

N  
BLE TENDRE

Détermination de la dureté par spectroscopie  
proche infrarouge

Norme NF V03-715

Déterminez la dureté du blé tendre par IR  
grâce aux échantillons du BIPEA

Guide d'utilisation des échantillons



## **1 – Objet du document**

Le présent document décrit les dispositions de la norme NF V03-715 : 2025 relatives à la méthode de routine pour la détermination de la dureté du blé tendre par spectroscopie proche infrarouge dans la plage 0-100 sur blés broyés et grains entiers.

## **2 – Principe**

La méthode est fondée sur la spectroscopie proche infrarouge (SPIR ou NIRS en anglais), technique indirecte et corrélative permettant habituellement de prévoir la concentration de différents composants dans des échantillons organiques.

C'est une méthode également très sensible aux variations de taille et de distribution des particules d'un échantillon broyé.

Pour la dureté, la calibration est basée sur 2 méthodes de développement en fonction du format de l'échantillon (broyat ou grains entiers).

- soit sur l'information spectrale d'échantillons choisis comme représentatifs de la gamme pour les broyats à des longueurs d'onde spécifiques (1680 et 2230 nm) ;
- soit sur une modélisation par régression linéaire ou non linéaire utilisée pour mettre en corrélation le spectre proche infrarouge et la dureté par des méthodes normalisées officiellement approuvées (ex. régression linéaire multiple (MLR), régression par réseau de neurones artificiels (ANN), régression par les moindres carrés partiels (PLS)) pour les grains entiers.

## **3 – Méthode d'analyse**

### **3.1 Généralités**

La méthode d'analyse est définie comme étant l'association entre un appareil NIRS et un modèle de prédiction ou d'étalonnage.

### **3.2 Appareillage**

#### **3.2.1 Appareil NIRS**

Appareil basé sur le mesurage par réflexion diffuse ou par transmission couvrant la zone de longueur d'onde comprise entre 700 nm et 2500 nm ou des parties de cette zone ou les longueurs d'onde spécifiques de la dureté : 1680 et 2230 nm.

Le principe optique peut être interférométrique (ex. filtres), dispersif (monochromateurs à réseau par exemple) ou non thermique (par exemple diodes électroluminescentes, diodes laser et lasers). Il convient que l'appareil soit doté d'un système effectuant des tests diagnostiques pour évaluer le bruit photométrique et la reproductibilité, ainsi que l'exactitude et la fidélité des longueurs d'onde/des nombres d'onde (pour les spectrophotomètres à balayage).

Il convient que l'appareil mesure un volume ou une surface d'échantillon suffisamment important(e) pour éliminer toute influence significative d'un manque d'homogénéité découlant de la composition chimique ou des propriétés physiques de l'échantillon pour essai/ Dans les mesurages en transmission, pour obtenir la linéarité et un rapport signal/bruit maximal, il convient d'optimiser l'intensité du signal en adaptant le chemin optique au blé tendre (épaisseur des échantillons) conformément aux recommandations du fabricant.

#### **3.2.2 Broyeur**

Broyeur de laboratoire, de type à marteaux, équipé d'une grille de 0,8 mm d'ouverture et permettant l'obtention d'une mouture intégrale de granulométrie spécifiée en 5.1.2.

### 3.2.3 Tamis

Tamis de laboratoire, de dimension nominale d'ouverture de 710, 500 et 200  $\mu\text{m}$  (ISO 3310 – 1).

### 3.3 Modèles de prédiction

Chaque modèle de prédiction de la dureté des blés est caractérisé par :

- dans le cas d'utilisation de l'information spectrale d'échantillons choisis comme représentatif de la gamme et broyés :
  - le nombre d'échantillons référencés utilisés pour le développement du modèle de prédiction et répartis sur la gamme de dureté ;
  - les coefficients appliqués aux longueurs d'onde spécifiques de la dureté : 1680 et 2230 nm
- dans le cas d'une modélisation par régression linéaire ou non linéaire sur grains entiers.
  - le nombre d'échantillons utilisés pour le développement du modèle de prédiction (étalonnage) ;
  - la plage de dureté intégrée dans le modèle ;
  - l'expression du résultat (sans unité) -
  - la plage de températures des échantillons ;
  - le nombre et les performances des laboratoires de référence impliqués ;
  - la stabilité du modèle, en nombre de récoltes prises en compte ;
  - le fichier support du modèle de prédiction, défini par son nom et sa désignation IT (par exemple CHECKSUM) assurant son intégrité ;
  - les variabilités saisonnières, géographiques et génétiques couvertes.

### 3.4 Etapes de validation initiale du modèle dans le cas d'une modélisation par régression linéaire ou non linéaire

#### 3.4.1 Généralités

Puisque l'analyse NIRS est une technique indirecte et corrélative, les résultats doivent être validés par rapport à une méthode de référence (SKCS ou NIRS utilisant l'information spectrale en réflexion sur blés broyés et raccordé suivant des échantillons référencés). La validation a pour objet de déterminer l'erreur type de prédiction (SEP ou SEP(C)), qui exprime l'exactitude des résultats de routine NIRS corrigés de l'écart moyen (biais) entre la méthode de routine NIRS et la méthode de référence.

L'erreur-type de prédiction entre la méthode de référence et les prédictions doit être comparée aux spécifications de performances du modèle de prédiction et/ou aux performances historiques.

#### 3.4.2 Ensemble initial d'échantillons de validation

La validation initiale d'un modèle de prédiction doit être effectuée conformément à l'EN ISO 12099 à l'aide d'ensembles d'essais indépendants d'échantillons de blé, provenant de différentes zones géographiques françaises et analysés selon la méthode de référence (SKCS ou NIRS utilisant l'information spectrale en réflexion raccordé suivant des échantillons référencés).

Les exigences relatives à l'ensemble des échantillons de validation sont les suivantes.

- au moins 20 échantillons représentatifs provenant de zones géographiques dans lesquelles le modèle sera utilisé, distribués de manière homogène sur la totalité de la plage de dureté ;
- la partie de la plage sans échantillon de référence ne doit pas être supérieure à 5 ;
- le même échantillon analysé sur plusieurs appareils ou plusieurs fois sur le même appareillage compte pour un seul échantillon ;
- les variabilités saisonnières, sur une période d'au moins trois ans, de même que celles concernant les températures, les instruments et les données de référence, doivent être incluses dans l'ensemble.

Toutes ces informations doivent être indiquées dans le rapport du modèle de prédiction.

### 3.4.3 Mise à jour du modèle de prédiction et validation du nouveau modèle

Le modèle de prédiction doit être mis à jour par le responsable du développement du modèle de prédiction pour assurer l'inclusion des nouvelles conditions climatiques pour les graines et des nouvelles variétés introduites sur le marché. Ces mises à jour doivent intégrer les nouveaux échantillons pour inclure la variabilité qu'ils apportent/ Le nouveau modèle de prédiction doit être mis à jour conformément à l'EN ISO 12099. La validation doit être réalisée conformément à la validation initiale (3.4) et inclure au moins 20 nouveaux échantillons de l'espèce concernée par la mise à jour.

### 3.4.4 Validation locale de la méthode

Avant utilisation, la méthode doit être validée sur un ensemble d'essais indépendants représentatifs de la population d'échantillons à analyser. Au moins 15 échantillons sont nécessaires pour la détermination du biais, de l'erreur-type de prédiction (SEP, voir l'EN ISO 12099 ; Article « Statistiques pour le mesurage des performances ») et de la pente.

Les échantillons devront faire l'objet de deux déterminations. La moyenne arithmétique obtenue si les conditions de répétabilité sont respectées (voir 7.3) sera retenue pour le calcul des critères statistiques. Le biais, ou erreur systématique inhérente, tel que décrit dans l'EN ISO 12099 (Article « Statistiques pour le mesurage des performances »), apparaît lorsque les résultats prédits d'un groupe d'échantillons spécifique ou d'un produit montrent une valeur de décalage moyenne quand ils sont comparés à leurs valeurs de référence/ Ce phénomène peut se produire avec des types d'échantillons uniques/ Il se peut que le biais (c'est-à-dire la différence moyenne entre les résultats de l'analyse de référence et les résultats prédits) soit ou ne soit pas statistiquement significatif. Une limite de confiance du biais peut être calculée en suivant le mode opératoire décrit dans l'EN ISO 12099. Quand cette limite pour le biais est dépassée, une correction est prise en compte dans le logiciel de l'appareil/ Si la limite pour la SEP ou pour la pente est dépassée, la validation ne sera pas acceptée.

### 3.5 Performances de validation initiale et de validation locale

Les résultats de la validation initiale et de la validation locale doivent au moins être conformes aux spécifications indiquées ci-dessous quelle que soit la méthode de développement de la calibration (broyat ou grains entiers) :

Exactitude globale maximale exprimée sous forme de SEPmax :

**SEPmax = 5 pour les broyats et 10 pour les grains**

## 4 – Caractéristiques des échantillons pour essai témoin

Le BIPEA vous propose un set de 15 échantillons

De lots de blé ont été sélectionnés pour leur dureté (14-84)

Poids = env. 300g par échantillon

Durée de conservation = 10 ans si condition de stockage respectées

Conditions de stockage. = chambre froide  $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ , sachet hermétique, condition hygrométrie stable (<70%)

## 5- Mode opératoire

### 5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Aucune préparation spécifique de l'échantillon n'est requise pour une analyse sur grains entiers/  
Pour les blés broyés, les étapes 5.1.1 et 5.1.2 doivent être respectées.

#### 5.1.1 Élimination des impuretés

Si nécessaire, nettoyer l'échantillon afin d'en éliminer les impuretés (par exemple pierres, poussières, balles et grains d'autres céréales). Prélever, à partir de l'échantillon pour laboratoire, un échantillon pour essai représentatif de 250 g dans le cas d'une analyse sur blé broyé.

#### 5.1.2 Broyage des échantillons de grains

La teneur en eau des échantillons sous forme de grains (exprimée en pourcentage de fraction massique et déterminée selon l'ISO 712-1 ou l'EN 15948 ou par spectroscopie proche infrarouge validée selon l'EN ISO 12099) devra être comprise entre 9 et 15 % avant de procéder au broyage.

Alimenter le broyeur de laboratoire (3.2.2) en grains en opérant avec précaution afin d'éviter toute surcharge ou échauffement. L'alimentation du broyeur peut être contrôlée automatiquement avec un dispositif d'alimentation automatique. Il convient que le broyage se poursuive pendant 30 s à 40 s après que tout l'échantillon soit entré dans le broyeur. Éliminer les particules de son restantes à l'intérieur du broyeur, à condition que celles-ci ne représentent pas plus de 1 % de la quantité de grains prélevée pour le broyage.

Bien mélanger l'ensemble du produit broyé avant de l'utiliser.

Il est conseillé (notamment dans le cas de broyages successifs) de laisser la mouture refroidir pendant 1h avant de procéder à l'essai.

Le produit broyé doit être conforme aux spécifications données dans le Tableau 1.

**Tableau 1 – Spécifications du produit broyé**

<b>Dimension nominale des ouvertures</b>	<b>Proportion de produit broyé passant à travers le tamis <math>\mu\text{m}</math> %</b>
<b>710</b>	<b>100</b>
<b>500</b>	<b>95 à 100</b>
<b>200</b>	<b>80 ou moins</b>

Vérifier périodiquement la répartition granulométrique des particules du grain broyé, en utilisant un échantillon bien homogénéisé de produit broyé (5.1.2). Pour ce faire, sélectionner les tamis appropriés, comme spécifié dans le Tableau 1, les disposer dans l'ordre décroissant de dimension nominale des ouvertures en plaçant des aides de tamisage dans chaque tamis, et les placer sur un récipient récepteur.

Peser un échantillon représentatif de 50,0 g et le déposer sur le tamis supérieur. Tamiser, sur un plan horizontal, manuellement pendant 5 min au minimum, et jusqu'à ce qu'il ne passe plus rien au travers du tamis de 710  $\mu\text{m}$  ou mécaniquement, pendant 10 min. Peser la quantité de produit retenue sur chaque tamis ainsi que le contenu du récipient récepteur. Calculer le pourcentage de mouture passant au travers de chaque tamis.

La méthode de broyage mise en œuvre pour préparer l'échantillon de blé broyé influe sur les résultats de dureté. Des broyeurs différents produiront une répartition différente des fractions granulométriques.

Pour obtenir des résultats comparables, il conviendra d'utiliser la même méthode de préparation des échantillons ou de développer un nouveau modèle de prédiction ou de calculer de nouveaux coefficients d'étalonnage.

## **5.2 Mesurage**

Suivre les instructions du fabricant de l'appareil.

## **5.3 Réglage périodique de l'appareil**

Comme mentionné dans l'EN ISO 12099 (Article « Vérification de la stabilité de l'appareil ») si plusieurs appareils sont utilisés en réseau, une attention particulière doit être portée à la standardisation des appareils conformément aux recommandations des fabricants.

## **5.4 Vérification de la stabilité de l'appareil**

Voir l'article « Vérification de la stabilité de l'appareil » de l'EN ISO 12099 à partir d'un ou plusieurs échantillon(s) dit(s) témoin(s).

## **5.5 Suivi des performances de la méthode**

Les performances de la méthode doivent être contrôlées par rapport à la méthode de référence à une fréquence définie par l'utilisateur, pour assurer la conformité constante du modèle.

Ce contrôle des performances doit être réalisé sur des échantillons choisis parmi les échantillons analysés en routine et suivant la méthode de référence ou les échantillons ayant servi au raccordement initial de l'instrument/ Il peut être nécessaire de recourir à une stratégie d'échantillonnage assurant une distribution équilibrée des échantillons dans toute la gamme 0-100. Il faut au moins 15 échantillons (pour obtenir une distribution normale de la variance).

Pour les appareils fonctionnant en réseau et réglés à l'aide d'un appareil étalon, il suffit d'effectuer le contrôle des performances de la méthode sur l'appareil étalon.

Le réglage (5.3) conformément aux exigences de ce paragraphe peut être utilisé pour le suivi des performances de la méthode avec au moins 15 échantillons conformément à l'EN ISO 12099.