

PREDICTION DE L'ENERGIE METABOLISABLE APPARENTE DES BLES CHEZ LE COQ ADULTE GRACE A LA SPECTROSCOPIE PROCHE INFRAROUGE

Doret-Aubertot Marion¹, Faivre Jean-François¹, Bernard Nolwenn¹, Juin Anne-Marie¹, Klein Stéphanie¹

¹MIXSCIENCE - 2/4 Avenue de Ker Lann, CS 17228– 35172 BRUZ

marion.doret-aubertot@mixscience.eu

RÉSUMÉ

Chaque année, le démarrage de la nouvelle récolte des céréales à paille au mois de juin fait l'objet d'une attention toute particulière, pour caractériser au mieux et rapidement les nouvelles valeurs nutritionnelles des blés. La qualité nutritionnelle de la récolte du blé pour les volailles s'évalue, entre autres, par la mesure et la prédiction de la valeur de l'énergie métabolisable apparente (EMA). Aujourd'hui cette valeur est généralement obtenue par la réalisation d'essais de digestibilité *in vivo* sur coqs et/ou par la mise à jour d'équations de prédiction appliquées sur les données analytiques de la matière première. L'utilisation de la spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) se présente comme une alternative rapide et économique aux analyses chimiques ou aux mesures *in vivo*. L'objectif de cette étude est de développer une calibration SPIR prédisant l'EMA des blés chez le coq. Au total, 98 blés ont fait l'objet d'une mesure de digestibilité en station expérimentale selon le protocole de Bourdillon *et al.* (1990) sur une période de onze campagnes de 2006 à 2017. Les spectres SPIR de ces mêmes blés ont été réalisés à l'aide d'un appareil MPA (Bruker Optics SARL). Une calibration permettant de corrélérer les données spectrales avec les valeurs d'EMA obtenues en essais *in vivo* a été établie. Cette calibration SPIR présente plusieurs avantages : une méthode économique, un gain de temps considérable et une amélioration de la précision d'environ 15% pour prédire l'énergie métabolisable apparente chez le coq par rapport à l'utilisation de l'équation basée sur les critères analytiques. Par ailleurs l'application de cette nouvelle calibration sur des blés réceptionnés en usines d'aliments, a démontré la variabilité inter-campagnes des blés (n=1002) mais aussi intra-campagne (n=580). En conclusion, le développement de cette calibration prouve l'importance d'une réévaluation continue des valeurs nutritionnelles du blé. Elle rend possible le suivi de l'EMA pour l'intégralité des blés passant au spectromètre proche infrarouge et l'observation rapide des nouvelles tendances lors de la nouvelle récolte. Elle ouvre la voie à une évaluation en temps réel de la qualité nutritionnelle des blés dans les usines d'aliments.

ABSTRACT

Application of near-infrared technology in order to predict wheat apparent metabolisable energy on adult cockerels.

Each year wheat harvest starts in June and special attention is given to characterize its nutritional values. Harvest quality for poultry is assessed by measuring and predicting metabolisable energy (ME). Today this value is obtained by performing *in vivo* digestibility trials on adult cockerels or/then by updating prediction equations, based on wheat analytical data. Using Near-infrared (NIR) analysis is a fast and cheap alternative to predict wheat ME on cockerels. Purpose of this study is to develop an ME NIR calibration for wheat on cockerels. A total of 98 wheats were studied through digestibility trials conducted from 2006 to 2017 according to the protocol of Bourdillon *and al.* (1990). NIR wheat spectra were made using an MPA (Bruker Optics SARL, Champs sur Marne, France). A calibration was developed to predict MEA from spectra. ME NIR calibration has several advantages: an economical method (no additional analytical cost), a considerable time saving and approximately a 15% accuracy improvement to predict ME on cockerels compares to the equation based on analytical data. In addition, application of this new calibration allows highlighting inter-harvests variability (n=1002) and intra-harvest variability (n=580). In conclusion, the development of this calibration proves importance given to a continuous reassessment of nutritional values of wheat and possibility to observe new trends during harvest very quickly. It opens prospects such as real-time wheat nutritional quality assessment in feed factories.

INTRODUCTION

Pour évaluer la qualité et la composition des blés lors de la nouvelle récolte, des analyses chimiques sont réalisées (humidité, taux de protéines, mycotoxines...). La caractérisation nutritionnelle de la nouvelle récolte de blé est un enjeu majeur pour la filière avicole et nécessite idéalement la mise en place d'essais *in vivo* dès la récolte des premiers blés afin d'en évaluer l'énergie métabolisable apparente (EMA). Cependant, ces essais *in vivo* sont chronophages, coûteux et complexes à mettre en œuvre. (Losada *et al.* 2009)

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR), déjà largement utilisée pour l'analyse chimique des matières premières et produits finis en nutrition animale, représente une alternative intéressante (Pasha *et al.* 2006, Losada *et al.* 2009). Cette technique est basée sur la vibration des liaisons organiques dans le domaine du proche infrarouge. Le développement de calibrations consiste à construire des modèles chimiométriques mettant en relation les spectres et les mesures de référence associées, ici les données d'EMA obtenues grâce à des essais *in vivo*. L'utilisation d'un spectromètre proche infrarouge permet de traiter un grand nombre d'échantillons et d'en déterminer les principaux constituants analytiques de façon non destructive. Enfin la technologie SPIR représente une solution à explorer pour réduire le nombre d'essais *in vivo* et elle s'inscrit à ce titre dans la démarche des 3R en expérimentation animale : remplacer, réduire, raffiner. L'objectif de ce travail est de développer une calibration SPIR capable de déterminer l'EMA chez le coq adulte, en analysant directement la matière première et ainsi d'obtenir des résultats très rapidement.

1. MATERIELS ET METHODES

1.1. Essais *in vivo*

Des mesures de digestibilité fécale apparente à bilan azoté nul de l'énergie ont été réalisées *in vivo* en station expérimentale (Euronutrition, Sarthe, France) sur des coqs adultes entiers de souche Isabrown, suivant la méthode de référence européenne décrite par Bourdillon *et al.* (1990).

Chaque essai est composé d'un groupe témoin de 10 coqs et de 4 groupes tests de 8 coqs chacun.

L'aliment du groupe témoin est composé à 97% de maïs et à 3 % d'un complément minéraux-vitamines (CMV), il permet de vérifier la bonne validité de l'essai. Les aliments des groupes tests sont composés du même CMV incorporé à 3% et du blé à tester incorporé à 97% en substitution du maïs.

La fabrication des aliments est réalisée à l'usine de la station expérimentale Euronutrition.

L'EMA des blés est calculée pour chaque coq et permet d'obtenir une valeur d'EMA moyenne par blé après retrait des éventuelles valeurs aberrantes.

Lors de cette étude, 98 blés tendres, issus de toutes les régions de France, et représentatifs des récoltes de 2006 à 2017, ont fait l'objet d'une mesure de digestibilité *in vivo* de l'énergie métabolisable apparente sur coqs adultes.

1.2. Acquisition des spectres SPIR et développement de calibration

Les spectres des 98 blés, passés en essai de digestibilité *in vivo*, ont été réalisés par absorbance dans les régions du proche et moyen infrarouge (3600-12500 cm⁻¹) sur un spectromètre MPA (Bruker Optics SARL, Champs sur Marne, France). Trois acquisitions pour chaque blé ont été réalisées sur la matière première non broyée ainsi que sur les blés broyés. Le broyage a été réalisé à l'aide d'une grille 1 mm sur un broyeur Cyclotec 1093 (FOSS France, Nanterre, France), afin d'étudier la corrélation aussi bien sous forme non broyée que broyée. Le traitement des spectres ainsi que le développement des équations ont été réalisés grâce au logiciel OPUS (version 7.8, Bruker Optics, Champs sur Marne, France).

Les équations de prédiction ont été obtenues en testant différents pré-traitements mathématiques comme par exemple : correction d'offset, soustraction d'une droite, normalisation vectorielle et correction multiplicative de diffusion. Ces tests ont été réalisés en observant les données spectrales sur la gamme de 4250 à 9400 cm⁻¹.

Les erreurs standards de calibration (RMSEE), de validation croisée (RMSECV) et les coefficients de corrélation *r* ont été déterminés. Les validations croisées, meilleur indicateur pour appréhender l'aptitude de la calibration à prédire la valeur d'une variable, selon Shenk *et al.* (1991) ont été réalisées en divisant aléatoirement la base de données en quatre sous-groupes. L'exercice de calibration étant alors réalisé quatre fois en utilisant tour à tour un des sous-groupes pour la validation de l'équation tandis que les trois autres servent à la calibrer. Le RMSECV est la synthèse de ces quatre étalonnages.

Une validation externe a été réalisée en utilisant seize échantillons aléatoirement sortis de la base de données avant d'effectuer la calibration. Cette étude a permis de comparer les différentes EMA obtenues, soit grâce à la SPIR, soit par expérimentation à la station (*in vivo*), soit par une équation de prédiction à partir des analyses chimiques des blés, ici nommée EQ telle que :

$$EQ = a*MS + b*PB + c*MG + d*MM + e*Amidon$$

1.3. Application aux échantillons prélevés en usine

La variabilité des blés inter-campagnes a été évaluée en appliquant la calibration EMA à 1002 échantillons de blés prélevés dans 35 usines différentes et spectrés entre 2016 et 2018.

Pour ces mêmes échantillons, une comparaison des prédictions de l'EMA par la SPIR et selon l'équation EQ a également été réalisée.

2. RESULTATS ET DISCUSSION

Les 98 blés ayant servi à cette étude ont une énergie métabolisable apparente moyenne de 3098 kcal / kg de produit brut.

La calibration développée sur les blés non broyés à l'aide du logiciel OPUS est valable sur la gamme 2917 à 3264 kcal/kg de produit brut. Cette calibration utilise le pré-traitement mathématique par correction multiplicative de diffusion sur les gammes spectrales de 9403.8 à 6094.3 cm^{-1} et 4605.4 à 4242.9 cm^{-1} . Elle présente les performances de calibration : RMSEE de 39 kcal/kg sur brut et $r = 0,80$ et de validation interne : RMSECV de 50 kcal/kg sur brut et $r = 0.56$.

Le développement d'une calibration sur blé broyé a aussi été réalisé. Cette dernière est valable sur la gamme de 2925 à 3264 kcal/kg de produit brut et présente les performances de calibration : RMSEE de 49 kcal/kg sur brut et $r = 0,64$ et de validation interne : RMSECV de 52 kcal/kg brut et $r = 0.54$. Les statistiques descriptives des deux calibrations, en broyé et non broyé, sont résumées dans le tableau 1.

Les meilleures performances ont été observées sur la calibration développée en utilisant les spectres non broyés. Cette observation est en particulier vérifiée lors de l'étape de calibration. Malgré le fait qu'une calibration en broyé soit, en théorie, meilleure qu'en non broyé, ceci n'a pas été vérifié ici. L'utilisation du broyeur Cyclotec 1093 pourrait expliquer cette observation. En effet l'échauffement de l'échantillon lors de l'utilisation de ce broyeur pourrait être à l'origine d'une diminution de 3-5% de la teneur en humidité. Ceci expliquerait une modification du spectre et un impact sur les performances de la calibration. (Bakalli *et al.*, 2000).

Les calibrations sur blé non broyé et broyé présentent des incertitudes de 2,5 et 3,2% respectivement.

Les résultats de l'étude comparant les différentes prédictions possibles : expérimentation *in vivo*, évaluation à partir des analyses chimiques des blés (EQ) et prédictions obtenues par l'analyse SPIR sur la calibration broyée sont présentés dans le tableau 2 ($n=16$). Les écarts maximum et minimum observés entre ces deux prédictions et les mesures *in vivo* sont diminués de 25% à 50% avec la SPIR par rapport aux valeurs d'EMA prédites par EQ. La SPIR présente donc des écarts de prédictions moindres que les équations basées sur les analyses chimiques ce qui rejoint et valide les observations faites par Garnsworthy *et al.* (2000). Le biais moyen entre la référence (*in vivo*) et les deux types de prédictions reste quant à lui constant et faible, 12 kcal/kg de produit brut. L'erreur de prédiction obtenue avec la SPIR est de 54 kcal/kg contre 63 kcal/kg sur brut pour l'équation EQ. La SPIR permet donc une amélioration de 15% de la prédiction de l'EMA.

L'équation EQ déployée à grande échelle sur nos plans de contrôle nationaux (environ 750 échantillons de blés par an) a permis de mettre en place une carte de suivi de la calibration SPIR sur blé. Celle-ci met en

lumière les écarts pour chaque blé entre les deux prédictions : SPIR et EQ. Une observation macroscopique des données ($n = 580$) permet de visualiser les variations intra-campagne tout au long de l'année. L'analyse SPIR étant possible en 48 heures au laboratoire, cela permet la mise à jour de cette carte en temps réel tout au long de l'année.

De plus, le déploiement de cette calibration permet une réactivité accrue et ainsi de répondre à la demande de qualification rapide lors de la nouvelle récolte. La disponibilité des spectres de blé analysés durant les récoltes 2016, 2017 et 2018 a rendu l'analyse rétrospective des EMA SPIR possible. Les spectres de 1002 blés ont été étudiés sur ces trois dernières années et sont présentés dans la figure 1.

L'étude statistique des données SPIR, réalisée grâce au logiciel R, met en évidence une différence significative de la récolte 2016 par rapport aux récoltes 2017 et 2018. Cette observation à partir des spectres des blés coïncide avec la mauvaise qualité de récolte observée en 2016 suite aux conditions climatiques difficiles rencontrées et les bas poids spécifiques mesurés (Qualit@lim blé 2016, Arvalis). Un gain en EMA sur coq de 40 kcal/kg sur brut a été observé entre les récoltes de 2016 et celles des années 2017 et 2018, ce qui a été confirmé par les essais *in vivo* réalisés à la station expérimentale en 2016 et 2017. Cette étude, réalisée fin août 2018 sur des échantillons de blés de la nouvelle récolte, permet seulement un mois après le début de la récolte de conclure sur leur qualité correcte malgré des conditions climatiques particulièrement sèches ayant induit une teneur en humidité plus faible qu'à l'accoutumé (Qualit@lim blé 2018, Arvalis).

Jusqu'ici, le développement de calibrations capables de prédire l'EMA dans les aliments avait été étudiée dans le cadre d'aliments complets mélangeant de nombreuses matrices comme le maïs, le blé, les tourteaux de tournesol et les tourteaux de soja (Tyagi *et al.*, 2009, Valdes *et al.*, 1992a) ou encore en traitant les différentes matières premières dans une même calibration au détriment de sa spécificité comme l'ont fait Losada *et al.* (2009). Bien que cette calibration, présentait un coefficient de corrélation de 0.86, son erreur de prédiction s'élevait à 160 kcal/kg sur sec et n'était pas spécifique au blé car construite sur la base d'échantillons appartenant à douze matières premières différentes.

Le développement et l'application future de cette calibration spécifique à une matière première laisse présager une réactivité accrue sur la connaissance de la matière première directement utilisée et non plus sur l'aliment complet. Elle offre aussi la possibilité d'observer rapidement des tendances lors de la récolte du blé en complément du seul usage d'une équation construite à partir d'analyses chimiques réalisées en laboratoire.

CONCLUSION

Cette étude permet de valider la faisabilité et la pertinence de l'utilisation de la spectroscopie proche infra rouge pour la détermination de l'énergie métabolisable apparente chez le coq adulte appliquée au blé. Elle montre aussi que l'observation de l'EMA de chaque blé est peu pertinente, mais qu'une étude macroscopique des résultats peut apporter des réponses aux questions soulevées annuellement sur la caractérisation nutritionnelle de la nouvelle récolte. Cette approche permet de suivre les évolutions nutritionnelles des blés au cours d'une année et de les mettre en perspective des années précédentes. La prédiction des EMA par la SPIR a été développée sur des échantillons broyés et non broyés avec des performances satisfaisantes. Il conviendra de

continuer d' étoffer cette base de données dans les années à venir afin d'en améliorer la robustesse.

Ces premiers travaux ouvrent des perspectives intéressantes d'évaluation de la qualité nutritionnelle des matières premières réceptionnées en usine. Ils laissent entrevoir les avantages qui en découleraient, notamment le gain de réactivité lors du traitement des problématiques liées à l'optimisation des formules d'aliments.

REMERCIEMENT

Nous tenons à remercier l'ensemble des ingénieurs d'essais et le personnel de la station volaille d'Euronutrition, les personnels des laboratoires Airlis et Artemis, ainsi que l'équipe Datalab de MiXscience.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Bakalli R. I., Pesti G. M., Etheridge R. D., 2000. J. Appl. Poultry Res. (9), 204-213
 Bourdillon A., Carre B., Conan L., Duperray J., Huyghebaert G., Leclercq L., Lessire M., McNab J., Wiseman J., 1990. Brit. Poult. Sci., (31), 557-565.
 Garnsworthy P. C., Wiseman J., Fegeros K., 2000. J. Agric. Sci.(135), 409-417
 Losada B., Garcia-Rebollar P., Cachaldora P., Alvarez C., Mendez J., De Blas J.C., 2009. Span J Agric Res 7(4), 813-823
 Owens B., Mccann M.E.E., Mccracken K.J., Park R.S., 2009. Br. Poult. Sci., (50), 103-122.
 Pasha I., Anjum F.M., Rashid S., 2006. Pak. J. Agri. Sci., (43), 3-4
 Shenk J. S., Westerhaus M. O., 1991. Crop Sci. (31), 469
 Tyagi K.T., Shrivastav A.K., Tyagi K.T., Mandaland A.B., Elangovan A.V., 2009. Indian. J. Poult. Sci., (44), 45-48.
 Valdes E. V., Leeson S., 1992. Poult. Sci. (71), 1559-1563
 Valdes E. V., Leeson S., 1992. Poult. Sci (71), 1179-1187
 Qualit@lim blé 2016, n°37, arvalis-infos.fr
 Qualit@lim blé 2018, n°45, arvalis-infos.fr
 12. Journées de la Recherche Avicole et des Palmipèdes à Foie Gras, Apr 2017, Tours, France. ITAVI - Institut Technique de l'Aviculture, 1124 p., 2017

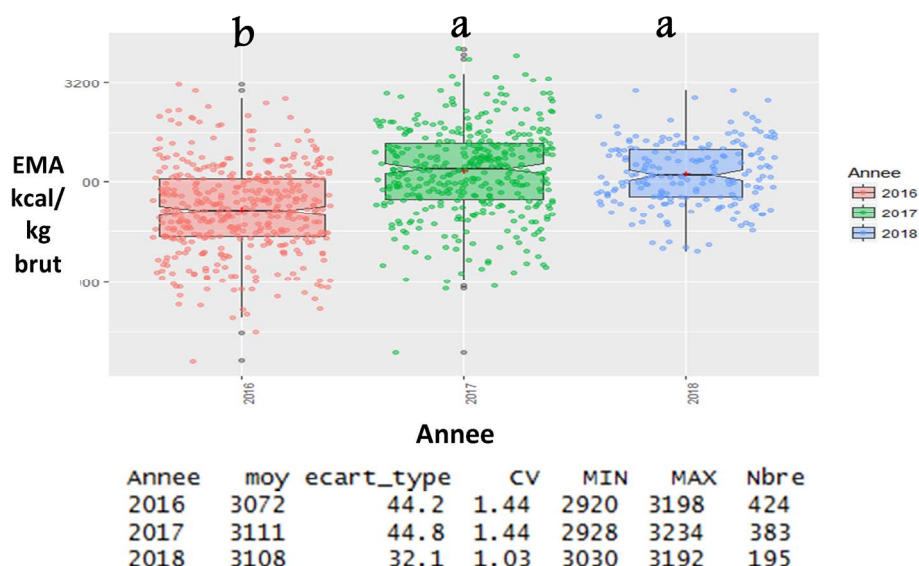
Tableau 1. Statistiques descriptives de deux calibrations SPIR développées afin de prédire l'énergie métabolisable apparente des blés chez le coq adulte

Critère	Caractéristiques de la population d'étalonnage						Calibration		Validation interne	
	N	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart-type	N exclus	RMSEE	r	RMSECV	r
EMA blé sur coq (kcal/kg brut) non broyé	63	2917	3264	3086	61	0	39	0.80	50	0.56
EMA blé sur coq (kcal/kg brut) broyé	82	2925	3264	3098	62	0	49	0.64	52	0.54

Tableau 2. Etude des différences de prédiction de l'énergie métabolisable apparente sur 16 échantillons indépendants broyés (*in vivo* comme référence, équation à partir des analyses chimiques – EQ et SPIR)

	<i>In vivo</i> - EQ	<i>In vivo</i> - SPIR	EQ - SPIR
Biais moyen de la prédiction (kcal/kg brut)	12	12	0
Minimum	-157	-82	-38
Maximum	126	94	75
Ecart de prédiction (kcal/kg brut)	63	54	38

Figure 1. Etude statistique inter-campagnes 2016-2017-2018 lors des nouvelles récoltes (données récoltées entre le 1^{er} aout et le 1^{er} novembre 2016 et 2017 et entre le 1^{er} aout et le 28 aout 2018)



Sur le graphique, pour chaque année, la moyenne des valeurs d'EMA (kcal/kg brut) est représentée par une croix rouge. La largeur des boxplots dépend du nombre de données disponibles. Les lettres (a / b) correspondent aux résultats d'un test statistique de Tuckey (p-value à 0.01) permettant de comparer deux à deux les moyennes d'EMA obtenues pour chaque année. Deux années avec deux lettres différentes présentent des valeurs d'EMA significativement différentes.