

La mesure de l'Indice de Chute de Hagberg en 1 min par fluorescence

Fatma Allouche, Marc Spiteri, Frédéric Leccia, Stephane Oddos et Inès Birlouez-Aragon

(1) SPECTRALYS Innovation, 102 avenue Gaston Roussel, 93230 ROMAINVILLE

Ines.birlouez@spectralys.fr

Avec la collaboration des coopératives AXEREAL, VIVESCIA, le Centre Wallon de recherche agronomique et le laboratoire SGS

La mesure de l'indice de chute de Hagberg en 1 min par fluorescence

Après la récolte 2014 désastreuse en terme de qualité meunière du blé tendre, un consortium de coopératives a soutenu activement le développement d'une solution analytique simple, non destructive et en temps réel pour la mesure de l'indice de chute de Hagberg (ICH) en silo. Cette mesure permet d'alloter selon l'ICH dès la réception des grains.

La fluorescence permet de recueillir des informations physico-chimiques d'un échantillon de blé avec une sensibilité jusque 100 fois plus grande que la réflectance infrarouge. Elle permet ainsi de rendre compte des multiples changements physiologiques et biochimiques résultant d'une pré-germination sur pied du blé.

2500 échantillons ont été fournis par les coopératives et mesurés sur un analyseur de fluorescence conçu par nos soins, le Céréalys. Un modèle de calibration a été construit à partir des informations de fluorescence et des mesures de référence (ICH Ref, NF ISO 3093). La justesse de la mesure est de 42 s en moyenne sur la plage 60-450 s avec une fidélité de 26s et une répétabilité de 9 s. Ces performances sont équivalentes à celles observées lors de mesures de référence en laboratoire durant la période de récolte.

Measurement of the Hagberg Falling Number in 1 min using fluorescence spectroscopy

Following the exceedingly low quality of the 2014 wheat harvest, a group of pioneering cooperatives actively supported the development of a simple, non-destructive, real-time analytical solution for the assessment of the Hagberg Falling Number (FN). Such a measurement, that can be carried out on any incoming batch in a straightforward fashion by operators in silos, opens up new possibilities in the way grains are assembled together in silos according to their FN.

The sensitivity of fluorescence spectroscopy to detect physicochemical changes in wheat samples is up to 100 times greater than that of infrared reflectance-based analytical methods, making it possible to account for the multiple physiological and biochemical changes resulting from wheat pre-germination. The spectra of 2500 representative wheat samples provided by the cooperatives supporting the projet were analysed on Spectralys' Cerealys system. A calibration model was then constructed using those fluorescence spectra and reference measurements carried out with the reference method (NF ISO 3093). Here, we show that the accuracy of measurements carried out with Cerealys is 42 s on average in the 60-450 s range with a fidelity of 26s and a repeatability of 9s. Satisfactorily, these results are in line with the Reference method as carried out in laboratories under harvest period.

INTRODUCTION

La qualité meunière du blé est évaluée au travers de l'indice de chute de Hagberg (ICH) qui mesure la vitesse de chute d'une tige de verre dans un mélange de broyat de blé et d'eau bouillante. Cette mesure est simple mais prend 10 à 20 min et nécessite de nettoyer le broyeur et la verrerie utilisés pour la mesure. C'est une mesure adaptée à un environnement de laboratoire. Or, la mesure de l'ICH est indispensable dès la réception de la récolte en silo dans le cas où les blés ont germé sur pied. En effet, un

ICH inférieur à 220 s est associé à un risque de mauvaise qualité boulangère liée à la présence d'une activité amylasique et d'une dégradation de l'amidon. Il est donc important de rejeter les grains altérés pour ne pas contaminer les cellules de blé meunier conformes. Ceci est d'autant plus indispensable qu'un seul mauvais lot de blé sur 10 peut suffire à dégrader la qualité de l'ensemble de la cellule. L'objectif de notre projet était de développer une méthode simple en 1 min pour permettre la mesure en silo dès la réception des grains pour assurer l'allotement et le paiement du blé sur la valeur ICH.

1. MATERIEL ET METHODES

1.1. Echantillons

4500 échantillons provenant de différentes coopératives ont été collectés entre 2012 et 2017 de sorte à couvrir toutes les régions françaises et belges.

Les mesures de référence ont été réalisées par les laboratoires de ces coopératives. Les valeurs sont distribuées entre 60s et 460s. Une étude inter-laboratoire a été conduite sur 10 échantillons homogènes et propres pour estimer la fidélité de la mesure de référence dans les conditions de la norme NF ISO 17043. Une autre étude couplant 4 laboratoires de ces coopératives a été réalisée sur 51 échantillons de la base de données fournie en période de récolte pour la construction du modèle.

1.2. Mesures du CéréalyS et traitement des données

Un fluorimètre compact a été conçu pour permettre l'analyse d'une surface de 9 cm de diamètre assurant une bonne représentativité des grains. Les spectres acquis à l'aide d'un spectromètre, après illuminations monochromatiques dans l'UV-visible, sont traités pour extraire et réduire les données spectrales (modèle PARAFAC). Une régression multilinéaire est construite à partir des scores de chacune des variables réduites des 2500 échantillons et des mesures ICH de référence.

Les performances de la mesure sont évaluées au travers de l'erreur de prédiction RMSEP par tranches de valeurs ICH et par le pourcentage de faux positifs (échantillons avec ICH<220s prédit au-dessus) et faux négatifs (échantillons avec ICH>220s prédit au-dessous) pour les années 2016 et 2017.

2. PERFORMANCE DE LA MESURE ICH PAR CEREAALYS

L'étude inter-laboratoire sur 8 laboratoires et 10 échantillons propres et homogènes fournit des résultats conformes à la norme NF ISO 3093, avec 9,2% d'erreur de reproductibilité. La comparaison des résultats fournis par 4 de ces laboratoires sur échantillons tout-venant, tels qu'utilisés pour la construction du modèle de fluorescence, révèle en revanche une erreur (Syx) de 55s (erreur relative de 25%) (Figure 1).

La performance de la mesure par fluorescence est calculée par l'erreur de prédiction (RMSEP) pour 2016/2017:

ICH<180s: 72/78s; 180<ICH<300s: 39/39,5s; ICH>300s: 59/84 s, avec 13%/6% de faux positifs.

La Figure 2 représente la régression entre la prédiction des 2542 échantillons de 2017 et la mesure de référence en période de récolte.

Les erreurs de répétabilité (9s) et reproductibilité (26s ; 12%) ont été calculées à partir de 10 échantillons mesurés en trois exemplaires sur 8 appareils répartis entre 8 laboratoires.

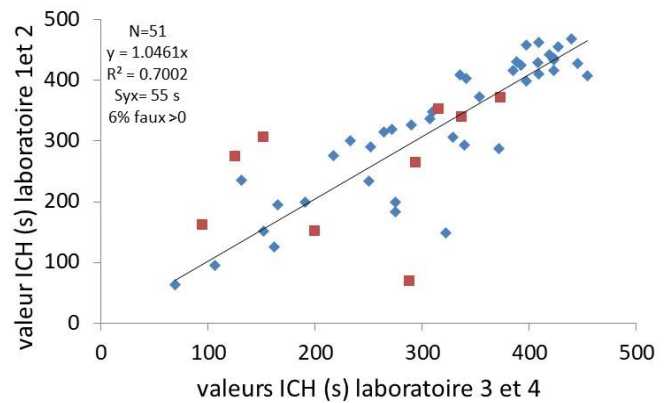


Figure 1 – Régression entre les mesures de référence ICH de 4 laboratoires sur échantillons de blé tout-venant

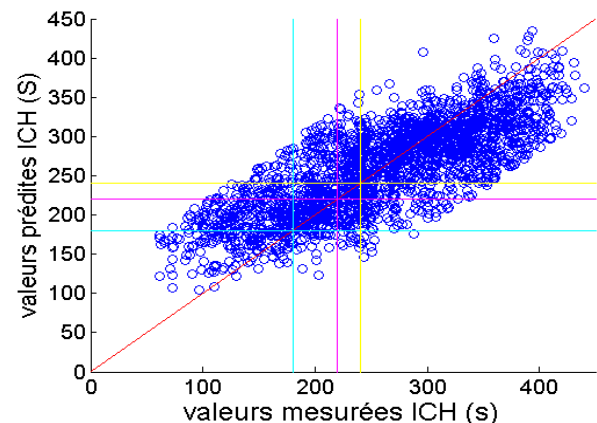


Figure 2 – Régression entre la mesure ICH par fluorescence sur CéréalyS et les mesures de référence : N=2542, RMSEP 50 s, 7% faux>0

CONCLUSION

Cette étude montre que la fluorescence est une technologie de choix pour permettre la mesure non destructive de l'ICH en 1 min. La répétabilité et la fidélité sont de même ordre de grandeur que celles de la méthode de référence. Malgré une exactitude inférieure à celle de la méthode de référence réalisée selon les conditions de la norme, l'application de celle-ci en conditions réelles de récolte révèle une erreur équivalente. Ainsi l'analyseur CéréalyS permet pour la première fois de mesurer l'ICH en silo et de valoriser les grains meuniers grâce à un allotement dès la réception qui sépare les blés meuniers non conformes destinés à l'alimentation animale et les blés meuniers conformes destinés à la meunerie. L'erreur de mesure, référence et alternative, reste cependant relativement élevée au regard de l'impact sur le prix du blé et la qualité des produits de 1° et 2° transformation. Il serait plus approprié de considérer une plage de valeurs cible (200-240s par ex), pour être plus conforme au niveau d'exactitude de cet indicateur, le temps d'identifier peut-être un indicateur plus pertinent et précis de prédiction de la qualité boulangère du blé meunier.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- M. Haseeb Ahmad, Marius Nache, Stephanie Waffenschmidt, Bernd Hitzmann. Journal of Food Engineering 182 (2016) 65-71
- Jad Rizkallah, Francisco J.Morales,Lamia Ait-ameur,Vincenzo Fogliano, Alexia Hervieu, Mathilde Courel, Inès Birlouez-Aragon. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems. 93 (2008), 99-107
- A.Saadi, I.Lempereur,S.Sharonov,J.C.Autran,M.Manfait Journal of Cereal Science. 28 (1998) 107-114
- Jakob Christensen, Lars Nørgaard, Rasmus Bro, Søren Balling Engelsen. Chemical Reviews 106 (2006) 1981-1994