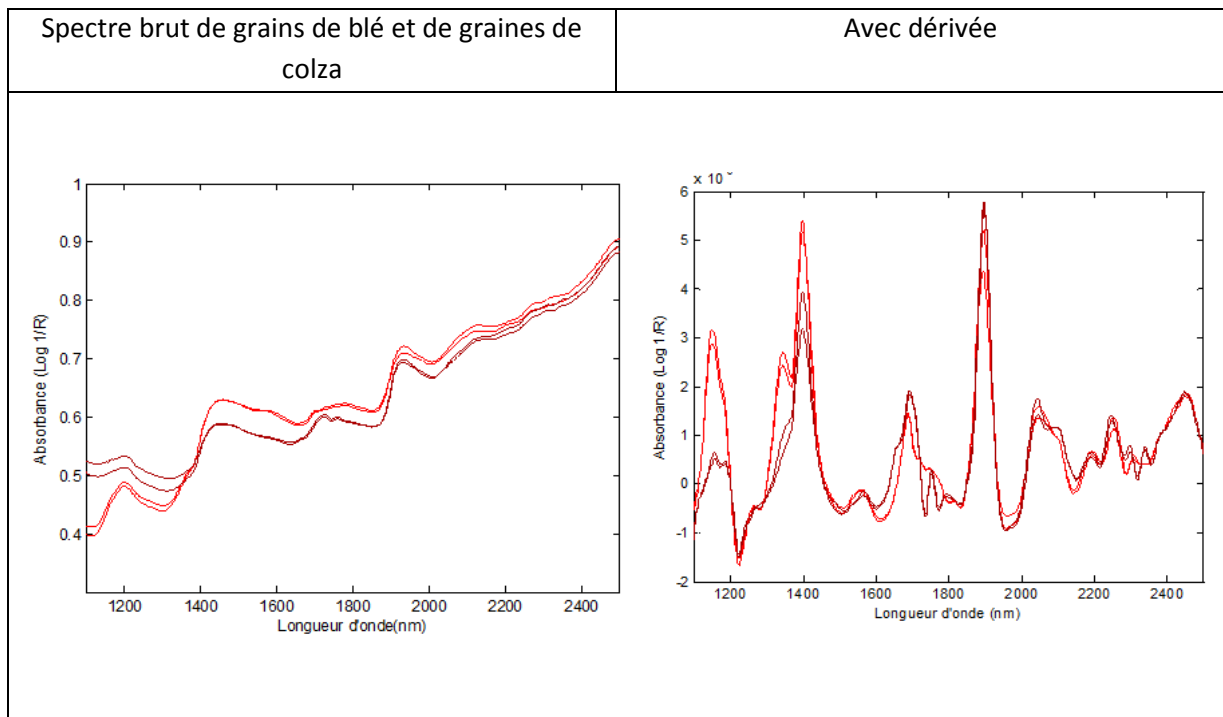
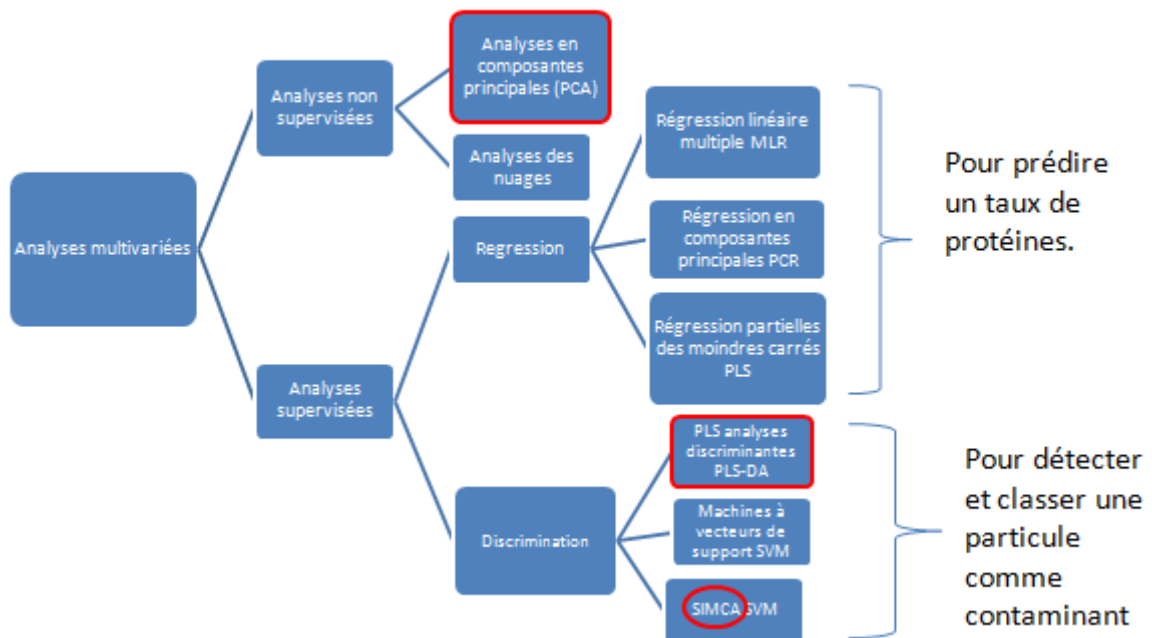
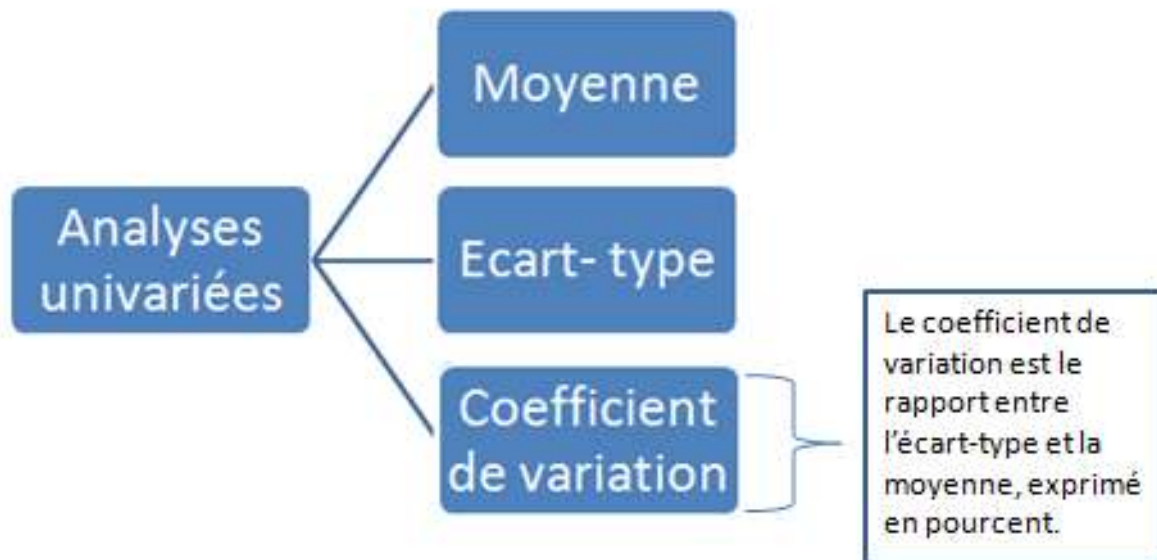


Figure 15: Représentation de la dérivée

La Figure 15 montre 4 spectres : 2 de grains de blé et 2 de colza, avant et après traitement par une dérivée. Le graphique de droite montre que les différences entre graines sont beaucoup plus visibles.

3.5.4 DIFFÉRENTES MÉTHODES

Représentation, sous forme de diagrammes, des différentes méthodes chimiométriques :



Le diagramme ci-dessus montre que les méthodes sont classées en deux parties : les méthodes non supervisées et supervisées. Ce classement s'explique par le fait que dans les méthodes non

supervisées, on ne possède que l'information spectrale tandis que, pour les méthodes dites supervisées, on construit les modèles à partir de connaissances externes venant d'autres analyses réalisées préalablement et qui servent de référence. Ces méthodes sont ensuite classées selon qu'elles reposent sur un modèle linéaire ou non linéaire. On parle d'un modèle linéaire lorsque l'on peut dire que l'information peut être extraite à partir d'une combinaison linéaire des variables considérées. De cette façon, on considère qu'un spectre est la somme de « spectres purs ». A l'inverse, les modèles non linéaires font partie du domaine de l'intelligence artificielle car le modèle prédictif est sous forme de petites unités appelées neurones et traite de manière très simple une partie de l'information afin d'en communiquer les résultats à un autre élément du système.

3.5.5 EXPLICATION DES MÉTHODES CHIMIOMÉTRIQUES UTILISÉES.

3.5.5.1 ANALYSE EN COMPOSANTES PRINCIPALES (ACP) (17) (18)

L'analyse en composantes principales permet d'explorer les liaisons entre variables et les ressemblances entre individus. Après ce traitement, il est possible de détecter les spectres aberrants, les différentes classes présentes classées en fonction de la composition des éléments

- Illustration

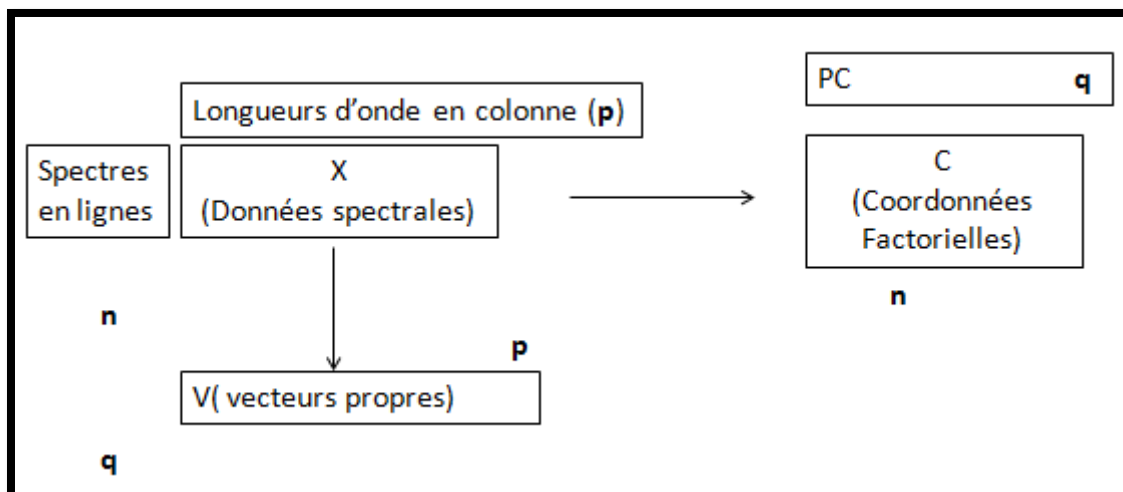


Figure 16: Structure des données intervenant dans l'analyse en composante principale

Comme le montre la figure 16, les données spectrales sont rangées dans une matrice X avec n spectres en ligne et p longueurs d'onde en colonne. Avec l'ACP, nous allons calculer les coordonnées factorielles regroupées dans une matrice C comprenant n lignes et q colonnes (q étant normalement plus petit que p). Cette matrice « résume » la plus grande partie de l'information initialement contenue dans la matrice X . Les composantes principales sont classées selon leur importance décroissante : la première colonne de C communique une information plus importante que la dernière. L'importance relative des composantes principales est quantifiée par les valeurs propres de l'ACP, regroupées dans un vecteur I . L'ACP permet également le calcul de vecteurs propres regroupés dans une matrice V , comprenant p lignes et q colonnes.

La matrice des vecteurs propres est très intéressante car elle permet de reconstruire les spectres par l'équation matricielle suivante :

$$X=C.V+E$$

Où :

- C : les coordonnées factorielles avec n spectres et q coordonnées ;
- V : les vecteurs propres avec p longueurs d'onde et q coordonnées ;
- E : la matrice des résidus.

Les figures 17 à 20 montrent comment les composantes principales sont construites.

- Données brutes

On réalise une matrice à n spectres (10) et p longueurs d'onde (2 par longueur d'onde).

	lambda1	lambda2
1	500	600
2	900	640
3	1000	650
4	800	660
5	600	700
6	1100	800
7	1200	900
8	700	600
9	750	770
10	880	800

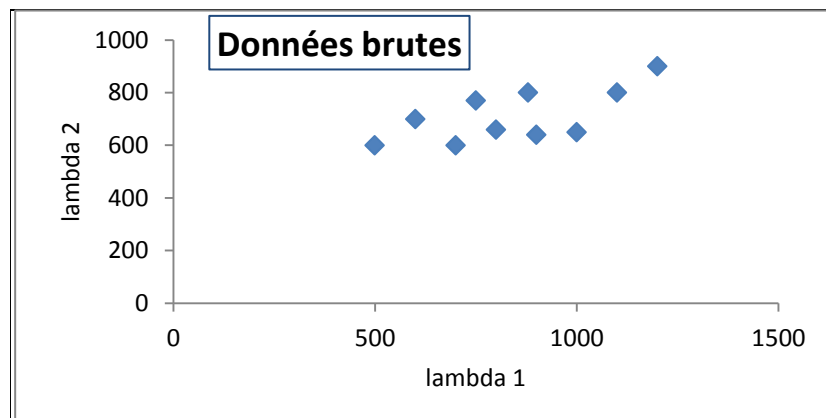


Figure 17: Graphique des données brutes.

- Changement d'origine

Il s'agit de retrancher des données brutes la valeur moyenne, puis de diviser le résultat par la racine carrée de la variance. De cette façon, la nouvelle origine sera au centre de gravité du nuage de points.

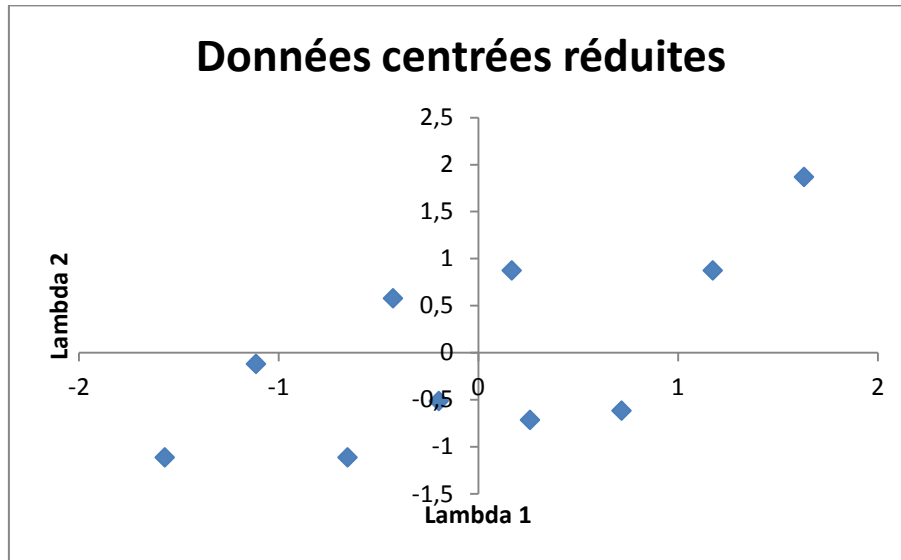


Figure 18: Graphique des données centrées réduites

- Construction de la première composante principale

Afin de tracer la première composante principale, on cherche la plus grande dispersion de données

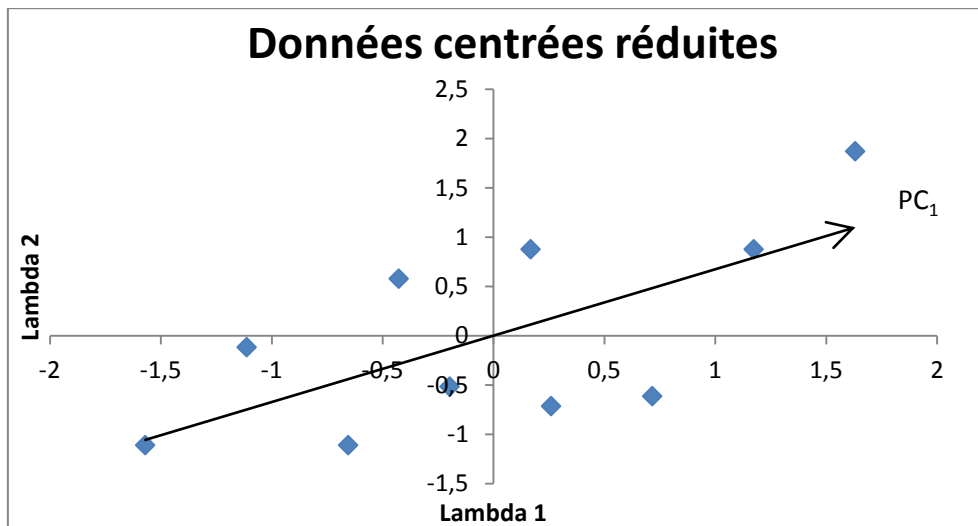


Figure 19: Construction de la première composante principale.

- Construction de la deuxième composante principale.

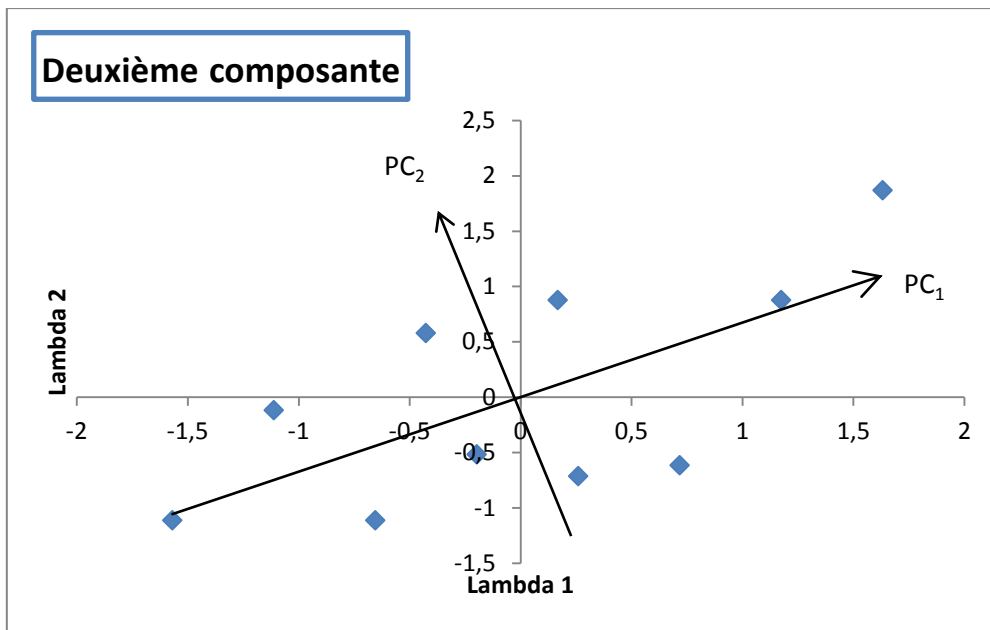


Figure 20: Construction de la deuxième composante principale, Bousquet, univ. Bordeaux 2006.

3.5.5.2 ANALYSE SIMCA

SIMCA est l'acronyme de « Soft Independent Modeling of Class Analogy ».

Un modèle SIMCA se compose d'un ensemble de modèles PCA dont un pour chaque classe dans les données définies. Ceci est illustré graphiquement dans la figure ci-dessous. Chaque classe peut avoir un nombre différent de composants principaux ; le nombre dépend des données dans la classe. Chaque sous-modèle d'une PCA contient toutes les pièces habituelles d'un modèle de PCA, c'est-à-dire: moyennes, informations mise à l'échelle, vecteurs, prétraitement tel que le lissage et transformation en dérivée pour, par exemple, supprimer des pixels morts présents sur l'image.

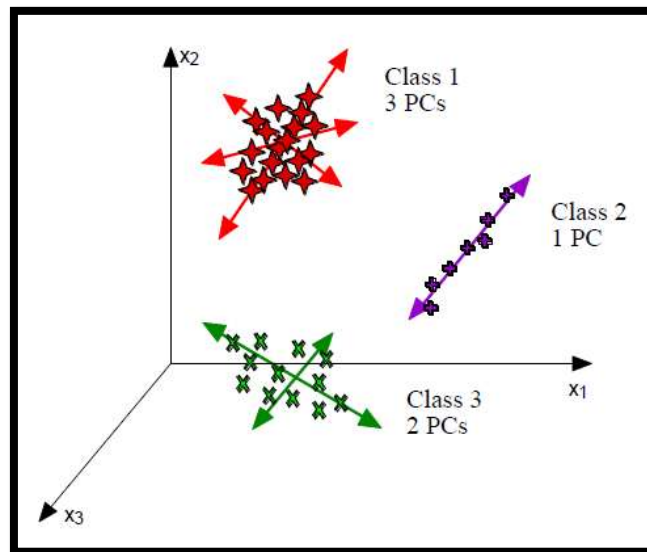


Figure 21 : Représentation graphique d'un modèle SIMCA, tutoriel Matlab

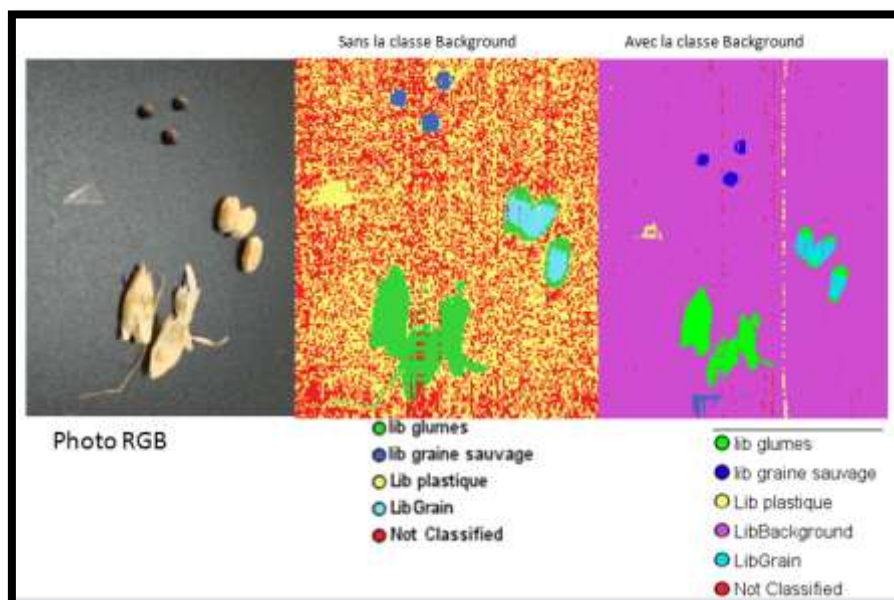


Figure 22: Modèle SIMCA

3.5.5.3 ANALYSE PLS-DA

Simca est un outil de classification très utile mais présentant malgré tout quelques inconvénients. Le plus important consiste dans le fait que les ACP sont calculés dans le but de capturer la variation au sein de chaque classe et qu'aucune tentative n'est mise en œuvre afin d'identifier les directions des données dans l'espace. Par contre, Partial Least Squares analyse discriminante (PLS-DA) est une méthode de classification qui aborde cette question.

Sur la Figure 23 on remarque que tout est classifié, c'est-à-dire que tout est repris dans une classe.

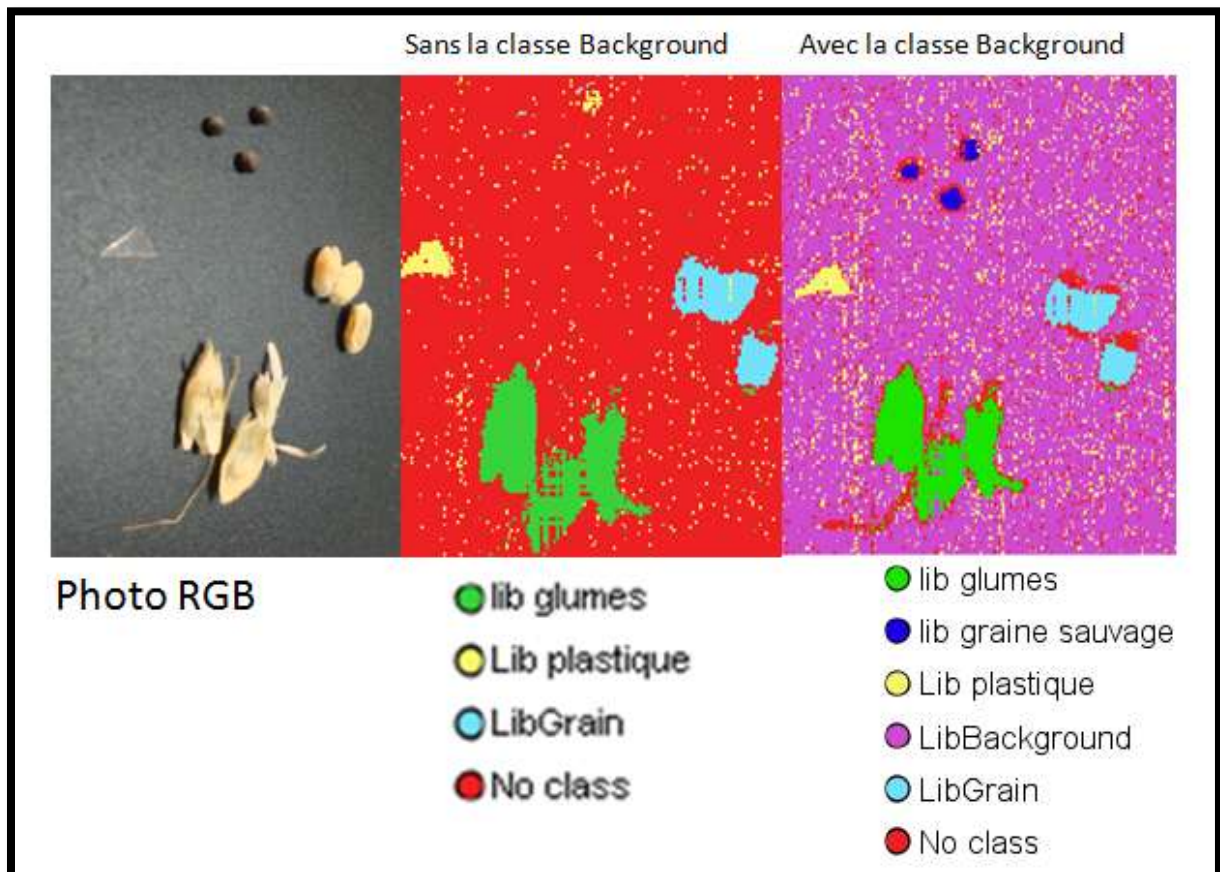


Figure 23: Modèle PLS-DA

4 MATÉRIEL ET MÉTHODES

4.1 ECHANTILLONS UTILISÉS



Figure 24: Photo des échantillons fournis par BioWanze.

Pour réaliser les expérimentations, 35 échantillons d'environ 400 grammes ont été fournis par BioWanze. Ils ont été sélectionnés parmi une collection de près de 5000 échantillons correspondant aux différentes livraisons de blé durant l'année écoulée et conservés à Wanze. Les critères de sélection ont porté sur les taux d'impuretés, de pailles, de grains cassés et germés de manière à couvrir la gamme la plus large possible. Ces 35 échantillons ont été mis dans des fioles individuelles et pour chaque échantillon, une sélection a été faite de manière à réaliser les différentes études.

De chacun de ces 35 échantillons, un sous échantillon de +/- 4 grammes a été prélevé afin de remplir les fioles pour l'étude avec le Bruker. De même pour l'analyse par imagerie hyperspectrale, un sous échantillon représentatif de +/- 10 grammes (appelé ci-après « échantillon sélectionné ») a été prélevé dans chaque échantillon afin de valider le modèle.

En annexe 9.1, on trouve les caractéristiques de chaque échantillon.

4.1.1 MATÉRIELS DE RÉFÉRENCE

- 1) La Figure 25 représente la grille contenant 8 composants différents. Cette grille est utilisée pour vérifier la stabilité de la caméra au cours du temps.



Figure 25: Grille de référence.

La figure 26 montre l'échantillon standard qui a servi de référence pour permettre d'identifier les impuretés dans les 35 échantillons fournis par BioWanze. Ce standard a été créé en tenant compte des différentes classes d'impuretés prises en compte par BioWanze lors de leur analyse.

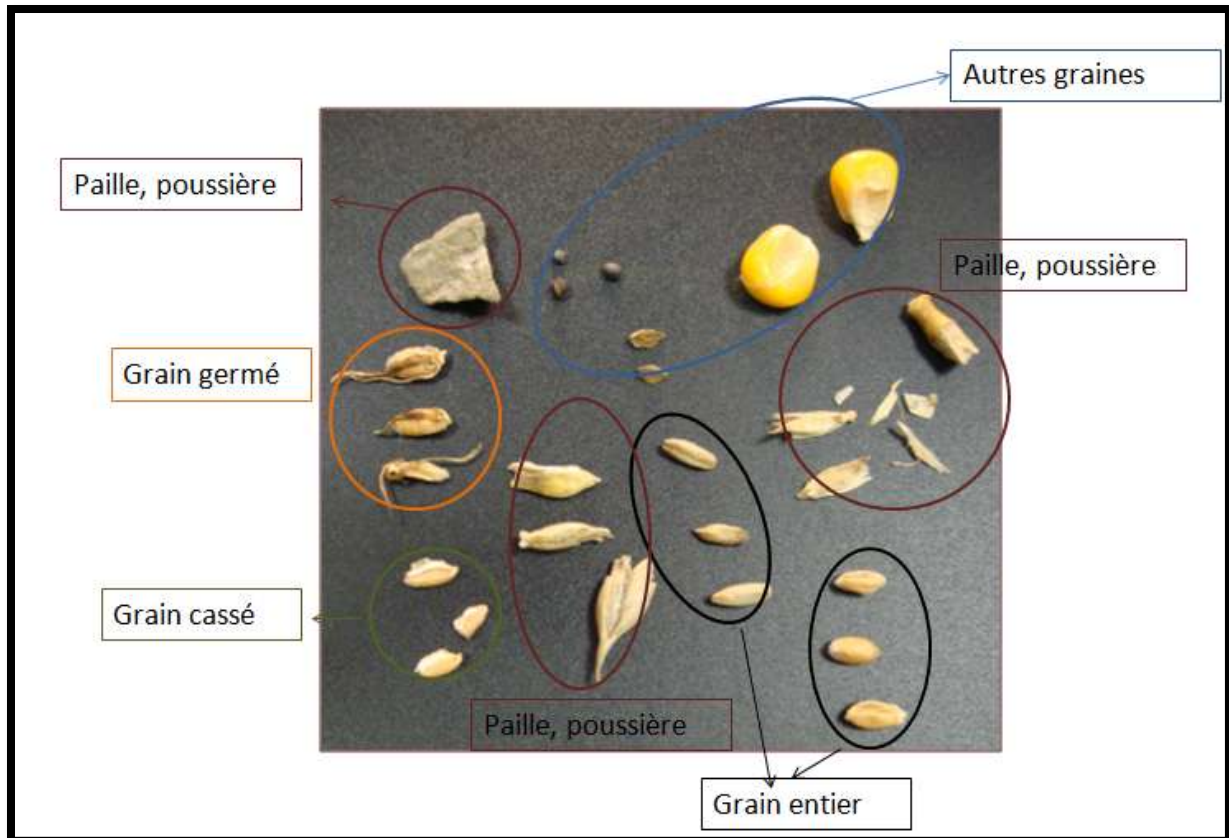


Figure 26: Echantillon standard

4.2 MÉTHODE DE RÉFÉRENCE

4.2.1 ECHANTILLONNAGE

Avant de procéder à un repérage des différents contaminants, il faut constituer un échantillon de manière à avoir des résultats représentatifs de ce que l'on souhaite analyser. Cette étape se réalise à l'aide d'un échantillon représentatif obtenu en mélangeant plusieurs échantillons élémentaires. Les modes de prélèvement des échantillons varient selon qu'il s'agit de produits livrés ou stockés en sacs ou en vrac. Dans le cas de BioWanze, 2 kilogrammes en 2 prises sont prélevés dans chaque camion à l'aide d'une sonde tubulaire enfoncée verticalement dans le chargement. Pour les bateaux, 25 kilogrammes sont prélevés à partir de la bande transporteuse durant tout le déversement au moyen d'un échantillonneur prélevant du grain à intervalle régulier.

4.2.2 ANALYSE DES IMPURETÉS

Dans la méthode de référence, on procède en séparant les grains sains des impuretés par nettoyage grâce au tri visuel et au tamisage. On classe et on pèse ensuite les impuretés au moyen d'une balance. Le rapport, exprimé en pourcentage entre le poids des impuretés et le poids de l'échantillon, fournit le taux d'impuretés du lot de grains analysés. (19)

A l'heure actuelle, l'usine BioWanze travaille toujours avec la méthode classique décrite ci-dessus :

Lors de l'analyse manuelle des contaminants, BioWanze détermine 4 classes spécifiques et une somme de 3 classes :

- Les impuretés (autres graines principalement);
- Les pailles et poussières ;
- Les grains cassés ;
- La somme de ces 3 premières classes ;
- Les grains germés.

4.3 MÉTHODES NIR

4.3.1 BRUKER MPA



Figure 27 : Bruker MPA, photo CRA-W

Le Bruker MPA (Multi Purpose Analyser) est un spectromètre proche infrarouge. Il est aisé d'utilisation et s'adapte aussi bien en laboratoire qu'en industrie. C'est un appareil modulable car on peut analyser des échantillons solides ou liquides en adaptant le récipient de contention. Il y a deux récipients de contention : d'abord la cellule tournante qui permet la prise de spectre en réflectance sur un échantillon à plusieurs endroits (c'est-à-dire 64 scans différents) et le carrousel qui, lui, permet une analyse de 30 échantillons en réflectance statique (également à 64 scans). Dans le cadre de mon mémoire pour l'analyse des contaminants et des grains de blé, j'ai utilisé le carrousel avec comme support d'échantillons la fiole. La configuration « petit spot » a été utilisée (

Figure 28). Cette configuration permet d'analyser une surface égale à $\pm \pi (1/2 r)^2$ du fond de la fiole de rayon r . Cette configuration a été choisie de manière à se rapprocher d'une configuration d'analyse en imagerie en réduisant au maximum la taille de l'échantillon à analyser pour chaque spectre fourni par l'instrument.

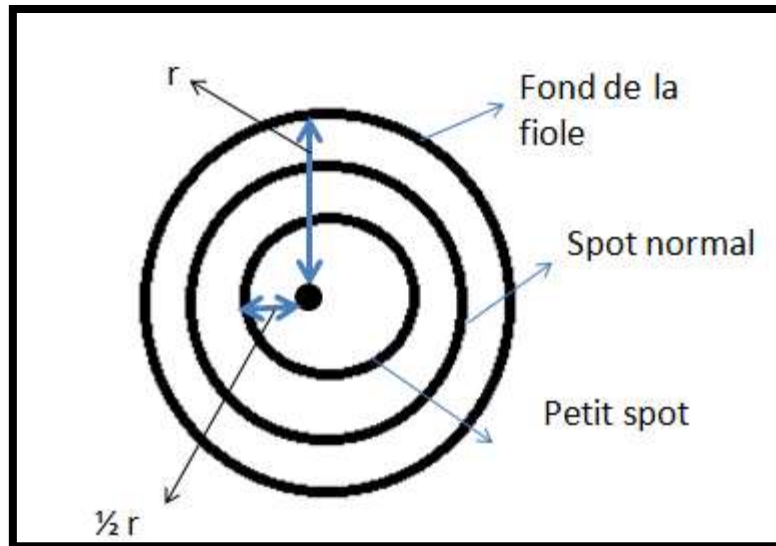


Figure 28: Les différents types de configurations.

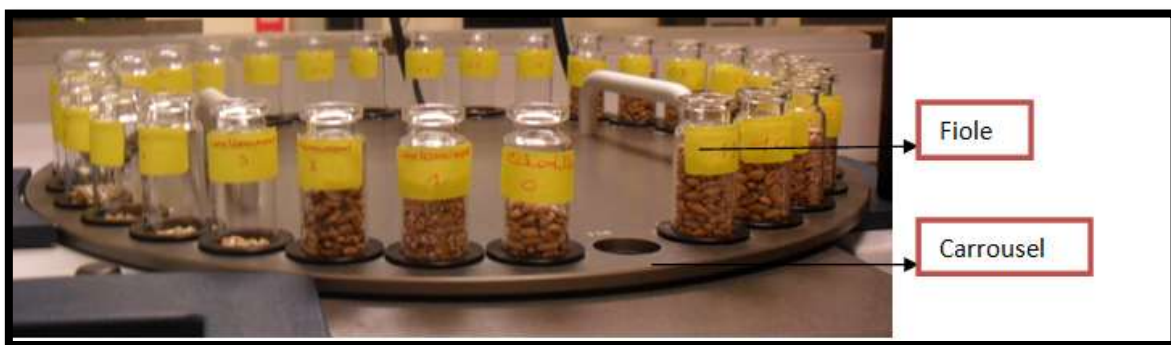


Figure 29 : Carrousel avec fioles, photo personnelle

✓ Quelques caractéristiques :

- Image allant de 1100 à 2500 nm par pas de 2 nm ;
- 64 scans par mesure desquels est calculée une moyenne ;
- 10 s/mesure ;
- ¼ heure /carrousel

Le Bruker MPA ne fournit qu'un spectre par échantillon en faisant une moyenne de 64 scans tandis que la caméra prend un spectre par pixel.

4.3.2 DESCRIPTION DE LA CAMÉRA SWIR IMSPECTOR- LINE SCAN

Ce prototype a été conçu par le CRA-W afin d'être utilisé pour une large gamme d'applications tout en ayant un maximum de flexibilité. Grâce au dispositif de réglage, la caméra peut varier en hauteur. La bande transporteuse est pilotée grâce à un logiciel : Hyperpro®. Le logiciel de traitement de données a été adapté pour les besoins d'analyses spécifiques.

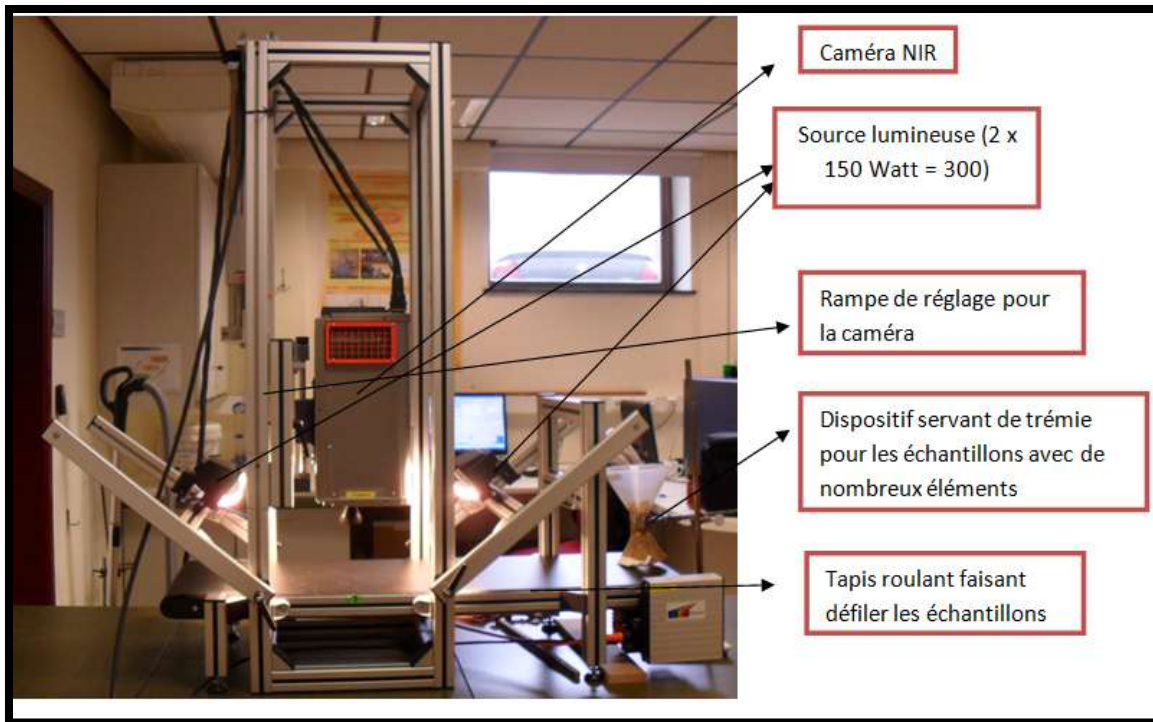


Figure 30 : Caméra linescan, photo personnelle

La caméra s'appelle « SWIR ImSpector N25E système d'imagerie hyperspectrale ». Elle a été conçue et créée par Specim Ltd. La caméra linescan possède un détecteur conçu par Xenics[®] qui permet de prendre des images hyperspectrales. Le détecteur est quant à lui muni d'un système de refroidissement autonome permettant d'éviter la surchauffe : lorsque l'appareil est en marche, on peut donc entendre le bruit du système de refroidissement. La caméra a été équipée d'un tapis roulant, fourni par BurgerMetrics, à la demande du CRA-W. La caméra saisit des images hyperspectrales allant de 1100 à 2400 nanomètres (nm) par pas de 6.3 nm. Cette caméra prend 209 (2400 – 1100/6.3) points de mesure, c'est-à-dire qu'elle enregistre les niveaux d'absorbances correspondant à 209 longueurs d'onde différentes qui constituent le spectre. Chaque spectre est la moyenne de 32 scans. Une image correspond à une acquisition d'une surface de 1 ligne (X) * 200 carrés(Y).

- La ligne fait 320 pixels et la largeur est de 200 pixels= 64 000 spectres car 1 spectre/pixel ;
- 1 pixel mesure 275 μm x 275 μm = 0,075 mm^2 .

La surface de captage est d'environ 48 cm^2 (8,8 x 5,5 cm) par image. Le temps d'acquisition pour une image est de 10 s/image.

4.3.3 DESCRIPTION DU FONCTIONNEMENT DE LA CAMÉRA

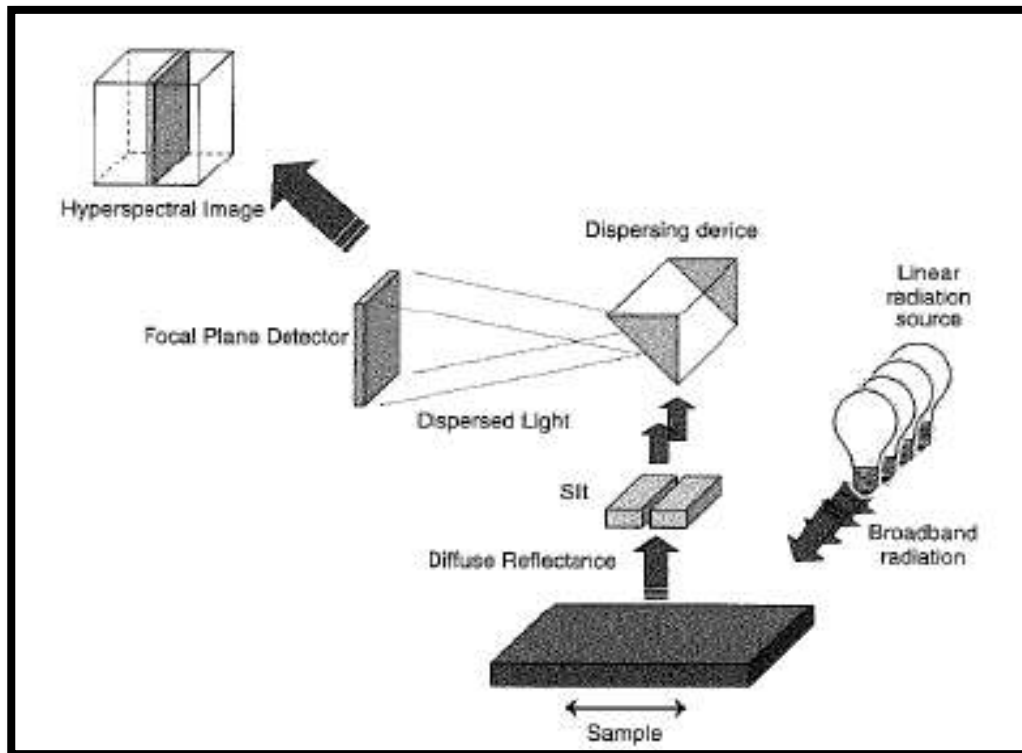


Figure 20 : Capture d'une image, Techniques and applications of hyperspectral image analysis, p7.

Ce système effectue une capture à deux dimensions perpendiculaire à la surface de l'échantillon. L'échantillon reçoit une radiation linéaire par le dispositif lumineux (2 x 150 watts). Ensuite, la réflectance est diffusée à travers une fente pour ensuite arriver au dispositif de dispersion qui, grâce au détecteur de plan focal, donnera des images hyperspectrales. Avec ce système, les images hyperspectrales peuvent être facilement recueillies pendant que l'échantillon bouge, c'est-à-dire lorsque le tapis roulant fonctionne. Dans le système linescan, il n'est pas nécessaire de changer de filtre, de ce fait, la vitesse d'acquisition des images n'est limitée que par la vitesse de la caméra. Les images hyperspectrales ainsi obtenues sont numérisées afin d'être envoyées sur un ordinateur où elles pourront être traitées.

Sur la Figure 31, on retrouve les différents constituants de la caméra nécessaires à l'acquisition d'images hyperspectrales :

- 1) Ordinateur ;
- 2) Dispositif de démarrage de la caméra ;
- 3) Dispositif d'allumage de l'éclairage ;
- 4) Caméra.



Figure 31: Dispositif de fonctionnement de la caméra

Avant de prendre des images, il faut allumer la caméra (2), ensuite le dispositif d'allumage (3), patienter 45 minutes avant de prendre les premières images grâce au logiciel HyperPro®.

4.4 LOGICIELS UTILISÉS

4.4.1 LOGICIELS D'ACQUISITION :

- Bruker



Figure 32: Logo, copie d'écran.

Opus® est un logiciel spécifique d'acquisition et de traitement des spectres pour le spectromètre Bruker.

- Linescan



Figure 33 : Logo, copie d'écran.

Ce logiciel est fourni avec la caméra et permet l'acquisition des spectres des images hyperspectrales. C'est un logiciel créé par BurgerMetrics®.

BurgerMetrics HyperPro est un logiciel utilisé pour des analyses de laboratoire ou des applications d'automatisation de processus en ligne. (18)

4.4.2 LOGICIELS DE TRAITEMENTS DE DONNÉES

- Bruker

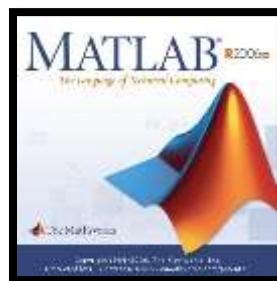
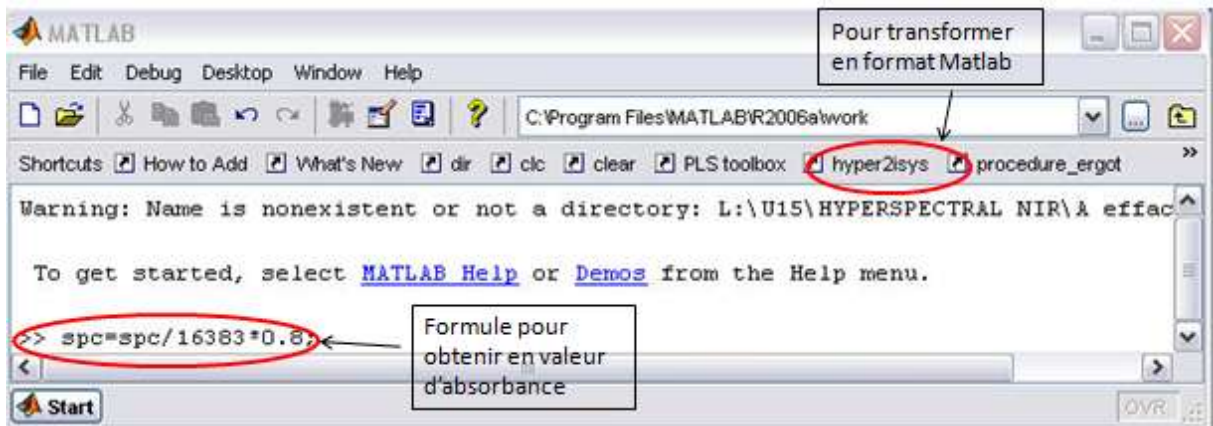


Figure 34 : Logo MATLAB, mathworks.com

MATLAB® est un logiciel générique de calcul numérique produit par MathWorks. Il permet la manipulation de matrices, l'affichage de courbes et de données. Dans le cas du spectromètre Bruker, l'utilisation de la « PLS toolbox » est nécessaire pour réaliser des PCA.

➤ Linescan

- Transformation d'images avec Matlab®



La copie d'écran ci-dessus montre les deux types de transformations que subissent toutes les images prises grâce à l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge. La première étape sur Matlab est de transformer l'extension de l'image « HSI » acquise par la caméra en format « Matlab ».

Ensuite, lorsque l'image est en format « Matlab » il faut appliquer une formule qui permet d'obtenir l'image en valeur d'absorbance. Ces deux transformations, sont obligatoires lorsque que l'on travaille sur le logiciel de traitement d'image Evince (Figure 37).

- Création de graphiques : Vario®

Vario® est un logiciel qui permet de créer des variogrammes et de faire des graphiques par rapport à l'hétérogénéité des échantillons

- Logiciels de prédiction d'images :

1) Prédiction en ligne : HyperSee®



Figure 36 : Logo, copie d'écran

C'est un logiciel également fourni et créé par BurgerMetrics. Hypersee® est un logiciel autonome pour l'analyse et la modélisation multivariée d'images hyperspectrales.

Il permet le développement de modèles de prévision robustes pour la classification des caractéristiques d'image ou la quantification de certains composants chimiques.

2) Prédiction image par image : UmBio Evince®



Figure 37 : Logo du logiciel, www.umbio.com

UmBio Evince est un logiciel qui a été spécialement conçu pour traiter des images hyperspectrales. De nombreux formats d'image sont utilisables. De plus, les images sont facilement importées et traitées par celui-ci. Beaucoup de visualisations différentes sont possibles de manière à créer par la suite des outils d'analyse. Evince® permet l'extraction de l'information désirée et l'exploration de l'image en combinant des interactions graphiques. Enfin, Evince® effectue un bon nombre de calculs tels des pourcentages, des moyennes, des dérivées, etc. Matlab® est aussi un outil de correction pour l'analyse d'images multivariées. (21) (22)

4.5 DÉVELOPPEMENT DE MODÈLES

✓ Objectif

L'objectif des modèles est de prédire les contaminants sur des images acquises avec la caméra hyperspectrale proche infra-rouge.

✓ Méthode

- 1) Chargement de l'image sélectionnée en fonction des contaminants à prédire. Dans le cas de ce modèle, il s'agit d'un morceau de plastique, de grains germés, de colza et de grains de blé.
- 2) Application des pré-traitements
 - SNV (Figure 14) ;
 - Dérivée (Figure 15).
- 3) Suppression des spectres correspondant au support de l'échantillon. Dans ce cas-ci, il s'agit du tapis roulant de la caméra appelé « background ». On les supprime en appliquant une PCA sur l'ensemble des spectres de l'image.
- 4) Sélection des bibliothèques spectrales grâce à la PCA appliquée sur l'ensemble des spectres restant de l'image.

- Observation des classes (4 dans ce cas-ci)

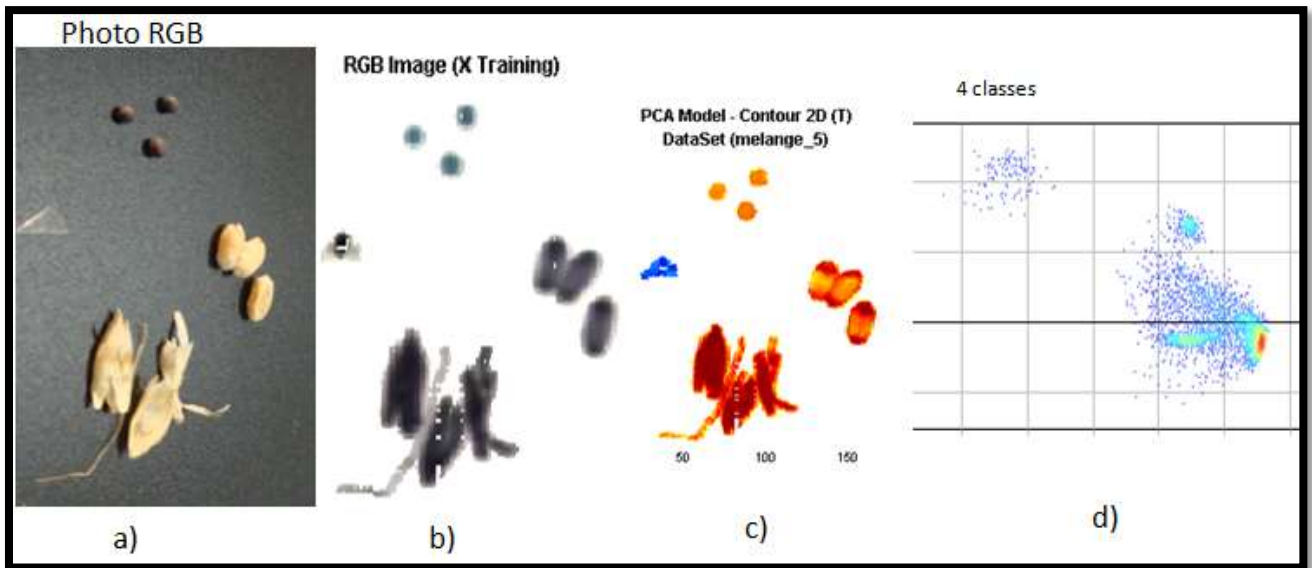


Figure 38: PCA des 4 contaminants.

La Figure 38 présente une PCA des 4 contaminants, on peut déjà observer qu'il y a 4 composantes. L'image a) présente une photo RGB de l'échantillon analysé. La b) présente une image hyperspectrale de l'échantillon après suppression du support. La c) montre l'application du modèle PCA sur l'image b. Et finalement un modèle PCA avec 2 composantes.

- Création de la première classe de mon modèle (dans ce cas-ci : plastique)

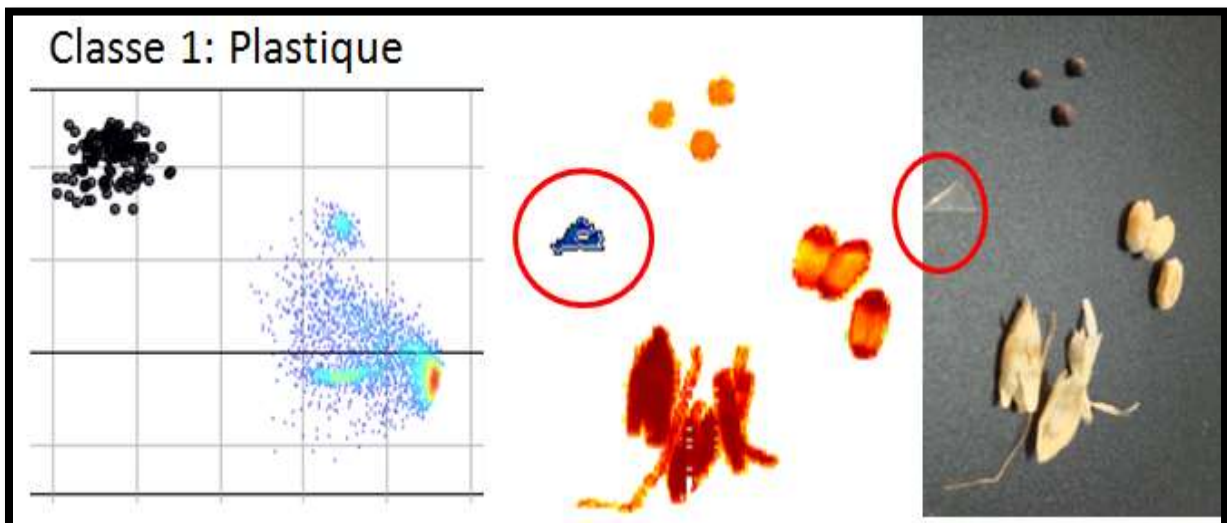


Figure 39: Sélection de la classe plastique.

Grâce à la PCA, la Figure 39 montre qu'il est facile de sélectionner et de créer directement la classe.

- Création de la deuxième classe de mon modèle (dans ce cas-ci : colza)

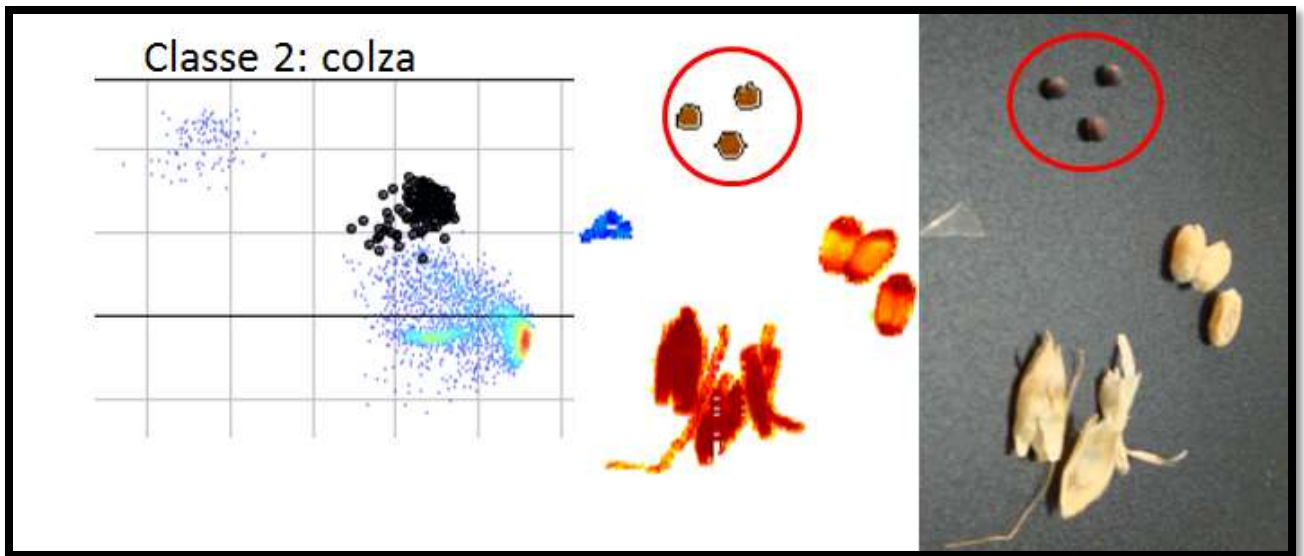


Figure 40: Sélection de la classe colza

La Figure 40 représente la création de la classe colza.

- Création de la troisième classe de mon modèle (dans ce cas-ci : grains de blé)

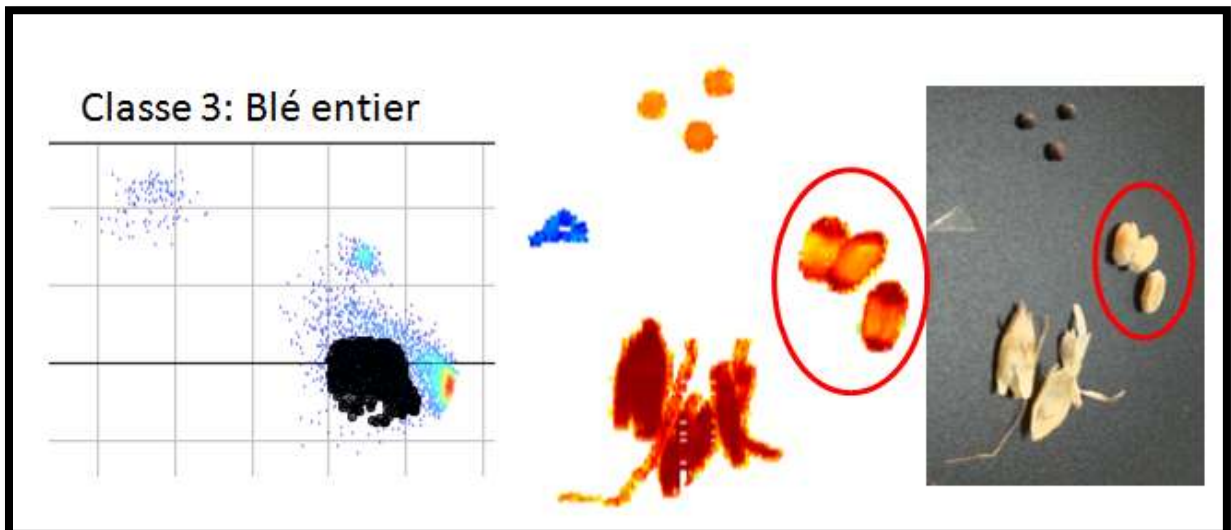


Figure 41: Sélection des grains de blé.

- Création de la quatrième classe de mon modèle (dans ce cas-ci : glume)

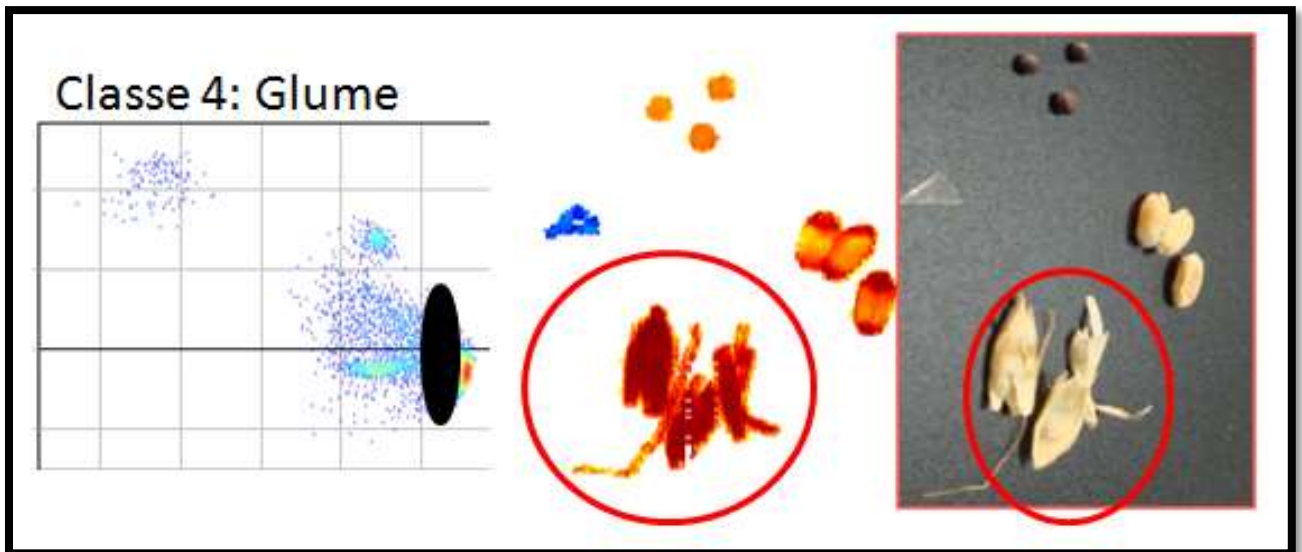


Figure 42: Sélection des glumes

- 5) Sauvegarde des différentes bibliothèques spectrales correspondant aux 4 classes et création d'un modèle SIMCA ou PLS-DA afin de discriminer les classes sélectionnées ;
- 6) Validation du modèle par application sur une autre image.



Figure 43: Validation et application du modèle

La Figure 43 montre à gauche l'image RGB et à droite l'image correspondante prédite grâce au modèle fait à partir des 4 classes. On peut observer quelques problèmes de prédiction. En effet, l'extrémité des grains étant plus cellulosique, on retrouve la « classe » glume au niveau des grains de blé. La classe du « plastique » est confondue : en effet, les pixels morts sont repris dans la classe du plastique. Les deux autres classes, c'est-à-dire, les graines sauvages et les glumes, ne portent pas à confusion.

5 EXPÉRIMENTATION

5.1 ETUDE DES CONTAMINANTS PURS

a) Objectifs

Cette première étude a pour but de comparer 2 systèmes d'analyse :

- La spectroscopie proche infrarouge ;
- L'imagerie hyperspectrale proche infrarouge.

De plus, cette première étude a permis de se former aux différents instruments, aux logiciels de traitement d'images ainsi qu'au travail de laboratoire.

b) Mode opératoire

Pour cette étude, nous possédons des échantillons fournis par l'usine BioWanze. Tout d'abord, nous procédons à un tri manuel sur un seul échantillon. L'échantillon retenu est le DQ 120058-13 car il contenait beaucoup d'impuretés représentatives des échantillons reçus par BioWanze. Cette première analyse a permis de distinguer les différentes sortes de contaminants. Ensuite, afin d'obtenir des bibliothèques de spectres représentatifs, il a fallu les passer à la caméra.



Figure 44 : Triage des contaminants, photo personnelle.

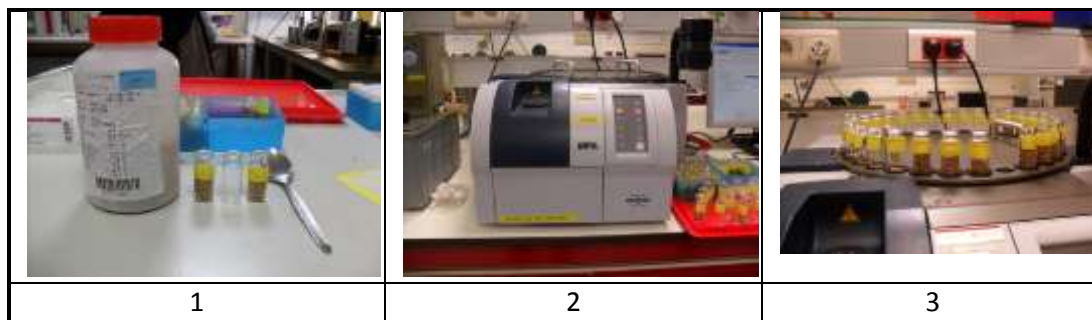
Les impuretés une fois repérées et triées, sont placées dans des fioles numérotées pour être ensuite analysées soit au spectromètre NIR ou par imagerie hyperspectrale NIR.

c) Protocole d'analyse

➤ Bruker MPA

- Prendre une partie de chaque contaminant pur (00C à 18C) et de chaque échantillon (01M à 35M) (image 1) ;
- Les mettre dans une fiole adaptée pour le Bruker (image 2) et les placer dans le carrousel (image 3).

Tableau 4 : Bruker, photo personnelle



- Lorsque les échantillons sont placés dans le carrousel, il faut ouvrir le logiciel Opus® afin de numériser les résultats de la moyenne des spectres pris pour chaque fiole ;
- De plus, on peut voir l'avancement du carrousel sur l'écran. En annexe, 9.2 on trouve les plans des deux carrousels qui ont été effectués pour l'analyse au Bruker.



Figure 45 : Etat d'avancement, photo personnelle

- En parallèle, il est recommandé de scanner le fond des fioles de manière à avoir une image numérisée RGB de ce qui a été pris avec le spectromètre Bruker. Cette étape est nécessaire car le spectre fourni est pris sur le centre de la fiole étant donné que la configuration était en « Petit spot ».
- Pour s'assurer d'avoir un bon résultat, nous avons effectué 2 carrousels avec, chaque fois 3 randomisations, de manière à obtenir 3 mesures pour chaque fiole.

➤ Linescan

- Allumer la caméra et attendre 45 minutes ;
- Ensuite, ouvrir le logiciel d'acquisition d'image : HyperPro® ;
- Une mise au point de l'image est nécessaire en passant une latte de manière à ce que les chiffres soient bien visibles (cette opération est à réaliser à chaque ouverture du logiciel d'acquisition d'image);

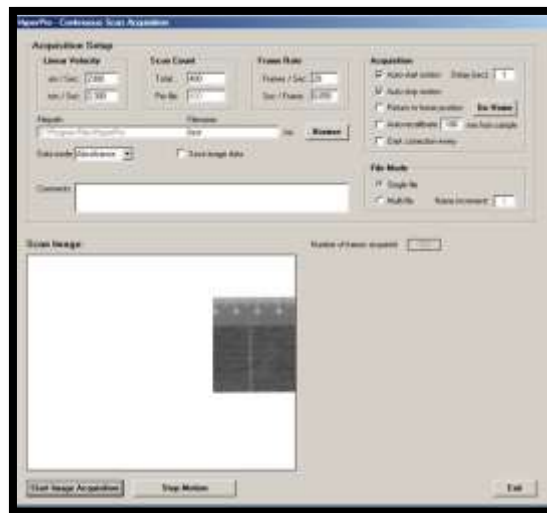


Figure 46 : Mise au point, copie d'écran

- Ensuite, il faut calibrer l'image entre chaque nouvelle image ou série d'images. A cette fin, un carrelage blanc en céramique est mis à disposition.



Figure 47 : Calibration, photo personnelle

- Chaque contaminant est ensuite passé à la caméra de manière à avoir des images hyperspectrales. Il est également recommandé de faire des photos RGB pour comparer les images obtenues avec la caméra.

5.2 ETUDE SUR LES GRAINS CASSÉS

a) Objectifs

Cette étude a pour objectif d'évaluer la proportion des faces brisées par rapport aux faces non brisées dans un lot de grains brisés

b) Mode opératoire

- Prendre une certaine quantité de grains cassés que l'on passe dix fois à la caméra sans modifier le positionnement de manière à observer la reproductibilité du modèle.
- Reprendre ce même échantillon et le passer également 10 fois en modifiant le positionnement.

c) Protocole d'analyse

- Après avoir passé les contaminants (étude 1), utiliser la fiole contenant les grains cassés afin de réaliser cette étude ;
- Disposer la partie de l'échantillon de grains cassés sur le tapis et faire 20 images (10 différentes et 10 identiques)
- Calibrer entre chaque image
- Appliquer le modèle sur les 20 images.

5.3 ETUDE DES ÉCHANTILLONS COMPLETS

a) Objectifs

Le but de cette analyse est de pouvoir détecter et quantifier par imagerie hyperspectrale proche infrarouge les impuretés de façon à comparer les valeurs prédites aux valeurs de référence fournies par BioWanze. En parallèle, deux échantillons ont été préparés : un standard (figure 26) et une sélection sur chaque échantillon. Le standard permet de contrôler la stabilité de la caméra et la sélection me permet de valider le modèle. Ces deux échantillons ont donc été passés à la caméra. En complémentarité à cette étude, une autre analyse sera faite de manière à évaluer la quantité d'image à traiter pour un échantillon donné.

b) Mode opératoire

- Il faut préparer un échantillon que l'on nomme standard (figure 26), qui contiendra les contaminants les plus fréquents, c'est-à-dire : les grains germés, les grains cassés, la paille, la poussière, les graines sauvages sur base desquels le modèle de prédiction va être réalisé.
- Il faut ensuite passer le standard et la sélection de l'échantillon à la caméra en prenant une photo RGB de façon à comparer l'image prédite par le modèle.
- En sachant que l'analyse des échantillons complets s'est étalée sur plusieurs jours, une grille de référence est passée quotidiennement afin de mesurer la stabilité de la caméra.

c) Protocole d'analyse

- Allumer la caméra et attendre 45 minutes ;
- Ensuite, ouvrir le logiciel d'acquisition d'image : HyperPro® ;
- Mettre au point l'image en passant une latte de manière à ce que les chiffres soient bien visibles ;
- Ensuite, il faut calibrer l'image entre chaque nouvelle image ou série d'images à l'aide du carrelage ;
- Entre chaque échantillon, il faut préparer le standard et la sélection de l'échantillon sur le tapis afin de les passer à la caméra.
- Ensuite, passer dans son entièreté l'échantillon à la caméra en utilisant un entonnoir de manière à ce que les graines descendent d'elles mêmes sur le tapis. Un échantillon pèse environ 400 grammes et compte environ 70 images. Chaque image contient environ 150 grains pour un poids de 6 grammes par image.



Figure 48: Système d'alimentation pour la caméra.

- Une fois par jour on passe également la grille de façon à vérifier la stabilité de la caméra. Cette grille possède 8 éléments différents :
- Le modèle de classification crée à partir d'un échantillon standard est appliqué sur chaque image (standard, échantillon sélectionné, échantillon complet) afin d'obtenir le nombre de pixels identifiés dans chaque classe de contaminant.
- Ensuite, pour obtenir une prédiction on comptabilise les pixels de chaque contaminant de toutes les images d'un même échantillon. La valeur prédite sera exprimée en pourcentage comme le rapport entre le nombre de pixels identifiés pour un contaminant et le nombre de pixels identifiés pour l'ensemble des classes (blé plus tous les contaminants). Cette valeur prédite (par rapport à la surface) sera comparée à la valeur de référence (par rapport au poids) fournie par BioWanze.

6 RÉSULTATS ET DISCUSSION

6.1 ÉTUDE DES CONTAMINANTS PURS

Après tri des impuretés à l'œil nu, on a pu identifier une série de contaminants décrits dans le Tableau 5.

Tableau 5: Liste des principaux contaminants retrouvés dans l'échantillon DQ120058- 13

	Observations	Classe selon norme UE n°742/2010
1	Grain de blé cassé	Grains brisés
2	Grain de blé germé	Grains germés
3	Grain de seigle	Graines étrangères
4	Poussière	Impuretés proprement dites
5	Grain d'orge	Graines étrangères
6	Graines sauvages	Graines étrangères
7	Terre	Impuretés proprement dites
8	Cellulose (glume, paille)	Impuretés diverses
9	Grain de blé noirci	Grains avariés
10	Morceau de plastique	Impuretés proprement dites

Lors de l'analyse des impuretés, BioWanze retient 4 classes plus spécifiques :

- Les impuretés (autres graines principalement) qui reprennent les impuretés 3, 5, 6, 9 et 10 ;
- Les pailles et poussières qui reprennent les impuretés 4, 7,8 ;
- Les grains cassés ;
- Les grains germés.

6.1.1 RÉSULTATS DU BRUKER MPA

✓ Caractéristiques spectrales des contaminants

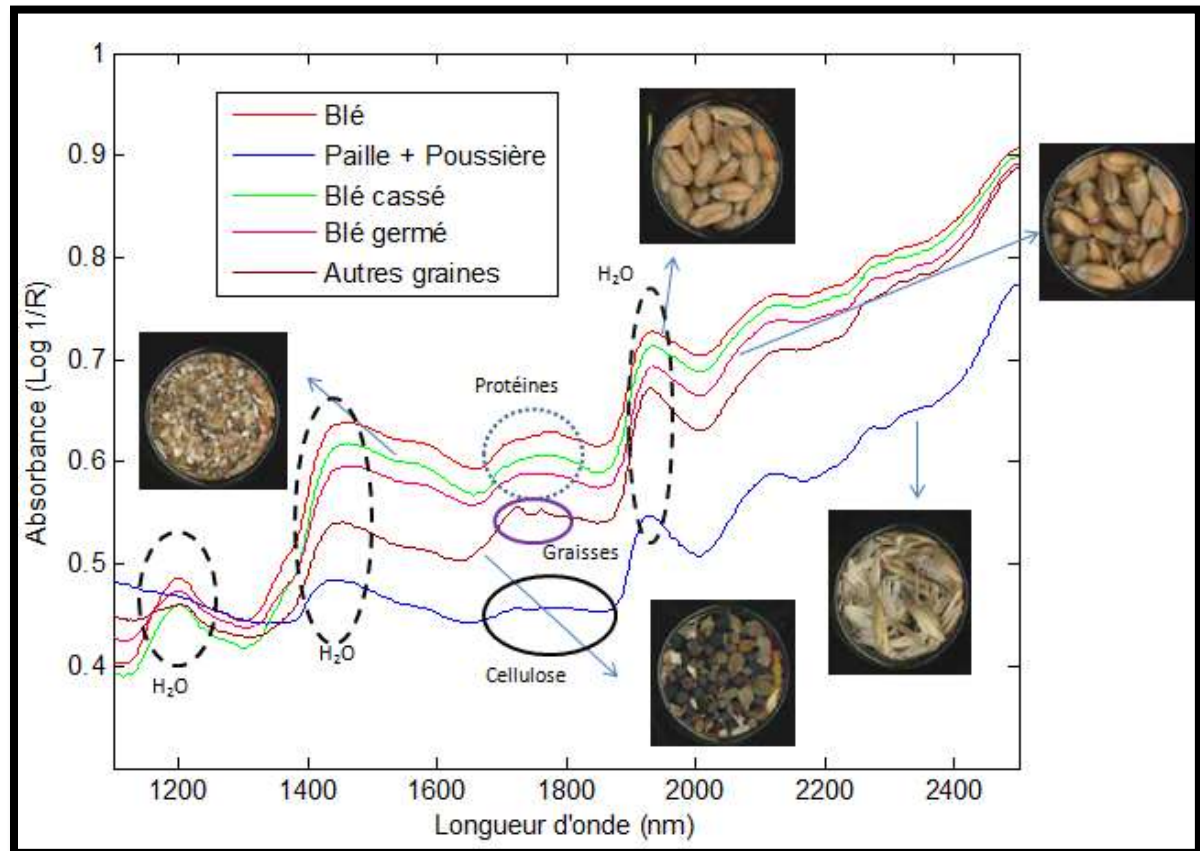


Figure 49: Graphique représentant les spectres

La Figure 49 nous montre cinq spectres acquis avec le Bruker MPA correspondant à l'analyse de 5 échantillons purs : le blé et 4 contaminants purs (pailles et poussières, grains cassés, grains germés, et autres graines). Le Bruker calcule une moyenne de 64 scans sur le centre du fond de la fiole. Les éléments qui se trouvent sur les bords ne sont donc pas pris en compte pour la réalisation du spectre moyen. On observe des caractéristiques bien spécifiques à chaque spectre. Par exemple, le pic de l'eau se retrouve 3 fois à différentes longueurs d'ondes. Le spectre de la paille, dans la zone de 1700 nm est plat. Ceci s'explique par le fait qu'il n'y ait pas de protéines, ni de graisses. Par contre, si on observe d'autres spectres, celui des graines de colza par exemple, la présence de graisses influence le spectre. Cette influence est montrée par les doubles pics visibles vers 1700 nm. Pour le blé, cette zone spectrale présente une courbure typique des protéines.

✓ Discrimination des contaminants par analyse en composantes principales (PCA)

1) PCA sur les contaminants purs

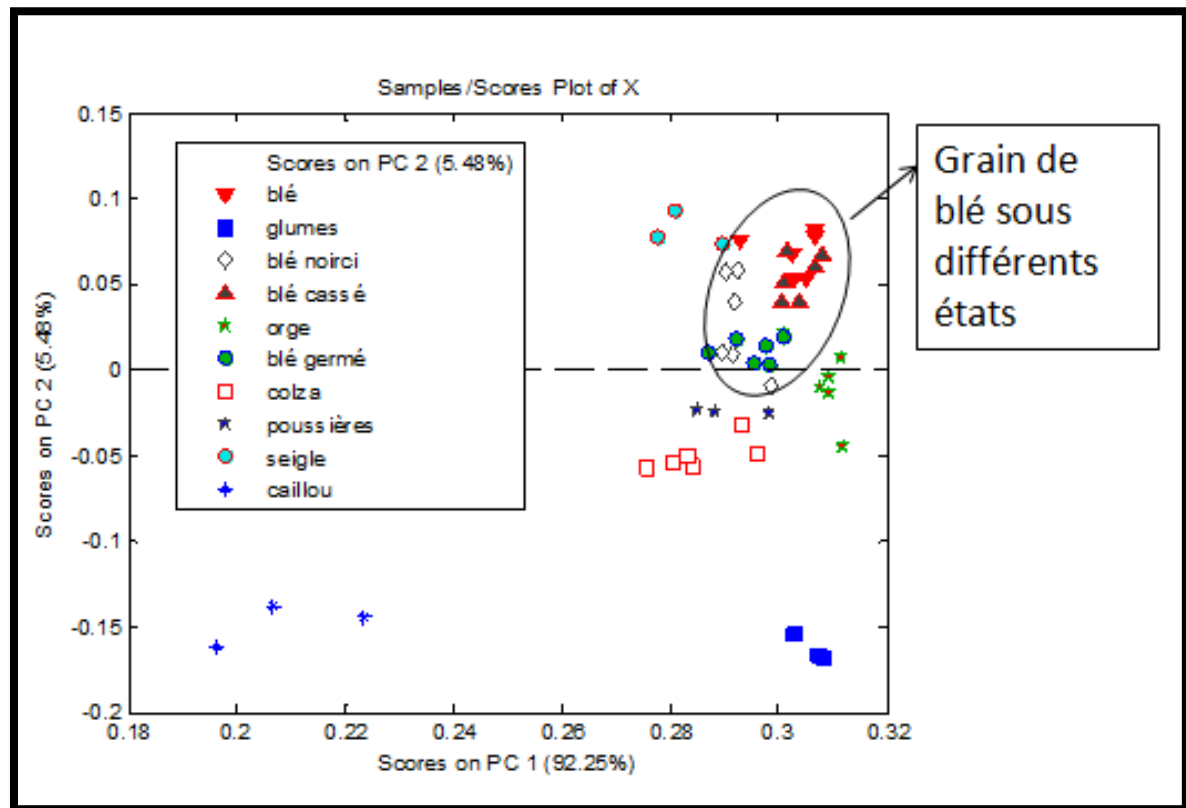


Figure 50: PCA sur contaminants purs

Chaque contaminant pur a été analysé en 3 répétitions dans 1 ou 2 carrousels (annexe 9.2). Pour le blé, le colza, le blé germé, le blé noirci, l'orge et le blé cassé, 6 spectres ont été utilisés. Pour les poussières, les cailloux ainsi que les glumes, 3 spectres ont été utilisés. La

Figure 50 représente une PCA réalisée sur les spectres purs des différentes impuretés. On peut constater que les éléments de composition chimique semblable sont regroupés ensemble. Les grains de blés, quels que soient leurs états (brisés, germés, noircis) sont groupés. Les classes des glumes et des cailloux sont bien isolées en raison de leur composition bien spécifique. La PCA montre aussi la bonne répétabilité des mesures au sein d'une classe. Les 3 ou 6 points de mesures sont bien regroupés.

2) PCA sur les contaminants en mélange

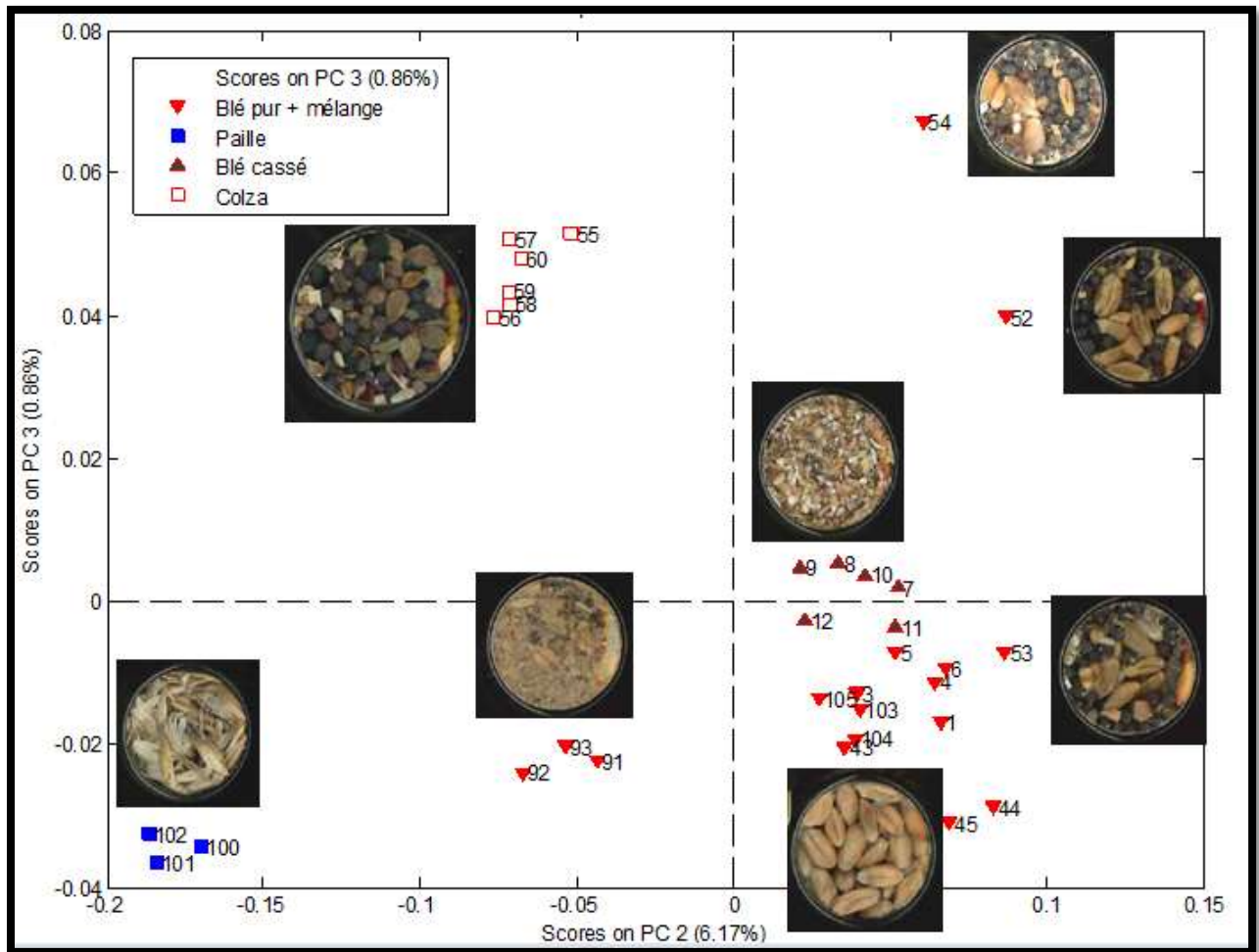


Figure 51: PCA sur contaminants purs et mélanges blé et contaminants

La Figure 51 représente une PCA réalisée sur des spectres moyens de contaminants purs et de mélanges. Pour la lisibilité du graphique, seuls les spectres des 3 contaminants et du blé pur ont été retenus ainsi que certains mélanges « blé avec contaminant » significativement différents du blé pur. Cette figure est intéressante car en fonction de la composition du fond de la fiole, les groupements sont spécifiques. Les points 100 à 102 représentent la paille pure. Les points 55 à 60 représentent les autres graines principalement le colza. Les points 7 à 12 montrent les grains cassés. Les points 52 à 54 montrent que le fond de la fiole contenait du blé et du colza. La PCA nous montre bien que les points 52 et 54 sont en position intermédiaire entre le colza et les grains de blé car le fond de fiole est composé de plus de graines de colza. Il en est de même pour les points 91, 92, 93 qui sont intermédiaires entre le blé et la paille. La fiole correspondant à ces points contient des poussières mélangées à des grains de blé. Les autres points, c'est-à-dire, les points de 1 à 6 ainsi que les points 43 à 45 et 103 à 105, représentent le blé pur.

6.1.2 RÉSULTATS DE LA CAMÉRA LINESCAN

✓ Caractéristiques spectrales

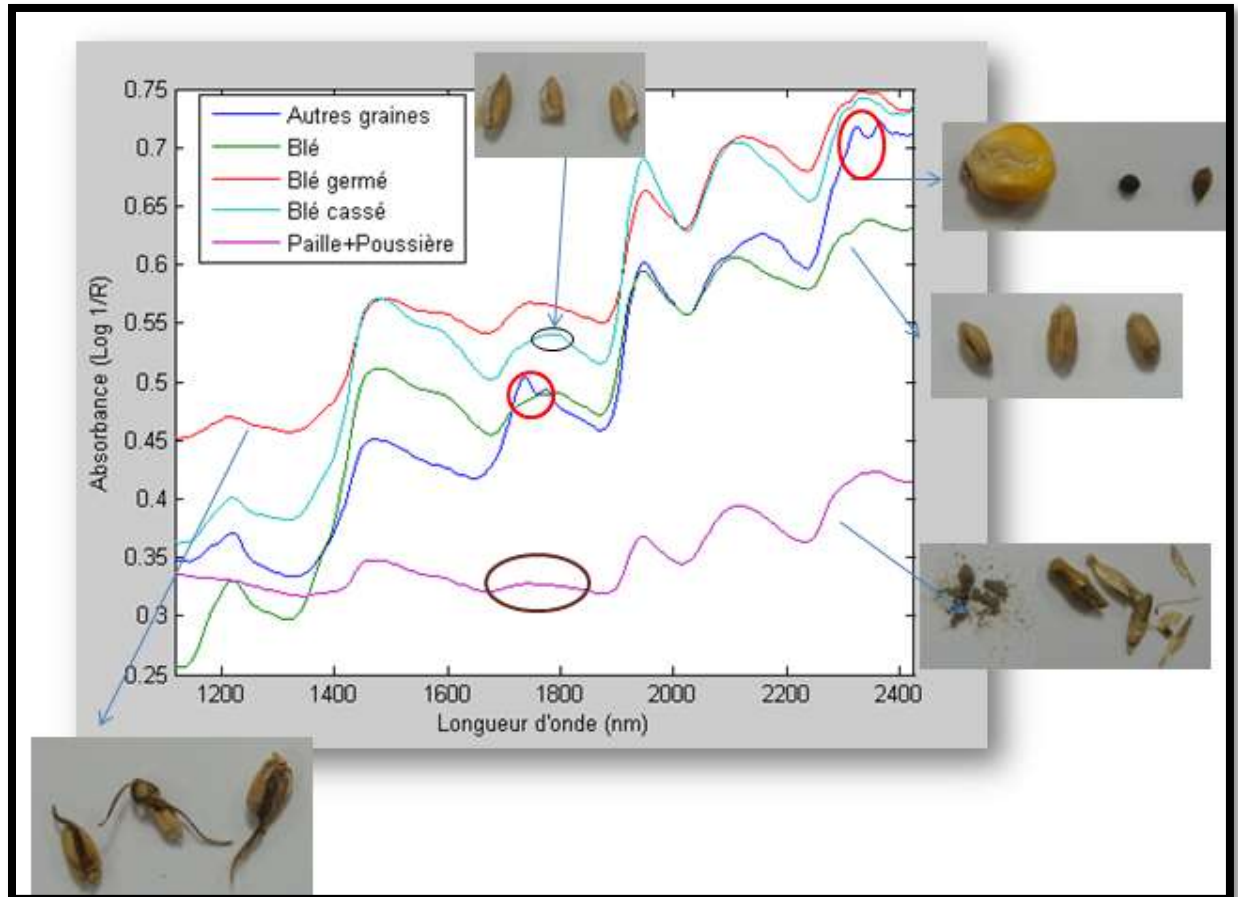


Figure 52 : Représentation de spectres, graphique Matlab.

La Figure 52 montre les spectres moyens des 5 bibliothèques créées pour développer le modèle. Chaque classe correspond à une bibliothèque de spectres. Chaque bibliothèque, c'est-à-dire chaque contaminant, possède un spectre qui présente un niveau d'absorbance spécifique avec quelques pics caractéristiques.

- Le spectre des « autres graines » est très caractéristique. En effet la présence d'un double pic d'absorbance à deux niveaux de longueurs d'ondes 1700 et 2300 nm est typique de la matière grasse;
- Le spectre des pailles et poussière par contre est plus plat aux alentours des 1800 nm ;
- Le spectre du blé et du blé cassé montre une courbure autour de 1700 nm, caractéristique de la protéine

✓ Discrimination des contaminants par application d'un modèle SIMCA

Afin de m'exercer avant de créer le modèle final multicontaminants, j'ai effectué des modèles spécifiques pour chaque classe de contaminants.

• Grains de blé germés avec un modèle SIMCA

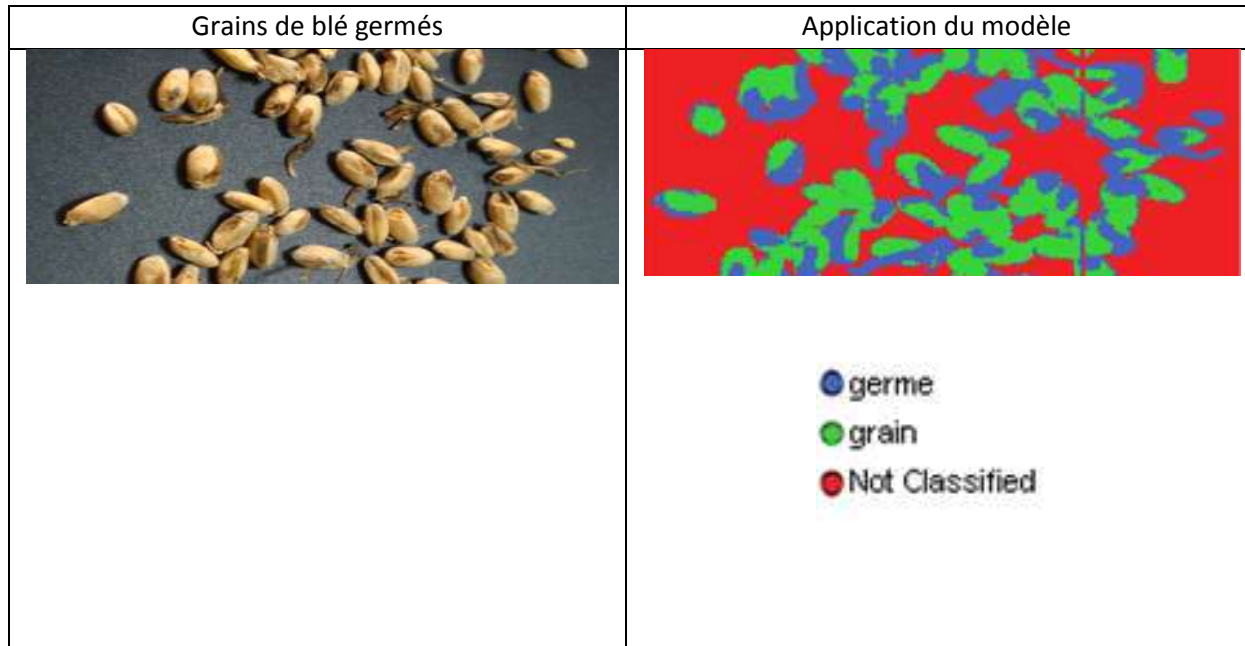


Figure 53: Modèle de grains germés

La Figure 53 présente un modèle SIMCA qui prédit les parties germées des grains de blés. Le germe est bien discriminé ainsi que l'extrémité du grain où la germination débute progressivement. Le modèle comporte seulement deux classes, de ce fait, la prédiction est plus aisée car le germe et le grain sont deux matières différentes. Le germe est plus cellulosique et lipidique tandis que le grain est composé d'amidon. Le spectre de ces deux constituants est différent et le risque de confusion est donc réduit.

- Grains de blé cassés avec un modèle SIMCA

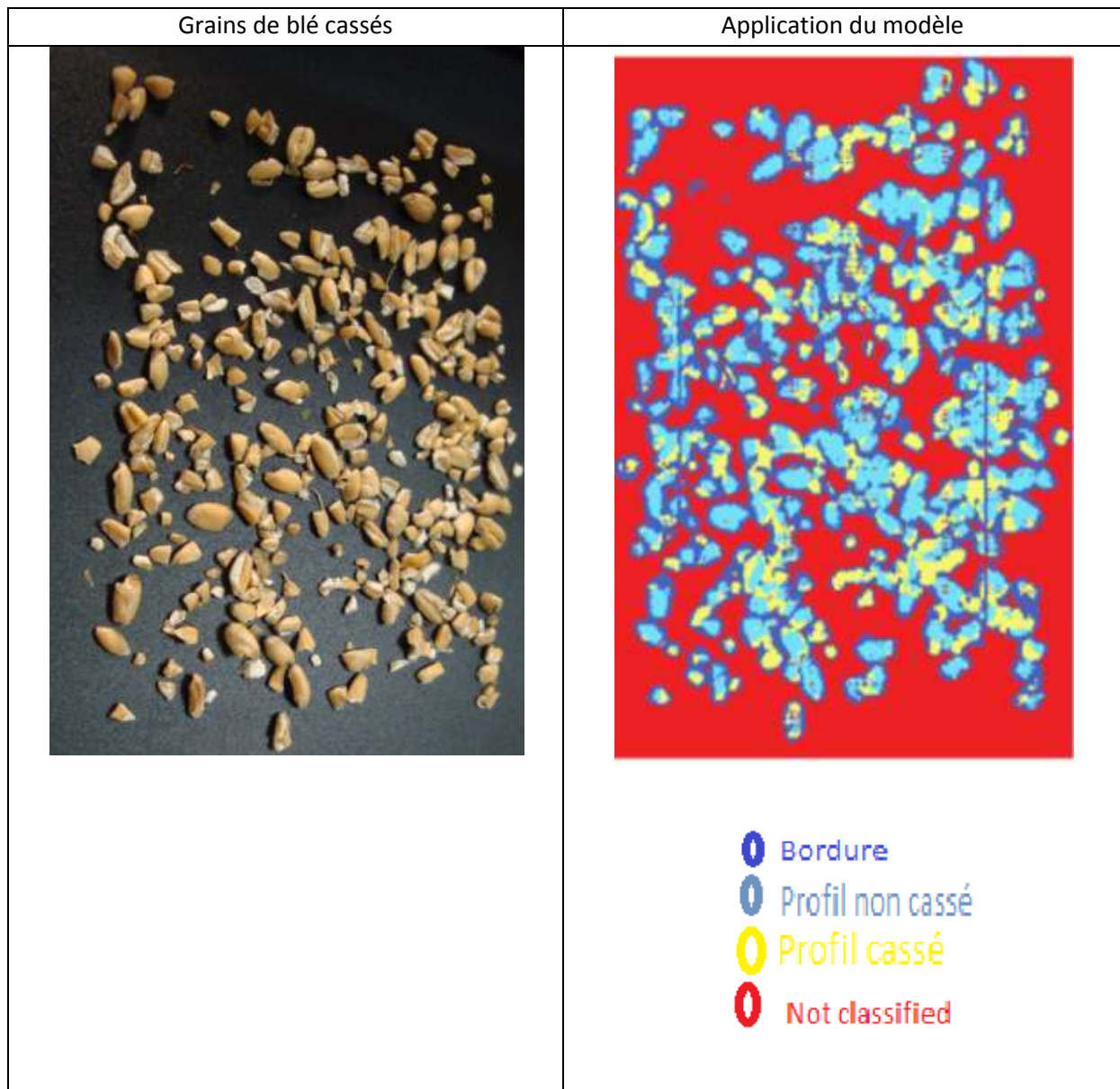


Figure 54:Modèle de grains cassés

La Figure 54 présente un modèle SIMCA qui prédit les faces cassées des grains de blé. Deux situations sont possibles : la face cassée est soit visible, soit positionnée sur le tapis. Le modèle doit donc discriminer deux choses différentes sur un même grain. La face cassée du grain est représentée par une couleur blanche qui représente l'amidon du grain. La partie non cassée, c'est-à-dire de couleur brune, représente l'enveloppe du grain. Il faut donc un modèle qui prédit les deux constituants du grain sans les confondre. Pour la réalisation de modèle, une classe supplémentaire a été identifiée, il s'agit de la classe « bordure ». Elle correspond aux contours des grains où le profil spectral est « pollué » par le profil spectral du support.

- Graines sauvages, grain de maïs, paille et grain de blé entier avec un modèle SIMCA

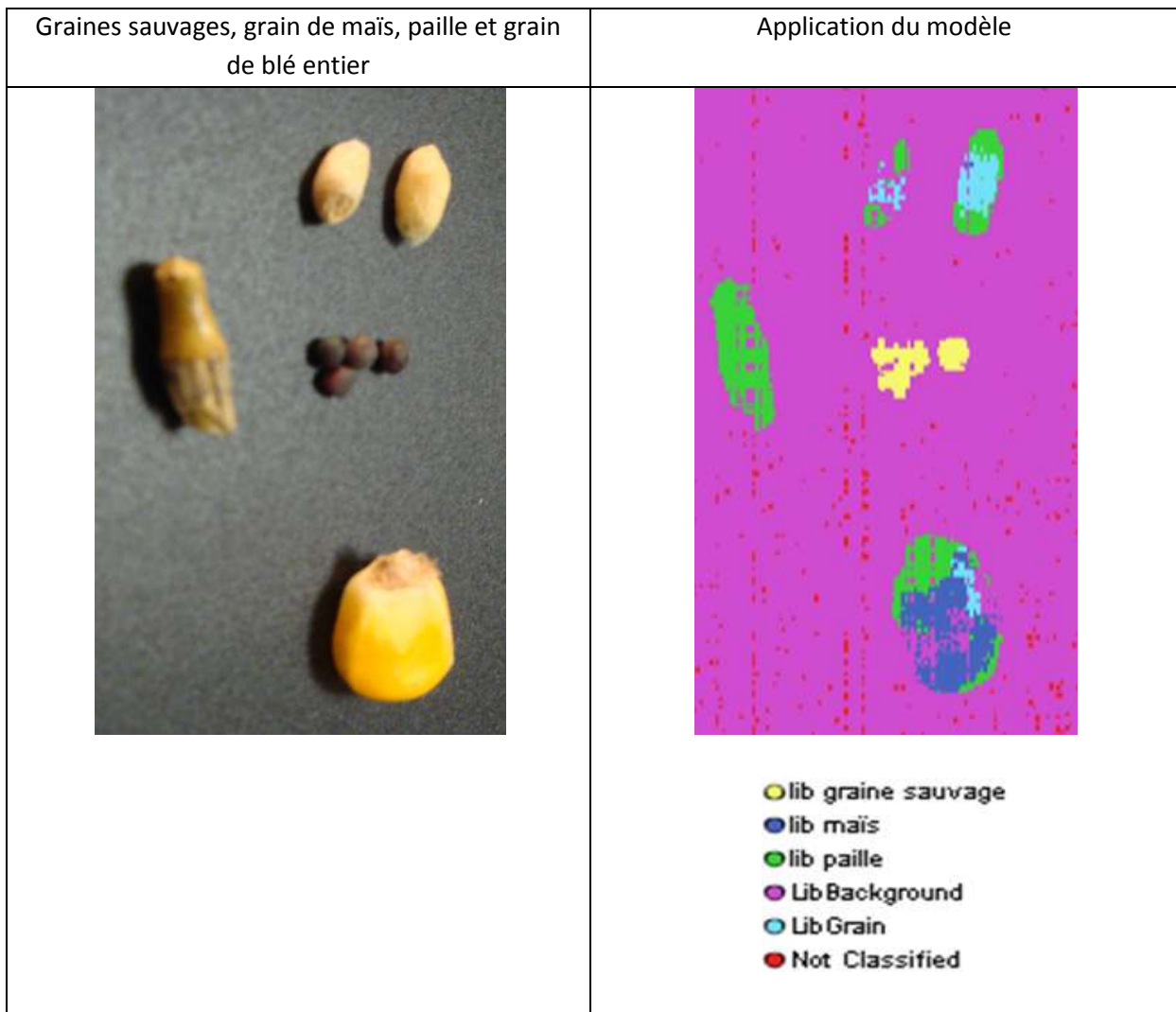


Figure 55: Modèles de plusieurs contaminants.

La Figure 55 présente un modèle SIMCA avec 4 éléments différents. Les graines sauvages, c'est-à-dire les graines de colza, sont très bien représentées. En effet, il n'y a aucune confusion avec les autres éléments car la composition est plus lipidique. Au niveau des grains (maïs et blé), on remarque une petite confusion du modèle au niveau de la prédiction car les deux types de grains contiennent de l'amidon. Quant à la prédiction de la paille, on en retrouve aux extrémités des grains car celles-ci sont généralement plus poilues.

6.1.3 CONCLUSION

Tableau 6: Comparaison du Bruker avec la caméra.

	Bruker(petit spot)	Linescan(image)
Surface analysée	1 cm ²	48cm ²
Nombre de graines	5 grains	150 grains
Nombre de spectres	1 spectre	64 000 spectres
Spectre/cm ²	1 spectre/cm ²	1300 spectres/cm ² 250 spectres/grain
Temps d'analyse	10 sec	10 sec

Le Tableau 6 présente une comparaison des 2 appareils. En effet, cette étude nous a permis de mettre en évidence les caractéristiques de 2 systèmes d'analyse : la spectroscopie proche infrarouge et l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge.

En comparant les figures 49 et 52, on retrouve les mêmes profils spectraux pour chaque classe de contaminants qu'un seul spectre obtenu sur la même surface

Les résultats d'analyse par Bruker ont montré qu'en réduisant la surface à analyser (1 cm²), il est possible de voir l'impact d'un contaminant présent dans du blé sur le spectre mesuré. Il faut toutefois veiller, lors du remplissage des fioles, à ce que les petites particules (grains cassés, colza) ne se positionnent pas dans le fond de la fiole ou que des pailles ne restent pas au dessus de l'échantillon. Avec un carrousel de 30 fioles, on peut envisager pouvoir analyser 30 cm² d'un même échantillon et obtenir 30 spectres. Ces 30 spectres donnent une information plus précise sur la présence éventuelle de contaminants qu'un seul spectre obtenu sur la même surface.

Ensuite, les résultats d'analyse par imagerie hyperspectrale ont montré que 250 spectres par grain sont obtenus et permettent d'identifier différentes parties du grain (l'enveloppe qui est cellulosique, l'amande qui contient l'amidon et le germe qui, lui, est plus lipidique) ou de détecter des contaminants (autres graines, pailles).

L'avantage d'un tel système est de pouvoir analyser une grande quantité d'échantillon en monocouche en un temps très court, permettant dès lors d'analyser un échantillon plus représentatif.

Toutefois certains contaminants sont difficiles à identifier et quantifier. Les grains cassés présentent une face brisée et une face non brisée. Les grains germés présentent une partie lipidique et une partie cellulosique. Ainsi, les grains de blé et de maïs présentent tous les deux une partie de réserve (amidon) et un germe +/- identifiables suivant leur stade de maturité ou leur position sur le support d'analyse. Etant donné qu'une face de l'échantillon est analysée, certaines impuretés risquent de ne pas être détectées.

6.2 ETUDE DES GRAINS CASSÉS

6.2.1 ANALYSE RÉPÉTÉE DU MÊME ÉCHANTILLON SANS REPOSITIONNEMENT SUR LE TAPIS

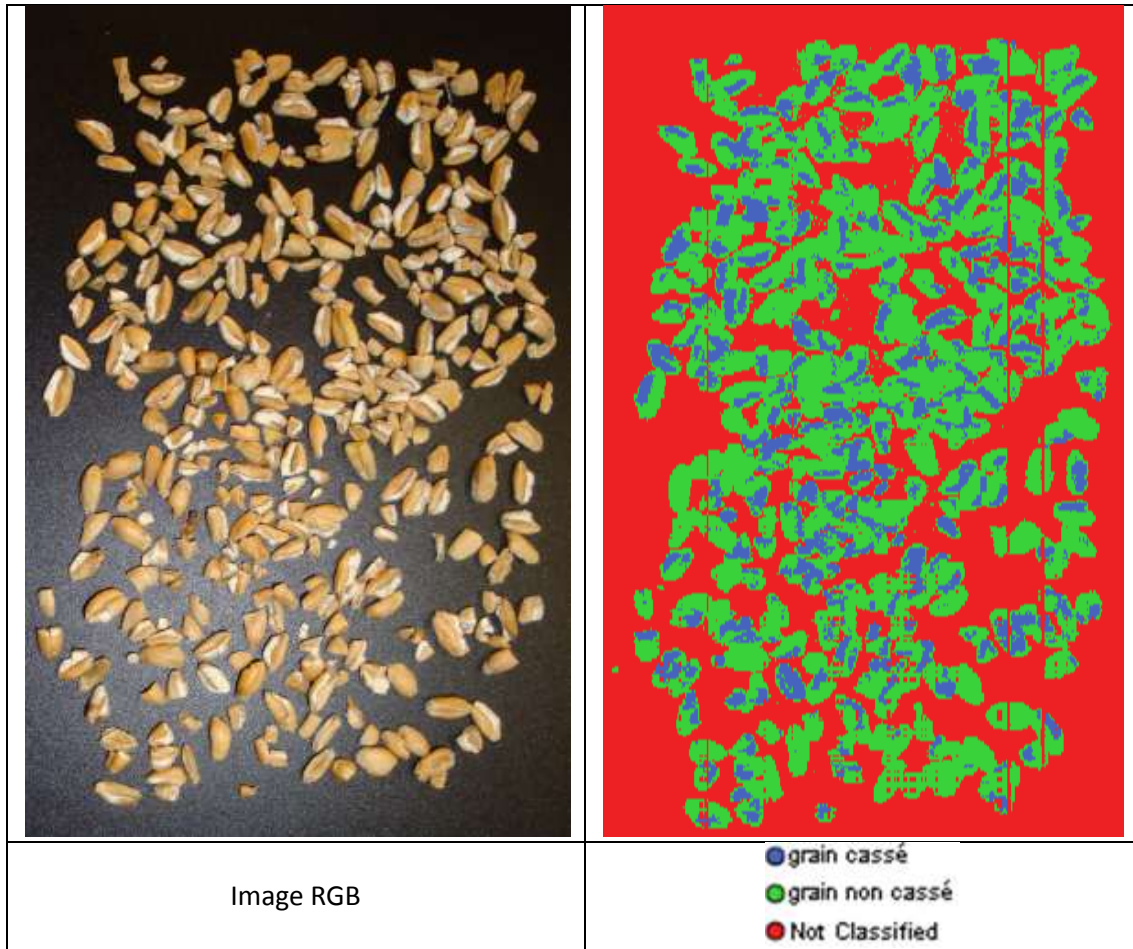


Figure 56: Application du modèle grain cassé

La Figure 56 présente l'image qui a été prise 10 fois identiquement. On repère bien en bleu le profil cassé des grains.

Tableau 7: Résultats de l'analyse de l'image identique

Images identiques	Pixels	Pixels	Objets	Pourcentage pixels faces cassées
	Faces non cassées	Faces cassées	Grains cassés > 5 pixels	%
1	36451	11728	280	24,3
2	36370	12320	282	25,3
3	38073	12178	295	24,2
4	36591	11779	273	24,3
5	36389	11590	277	24,1
6	36570	11887	277	24,5
7	37961	12306	281	24,4
8	37612	11223	283	22,9
9	37516	11149	280	22,9
10	36277	12033	275	24,9
Moyenne	36981	11819	280,3	24,2
Ecart- Type		412		0,7

Le Tableau 7 présente l'image identique qui a été passée 10 fois à la caméra. On observe que la caméra et le modèle sont très stables. En effet, les résultats sont très similaires. On obtient une moyenne de 24,2% de faces cassées. Cet échantillon présente 100 % de grains cassés. Cela veut dire qu'il faut corréliser les valeurs obtenues avec un facteur de correction pour tenir compte de toutes les faces. Ce facteur est de 4 (100/24,2).

6.2.2 ANALYSE RÉPÉTÉE DU MÊME ÉCHANTILLON AVEC LE REPOSITIONNEMENT SUR LE TAPIS

- 1)



- 2)

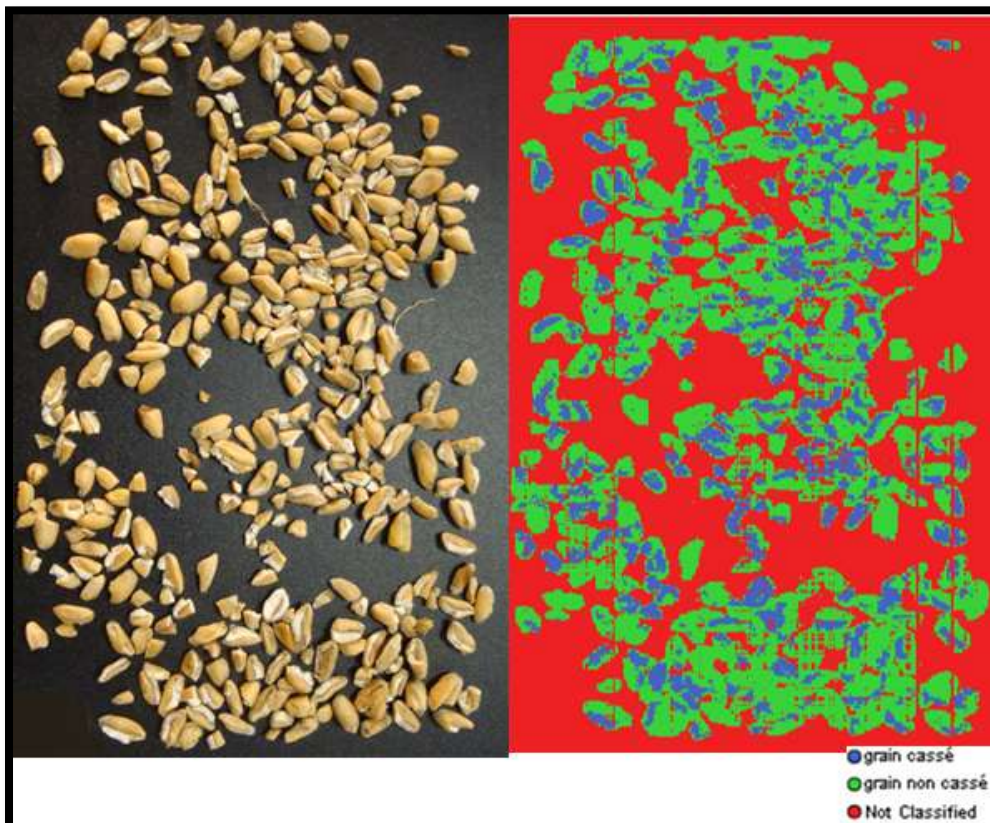


Tableau 8: Résultats de l'analyse des images différentes.

Images mélangées	Pixels	Pixels		Pourcentage pixels faces cassées
	Faces non cassées	Faces cassées	Grains cassés > 5 pixels	%
1	36724	12113	279	24,8
2	36227	12525	261	25,6
3	35399	11098	264	23,8
4	34876	13468	260	27,8
5	34438	12508	252	26,6
6	34840	12606	259	26,5
7	35181	12373	249	26,0
8	35235	11129	244	24
9	35099	11786	225	25,1
10	35424	12102	258	25,4
Moyenne	35344,3	12170,8	255,1	25,6
Ecart-Type		710,6		1,2

Le Tableau 8 présente les résultats de l'analyse des images différentes. Pour cette manipulation, l'échantillon reste le même mais positionné différemment. On remarque que le pourcentage reste identique à la première analyse (Tableau 7). Le facteur de correction est toujours 4.

6.2.3 CONCLUSIONS

L'étude des grains cassés a montré que sur un lot de grains cassés, seulement 25 % de la surface peut être identifiée comme face cassée. Dès lors, un facteur multiplicatif de 4 doit être appliqué au pourcentage de pixels détectés comme face cassée pour obtenir le pourcentage réel de grains cassés. Dans notre cas, un facteur correctif lié à la surface de détection a été appliqué.

6.3 ECHANTILLONS

6.3.1 VÉRIFICATION DE LA STABILITÉ DE LA CAMÉRA

- ✓ PCA faite sur la grille

L'objectif est de comparer les spectres moyens obtenus sur 8 matériaux de référence. Les bibliothèques sont créées en sélectionnant une ligne centrale de chaque matériel (320 pixels) et le spectre moyen est ensuite calculé. La Figure 57 représente la PCA réalisée sur les spectres moyens de 8 matériaux de référence.

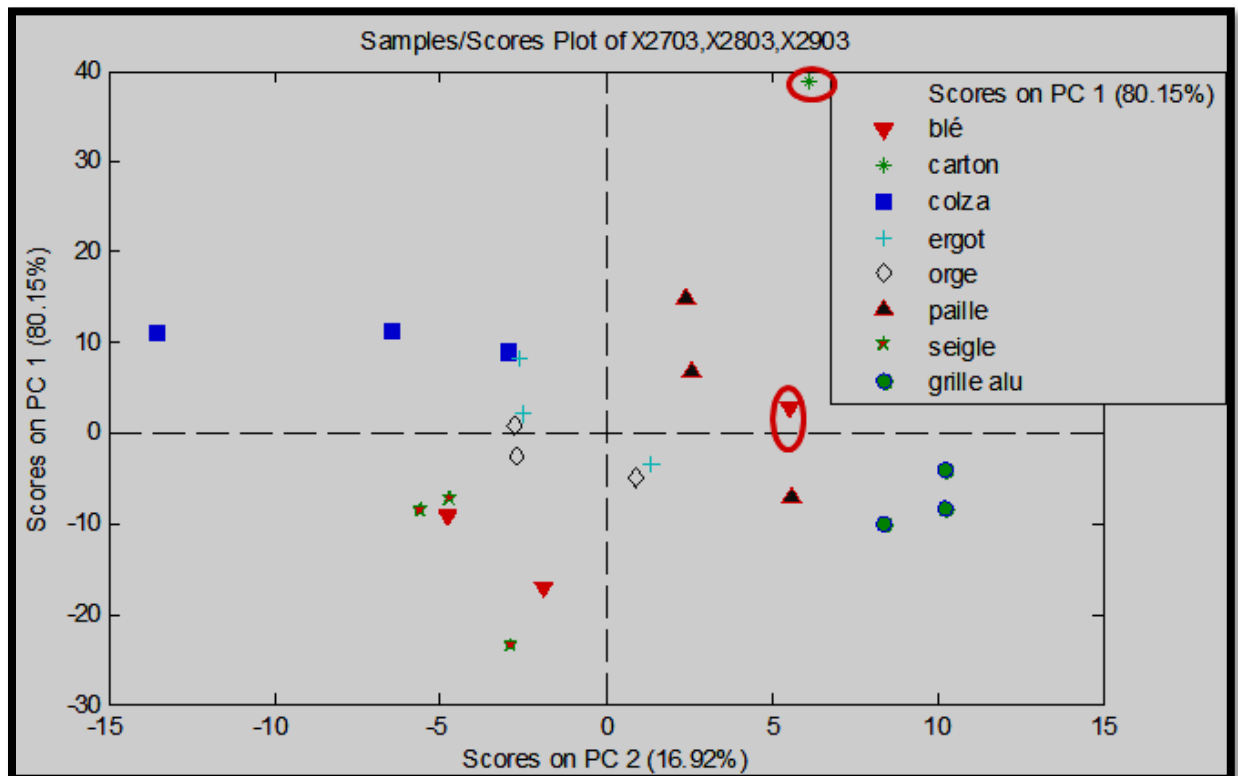


Figure 57: PCA de la grille sur 8 matériaux de référence

Le but de cette PCA est de voir si la caméra est stable dans le temps. On observe cette stabilité grâce à une grille témoin (Figure 25 page 33). Pour observer les résultats, on fait une PCA des constituants de la grille analysée sur plusieurs jours. Différentes classes, huit plus exactement, sont représentées sur la PCA. Pour nous prouver que la caméra est stable, il faut que chaque constituant soit regroupé à un même endroit sur le graphique. Sur cette PCA on observe deux anomalies :

Le blé n'est pas regroupé entièrement. L'analyse des grilles a été réalisée sur plusieurs jours vu qu'elle portait sur 35 échantillons. L'analyse des spectres (Figure 58) montre donc un spectre qui retombe.

Le spectre rouge présente un profil en cloche qui prouve que la caméra n'était pas tout à fait stable.

Le groupement reprenant la classe du carton n'est reprise qu'une seule fois car une seule image a été retenue pour faire la PCA car la grille a été coupée.

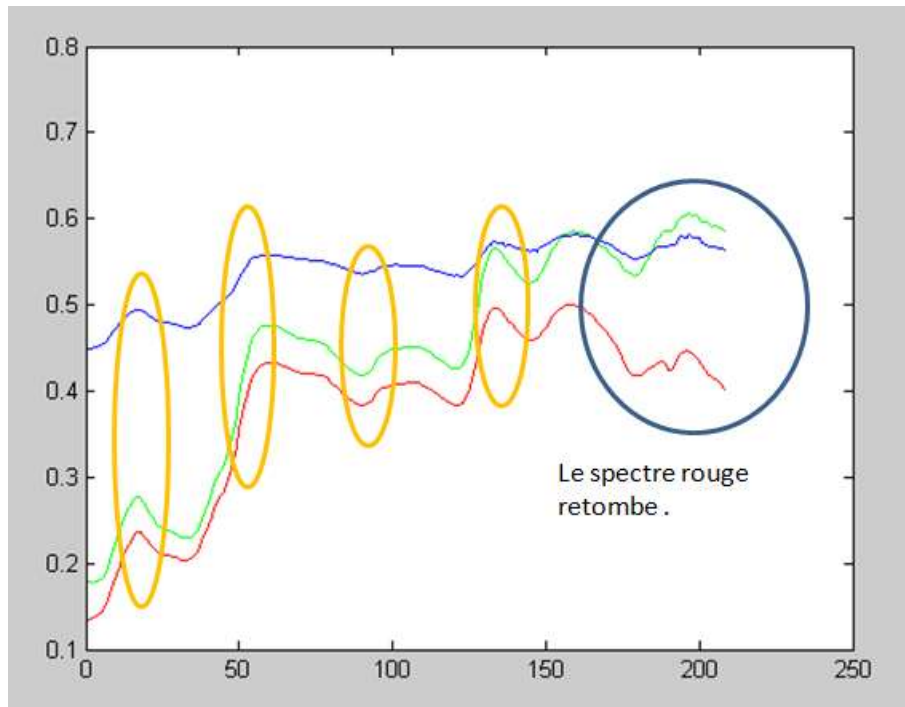


Figure 58: Analyse des spectres

6.3.2 CRÉATION DU MODÈLE

Pour analyser les échantillons complets, un modèle PLS-DA multi contaminants a été développé à partir d'un échantillon standard incluant les 4 classes de contaminants (Figure 26). Ce modèle a été développé suivant la méthode décrite dans la section 4.5.

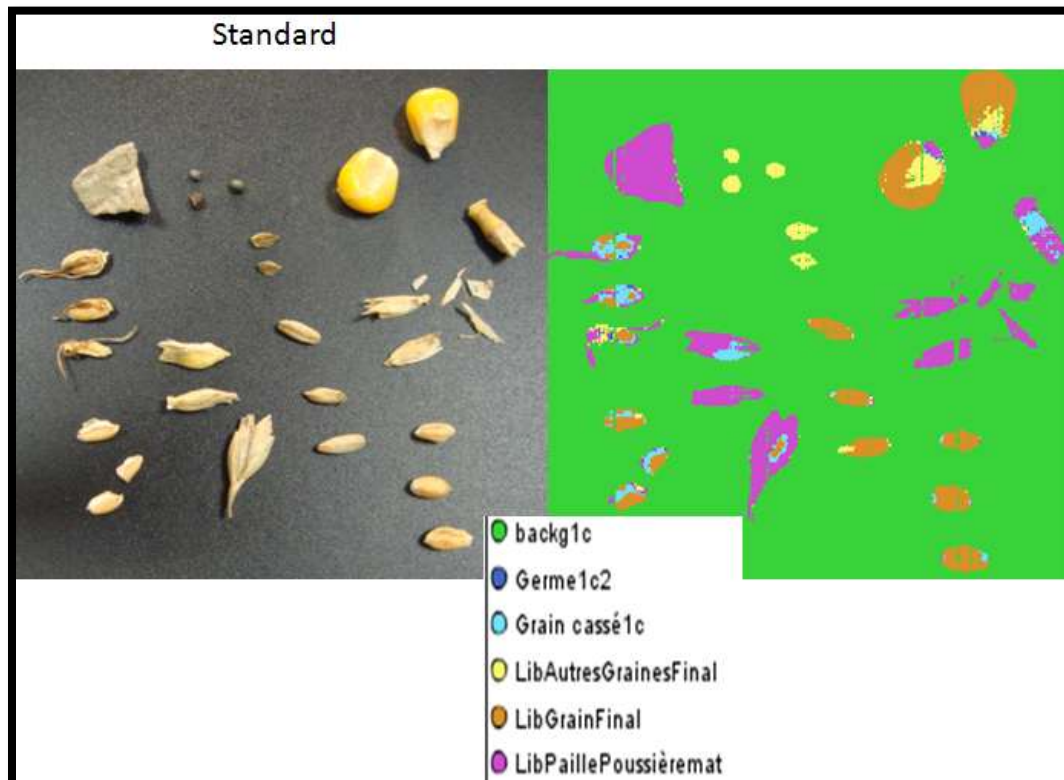


Figure 59: Image RGB du standard et image prédite avec le modèle PLS-DA

La Figure 59 présente l'image prédite avec le modèle PLS-DA sur l'échantillon standard

On peut observer que :

- la classe « grain cassé » se retrouve aussi dans d'autres graines (grains germés, orge, maïs);
- la classe « grain » reprend une partie du maïs. En effet tout deux contiennent de l'amidon ;
- la classe des « autres graines » est bien représentée mais présente malgré un défaut :
 - o L'extrémité des grains de blé et une partie des grains germés sont reprises dans la classe « autres graines ».
- la classe « paille et poussières » prédit correctement mais on la retrouve dans les grains germés. En effet, les parties apparentes germées contiennent de la cellulose tout comme la paille.

6.3.3 CARTES DE CONTRÔLES

L'objectif est d'observer les résultats de prédiction obtenus par un modèle appliqué sur un échantillon standard de référence analysé avant chaque nouvel échantillon à prédire. Cela permet de vérifier que le modèle appliqué sur une image d'un échantillon standard acquis suivant le même protocole donne un résultat constant.

- 1) Reproductibilité du modèle sur les standards.

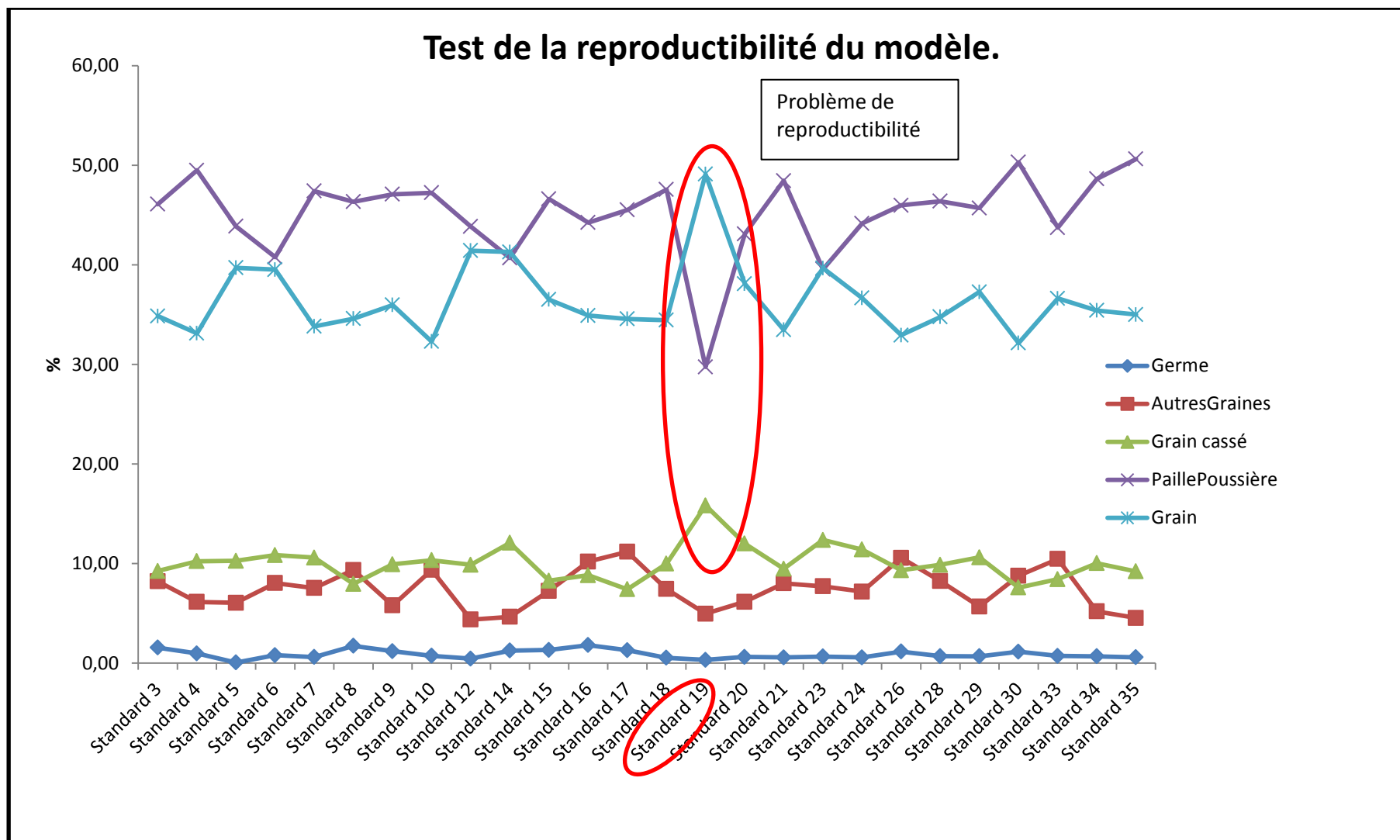


Figure 60: Graphique de répétition du modèle.

Le graphique de la Figure 60 révèle pour l'échantillon 19, un problème de stabilité.

2) Cartes de contrôles

Un écart-type est calculé sur les 10 premières valeurs. Pour chaque classe, la carte de contrôle représente les points des mesures. Cela permet de prendre des actions correctives sur la configuration de la caméra lorsque l'on sort des limites raisonnables. Les cartes de contrôles sont reprises en annexe 9.3

Si on observe rapidement les cartes de contrôles, on repère un point aberrant qui sort des limites raisonnables. Il s'agit de la mesure 15 correspondant à l'échantillon DQ120058-19. La caméra présentait donc un problème de stabilité. On peut observer ce problème au niveau du spectre retombant sur la Figure 58. Toutefois, seule la classe « grains cassés » était mal estimée. Ce profil spectral n'impliquait pas de mauvaises prédictions pour les autres classes du modèle.

6.3.4 VALIDATION DU MODÈLE SUR LES PARTIES D'ÉCHANTILLONS SÉLECTIONNÉES

Pour prouver la fiabilité du modèle, nous l'avons appliqué sur des parties d'échantillons sélectionnées pour lesquelles une photo RGB a été prise.

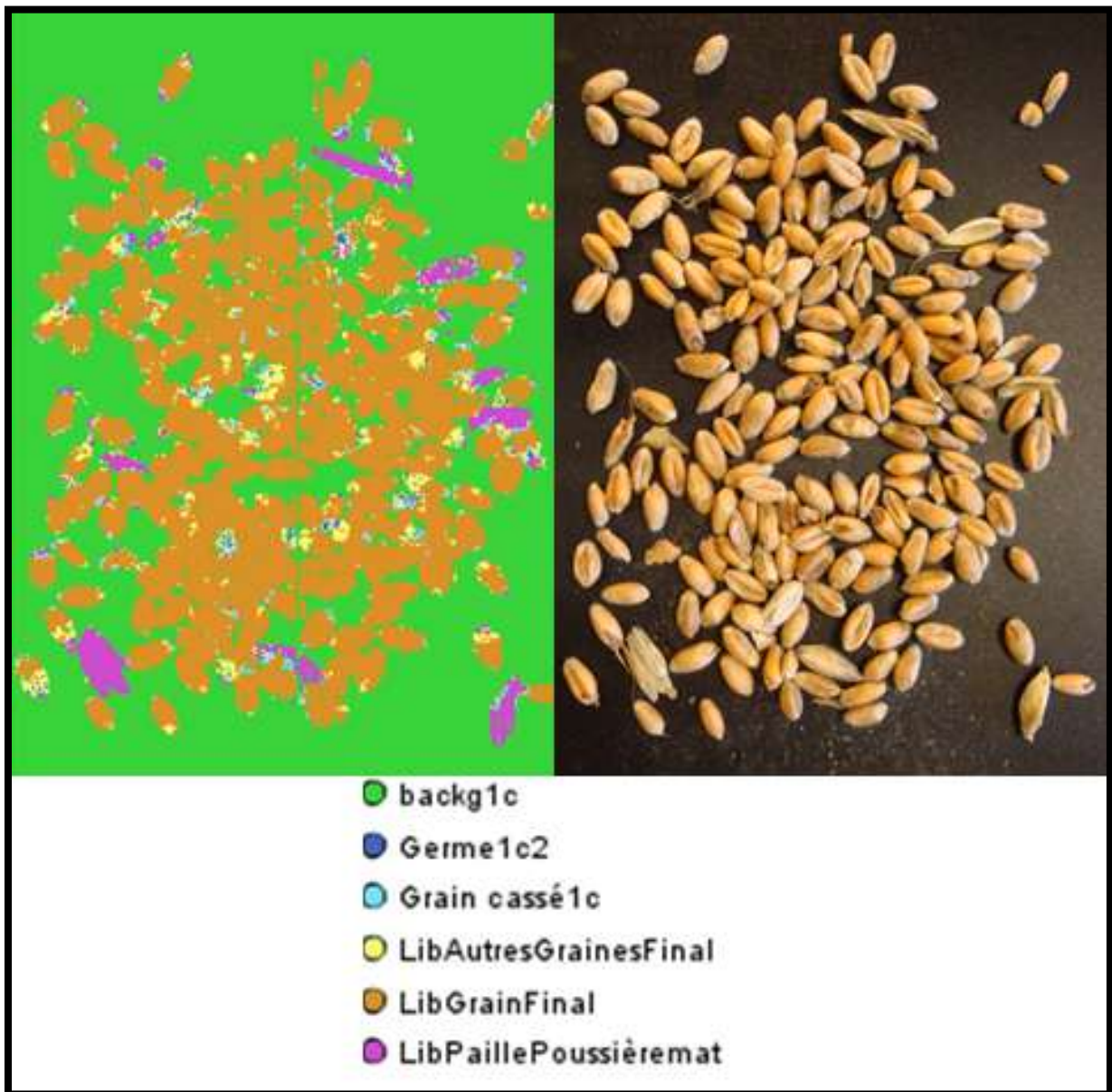
Première image choisie DQ120058-06



Figure 61: Application du modèle sur l'image DQ120058-06

On peut observer sur la Figure 61 que le grain est parfaitement discriminé ainsi que les graines de colza. Par contre la classe représentée par les grains cassés est moins fiable car des éléments d'autres graines sont confondus.

Deuxième image choisie DQ120058-11



La prédiction montre que le modèle prédit bien les éléments contenant de la paille ainsi que les grains de blés. Par ailleurs, à plusieurs endroits, des éléments sont repris dans la classe « autres graines » or c'est simplement l'extrémité des grains qui est un peu plus grasse dû à la présence du germe. De ce fait, le germe est considéré comme s'il s'agissait d'une graine lipidique comme le colza et classe les extrémités des grains en « autres graines »

6.3.5 RÉSULTATS GLOBAUX :

1) Analyse d'un échantillon complet expliqué sur le DQ120058-20

Echantillon DQ120058-20

Valeurs de référence fournies par BioWanze :

Tableau 9: Valeur fournies par BioWanze

	%
Impuretés	0,6
Poussière Paille	2,9
Grain cassés	9,7
Grain germés	0
Somme (excepté grains germés)	13.2

Le Tableau 9 présente les pourcentages des différentes classes fournies par BioWanze.

Valeurs obtenues après la prédiction du modèle :

Tableau 10: Prédiction obtenue grâce à la caméra.

	Somme des 63 images (pixels)	Ecart-type	Moyenne	Min	Max	Coefficient de Variation
Grains germés	1068	14	17	1	77	0,85
Autres graines (impuretés)	53459	275	849	405	1598	0,32
Grains cassés	9236	90	147	47	630	0,61
Paille, poussière	2450	61	39	0	436	1,58
Grain	2136151	6396	33907	16983	49833	0,19

Le Tableau 10 présente les résultats obtenus des 63 images prises grâce à la caméra. La première colonne reprend la somme des pixels en fonction de chaque classe. La deuxième est l'écart-type moyen entre chaque image. La troisième représente la moyenne des pixels pour chaque classe. La quatrième et la cinquième présentent le minimum et le maximum pour chaque classe. Et enfin, la dernière colonne est le coefficient de variation calculé sur toutes les images.

Pourcentages obtenus

Tableau 11: Tableau comparatif des résultats.

	Prédiction %	Valeurs références BioWanze
Impuretés	2,43	0,6
Paille, poussière	0,11	2,9
Grains cassés	0.42	9,7
Grains germés	0.05	0
Somme (excepté grains germés)	7,65	13.2

Comparaison des valeurs

Le Tableau 11 montre que la prédiction n'est pas parfaite. Cela s'explique par différents facteurs :

- L'échantillon contenait beaucoup de graines de colza or la caméra travaille sur une surface et non pas sur une masse. Le poids spécifique des graines et contaminants est très variable ce qui explique la grande différence entre la surface prédite et le poids obtenu ;
- La valeur des grains cassés fournies par BioWanze est très élevée par rapport à celle prédite. Cela se traduit par le fait que le modèle ne discrimine pas correctement les grains cassés ;
- La valeur des grains germés fournis par BioWanze est nulle alors que le modèle en prédisait une. Ceci est du au fait que le germe est confondu par le modèle (Figure 59, page 65) ;
- La prédiction au niveau de la paille pose également problème ;

Il est à noter également que les valeurs de référence ont été obtenues sur un échantillon de +/- 1 kilogramme et que les échantillons reçus de Biowanze constituent un sous échantillon de 400 grammes

6.3.6 RÉSULTATS DE L'ÉTUDE DE L'HÉTÉROGÉNÉITÉ DES ÉCHANTILLONS.

Cette étude à été faite sur l'échantillon DQ120058-20. L'échantillon contenait beaucoup de graines de colza. L'échantillon contenait 63 images prises avec la caméra. Pour les résultats, nous avons tenu compte de deux classes spécifiques : la classe des impuretés (autres graines) et la classe des pailles et poussières.

✓ Impuretés (Autres graines)

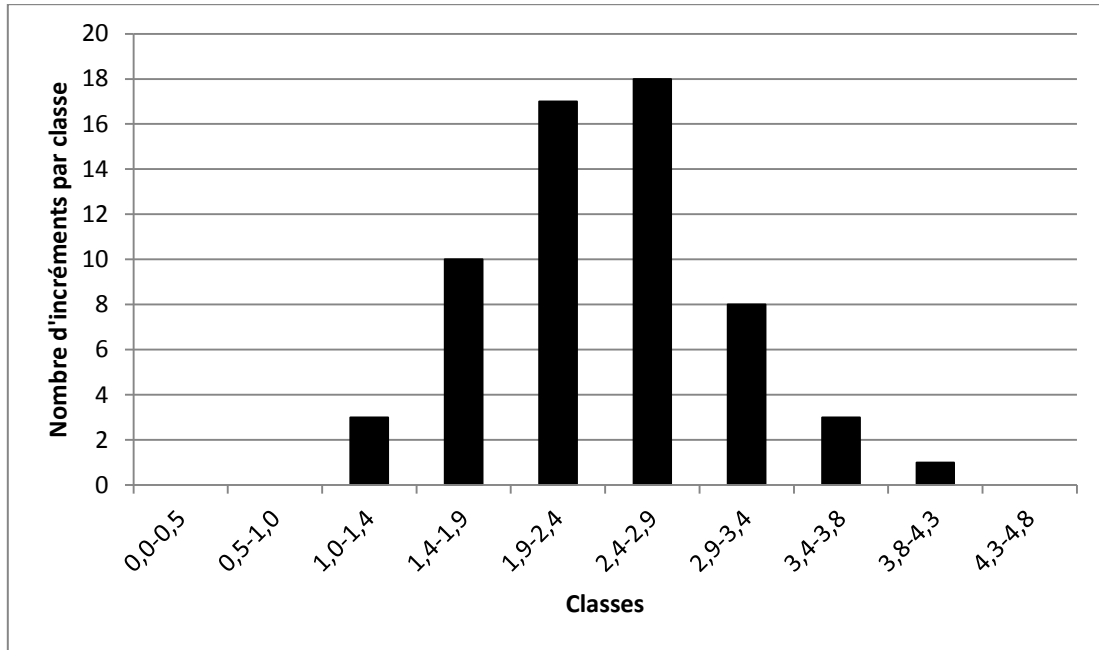


Figure 62: Graphique représentant la distribution en fonction de la classe.

Ce premier graphique (Figure 62) montre une courbe de distribution de la classe impureté, c'est-à-dire principalement des graines de colza. On observe que 58% (35/63) des images prises donnent une valeur autour de la moyenne à +/- 20%. La moyenne étant de 2,4%, on peut donc dire qu'il y a une bonne distribution des résultats autour de la moyenne. Le taux d'impuretés est estimé à 2,4% à +/-1,26% d'hétérogénéité (+/-2σ c'est-à-dire 2x l'écart-type qui est de 0.63).

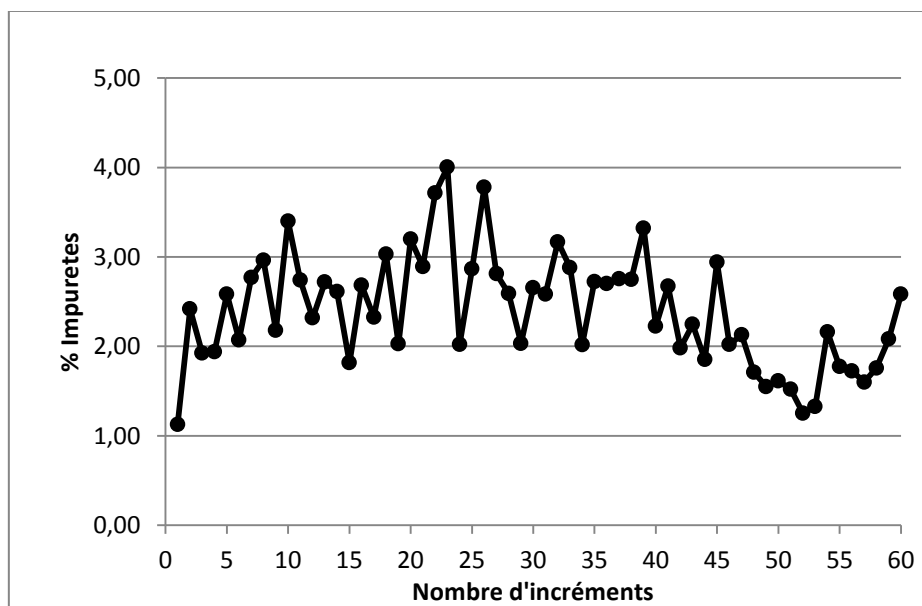


Figure 63: Courbe de distribution par image

Le graphique (Figure 63) présente la courbe de distribution par incrément, au fur et à mesure du déversement de l'échantillon dans l'entonnoir. Cette courbe peut être interprétée de la façon suivante :

- Le colza se trouvait dans le fond du pot. De ce fait lors du déversement de l'échantillon dans l'entonnoir, une ségrégation entre les petites graines rondes de colza et les grains de blé s'est produite. Le blé tombe donc en premier lieu, mais, très vite avec les vibrations, le colza s'intercale. La concentration en impuretés est croissante de l'incrément 1 à 23. Ensuite la quantité de colza présente dans l'échantillon diminue de plus en plus, la concentration est donc décroissante de l'incrément 24 à l'incrément 52. Lors de la fin du déversement, les dernières impuretés bloquées par le système d'alimentation tombent.

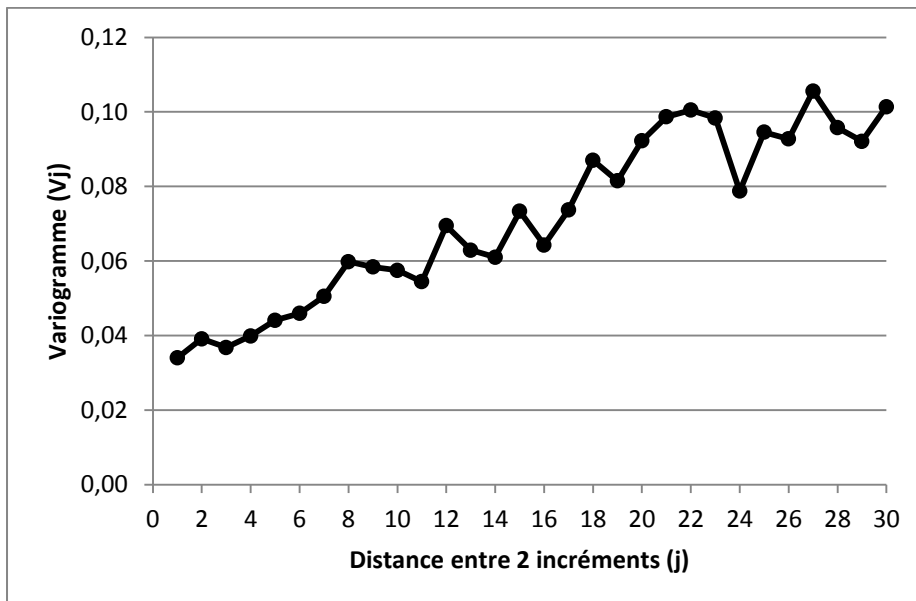


Figure 64: Variogramme de la classe "autres graines".

- Le graphique de la Figure 64 présente un variogramme croissant. On peut expliquer cela par le fait que le processus d'alimentation, c'est-à-dire l'entonnoir, n'est pas uniforme et que l'échantillon n'est pas homogène. Ces deux explications font que la courbe soit croissante et que l'erreur d'échantillonnage soit assez élevée. L'erreur d'échantillonnage est de 1,25. ($3 \cdot \sqrt{0.03.2,4}$).

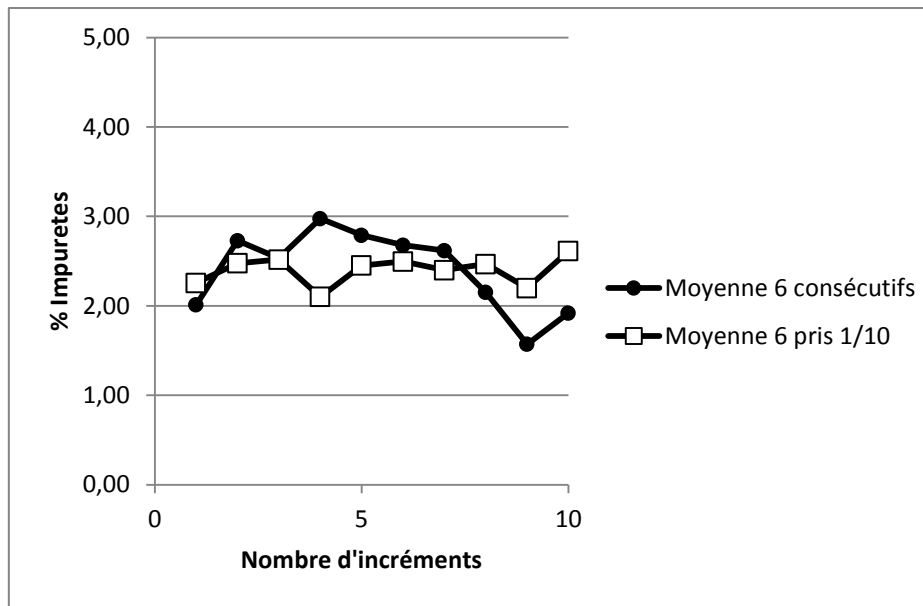


Figure 65: Graphique de la moyenne de l'échantillon.

Le graphique de la Figure 65 présente deux courbes représentant deux moyennes. La première est une moyenne des 6 images prises à la suite les unes de l'autre. La seconde moyenne, est prise sur 6 images mais une sur dix. L'intérêt de ce graphique, est de savoir si on pourrait se permettre d'analyser une série d'image plutôt que l'entièreté des images. L'hétérogénéité du taux d'impuretés pour la moyenne de 6 images consécutives est 0,92% c'est-à-dire l'écart-type de $0,46 \times 2$). L'hétérogénéité pour l'autre moyenne, c'est-à-dire d'1 image sur 10 est de 0.32% soit 2 fois l'écart-type de 0,16.

✓ Pailles, poussières

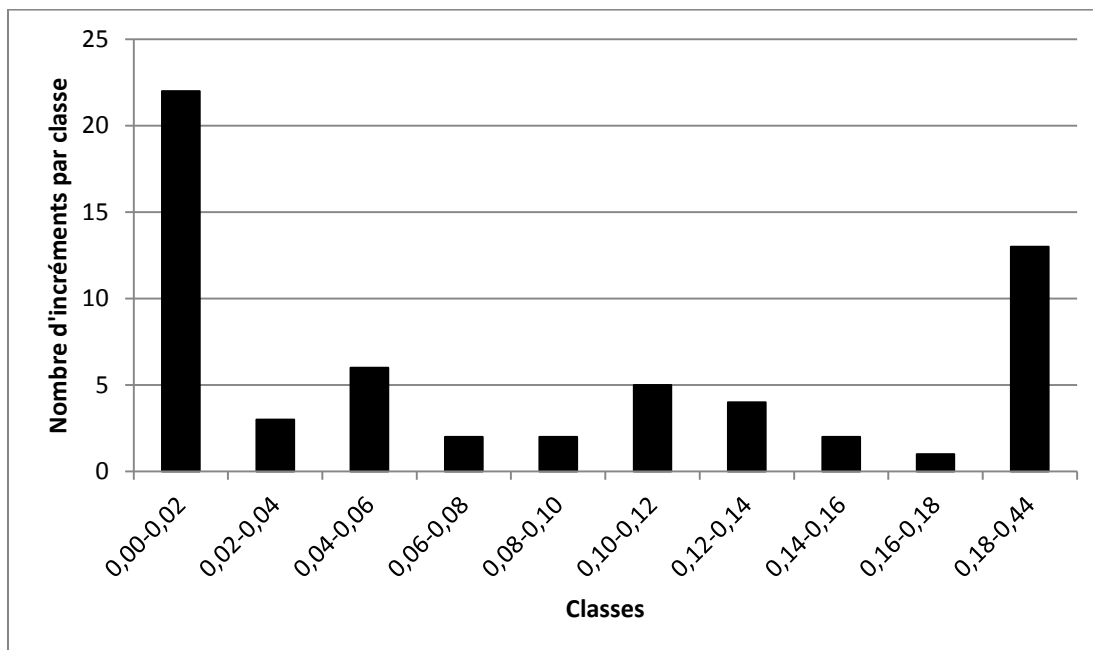


Figure 66: Graphique représentant la distribution en fonction de la classe.

Le graphique de la Figure 66 montre une courbe de distribution de la classe paille et poussières. On observe que 12 % des images prises donnent une valeur proche de la moyenne à +/- 20%. La moyenne étant de 0,1%. On peut donc dire qu'il y a une mauvaise distribution des résultats autour de la moyenne. On retrouve beaucoup de résultats au niveau des classes extrêmes.

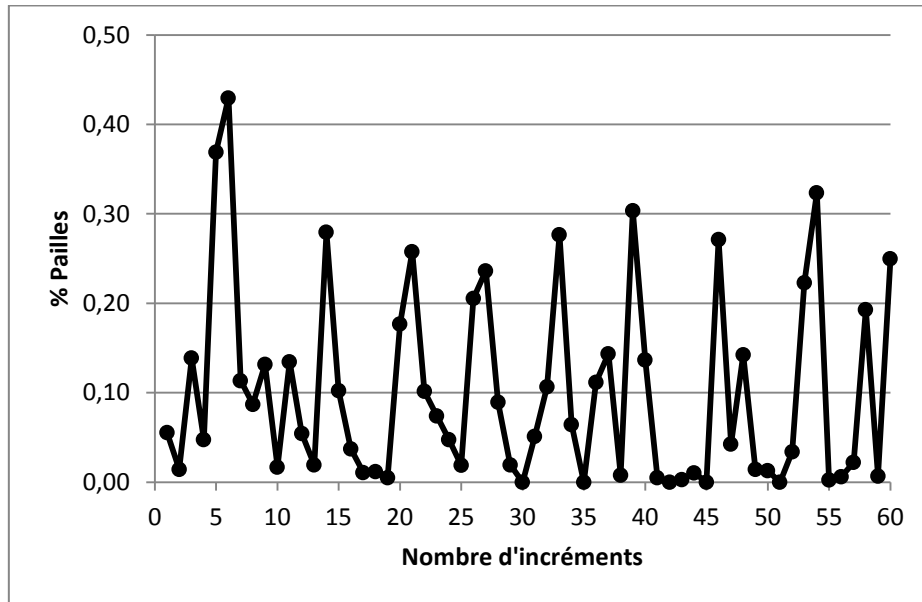


Figure 67: Courbe de distribution par image

Le graphique de la Figure 67 présente la courbe de distribution par incrément, au fur et à mesure du déversement de l'échantillon dans l'entonnoir. Cette courbe peut être interprétée comme suit :

- Le pourcentage de paille étant faible, lors du déversement les pailles sont régulièrement réparties. Les pailles étant en faible concentration, on peut les retrouver ou non.

L'hétérogénéité du taux d'impuretés est de 0,22% c'est-à-dire la moyenne $(0.11) \cdot 2$.

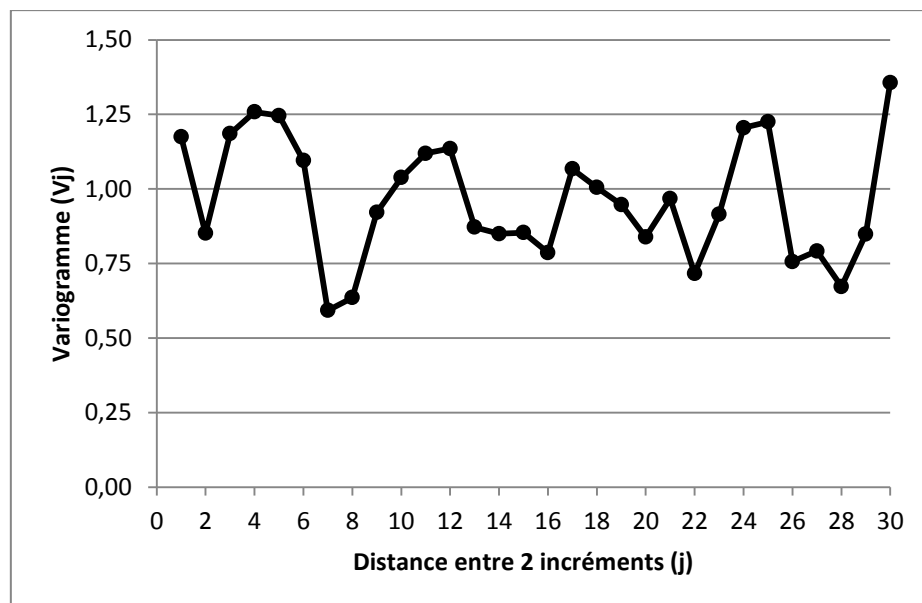


Figure 68: Variogramme de la classe " Pailles et poussières".

Le graphique de la Figure 68 présente un variogramme constant probablement dû au système d'alimentation qui, pour cet échantillon, était uniforme ainsi qu'un échantillon homogène. L'erreur d'échantillonnage est très élevée c'est-à-dire 0,3 : (3. $\sqrt{1.0,1}$)

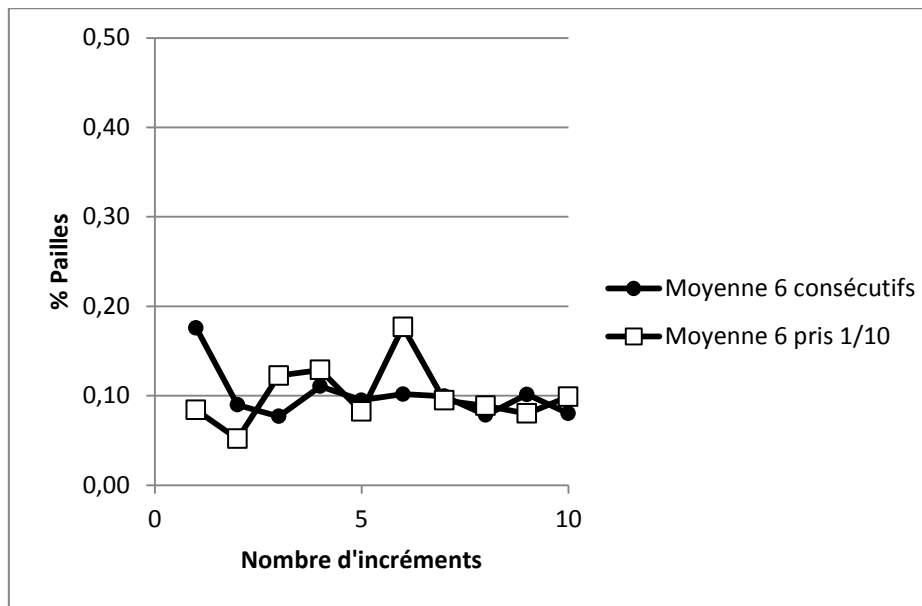


Figure 69: Graphique de la moyenne de l'échantillon.

Le graphique de la Figure 69 présente deux courbes représentant deux moyennes. La première est une moyenne des 6 images prises à la suite les unes des autres. La seconde moyenne, est prise sur 6 images mais une sur dix. L'intérêt de ce graphique est de savoir si on pourrait se permettre d'analyser une série d'images plutôt que l'entièreté des images. L'hétérogénéité des deux moyennes est identique c'est-à-dire 0.06%. Dans ce cas-ci, les deux méthodes de moyenne sont correctes.

6.3.7 RÉSULTATS PARTIELS SUR DIX POURCENT DES IMAGES.

Pour cette analyse, 13/35 échantillons ont été sélectionnés de manière à couvrir la variabilité des valeurs de référence de chacune des 4 classes de matériel.

Germes: 1,5% (1 à 7%)

Autres graines : 0,2% (0 à 1,4%)

Pailles + poussière : 1,1% (0 à 2,9%)

Grains cassés : 3,7% (0,1 à 9,7%)

Basé sur l'étude de l'hétérogénéité des échantillons, une image sur 10 (images 1, 11, 21, 31, 41,...) de chaque échantillon sélectionné a été analysée. Les tableaux ci-dessous montrent les valeurs de référence exprimées en % du poids, les valeurs prédites exprimées en % de pixels (surface) calculés pour chaque échantillon et le descriptif de chaque échantillon basé sur l'analyse visuelle des images hyperspectrales

Basé sur les études préliminaires, les classes ont été regroupées en fonction du contenu en lipide, cellulose et amidon.

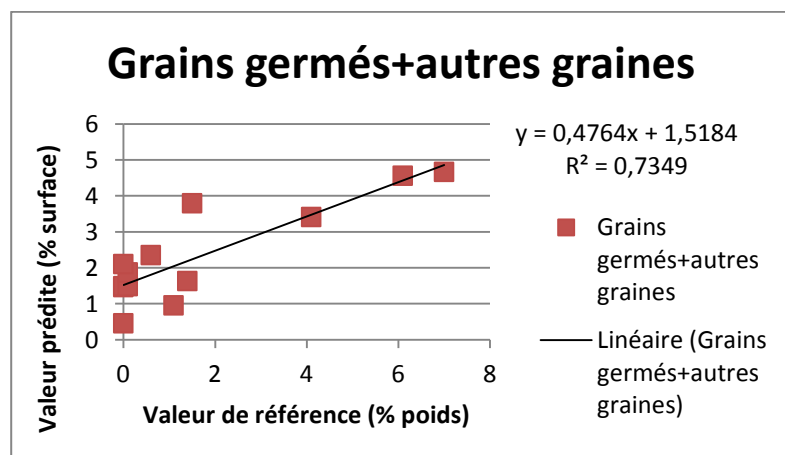
Tableau 12: Germes plus autres graines

Germes + autres graines (lipides)							
	Germe		Autres graines		Descriptif visuel sur image hyperspectral	Germes + autres graines	
	Valeur référer	Valeur prédite	Valeur référence	Valeur prédite		Valeur référence	Valeur prédite
DQ120058-10	0	0,06	0	0,39	1 impureté + qlq germes	0	0,45
DQ120058-08	1	0,11	0,1	0,84	plusieurs germes	1,1	0,95
DQ120058-26	0	0,15	0	1,31	6 impuretés + qlq germes	0	1,46
DQ120058-17	0	0,03	0	1,46	6 impuretes + qlq germes	0	1,49
DQ120058-05	0	0,04	0,1	1,45	2 impuretés	0,1	1,49
DQ120058-02	0	0,16	1,4	1,47	impuretés + qlq colza + germes	1,4	1,63
DQ120058-19	0	0,12	0,1	1,75	3 impuretes	0,1	1,87
DQ120058-25	0	0,6	0	1,5	4 impuretes + qlq germes	0	2,1
DQ120058-20	0	0,06	0,6	2,29	colza	0,6	2,35
DQ120058-16	4	0,21	0,1	3,2	bcp germes + 2 impuretes	4,1	3,41
DQ120058-01	1	0,61	0,5	3,18	2 grosses impuretes + graines sauvages + germes	1,5	3,79
DQ120058-03	6	0,38	0,1	4,18	bcp germes	6,1	4,56
DQ120058-15	7	0,48	0	4,19	bcp germes	7	4,67

Regroupement des classes Germes + autres graines (lipides) sur 13 échantillons

Discrimination entre les lots à faible et haut taux d'impuretés riches en lipide (germes des grains, colza, autres graines)(couleur rouge).

Pour améliorer la corrélation, un facteur correctif devrait être appliqué en fonction du poids chaque type d'impureté.



La Figure 70 présente le graphique de corrélation entre la valeur de référence en % de poids et la valeur prédite en % de surface calculés sur les classes combinées de "germes des grains" et "autres graines"

Figure 70: Graphique de corrélation entre classe des germes et autres graines.

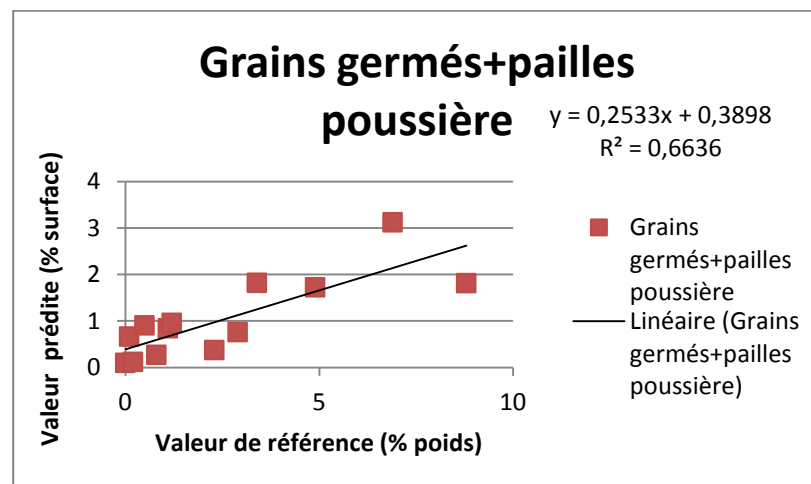
Tableau 13: Germes plus paille

Germes + pailles (cellulose)							
	Germe		Paille, poussière		Descriptif visuel sur image hyperspectral	Germes + autres graines	
	Valeur référé	Valeur prédite	Valeur référence	Valeur prédite		Valeur référence	Valeur prédite
DQ120058-17	0	0,03	0	0,07	1 paille	0	0,1
DQ120058-10	0	0,06	0,2	0,06	2 pailles	0,2	0,12
DQ120058-05	0	0,04	0,8	0,23	3 pailles	0,8	0,27
DQ120058-08	1	0,11	1,3	0,26	5 pailles	2,3	0,37
DQ120058-19	0	0,12	0,1	0,54	+/- 10 pailles	0,1	0,66
DQ120058-20	0	0,06	2,9	0,7	1 grosse paille	2,9	0,76
DQ120058-25	0	0,6	1,1	0,24	4 pailles	1,1	0,84
DQ120058-26	0	0,15	0,5	0,75	1 grosse paille + 5 petites	0,5	0,9
DQ120058-02	0	0,16	1,2	0,8	poussière+paille	1,2	0,96
DQ120058-16	4	0,21	0,9	1,51	+/- 15 pailles	4,9	1,72
DQ120058-15	7	0,48	1,8	1,33	+/- 10 pailles + poussières	8,8	1,81
DQ120058-01	1	0,61	2,4	1,21	+/-20 pailles	3,4	1,82
DQ120058-03	6	0,38	0,9	2,74	+/- 15 pailles + poussières	6,9	3,12

Regroupement Germes + pailles (cellulose) sur 13 échantillons.

Discrimination entre lots à faible et haut taux d'impuretés riches en cellulose (grains germés, pailles, poussière).

Lots de grains germés ont plus de pailles (lié à des conditions de récolte plus difficiles)



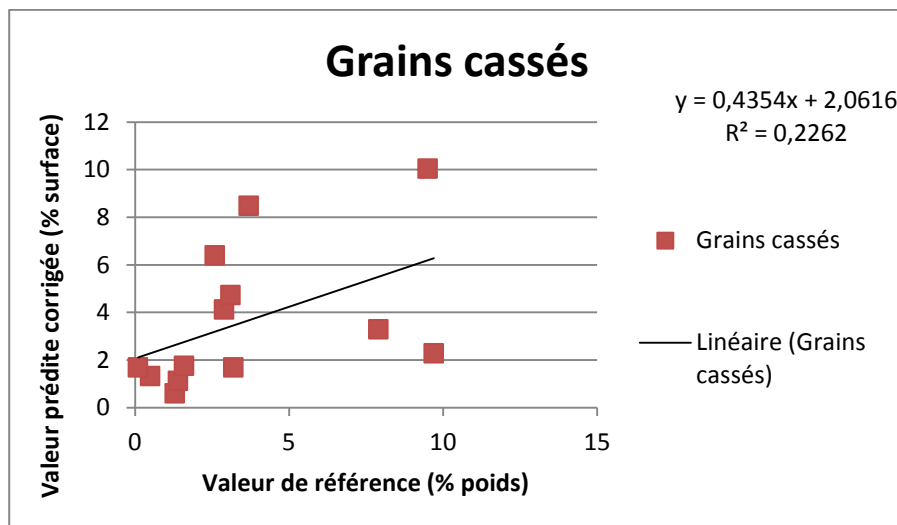
La Figure 71 présente la corrélation entre la valeur de référence en % de poids et la valeur prédite corrigée en % de surface calculés sur les classes combinées « germes plus pailles ».

Figure 71: Graphique de corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs de références.

Tableau 14: Grains cassés

Grains cassés (amidon)			
	Grain cassé		Valeur prédite Corrigée (*4)
	Valeur référence	Valeur prédite	
DQ120058-17	1,3	0,15	0,6
DQ120058-05	1,4	0,28	1,12
DQ120058-10	0,5	0,33	1,32
DQ120058-19	0,1	0,42	1,68
DQ120058-25	3,2	0,42	1,68
DQ120058-26	1,6	0,44	1,76
DQ120058-20	9,7	0,57	2,28
DQ120058-08	7,9	0,82	3,28
DQ120058-16	2,9	1,03	4,12
DQ120058-03	3,1	1,18	4,72
DQ120058-02	2,6	1,6	6,4
DQ120058-15	3,7	2,12	8,48
DQ120058-01	9,5	2,51	10,04

Le Tableau 14 présente les valeurs de référence ainsi que les prédictions avec application du facteur correctif des grains cassés sur 13 échantillons



La Figure 72 présente la corrélation entre la valeur de référence en pourcentage de poids et la valeur prédite corrigée en pourcentage de surface calculés sur la classe "grains cassés".

Figure 72: Graphique de corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs de références.

7 CONCLUSIONS

Après avoir observé et interprété les résultats finaux des diverses études, on peut tirer quelques conclusions.

Premièrement, les résultats d'analyse fournis par le spectromètre Bruker, ont montré qu'en réduisant la surface à analyser (1 cm²) correspondant à +/- 5 graines, il est possible de voir l'impact d'un contaminant présent dans du blé, sur le spectre mesuré. Dès lors, en analysant une série de sous échantillon de cette manière, la surface analysée est plus importante et le nombre de spectres obtenus peut mener plus facilement à l'identification d'un contaminant dans un lot de blé en utilisant simplement un spectromètre proche infrarouge classique.

Les résultats d'analyse par imagerie hyperspectrale proche infrarouge ont montré que 250 spectres par grain sont obtenus et permettent d'identifier différentes parties du grain : (l'enveloppe qui est cellulosique, l'amande qui contient l'amidon et le germe qui lui est plus lipidique) ou de détecter des contaminants (autres graines, pailles).

L'avantage d'un tel système est de pouvoir analyser une grande quantité de grains en monocouche en un temps très court, permettant dès lors d'analyser un échantillon plus représentatif. Toutefois certains contaminants sont difficiles à être identifiés et quantifiés en effet, les grains cassés présentent une face brisée et une face non brisée. Une étude spécifique a montré que sur un lot de grains cassés, seulement 25 % de la surface peut être identifiée comme face cassée. Dès lors, un facteur multiplicatif de 4 doit être appliqué au % de pixels détectés comme face cassée pour obtenir le pourcentage réel de grains cassés. Dans notre cas, un facteur correctif lié à la surface de détection a été appliqué.

Les grains germés présentent une partie lipidique liée au germe et une partie cellulosique liée à la jeune pousse. Dans ce cas, un facteur correctif entre le poids de grain germé et la surface du germe identifié devront être appliqués. Dans le cas de la paille, un facteur correctif lié à la densité devrait être appliqué pour se rapprocher de la valeur de référence estimée en poids. Pour chaque type d'impureté, un facteur correctif devrait être calculé sur base du poids spécifique, de la taille et de la partie du grain ou du contaminant identifié par le modèle de classification. D'autre part, une face de l'échantillon est analysée et certaines impuretés risquent de ne pas être détectées.

La troisième étude a montré que, basé sur les 4 critères de mesures d'impuretés utilisés pour accepter ou refuser un lot, la combinaison des classes en fonction de la teneur en lipide ou cellulose, conduirait à une bonne prédiction des impuretés par imagerie proche infrarouge hyperspectrale. Ainsi, une corrélation de 0.66 et de 0.73 est obtenue entre la valeur de référence et la valeur prédite respectivement pour les impuretés riches en cellulose (pailles, grains germés, glumes) et riches en lipide (germes, colza, graines sauvages).

Suivant ces deux critères, les lots de blé fortement contaminés étaient discriminés des lots de blé faiblement contaminés.

Concernant les grains cassés, la corrélation obtenue entre les valeurs de références et les valeurs prédites corrigées par un facteur de 4 était insuffisante ($R^2=0.22$). Ceci est lié à la difficulté à analyser et à classer correctement ce type d'impuretés.

Par ailleurs, dans le cadre de cette expérimentation, les tests de stabilité de l'instrument et de la reproductibilité du modèle ont démontré quelques déviations liées à un changement dans les paramètres d'acquisition des images. Une étude sur l'hétérogénéité des échantillons en relation avec l'alimentation de la bande transporteuse a permis de montrer que l'analyse d'une image sur dix par échantillon était représentative de l'échantillon.

En conclusion, l'étude préliminaire sur le contrôle des impuretés dans des lots de céréales a démontré que l'imagerie hyperspectrale permet d'identifier différentes impuretés en même temps. Elle se révèle donc être un outil d'aide à la décision intéressant. On peut dire que l'imagerie hyperspectrale fonctionne réellement mais que les corrélations avec les valeurs de référence nécessitent des facteurs correctifs.

8 BIBLIOGRAPHIE

8.1 SITES INTERNET ET OUVRAGES

1. À propos de l'EFSA. *L'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA)*. [En ligne] <http://www.efsa.europa.eu/fr/aboutefsa.htm>.
2. Département de santé environnementale et santé au travail. *Université de Montréal*. [En ligne] <http://www.dsest.umontreal.ca/documents/20Chap14.pdf>.
3. CODEX STAN193. <http://www.coffee-ota.org>. [En ligne] http://www.coffee-ota.org/cd_hygiene/cnt/cnt_fr/sec_2/docs_2.1/CXS_193_2004f.pdf.
4. Direction générale santé et protection des consommateurs. *Europa*. [En ligne] http://ec.europa.eu/dgs/health_consumer/press/fs_contaminants_final_web_fr.pdf.
5. Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. *Directives pour le renforcement des systèmes nationaux de contrôle alimentaire*. [En ligne] http://www.who.int/foodsafety/publications/capacity/en/French_Guidelines_Food_control.pdf.
6. wikipedia. *Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture*. [En ligne] http://fr.wikipedia.org/wiki/Organisation_des_Nations_unies_pour_l'alimentation_et_l'agriculture.
7. Boutique AFNOR. *AFNOR Groupe*. [En ligne] <http://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-15587/cereales-et-produits-cerealiers-determination-du-pourcentage-d-impuretes-dans-le-ble-tendre-triticum-aestivum-l-le-ble-dur/article/628481/fa140908>.
8. STRATFEED: Stratégies et méthodes pour détecter et quantifier les tissus animaux dans l'alimentation animale. *CRA-W*. [En ligne] <http://www.cra.wallonie.be/index.php?l=fr&page=19&id=216>.
9. SAFEED-PAP: Détection espèce-spécifique des protéines animales transformées dans l'alimentation animale. *CRA-W*. [En ligne] <http://www.cra.wallonie.be/index.php?l=fr&page=19&id=216>.
10. FARIMAL. *CRA-W*. [En ligne] <http://www.cra.wallonie.be/index.php?page=19&id=213>.
11. CO-EXTRA: COEXistence et TRAçabilité des filières « OGM » et « non OGM » dans l'alimentation. *CRA-W*. [En ligne] <http://www.cra.wallonie.be/index.php?page=19&id=154>.
12. CONFIDENCE Project structure. *CONFfIDENCE*. [En ligne] http://www.confidence.eu/About_the_project/Project_structure.php.
13. QSAFFE: Qualité et Sécurité des aliments à destination animale et humaine en Europe. *CRA-W*. [En ligne] <http://www.cra.wallonie.be/index.php?l=fr&page=19&id=285>.
14. Qualité du Froment d'hiver en région wallonne. *REQUASUD*. [En ligne] http://www.requasud.be/pdf/ReQuaSud_QFHRW_2003.pdf.

-
15. **Bertrand.D et E, dufour.** *La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques*. s.l. : Edition technique&documentation, 2000.
 16. **P, Geladi et F, Grauhn H.** *Tecniques and applications of hyperspectral image analysis*. s.l. : Edition Wiley, 2007.
 17. L'Analyse en Composantes Principales (ACP). *ACP.pdf*. [En ligne] <http://www.locean-ipsl.upmc.fr/~bslod/ACP.pdf>.
 18. Chimométrie appliquée à la spectroscopie LIBS. *Centre national de la recherche scientifique*. [En ligne] http://www-plani.cea.fr/home/liblocal/images/Site%20PLANI%20Version%202/Journ%C3%A9esLIBS/CR_journeesLIBS/exposes-diapo/Chimiometrie-LIBS_Bousquet.pdf.
 19. Bienvenue sur le site Web de BioWanze. *BioWanze*. [En ligne] <http://www.biowanze.be/fr/Start/>.
 20. HyperPro Hyperspectral Chemical Imaging Systems. *BurgerMetrics*. [En ligne] <http://www.burgermetrics.com/Products/HyperPro.htm>.
 21. UmBio. *UmBio*. [En ligne] <http://www.umbio.com/>.
 22. Evince Hyperspectral Image Analysis. *Middleten research*. [En ligne] <http://www.middletonresearch.com/pdfs/Evince%20Product%20Sheet%20MRC%20Oct-10.pdf>.
 23. Norme codex pour le blé et le blé dur. *Codex alimentarius*. [En ligne] <http://www.codexalimentarius.org/search-results/?cx=018170620143701104933%3Ai-zresgmxec&cof=FORID%3A11&q=c%C3%A9r%C3%A9ales+directives+europ%C3%A9ennes&siteurl=http%3A%2F%2Fwww.codexalimentarius.org%2F&sa.x=0&sa.y=0>.

8.2 DOCUMENTS JURIDIQUES

24. Commission Européenne, 2009. Règlement du 11 décembre 2009 concernant l'achat et la vente de produits agricoles dans le cadre de l'intervention publique. Journal officiel de l'Union européenne du 16 juin 2011, règlement (UE) No 1272/2009.
25. Commission Européenne, 2010. Règlement du 17 août 2010 modifiant le règlement N° 1272/2009 concernant l'achat et la vente de produits agricoles dans le cadre de l'intervention publique. Journal officiel de l'Union européenne du 17 août 2010, règlement (UE) No 742/2010
26. Commission Européenne, 2011. Règlement du 16 juin 2011 relatif aux substances indésirables dans les aliments pour animaux. Journal officiel de l'Union européenne du 16 juin 2011, règlement (CE) N° (UE) N° 574/2011.
27. Parlement européen et le conseil de l'Union Européenne, 2002. Règlement du 28 janvier 2002 établissant les principes généraux et les prescriptions générales de la législation alimentaire, instituant l'Autorité européenne de sécurité des aliments et fixant des procédures relatives à la sécurité des denrées alimentaires, Journal officiel des Communautés européennes du 28 janvier 2002, règlement (CE) N° 178/2002.

8.3 THÈSES ET MÉMOIRES

28. FASBENDER François. Evaluation du potentiel d'un spectromètre portable pour la prédiction du taux de protéines sur grains de froment. Bachelier en Agronomie, Haute Ecole Louvain en Hainaut, Fleurus, 2009-2010, 95 p.
29. ROGGO Yves. Détermination de la qualité de la betterave sucrière par spectroscopie infrarouge et chimométrie. Thèse instrumentation et analyses avancées. Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003,187 p

8.4 PERSONNES RESSOURCES

30. Vermeulen Philippe
Centre Wallon de Recherches agronomiques
Département : Valorisation des productions
Attaché scientifique
Chée de Namur, 24 5030 Gembloux.
Informations durant le stage.
31. Kayoka Mukendi Nikaise
Centre Wallon de Recherches agronomiques
Département : Valorisation des productions
Gradué
Chée de Namur, 24 5030 Gembloux.
Informations durant le stage.
32. Arnould Quentin
Centre Wallon de Recherches agronomiques
Département : Valorisation des productions
Gradué
Chée de Namur, 24 5030 Gembloux.
Informations durant le stage.
33. Mauro Sandrine
Centre Wallon de Recherches agronomiques
Département : Valorisation des productions
Gradué
Chée de Namur, 24 5030 Gembloux.
Informations durant le stage

9 ANNEXES

9.1 CARACTÉRISTIQUES DES ÉCHANTILLONS

Numéro	1) Impuretés (%)	2) Paille + poussières (%)	3) Grain de blé cassé(%)	Somme (%) (1 ,2 et 3)	Grain de blé Germé
DQ120058-01	0,5	2,4	9,5	12,4	1,0
DQ120058-02	1,4	1,2	2,6	5,2	0,0
DQ120058-03	0,1	0,9	3,1	4,1	6,0
DQ120058-04	0,0	0,9	2,0	2,9	5,0
DQ120058-05	0,1	0,8	1,4	2,3	0,0
DQ120058-06	0,6	1,4	6,6	8,6	0,0
DQ120058-07	0,4	2,9	5,5	8,8	0,3
DQ120058-08	0,1	1,3	7,9	9,3	1,0
DQ120058-09	0,1	1,2	4,5	5,8	1,6
DQ120058-10	0,0	0,2	0,5	0,7	0,0
DQ120058-11	0,1	2,5	3,8	6,4	2,0
DQ120058-12	0,1	2,6	3,8	6,5	8,3
DQ120058-13	0,2	3,6	4,7	8,5	3,0
DQ120058-14	0,2	3,0	3,1	6,3	0,0
DQ120058-15	0,0	1,8	3,7	5,5	7,0
DQ120058-16	0,1	0,9	2,9	3,9	4,0
DQ120058-17	0,0	0,0	1,3	1,3	0,0
DQ120058-18	0,0	0,5	3,4	3,9	0,0
DQ120058-19	0,1	0,1	0,1	0,3	0,0
DQ120058-20	0,6	2,9	9,7	13,2	0,0
DQ120058-21	0,1	2,0	4,0	6,1	0,0
DQ120058-22	0,1	1,3	4,5	5,9	0,3
DQ120058-23	0,0	0,3	1,7	2,0	0,0
DQ120058-24	0,0	0,3	2,0	2,3	0,0
DQ120058-25	0,0	0,4	2,6	3,0	0,0
DQ120058-25	0,0	1,1	3,2	4,3	0,0
DQ120058-26	0,0	0,5	1,6	2,1	0,0
DQ120058-27	1,3	1,8	3,8	6,9	0,0
DQ120058-28	0,1	1,4	4,5	6,0	0,1
DQ120058-29	0,0	1,0	3,3	4,3	9,0
DQ120058-30	0,1	0,8	4,8	5,7	0,0
DQ120058-31	0,0	0,4	2,8	3,2	1,0
DQ120058-32	0,1	4,1	3,3	7,5	0,3
DQ120058-33	0,1	4,6	3,0	7,7	0,0
DQ120058-34	0,0	0,3	3,0	3,3	0,0
DQ120058-35	0,3	2,2	5,6	8,1	2,0

9.2 PLAN DES CARROUSELS SUR LE BRUKER

Carrousel 1

Analyses sur Bruker MPA			
Carrousel1	RANDO1	Correspondance avec la PCA: figure	
Position	N°	N°	
1	00C	1 à 3	blé
2	01C	7 à 9	grain cassé
3	02C		grain germé
4	03C		grain vide
5	04C		seigle
6	05C		poussière
7	06C		orge
8	07C	55 à 57	autres graines
9	08C		cailloux, terre
10	09C		terre
11	10C		cellulose
12	11C		graine noircie
13	12C		paille
14	13C		plastique jaune
15	14C	100 à 102	paille
16	15C		grain malade
17	16C		plastique transparent
18	17C		grain noirci
19	18C		grain noirci
20	01M		MELANGE
21	02M		MELANGE
22	03M		MELANGE
23	04M		MELANGE
24	05M	43 à 45	blé
25	06M	52 à 54	blé et autre graine
26	07M		MELANGE
27	08M		MELANGE
28	09M		MELANGE
29	10M		MELANGE
30	11M		MELANGE

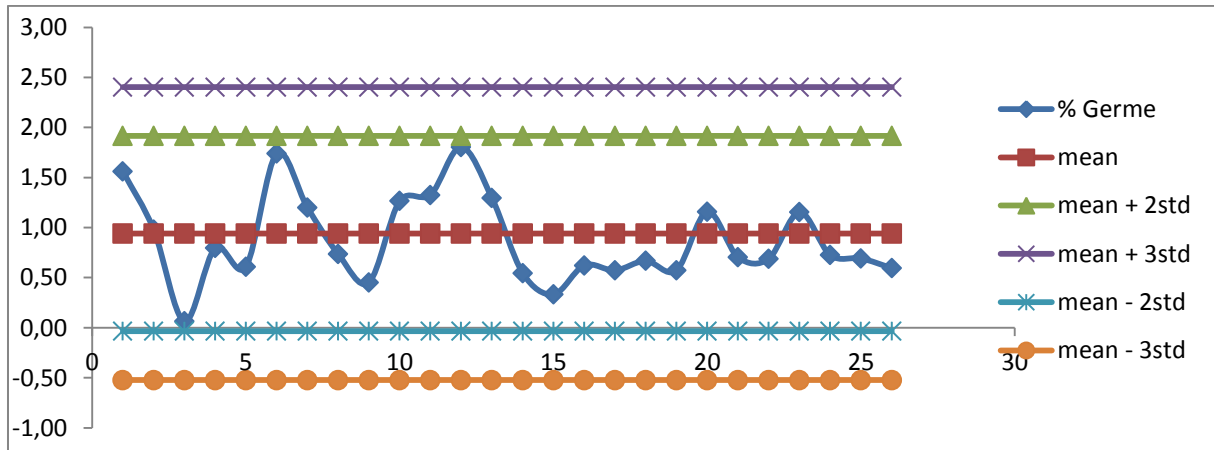
Carrousel 2

Carrousel2	RANDO1		
Position	N°		
1	12M	91 à 93	blé et poussière
2	13M		MELANGE
3	14M	103 à 105	blé
4	15M		MELANGE
5	16M		MELANGE
6	17M		MELANGE
7	18M		MELANGE
8	19M		MELANGE
9	20M		MELANGE
10	21M		MELANGE
11	22M		MELANGE
12	23M		MELANGE
13	24M		MELANGE
14	25M		MELANGE
15	26M		MELANGE
16	27M		MELANGE
17	28M		MELANGE
18	29M		MELANGE
19	30M		MELANGE
20	31M		MELANGE
21	32M		MELANGE
22	33M		MELANGE
23	34M		MELANGE
24	35M		MELANGE
25	00C	4 à 6	ECHANTILLON REF
26	01C	10 à 12	Grain cassé
27	02C		CONTAMINANTS
28	03C		CONTAMINANTS
29	06C		CONTAMINANTS
30	07C	58 à 60	Autres graines

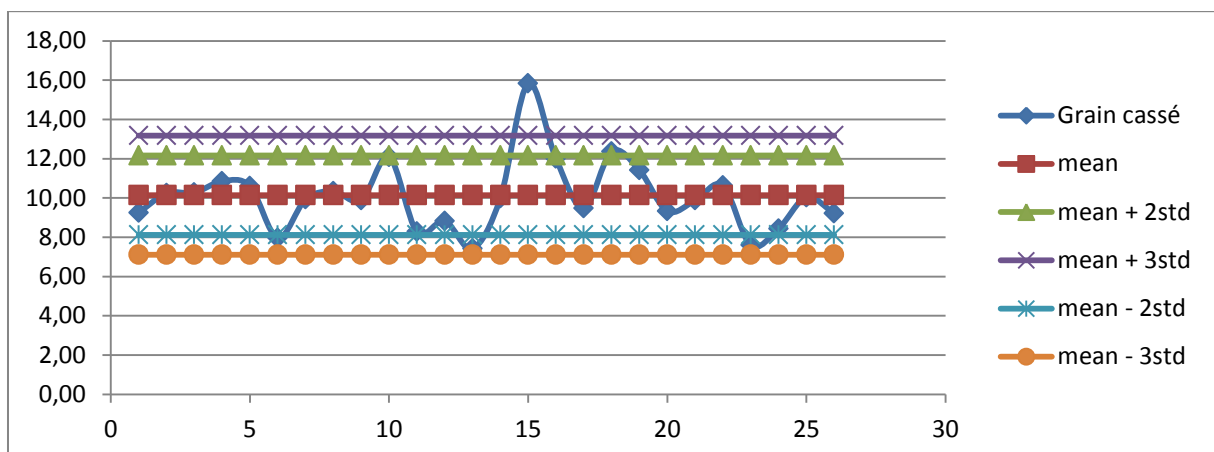
9.3 CARTE DE CONTRÔLES

Pour prouver que la caméra est stable dans le temps il faut que les valeurs soit reprises entre « mean + 2std » et « mean - 2std », c'est-à-dire les lignes représentées en vert et en bleu clair

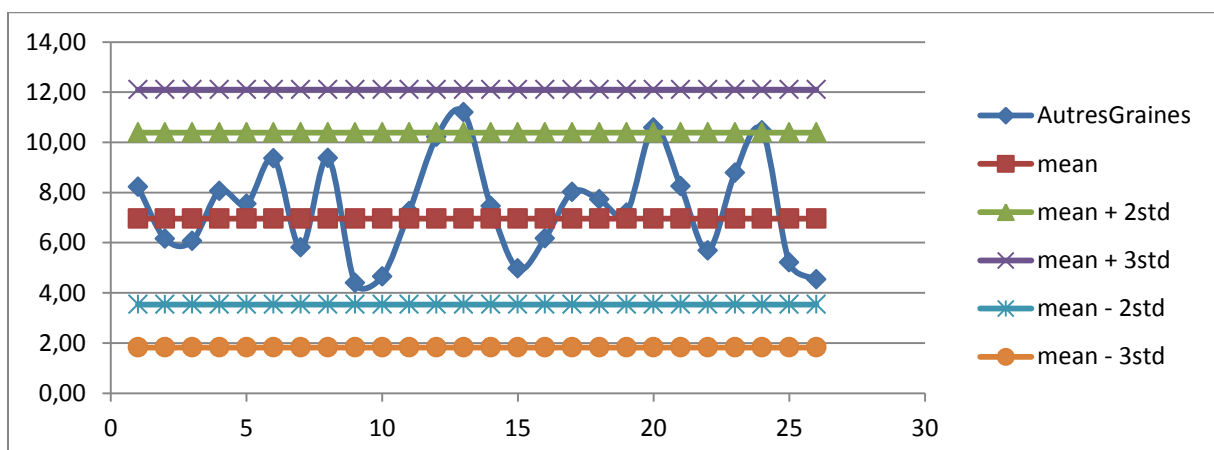
- Classe des germes



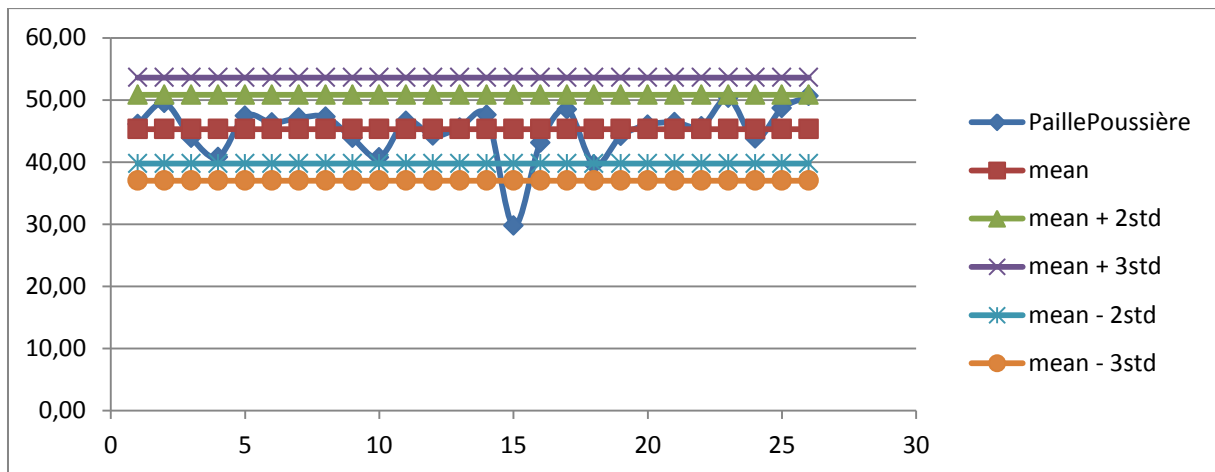
- Classe des grains cassés



- Classe des autres graines



- Classe des pailles et poussières



9.4 RÈGLEMENT UE N° 1272/2009

L'annexe I du règlement (UE) n° 1272/2009 est modifié comme suit:

1) Les parties II à V sont remplacées par le texte suivant:

«PARTIE II

Exigences de qualité minimales visées dans la partie I

	Blé dur	Blé tendre	Orge	Maïs	Sorgho
A. Teneur maximale en eau	14,5 %	14,5 %	14,5 %	13,5 %	13,5 %
B. Pourcentage maximal d'éléments qui ne sont pas des céréales de base de qualité irréprochable	12 %	12 %	12 %	12 %	12 %
1. Grains brisés	6 %	5 %	5 %	5 %	5 %
2. Impuretés constituées par des grains	8,5 %	7 %	12 %	5 %	5 %
2.1. Impuretés autres que grains mouchetés	5 %	7 %	12 %	5 %	5 %
a) grains échaudés	X	X	X	n.a.	n.a.
b) autres céréales	3 %	X	5 %	X	X
c) grains attaqués par les déprédateurs	X	X	X	X	X
d) grains présentant des colorations du germe	X	X	n.a.	n.a.	n.a.
e) grains chauffés par séchage	0,50 %	0,50 %	3 %	0,50 %	0,50 %
2.2. Grains mouchetés	3,5 %	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
3. Grains germés	4 %	4 %	6 %	6 %	6 %
4. Impuretés diverses:	4,5 % (*)	3 %	3 %	3 %	3 %
dont:					
a) graines étrangères:					
— nuisibles	0,10 %	0,10 %	0,10 %	0,10 %	0,10 %
— autres	X	X	X	X	X
b) grains avariés:					
— grains détériorés par un échauffement spontané et par un séchage trop brutal	0,05 %	0,05 %	X	X	X
— grains fusariés	1,5 %	X	X	X	X
— autres	X	X	X	X	X
c) impuretés proprement dites	X	X	X	X	X
d) balles (fragments de rafles pour le maïs)	X	X	X	X	X
e) ergot	0,05 %	0,05 %	n.a.	n.a.	n.a.

	Blé dur	Blé tendre	Orge	Maïs	Sorgho
f) grains cariés	X	X	n.a.	n.a.	n.a.
g) impuretés d'origine animale	X	X	X	X	X
C. Pourcentage maximal de grains mitadinés, même partiellement	27 %	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
D. Teneur maximale en tanins (**)	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1 %
E. Poids spécifique minimal (kg/hl)	78	73	62	n.a.	n.a.
F. Taux minimal de matières protéiques (**)	11,5 %	10,5 %	n.a.	n.a.	n.a.
G. Temps minimal de chute en secondes (Hackera)	220	220	n.a.	n.a.	n.a.
H. Indice minimal de Zélény (ml)	n.a.	22	n.a.	n.a.	n.a.

"X" analyse requise sans limite spécifique, mais dont la teneur est à prendre en compte au titre des limites maximales fixées aux points 2 et 4 du tableau.

"n.a.": non applicable, ne nécessitant pas d'analyse.

(*) dont au maximum 3 % pour les impuretés autres que grains fusariés. (**) En % de la matière sèche.

Les éléments qui ne sont pas des céréales de base de qualité irréprochable sont ceux définis dans la partie III de la présente annexe.

Les grains de céréales de base et d'autres céréales qui sont avariés ou cariés sont classés dans la catégorie "impuretés diverses", même s'ils présentent des dommages relevant d'autres catégories. V, VI et VII de la présente annexe.»