DK530942 CD_RP15336

Centre
de coopération
Internationale
en Recherche
Agronomique
pour le
Développement

Plan d'adaptation de la filière riz camarguaise

Convention d'execution ONIC/CIRAD

Compte Rendu Action 5, Axe 3

« Développement d'une caractérisation qualitative globale par spectrométrie proche infra-rouge »

C. MESTRES, F. DAVRIEUX

J. GRABULOS, F. MATENCIO, V. FALLET

CIRAD
000079031
2006

Action 5 : Développement d'une caractérisation qualitative globale par spectrométrie proche infra-rouge

1 Introduction

La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) est un outil aux potentialités élevées pour accompagner le développement d'un riz de Camargue aux qualités « spécifiques ». Cette technique peut être utilisée en routine très tôt lors de la sélection variétale (elle demande peu d'échantillons et est non destructrice – acquisition sur grains entiers) et permet de prédire la qualité d'un lot de riz pour la relier à ses antécédents agro-climatiques ou technologiques. La SPIR pourrait devenir un outil pour une caractérisation globale de la qualité du riz de Camargue : depuis le comportement à la transformation jusqu'à la qualité culinaire, nutritionnelle et sanitaire, en passant par la caractérisation physico-chimique.

Cette technique demande toutefois une phase de calibration qui nécessite plusieurs centaines d'échantillons pour être suffisamment fiable et robuste et un entretien de la calibration annuel sur quelques dizaines d'échantillons qui continueront à alimenter la base de référence. Le CIRAD dispose actuellement d'une première base de données de spectres et de données de référence pour les caractères teneurs en protéines et amylose, ainsi que température de gélatinisation. Cette base comporte environ 500 riz environ de diverses origines acquis sous forme blanchi entier et broyé, et environ 250 riz acquis sous forme de cargo. En partant de cette base de référence, développée sur un appareil de « type recherche » et mis à disposition par le CIRAD, l'objectif général de cette action est triple :

- focaliser la base initiale plus spécifiquement sur les riz de Camargue,
- étendre la base initiale à des caractères qualitatifs complémentaires tels que : aptitude technologique (rendements au décorticage, et à l'usinage), rhéologie (RVA, comportement à la cuisson), voire arôme, ou présence de mycotoxines,
- développer une calibration pour un appareil SPIR de « type application », implantable chez les partenaires de la filière. La démarche consiste dans ce cas à calibrer le second appareil (type application) à l'aide d'échantillons préalablement prédits avec l'appareil type recherche

Durant la première année du projet, il était prévu :

- d'acquérir une première série d'échantillons (collectés en Camargue 2004) sur les deux appareils SPIR afin de construire des bases de données représentatives des riz

de Camargue. On ajoutera cette nouvelle série à la base existante pour le « SPIR recherche »,

- d'ajuster les paramètres de calibration (certains échantillons étant analysés au laboratoires (amylose, protéines, température de gélatinisation) pour le « SPIR recherche », et de commencer à étendre les calibrations à de nouveaux paramètres de qualité (comportement à la cuisson) mais aussi aptitude à l'usinage et comportement rhéologique mesuré au RVA par le CFR,
- de tester le développement de calibration sur le SPIR « type application ».

2 Mise à jour et développement de la base « SPIR Recherche »

2.1 Méthodologie

2.1.1 Analyses de références

La détermination en laboratoire des trois critères physico-chimiques a été effectuée sur riz blanchis broyés. Toutes les analyses ont été réalisées en double.

La teneur en protéines totales est déterminée par la méthode KJELDHAL selon la norme AFNOR V 03-607, avec un coefficient multiplicatif de 5,95. La teneur en amylose et la température de gélatinisation sont déterminées par analyse enthalpique différentielle à l'aide d'un calorimètre DSC7 (Perkin Elmer), selon les méthodes décrites par Mestres et al. (1996, 2000).

2.1.2 Acquisition des spectres

Les acquisitions SPIR ont été effectuées sur un appareil Foss- Perstorp 6500 en mode réflectance, à l'aide d'un module tournant. Les données spectrales ont été collectées et traitées avec le logiciel WIN-ISI (Infrasoft International).

Les acquisitions ont été réalisées sur riz cargo. Les échantillons sont préalablement conditionnés en humidité par stockage dans une pièce climatisée (20°C, 65 % humidité relative) puis triés manuellement. Deux cellules (mini-coupelles) sont remplies par environ 6,5 grammes de riz pour chaque échantillon.

Les spectres sont acquis en réflexion diffuse entre 400 nm et 2500 nm (visible et proche infrarouge), avec un pas de 2 nm. Pour chaque échantillon, une séquence 16/32/16 (16 mesures de la céramique de référence puis 32 mesures de l'échantillon puis à nouveau 16

mesures de la céramique) a été effectuée. Le spectre d'absorbance en log(1/R) est obtenu par moyenne de ces mesures et comparaison à la référence.

On calcule l'erreur quadratique moyenne (RMS) entre les deux spectres enregistrés pour un même riz, à l'aide de la formule :

$$RMS(i) = \sqrt{\sum_{j}^{p} \frac{(\overline{X}_j - X_{ij})^2}{p}}$$

Avec :

X_{ij} est la valeur d'absorbance du i éme spectre pour la longueur d'onde j.

$\overline{X}_j = \frac{1}{2}\sum_{i}^{2} X_{ij}$ est la moyenne de l'absorbance pour la longueur d'onde j.

p est le nombre de longueurs d'onde (j varie de 1 à p).

Les valeurs de RMS estimées sont en moyenne de l'ordre de 250 µabs pour les riz cargo. Ces valeurs sont une indication de la répétabilité de la mesure. Une limite supérieure de RMS est fixée à 300 µabs. Si la valeur de RMS calculée pour les deux coupelles d'un même échantillon est supérieure à cette limite, une troisième coupelle est préparée et acquise. Si elle est inférieure à la limite fixée, le spectre moyen est calculé. Celui-ci est standardisé à l'aide d'une cellule de référence scellée qui sert aussi de contrôle périodique du matériel permettant de détecter toute dérive anormale.

2.1.3 Construction des bases spectrales

Une correction de dispersion de la lumière a été réalisée sur les spectres. Une transformation SNV (Standard normal Variate) et une correction de tendance (De Trending) sont appliquées. Les spectres sont traités en dérivée seconde, calculée tous les 5 nm avec un lissage de courbe calculé sur 5 points (2,5,5).

La SPIR repose sur l'analyse d'un jeu d'échantillons bien défini pour une calibration et sur un modèle mathématique permettant de décrire la variabilité. Le modèle est valide s'il respecte 2 conditions :

- validité externe (~ représentativité). Le modèle doit être construit à partir d'un nombre et d'une variété suffisante d'échantillons pour que tous les cas possibles soient prévus,
- validité interne. Les données sur lesquelles le modèle est bâti doivent être fiables et sûres, les échantillons hors normes (outliers) seront donc écartés de la base.

Une Analyse en Composantes Principales (ACP) est réalisée pour valider les données. Elle est calculée sur la matrice des données spectrales centrées, en utilisant l'inverse de la matrice des variances/covariances comme métrique. Sur la base de la matrice des Composantes Principales (CPs), la distance H de Mahalanobis au spectre moyen est calculée pour chaque spectre. Les échantillons présentant une distance H supérieure à 3 sont éliminés de la base.

2.1.4 Calibration

Différentes calibrations sont développées en utilisant les paramètres suivants :

- restriction des données au seul proche infrarouge (908 à 2500 nm), le domaine visible apportant un « bruit de fond » néfaste à la calibration,
- correction de dispersion de la lumière de type SNVD,
- dérivée seconde des spectres et lissage (2,5,5),
- régression PLS (Partial Least Square) ou réseau de neurones
- rejet des échantillons présentant une erreur de calibration anormale par un test Student à un seuil de 2,5. Trois passages successifs sont effectués et tous les échantillons ayant une valeur supérieure au seuil sont écartés,
- validation croisée. Quatre sous-groupes sont tirés au hasard dans la population et chacun sert alternativement à tester la validation du modèle de prédiction bâti sur les 3 autres sous-groupes. Cette technique permet de tester la robustesse de la calibration.

Chaque équation de prédiction est caractérisée par un ensemble de paramètres :

- nombre d'échantillons utilisés pour la calibration (Nc), nombre de t- outliers (NO),
- moyenne et écart type (ET) de la population,
- coefficient of détermination (R^2) de la régression, erreurs standards de calibration (SEC), et de validation croisée (SECV). La performance de la calibration est aussi évaluée par le RPD (ratio of performance deviation) qui est le rapport entre ET et SECV.

2.2 Construction des bases spectrales

La base initiale a été réalisée en 2000-2001 à partir d'une population d'environ 215 riz cargo issus de différents pays européens. Environ une cinquantaine de riz de Camargue récoltés en 2003 et 2004 ont été ajoutés à cette base : ils ont été acquis en SPIR sous forme cargo, puis blanchis et broyés pour être analysés par les méthodes de référence pour leur teneurs en protéines, amylose et leur température de gélatinisation.

Les deux populations présentent des distributions de teneur en protéines et amylose et température de gélatinisation comparables (Figure 1). On note en particulier deux sous-populations au niveau des teneurs en amylose avec des pics de distribution respectifs de 16-18 % (bs) et 24-26 % (bs).

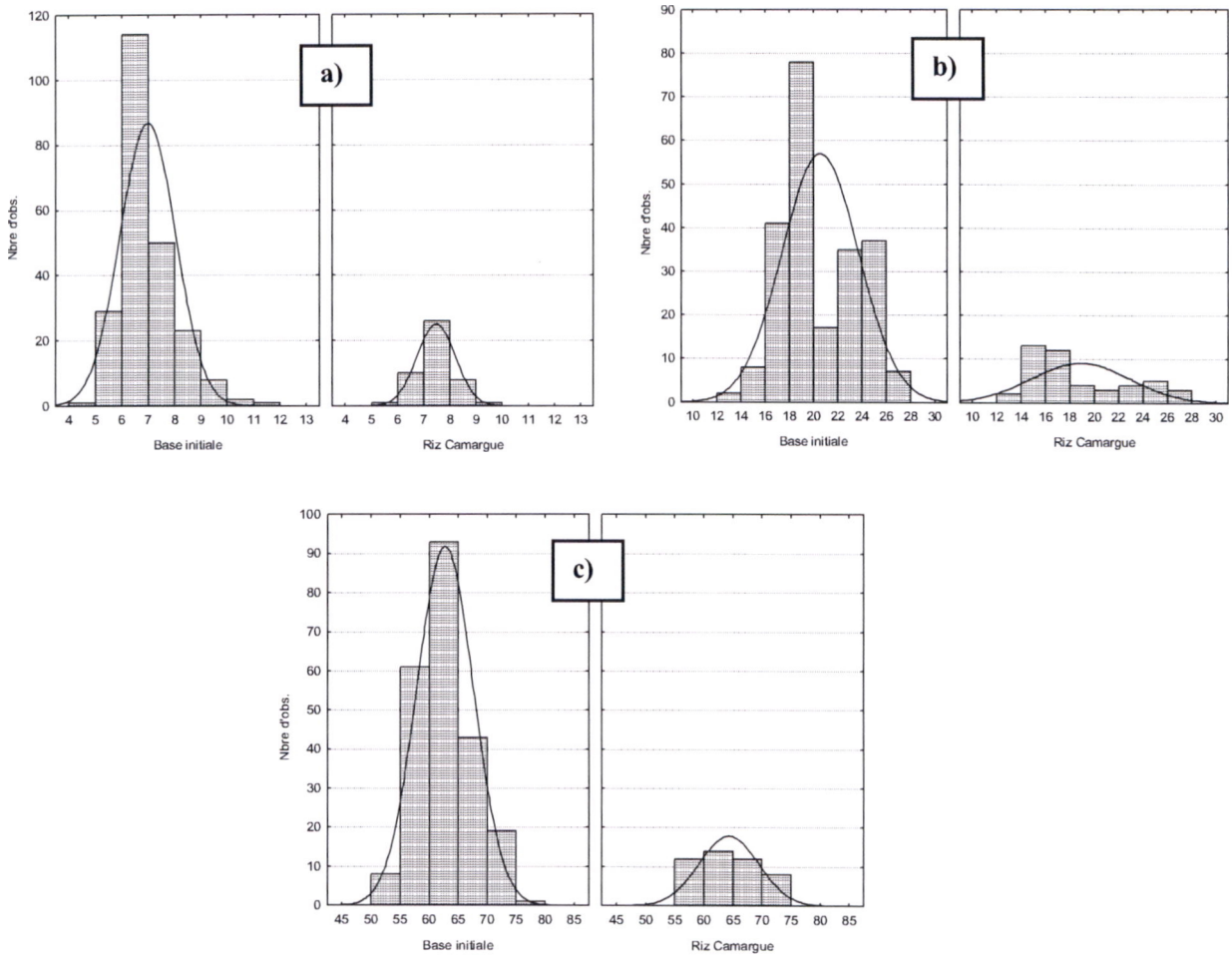

Figure 1. Distributions des teneurs en protéines (a) et amylose (b) et température de gélatinisation (c) de la base initiale et des riz de Camargue

Malgré cette similarité en terme de qualité de grain, les deux populations (initiale et Camargue) ont des spectres infra rouge fortement éloignés, avec des valeurs de H (distance de Mahalanobis) moyennes de 46, quand la population de Camargue est positionnée sur l'ACP formée par la base initiale. Ce biais important est sans doute dû à la mise à jour du matériel SPIR qui a subi un entretien majeur (changement du moteur d'encodage) entre 2001 et 2004. Il n'a pu être corrigé par la standardisation des spectres. Nous avons donc dû reconstruire une ACP avec l'ensemble des données. Seuls quatre échantillons sont alors détectés comme outliers (valeur de H supérieure à 3) ; ils appartiennent tous à la base initiale. La valeur

moyenne de H reste encore relativement élevée, ce qui est sans doute lié à une correction incomplète des données par l'ACP. On remarque en effet sur le plan 1/2 de l'ACP que les deux populations de riz apparaissent encore séparées (Figure 2). Nous espérons corriger ce biais en continuant d'alimenter la base avec de nouveaux échantillons issus de Camargue.

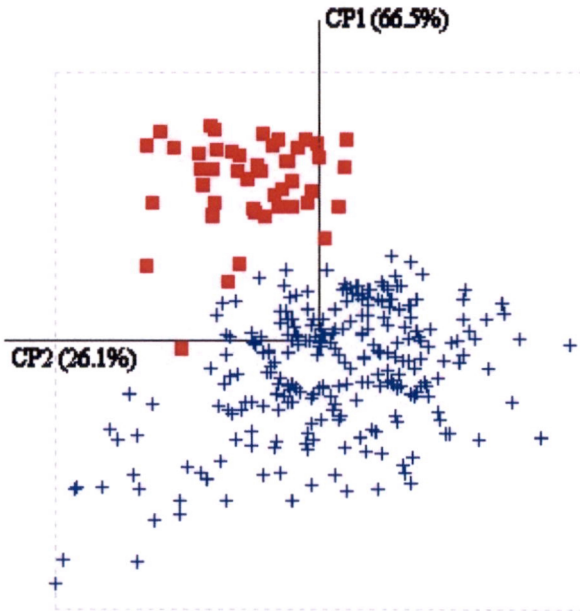

Figure 2. Représentation de la population initiale (+) et de la population de riz de Camargue (■) sur le plan 1/2 de l'ACP

Ceci se traduit par un biais systématique dans les prédictions des caractères des riz de Camargue en utilisant les équations de prédiction de la base initiale. La teneur en protéines est ainsi sous-estimée de 2 % environ (Figure 3). De nouvelles calibrations doivent donc être définies en intégrant les 50 échantillons de riz de Camargue.

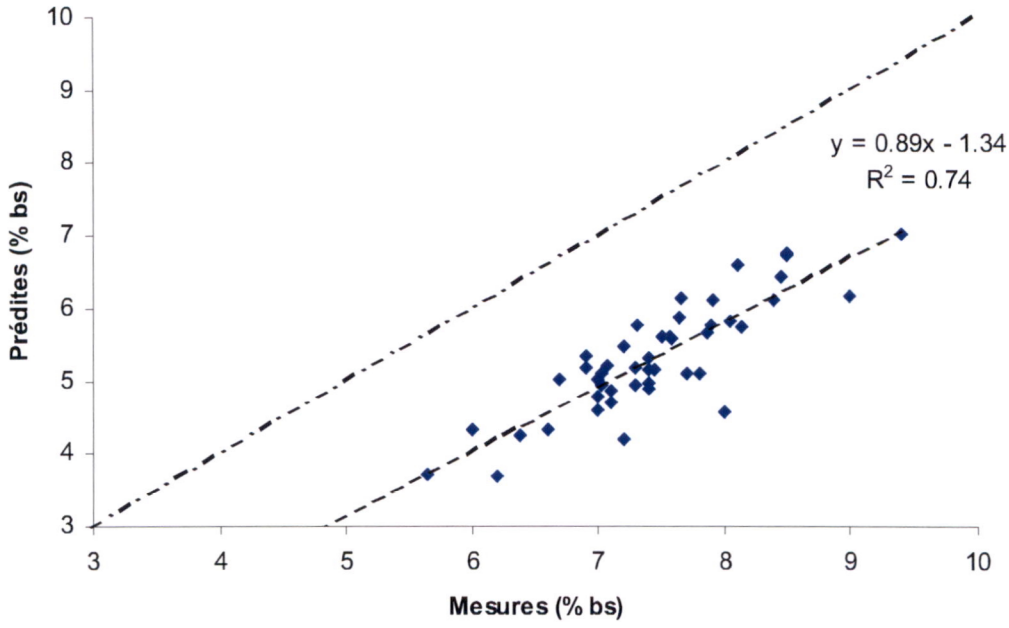

Figure 3. Relation entre teneur en protéines mesurée et prédite par l'équation initiale

2.3 Calibrations

Les caractéristiques des calibrations réalisées sur la base initiale de riz cargo sont présentées dans le Tableau 1. Elles ont été réalisées par PLS.

Tableau 1. Calibrations initiales sur riz cargo

Caractère	Nc	ET	SEC	R^2	SECV	RPD	Nb de termes PLS
Protéines (% bs)	214	0,95	0,15	0,98	0,22	3,8	11
Amylose (% bs)	219	3,1	1,42	0,79	1,88	2,0	8
Tgel (°C)	213	4,8	1,06	0,95	1,61	2,5	13

En se basant sur la classification des RPDs proposée par Williams (2004)ces calibrations sont correctes pour la teneur en protéines, faible pour la température de gélatinisation et très faible pour la teneur en amylose (Tableau 2). Les RPD sont meilleures pour les calibrations sur riz blanchi entier avec des RPDs respectifs de 9,5, 3,5 et 2,9. Ceci est lié :

- à la base de donnée plus large sur riz blanchi broyé (environ 600 échantillons),
- aux phénomènes de dispersion de la lumière sur grain entier, plus importants que sur poudre, et qui ne sont sans doute que parfaitement corrigés par le traitement du signal (SNVD),

- au fait que l'on corrèle, dans le cas présent, des caractères de riz blanchi à des spectres de riz cargo. On ajoute ainsi un biais systématique.

Nous avons toutefois privilégié cette voie plus prometteuse en terme de rapidité de mesure et plus proche des conditions de mesures sur l'appareil de routine (INFRATEC) qui travaille sur paddy (cf § 3).

Tableau 2. Classification de calibrations en fonction de leur RPD (d'après Williams, 2004)

RPD	Classification	Application
0.0 – 2,3	Très faible	Non recommandé
2,4 – 3,0	Faible	Sélection rapide
3,1 – 4,9	Correct	Sélection
> 5,0	Bon à très bon	Toute application

Après ajout des 50 échantillons de riz de Camargue, les calibrations sont améliorées pour la teneur en protéines et la température de gélatinisation (Tableau 3). Ceci se traduit en particulier par une légère augmentation du RPD, mais aussi par une diminution du nombre de termes PLS nécessaires. Ce dernier point révèle une amélioration de la robustesse de la calibration.

Tableau 3. Calibrations sur cargo en incluant les 50 variétés de Camargue

Caractère	Nc	NO	ET	SEC	r^2	SECV	RPD	Nb de termes PLS
Protéines (% bs)	258	16	0,93	0,21	0,95	0,24	3,9	10
Amylose (% bs)	263	8	3,32	1,48	0,80	1,86	1,8	11
Tgel (°C)	261	10	4,93	1,39	0,92	1,71	2,9	11

Les droites de régression représentant les valeurs prédites à partir du SPIR en fonction des valeurs mesurées au laboratoire montrent que ces deux caractères sont prédits correctement sur toute la plage de variation (Figure 4, Figure 5). On note en particulier que les riz de Camargue (□) sont bien prédits par les calibrations bien que celles-ci aient été établies sur à peine 50 échantillons de riz de Camargue pour plus de 200 riz originaires d'autres pays européens. La base de données spectrales représente donc bien ces « nouveaux » riz.

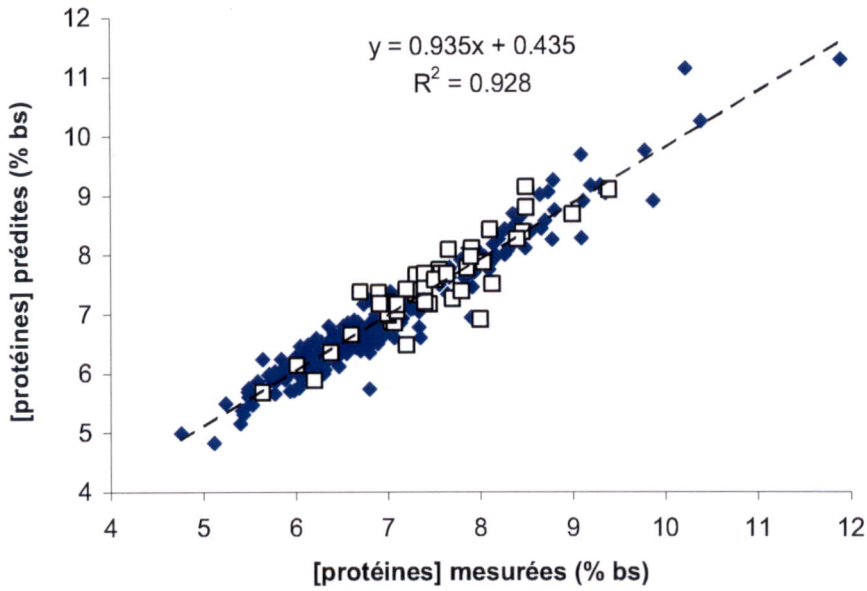

Figure 4. Régression entre valeurs prédite et mesurée pour la teneur en protéines

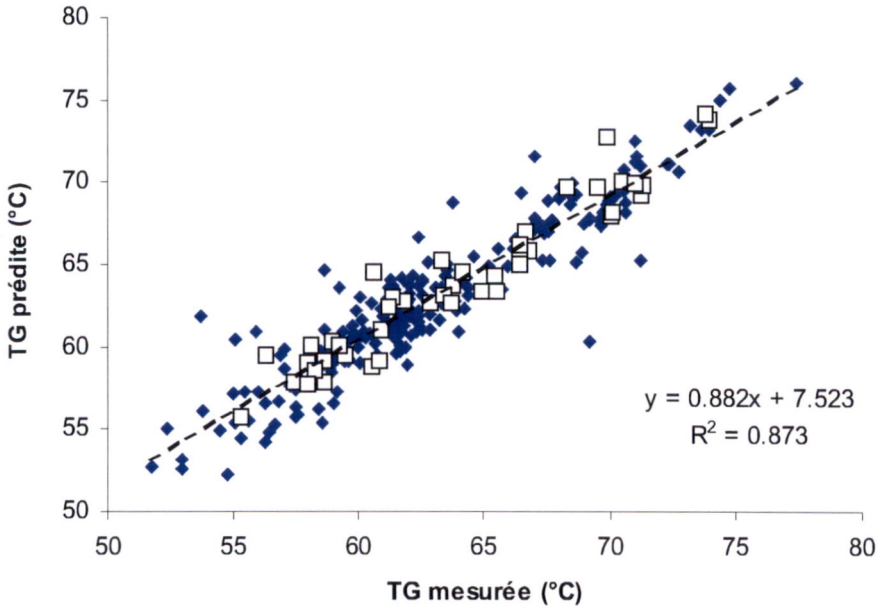

Figure 5. Régression entre valeurs prédite et mesurée pour la température de gélatinisation

La régression n'est en revanche pas satisfaisante pour la teneur en amylose, avec un RPD qui diminue et un nombre de termes PLS qui augmente. Nous avons donc réalisé une calibration en utilisant un algorithme de réseau de neurones qui donne les résultats suivants (Tableau 4). Le RPD augmente légèrement et la calibration semble plus robuste car l'erreur de validation

croisée (SECV) est proche (et même inférieure) à l'erreur du modèle (SEC). Nous garderons donc cette calibration pour la suite de l'étude, en espérant l'améliorer au fur et à mesure de nouvelles acquisitions de données.

Tableau 4. Calibration de la teneur en amylose à l'aide d'un réseau de neurones

Caractère	Nc	NO	Moyenne	ET	SEC	r^2	SECV	RPD
Amylose (% bs)	271	3	20.2	3.36	1.73	0.74	1.69	2.0

La base initiale (♦) et les riz de Camargue (□) sont prédits de manière équivalente par cette calibration (Figure 6). On remarque toutefois un double nuage de points (entre 13 et 21 % d'une part et entre 23 et 28 % d'autre part) qui correspond bien à la répartition bimodale des teneurs en amylose des échantillons analysés (Figure 1b). Ceci est un handicap pour développer une calibration et nous tenterons, dans l'avenir, d'y pallier en réalisant des mélanges de riz, deux à deux, appartenant à chacune des deux classes.

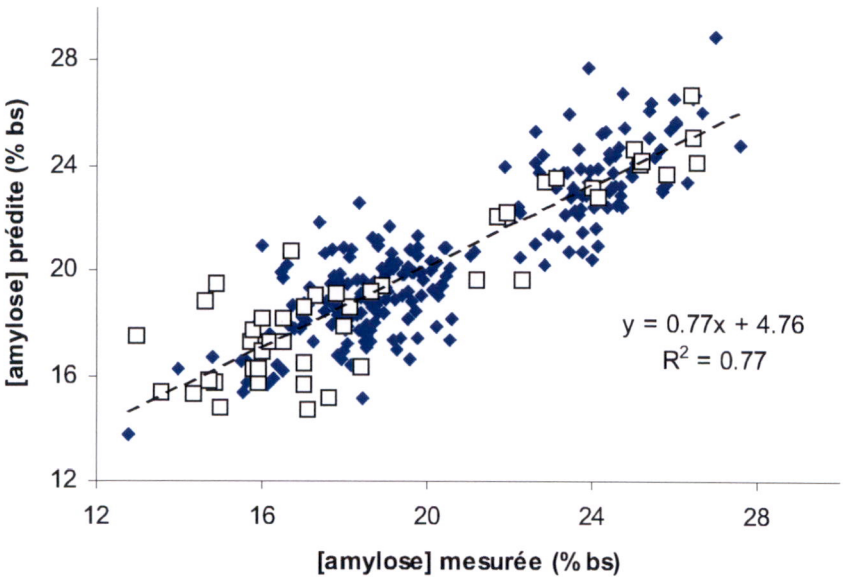

Figure 6. Régression entre valeurs prédite et mesurée pour la teneur en amylose

Au bilan (Tableau 5), les calibrations peuvent être évaluées par le RPD, mais aussi par l'erreur (SECV). Le SECV pour la teneur en protéines est comparable à celui obtenu par Barton et al (2000) sur une population de riz de même grandeur (214 échantillons ; SECV = 0,22) sur grains blanchis entiers, mais supérieur à celui obtenu par Delwiche et al. (1996) :

SECV = 0,13 pour 196 riz blanchis entiers. Parallèlement, le SECV de l'amylose obtenu sur grain cargo est légèrement supérieur à ceux obtenus par ces mêmes auteurs sur grain blanchi entier : respectivement 1,17 et 1,33. Cette plus faible précision peut s'expliquer par le fait que nous réalisons les acquisitions sur grains cargos pour les corréler aux teneurs en protéines et amylose du grain blanchi. Un comportement différent au blanchiment des variétés peut donc ajouter une variabilité supplémentaire. Une base d'échantillons plus large devrait permettre d'améliorer la précision des calibrations. Le SECV peut aussi être comparé à l'erreur de la mesure de référence (SEL). Le ratio entre ces deux erreurs exprime la perte de précision engendrée par la prédiction SPIR par rapport à une mesure directe par une méthode de référence. Ce ratio est idéalement de 1. Il en est effectivement assez proche pour la teneur en protéines, tandis que la perte de précision est importante pour les deux autres caractères.

Tableau 5. Performance des calibrations

Caractère	RPD	SECV	SEL	SECV/SEL
Protéines (% bs)	3,9	0,24	0,15	1,6
Amylose (% bs)	2,0	1,69	0,50	3,4
Tgel (°C)	2,9	1,71	0,23	7,4

Nous avons par ailleurs commencé à étendre les calibrations à d'autres caractères, en commençant par le temps de cuisson. Celui-ci est déterminé (cf Compte Rendu Action 4) comme le temps nécessaire pour atteindre un taux de gonflement de 2,5. Nous avons pour cela regroupé les données issues des variétés de Camargue récoltées en 2003 et 2004, soit 46 échantillons. Ce nombre réduit d'échantillons ne nous a pas permis d'utiliser une méthode d'ajustement type PLS, et nous avons donc effectué une régression multiple pas à pas. Deux absorbances (A_x) permettent alors de décrire 55 % (coefficient de détermination) de la variabilité du temps de cuisson (Figure 7) :

$$\text{Temps cuisson (min)} = -9{,}54 - 802 \times A_{1180} - 1674 \times A_{1964}$$

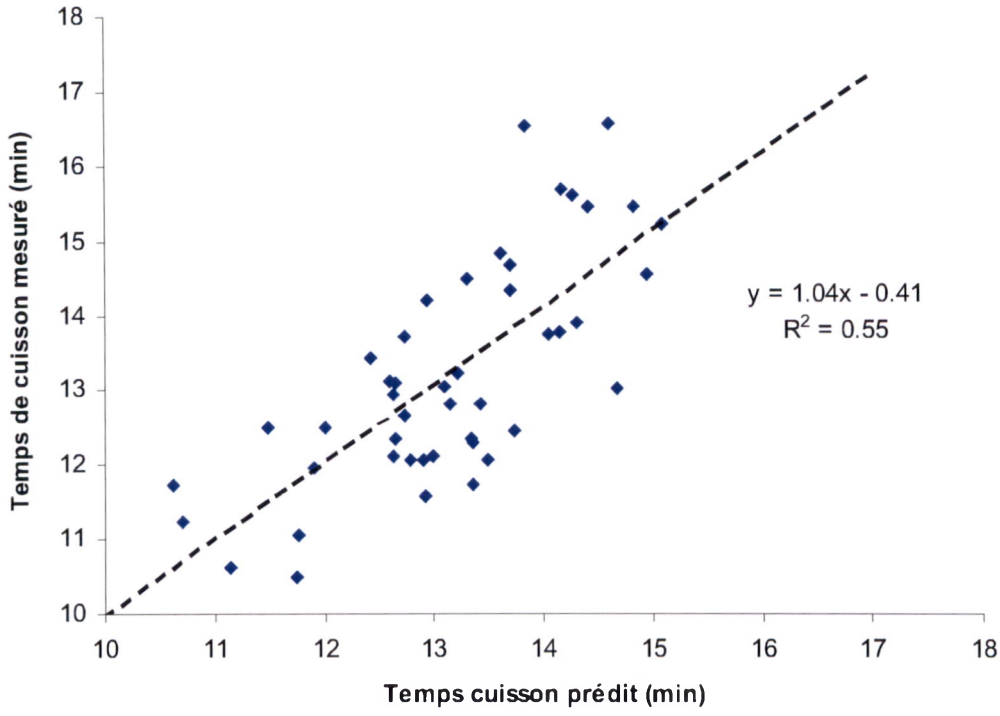

Figure 7. Régression entre temps de cuisson prédit et mesuré

L'écart type de calibration (SEC) est alors de 0,96, soit un RPD de 2,6. Ceci semble prometteur et sera poursuivi par l'acquisition de nouvelles données au cours des prochaines années du projet.

Nous n'avons pas en revanche calibré sur la base des données fournies par le CFR (rendement d'usinage et viscosité RVA) car les méthodes utilisées demandent à être certifiées pour pouvoir servir de données de référence pour une calibration. Ceci pourra être entamé durant la prochaine année du projet.

3 Développement d'une calibration sur un « SPIR Application »

3.1 Méthodologie

Un INFRATEC (modèle 1241, n°0985) a été mis à disposition gracieusement par la Société RSCS pour l'acquisition des données durant le mois de Mai. Afin de se rapprocher le plus possible des conditions d'utilisation en routine de cet appareil, les spectres ont été acquis au

format paddy. Le spectre est acquis en transmission entre 850 et 1048 nm avec un pas de 2 nm.

L'appareil a été placé dans une pièce climatisée (20°C, 65 % humidité relative) afin de limiter les biais liés à l'environnement (dérive en température en particulier). Le riz est placé dans la trémie d'alimentation et l'acquisition est réalisée sur 10 sous populations : l'échantillon est recyclé dans la trémie d'alimentation en cours d'acquisition si la quantité est insuffisante (une masse de riz paddy de 300 g environ est nécessaire pour réaliser l'ensemble des 10 acquisitions). La moyenne des spectres est enregistrée puis exportée au format de traitement sous WIN-ISI (Infrasoft International, Port Matilda, PA, USA).

3.2 Construction des bases spectrales et analyses de référence

121 riz paddy récoltés en Camargue en 2004, fournis par le CFR, ont été équilibrés en humidité dans une pièce climatisée (20°C, 65 % humidité relative) puis acquis sur l'INFRATEC. Ils ont ensuite été décortiqués puis triés manuellement et acquis au SPIR tel que décrit au § 2.1.2. Le traitement du signal et l'interprétation statistique sont aussi réalisés tels que décrits précédemment.

Positionnés sur l'ACP construite sur les riz de la base de calibration, les spectres SPIR des riz de la base INFRATEC présentent une distance H moyenne de 10,6. Ces riz apparaissent situés dans le plan 1/2 de l'ACP en position intermédiaire (□) entre ceux de la base initiale (+) et les riz de Camargue ayant servi à la calibration du SPIR (◆). Ces derniers ont par ailleurs été aussi acquis sur l'INFRATEC au format paddy afin de tester la validation de la calibration sur cet appareil.

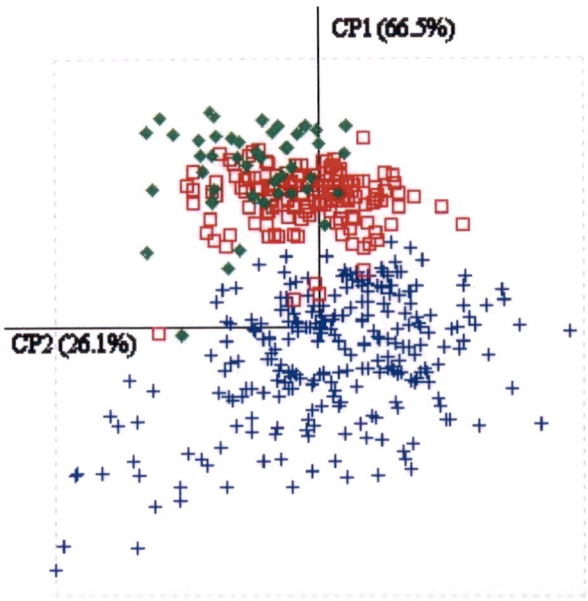

Figure 8. Positionnement, sur le plan 1/2 de l'ACP, des données spectrales SPIR des riz des bases initiale (+), Camargue (◆) et Infratec (□)

3.3 Calibrations de l'INFRATEC

Les 112 échantillons de la base INFRATEC ont été prédits grâce aux équations développées sur le SPIR 6500 (Tableau 3, Tableau 4, Annexe 1). Ces valeurs additionnées de celles déterminées sur les 52 riz de la base Camargue, ont servi de valeurs de référence pour la calibration de l'INFRATEC.

La calibration présente des performances correctes pour la teneur en protéines (Tableau 6) : le SECV est en particulier proche de celui de la calibration SPIR. On remarque par ailleurs que les échantillons dosés par les méthodes de référence (base Camargue ; □) sont correctement prédits par l'INFRATEC (Figure 9).

Tableau 6. Calibration sur riz paddy avec l'INFRATEC

Caractère	Nc	NO	Moyenne	ET	SEC	r^2	SECV	RPD
Proteines (% bs)	159	6	7.68	0.84	0.27	0.90	0.28	3.0
Amylose (% bs, PLS)	164	0	18.8	3.23	2.44	0.43	2.67	1.2
Tgel (°C)	163	2	62.6	4.57	2.48	0.70	2.64	1.7

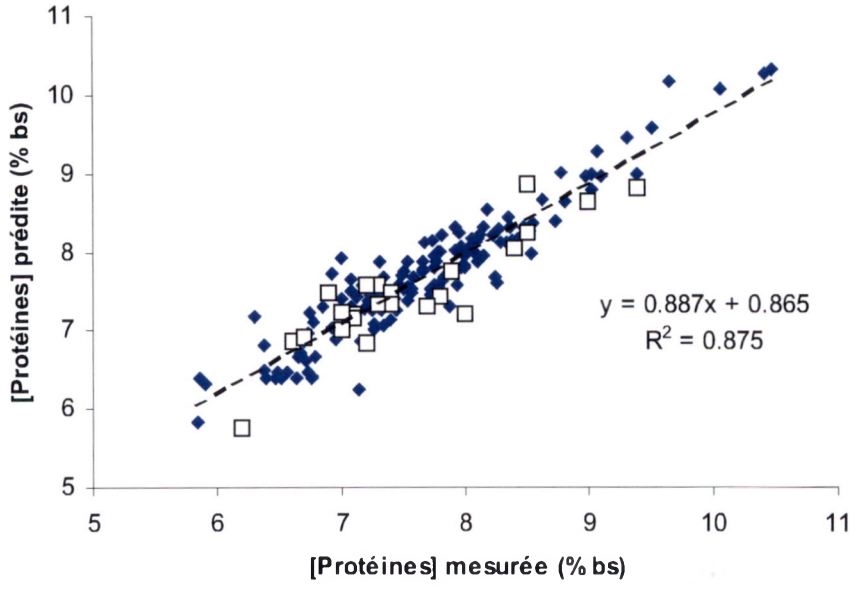

Figure 9. Régression entre teneurs en protéines mesurées et prédites par l'INFRATEC

La calibration est acceptable, mais perfectible, pour la température de gélatinisation. Les échantillons de la base Camargue, dont les températures de gélatinisation ont été effectivement mesurées par les méthodes de référence sont en particulier bien prédits (□, Figure 10). En revanche, les échantillons de la base INFRATEC (◆) présentent une dispersion plus importante autour de la droite de régression. Ceci est sans doute lié au fait que leurs valeurs de référence ont été prédites par le SPIR, et présentent une erreur plus élevée que l'erreur de mesure (Tableau 6). On accumule ainsi les sources d'erreurs.

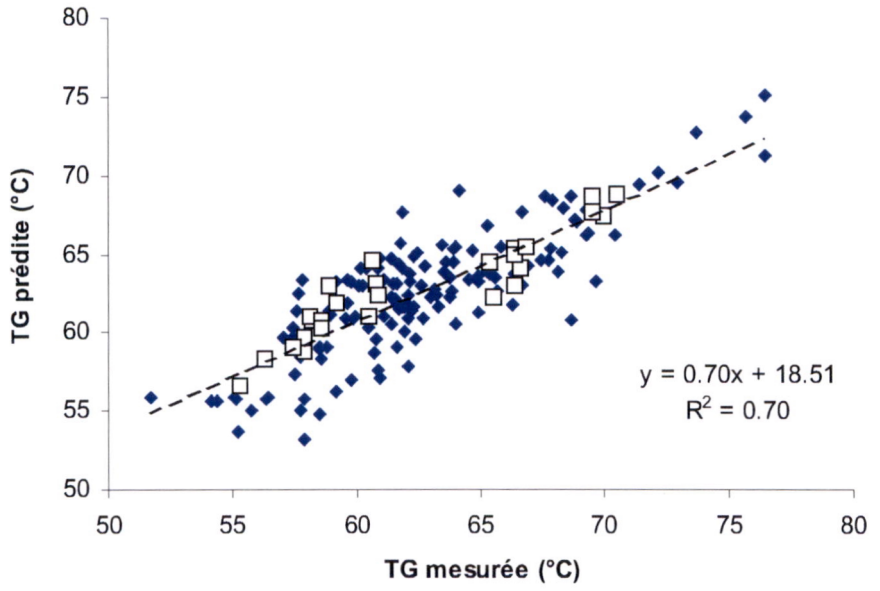

Figure 10. Régression entre température de gélatinisation mesurées et prédites par l'INFRATEC

La calibration est en revanche très insuffisante pour la teneur en amylose ; les deux populations (base Camargue et base INFRATEC) sont mal prédites (Figure 11).

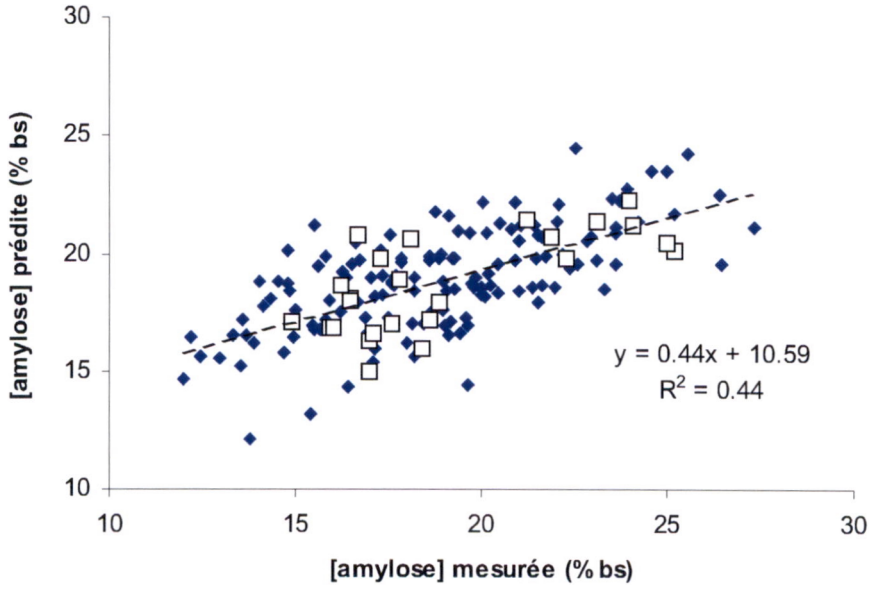

Figure 11. Régression entre teneurs en amylose mesurées et prédites par l'INFRATEC

Ceci est en partie lié au fait que nous avons travaillé sur l'INFRATEC sur du paddy d'une part, et dans le domaine du très proche Infra Rouge (850-1048 nm), d'autre part. Une étude récente (Barton II et al., 2000) montre en effet qu'une acquisition des spectres sous forme de

grain entier blanchi engendre une perte de précision de calibration d'un facteur 2 par rapport à une acquisition en poudre et que la restriction du domaine de mesure au très proche Infra Rouge fait de nouveau perdre en précision d'un facteur 2 ; pour un même lot d'échantillon, ces auteurs obtiennent ainsi un SECV pour la teneur en amylose de 0,53 en travaillant sur poudre et l'ensemble du domaine Infra Rouge, de 1,17 sur grain blanchi entier et l'ensemble du domaine Infra Rouge, et de 1,83 sur grain blanchi entier et le domaine du très proche Infra Rouge. D'autres publications témoignent de la possibilité de calibrer pour le caractère teneur en amylose sur grain entier et très proche Infra Rouge, avec des SECV de l'ordre de 2 à 3 sur riz blanchi entier ou sur maïs entier (Villareal, De la Cruz, and Juliano, 1994 ; Campbell, Brumm, and Glover, 1997 ; Campbell et al., 1999)

Dans notre cas, s'ajoute à ce phénomène, l'imprécision liée à l'utilisation de données de « référence » prédites par le SPIR. Une amélioration de la précision des données de référence est une condition nécessaire pour l'amélioration de la calibration INFRATEC. Nous avons donc pour cela sélectionné 26 échantillons de la base INFRATEC qui seront analysés par les méthodes de référence. Ces échantillons ont été choisis de manière non aléatoire de manière à obtenir une distribution « carrée », incluant en particulier les échantillons « bornes » de la population (faible et haute teneur en amylose, Figure 12). Ce type de distribution facilite les calibrations.

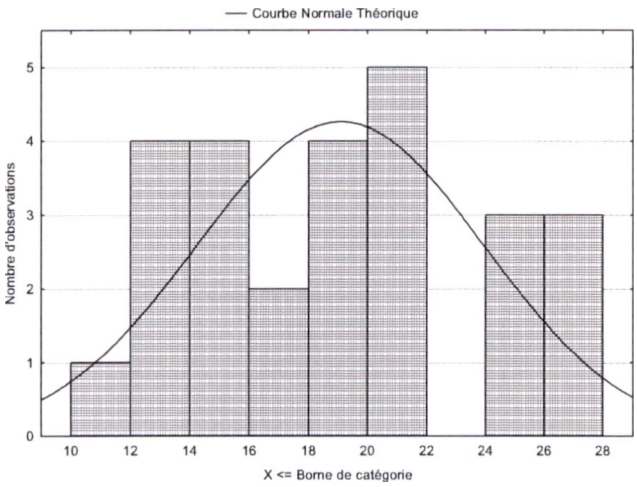

Figure 12. Histogramme des 26 échantillons sélectionnés dans la base INFRATEC

Ces échantillons sont en cours d'analyses et *un addendum* au présent compte rendu d'étude sera rédigé courant Décembre. Les calibrations SPIR et INFRATEC seront ajustées après ajout de ces nouvelles données.

4 Conclusion

Les indicateurs de moyens et résultats prévus pour cette action sont listés dans le Tableau 7.

Tableau 7. Liste des indicateurs de moyen et de résultats

Action	Indicateurs de moyen	Indicateurs de résultats
Construction Base de données sur les deux appareils SPIR	Nombre d'échantillon utilisés	Bases de données construites Evaluation de la variabilité des riz de Camargue et/ou de leur spécificité (« signature »
Calibration pour les données de qualité	Nombre d'échantillons analysés	Calibration effectives sur appareil de recherche et sur appareil application

Les bases de données SPIR et INFRATEC ont été effectivement construites et ajustées par incorporation d'une cinquantaine d'échantillons de riz de Camargue. Les calibrations (SPIR et INFRATEC), quoique perfectibles, de la teneur en protéines et température de gélatinisation donnent d'ores et déjà satisfaction et les échantillons de la base INFRATEC (112 échantillons) ont été prédits (Annexe 1). Nous n'avons pu en revanche évaluer la signature des riz de Camargue en fonction de leur lieu de culture, car les échantillons fournis ne correspondaient pas à ceux attendus (vitrine CFR).

Les calibrations SPIR, et *a fortiori* INFRATEC, de la teneur en amylose sont en revanche insuffisamment précises. 26 nouveaux échantillons sont donc en cours d'analyses pour améliorer les résultats obtenus.

La possibilité de calibrer l'INFRATEC sur des caractéristiques de l'amidon est en tout cas démontrée (par cette étude pour la température de gélatinisation, par la bibliographie pour la teneur en amylose). Ceci est d'autant plus pertinent que ces caractères sont des descripteurs du comportement à la cuisson des riz (cf Compte Rendu Action 4).

L'achat d'un INFRATEC par le CIRAD permettra par ailleurs de progresser régulièrement dans ces calibrations au cours de l'année 2 du projet ; tout nouvel échantillon analysé par le CIRAD pourra être incorporé à la base (ce qui n'était pas possible avec un appareil en prêt à durée déterminée). Nous comptons en particulier ajouter dans cette base des échantillons apportant une variabilité supplémentaire (à teneur en amylose extrêmes : forte et faible) en diversifiant les sources d'échantillons. Ceci permettra d'augmenter en précision et robustesse.

BIBLIOGRAPHIE

Barton II, F.E., D.S. Himmelsbach, A.M. McClung, and E.T. Champagne. 2000. Rice quality by spectroscopic analysis: precision of the three spectral regions. *Cereal Chemistry* 77 (5):669-672.

Campbell, M.R., T.J. Brumm, and D.V. Glover. 1997. Whole grain amylose analysis in maize using near-infrared transmittance spectroscopy. *Cereal Chemistry* 74 (3):300-303.

Campbell, M.R., S.R. Mannis, A.H. Port, A.M. Zimmerman, and D.V. Glover. 1999. Prediction of starch amylose content versus total grain amylose content in corn by Near-infrared transmittance Spectroscopy. *Cereal Chemistry* 76 (4):552-557.

Delwiche, S.R., K.S. McKenzie, and B.D. Webb. 1996. Quality characteristics in rice by Near-infraed reflectance analysis of whole-grain milled samples. *Cereal Chemistry* 73 (2):257-263.

Mestres, C., O. Boungou, N. Akissoë, and N. Zakhia. 2000. Comparison of the expansion ability of fermented maize flour and cassava starch during baking. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 80:665-672.

Mestres, C., F. Matencio, B. Pons, M. Yajid, and G. Fliedel. 1996. A rapid method for the determination of amylose content by using Differential Scanning Calorimetry. *Starch* 48 (1):2-6.

Villareal, C.P., N.M. De la Cruz, and .B.O. Juliano. 1994. Rice amylose analysis by Near-Infrared transmittance spectroscopy. *Cereal Chemistry* 71 (3):292-296.

Williams, P.C. 2004. Implementation of Near-Infrared technology. In *Near-Infrared technology in the agricultural and Food industries*, edited by P. C. Williams and K. Norris. St Paul (MN, USA): American Association of Cereal Chemists.

ANNEXE 1

Prédictions des caractéristiques des riz de la base « INFRATEC » à partir des calibrations du SPIR 6500

Code Labo	n° ref CFR	Protéine (% bs)	Amylose (% bs)	Tgel (°C)
583/05	359	7.5	22.2	62.7
584/05	367	8.3	17.8	57.7
585/05	270	7.3	13.6	61.9
586/05	286	7.5	17.1	60.5
587/05	349	6.7	13.9	58.6
588/05	353	6.7	15.4	68.8
589/05	363	7.8	15.7	57.8
590/05	350	8.0	17.3	59.7
591/05	366	8.0	23.1	60.7
592/05	275	8.2	21.6	61.5
593/05	295	7.3	15.0	61.6
594/05	232	7.7	21.0	59.9
595/05	259	7.5	13.7	57.5
596/05	266	8.3	17.5	60.1
597/05	276	7.2	13.3	59.2
598/05	280	8.5	19.4	59.2
599/05	244	8.7	23.3	63.3
600/05	287	8.2	17.1	57.5
601/05	236	8.4	15.9	59.5
602/05	298	6.9	16.2	57.0
603/05	237	8.2	21.4	61.9
604/05	251	7.8	16.7	61.0
605/05	263	8.6	19.3	61.9
606/05	258	7.3	16.3	58.9
607/05	234	8.2	18.5	58.8
608/05	473	7.3	19.3	61.4
609/05	474	7.8	12.2	60.8
610/05	495	8.5	19.8	61.1
611/05	477	7.0	15.9	57.8
612/05	481	7.6	14.8	60.3
613/05	476	8.2	26.5	66.9
614/05	513	7.7	14.0	60.4
615/05	447	6.6	22.6	76.5
616/05	439	8.4	24.6	55.1
617/05	455	7.1	17.7	62.2
618/05	451	8.1	14.5	62.3
619/05	420	8.4	18.1	63.1
620/05	438	8.3	21.5	63.0
621/05	444	8.0	23.9	61.4
622/05	446	7.2	19.7	73.8

Code Labo	n° ref CFR	Protéine (% bs)	Amylose (% bs)	Tgel (°C)
623/05	435	7.7	15.8	61.7
624/05	448	7.0	15.6	61.4
625/05	472	7.5	19.6	75.7
626/05	427	7.7	14.7	64.0
627/05	419	7.9	22.4	65.7
628/05	418	8.0	21.7	61.7
629/05	426	6.7	22.9	67.6
630/05	434	7.3	26.4	55.8
631/05	433	8.5	13.5	68.7
632/05	445	7.0	19.4	66.4
633/05	424	7.3	20.2	65.6
634/05	425	6.7	18.2	64.9
635/05	437	8.5	19.6	62.7
636/05	461	6.8	18.7	67.7
637/05	487	8.3	21.4	65.9
638/05	496	7.8	22.0	70.4
639/05	466	8.3	20.5	67.4
640/05	408	6.6	23.5	68.1
641/05	516	8.2	15.5	63.9
642/05	505	5.9	17.9	65.3
643/05	468	8.8	24.2	64.0
644/05	400	5.9	19.1	55.1
645/05	443	7.8	19.1	67.9
646/05	442	7.1	13.8	72.9
647/05	449	6.5	19.7	55.2
648/05	436	6.9	25.2	57.7
649/05	517	7.1	18.8	64.9
650/05	465	8.0	17.6	59.8
651/05	499	6.8	27.3	60.7
652/05	484	9.3	17.1	76.5
653/05	456	6.6	22.1	58.5
654/05	422	7.8	20.2	69.4
655/05	409	6.7	20.1	69.3
656/05	485	7.1	20.0	63.5
657/05	483	8.0	20.9	63.6
658/05	358	7.8	18.1	64.7
659/05	512	6.8	22.6	60.5
660/05	355	7.6	17.4	62.1
661/05	346	7.5	18.2	63.8
662/05	457	9.0	21.5	66.7
663/05	351	7.2	21.0	63.2
664/05	362	7.7	19.2	64.5
665/05	348	7.3	23.6	62.4
666/05	368	7.7	18.6	61.5
667/05	352	7.0	18.0	71.4

Code Labo	n° ref CFR	Protéine (% bs)	Amylose (% bs)	Tgel (°C)
668/05	354	5.8	15.8	58.5
669/05	360	8.1	16.5	65.0
670/05	370	7.1	16.9	62.2
671/05	356	9.1	22.0	56.3
672/05	497	6.3	15.5	62.5
673/05	405	6.4	21.7	54.2
674/05	403	7.2	22.6	68.4
675/05	416	8.1	18.9	65.3
676/05	406	7.0	20.3	60.8
677/05	467	7.7	25.0	57.9
678/05	404	7.5	20.0	63.5
679/05	411	8.0	18.2	58.4
680/05	401	6.5	16.4	68.3
681/05	414	6.7	14.8	57.6
682/05	415	7.8	19.2	62.3
683/05	402	7.1	20.0	64.2
684/05	394	7.3	20.1	65.2
685/05	392	7.8	14.3	59.8
686/05	412	7.5	19.0	63.9
687/05	407	6.4	25.6	54.3
688/05	395	8.1	19.0	62.7
689/05	393	6.4	14.9	61.8
690/05	396	7.8	14.9	59.6
691/05	391	7.3	17.3	63.9
692/05	490	6.5	20.5	62.1
693/05	357	7.6	19.0	63.8
694/05	369	9.4	23.6	68.9
695/05	493	8.1	15.5	72.2
696/05	470	7.9	12.5	58.9
697/05	462	7.9	14.2	65.4
698/05	478	7.8	16.7	61.8
699/05	471	6.8	13.0	61.1
700/05	454	7.2	12.0	61.7
701/05	469	7.4	20.8	58.5
702/05	464	8.3	16.4	62.1
Min		**5.8**	**12.0**	**54.2**
Max		**9.4**	**27.3**	**76.5**