

## BIOPRESERVGRAIN

### **Protection des grains de céréales au cours du stockage : utilisation de substances naturelles actives formulées dans des matrices bio-sourcées**

**Responsables scientifiques :** Pascale Chalier, [pascale.chalier@umontpellier.fr](mailto:pascale.chalier@umontpellier.fr)

**Période du projet :** septembre 2015 à décembre 2018

#### **Résumé du projet**

En agriculture biologique (AB), les bonnes pratiques de stockage des lots de blé de l'après récolte sont basées sur la démarche de protection antiparasitaire intégrée (PAI). Cette approche préventive n'est pas toujours suffisante pour enrayer une infestation par les insectes granivores ou les moisissures en cours de stockage, ce qui se traduit par des pertes de qualité et un impact économique significatif au moment de la mise en marché. Depuis l'interdiction d'emploi du synergiste de l'activité insecticide des pyréthrine naturelles (le PBO), il n'existe plus de substance active insecticide autorisée en protection des céréales qui soit suffisamment efficace contre les principaux insectes granivores. De son côté, l'agriculture conventionnelle est confrontée à la présence, dans les produits alimentaires à base de céréales, de résidus des pesticides utilisés lors du stockage des grains.

Face à cette problématique, le projet propose une nouvelle stratégie de lutte corrective consistant à incorporer des biomolécules naturelles en formulation solide au moment du remplissage des cellules de stockage. Ces substances bioactives sont intégrées dans des générateurs élaborés en matériaux bio-sourcés, structurés sous forme de granulés. Cette formulation en matrice-réservoir est mise au point pour assurer la protection de la charge en bioactifs avant utilisation et pour se comporter comme un générateur à diffusion contrôlée après activation au moment de l'incorporation dans le grain. La constitution et la morphologie des granulés sont aussi conçues pour permettre leur bonne répartition dans les cellules de stockage et faciliter leur séparation ultérieure des grains par un traitement physique.

L'étude a comporté plusieurs étapes, allant de la mise au point de la fabrication de ce produit innovant jusqu'à la caractérisation de l'activité insecticide et fongicide des bioactifs diffusés dans le grain. Ces bioactifs sont issus d'huiles essentielles (HE) autorisées en tant que substances actives phytosanitaires pour la protection des productions végétales de l'AB (huile de girofle, d'écorce d'orange douce, de pin, de citronnelle). Ces huiles ont été sélectionnées car elles possèdent à la fois des activités insecticides et fongicides, ce qui permet de lutter en même temps contre les deux types d'infestations. La première étape a consisté en une modélisation de la relation entre composition/propriétés des matrices et capacité de charge/vitesse de diffusion dans le silo de grains dans des conditions environnementales (T°C, humidité relative) de risque d'infestation. L'efficacité insecticide sur des espèces cibles a été vérifiée par des bio-essais en conditions d'infestation artificielle de petits lots de blé. Des essais fongicides (croissance et production d'ochratoxines) ont aussi été effectués. La qualité finale des grains et des fractions de mouture a été estimée.

À l'issue du projet, l'objectif est de viser une valorisation industrielle du procédé. C'est pourquoi les spécifications techniques et résultats concernant la formulation et la mise en œuvre des granulés ne sont pas divulgués dans des publications scientifiques ou de transfert. Afin de sécuriser les discussions avec des industriels intéressés, le procédé a fait l'objet du dépôt d'une déclaration d'invention auprès du service de valorisation de l'Université de Montpellier. Celle-ci a permis d'obtenir un financement de la SATT AxLR (Société d'accélération du transfert de technologies - Languedoc-Roussillon) pour un programme de maturation initiale d'un an, dont les objectifs sont de simplifier et d'optimiser le procédé de fabrication, de maîtriser la répartition des granulés dans le silo et l'étape de séparation grains/granulés, et de réaliser des essais insecticides et fongicides à une échelle "pilote", en mini-cellule contenant 200 kg de grain.

**Mot Clés :** Huiles essentielles, libération contrôlée, insecticides, stockages céréales, matériaux bio-sourcés

## Résultats marquants

### Résultat marquant #1 : Dépôt d'une déclaration d'invention "Élaboration de granulés insecticides pour la préservation au stockage post-récolte en silos de grains issus de l'agriculture biologique"

Cette déclaration d'invention protège un savoir-faire qui propose une solution adaptée à la protection des grains de l'AB comme le blé lors du stockage. Elle repose sur l'utilisation d'huiles essentielles déjà utilisées en AB et sur l'obtention de granulés à partir de co-produits issus des céréales ou d'autres produits agricoles. Ces granulés sont aptes à retenir puis à libérer les HE de façon contrôlée lors de l'augmentation des risques d'infestation par les insectes et les moisissures, puisque la libération des principes actifs est déclenchée par une variation de température et d'humidité. L'introduction des granulés sur un lit de grains infestés par des insectes ou des moisissures permet d'enrayer le développement de ces bioagresseurs. Le procédé mis au point pour la conception et la fabrication des matrices permet la production de granulés cohésifs, résistants à l'abrasion, ayant des propriétés d'écoulement et de mise en tas contrôlées, stables mécaniquement et suffisamment chargés en HE pour obtenir les effets insecticide et fongicide recherchés.

### Résultat marquant #2 : Mise au point d'une méthode rapide d'analyse d'HE encapsulées par spectroscopie d'infra-rouge

Une méthode rapide de quantification des huiles essentielles encapsulées, par spectroscopie d'infra-rouge, a été mise au point. Cette méthode non destructive, adaptée à un emploi en routine dans les laboratoires d'analyse, a permis d'obtenir des résultats très satisfaisants malgré la complexité de la signature spectrale des HE, due à la présence de nombreux composés, mais aussi de celle de la matrice d'encapsulation, contenant à la fois des protéines, de l'amidon et des lipides. Il a été démontré que la méthode testée sur l'HE de clou de girofle et de menthe verte permettait de suivre la libération quantitative au cours du temps de l'HE encapsulée mais aussi les éventuelles modifications du profil aromatique au cours du stockage.

## Participants au projet

		<i>Compétences mobilisées pour le projet</i>
<b>Unités Inra porteuses</b>	Montpellier / dépt CEPIA / UMR Ingénierie des agropolymères et technologies émergentes (IATE)	Formulation, production et caractérisation de matrices à libération contrôlée d'huile essentielle. Approche hydro-texturale de caractérisation et de rationalisation des différentes étapes du procédé mis en jeu. Modélisation des transferts des bio-molécules actives. Caractérisation des grains et fractions. Propriétés de mélange/ségrégation et distribution des grains de céréales et granulés biopesticides dans les silos.
	Bordeaux / dépt SPE et MICA / UR Mycologie et santé des aliments (MycSA)	Écophysiologie des moisissures de stockage Étude de l'activité antifongique et de la production d'ochratoxines lors du contact avec les matrices chargées en bio-molécules actives.
<b>Partenaire technique prestataire</b>	Arvalis – Institut du végétal	Essais insecticides
<b>Partenaire technique</b>	Agribio Union	Connaissances sur les pratiques de stockage et traitements en silos pour produits issus de l'agriculture biologiques. Évaluation de la faisabilité de la solution proposée

## Sélection de livrables consultables issus du projet

### Publications scientifiques

Rodriguez J. D. W, Peyron, S., Rigou P., Chalier P. (2018) Rapid quantification of clove (*Syzygium aromaticum*) and spearmint (*Mentha spicata*) essential oils encapsulated in a complex organic matrix using an ATR-FTIR spectroscopic method. PLOS ONE 13(11): e0207401. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0207401>

### Présentations lors de congrès scientifiques

Wicochea-Rodríguez J. D., Gastaldi E., Ruiz T., Rigou P., Peyron S., Chalier P. (2018) Rapid ATR-FTIR method for monitoring the release of major components of clove essential oil encapsulated into a complex organic matrix; Proceedings of the XV Weurman Flavour Research Symposium, 18-22 septembre 2017 à Graz, Autriche. In *Flavour Science*, 2018, Eds Siegmund B., Leitner E., pp 449-502, <https://doi.org/10.3217/978-3-85125-593-5>

Wicochea Rodríguez J.D., Chalier P., Gastaldi E., Ruiz T. (2018) Apports d'un diagramme de phases pour l'élaboration de matrices poreuses à partir de poudres biosourcées, 9<sup>e</sup> Colloque Science et Technologie des Poudres, July 3-5, Compiègne, France. (*Résumé disponible sur demande*)

Wicochea-Rodríguez J. D., Ruiz T., Gastaldi E., Chéreau S., Chalier P. (2019) Biopesticide granules based on essential oils for the protection of wheat grain during storage. Proceedings of the 12<sup>th</sup> conference of the IOBC/WPRS working group "Integrated protection of stored products", 3-6 septembre à Pise, Italie. (*Proceedings disponibles sur demande*)

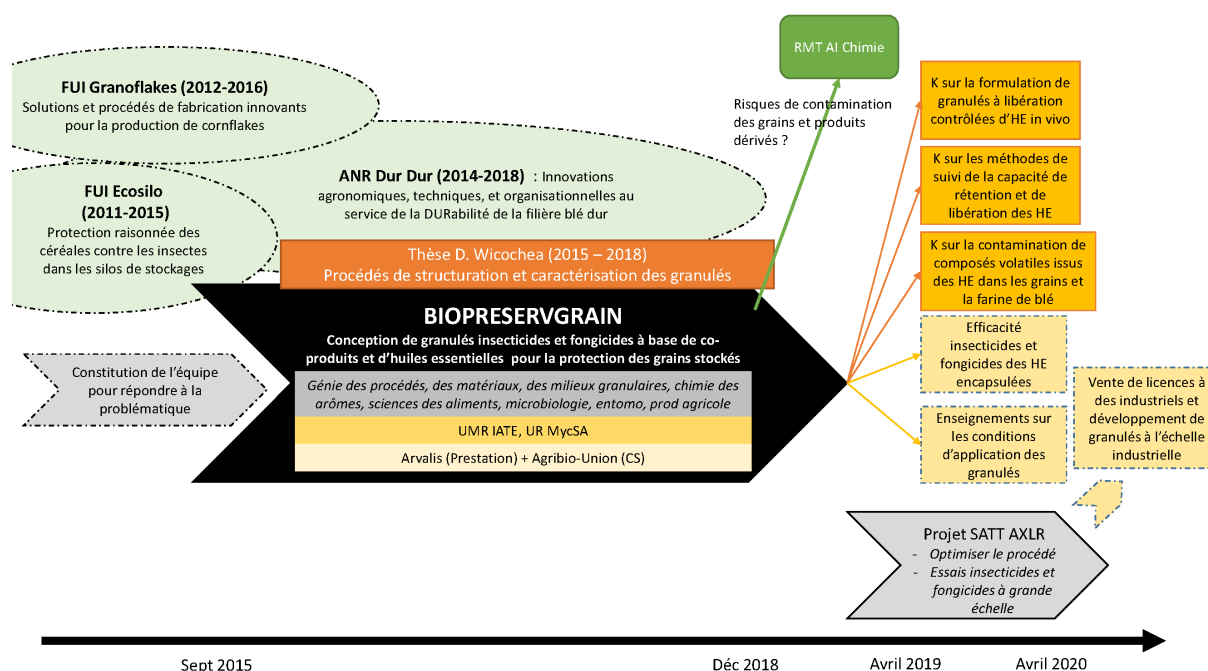
### Publications et présentations à destination des professionnels

D. Wicochea-Rodríguez, P. Chalier (2019) Intérêt des huiles essentielles pour la protection des grains stockés Colloque Insectes des grains, organisé par Arvalis le 9 octobre 2018 à Paris (*Résumé et diaporama disponibles sur demande*)

## Dynamique de projets

Le projet s'est inscrit dans une dynamique de valorisation de co-produits et/ou de produits bio-sourcés pour développer des matériaux actifs à libération contrôlée permettant de mieux protéger les ressources au champs (Projet ADEME Matériaux biosourcés à libération contrôlée de pesticides), les grains lors du stockage (FUI Ecosilo, Protection raisonnée des céréales), les produits transformés emballés (ANR Tailorpack, Développement d'emballages actifs). Il a bénéficié des connaissances acquises sur l'écoulement et la compaction de poudres (ANR Reactive Podwer) sur la mise en place d'une approche hydro-texturale pour caractériser les procédés de transformation (extrusion et séchage) de milieux granulaires (FUI Granoflakes Solutions et procédés de fabrication innovants pour la production de cornflakes) et d'une démarche d'éco-conception mise en place dans le cadre de l'ANR Dur-DUR ayant pour objectifs de transformer et rationaliser les procédés technologiques de la filière blé dur avec une réduction significative de la dépendance énergétique.

Il va déboucher sur une contribution au RMT Alchimie (poursuite du RMT Quasaprove) dans le cadre de la maîtrise des contaminants chimiques tout au long de la chaîne de production alimentaire en étudiant plus spécifiquement l'impact de l'évolution des pratiques de stockage des grains proposée dans le cadre du projet Biopreservgrain sur les produits transformés dérivés.



Activités complémentaires	Dates	Nom de l'activité et financement	Interactions avec le projet Biopreservgrain
<b>Antérieures</b>	2011-2015	FUI Ecosilo ?	Utilisation d'un modèle biologique de croissance des insectes couplé à un modèle thermique des silos de stockage pour anticiper la croissance des insectes et déclencher un traitement si nécessaire
	2009-2012	ANR Reactive podwer	Écoulement de poudre et phénomène d'agglomération
	2012-2016	FUI Granuloflakes	Application de l'approche hydro-texturale au procédé d'extrusion et de séchage
<b>Parallèles</b>	2014-2018	ANR DurDur	Optimisation et rationalisation des procédés en lien avec la phénomologie
	2015-2018	CONACYT-Thèse D Wicochea	Réalisation des expériences traitement des données, écriture des publications
<b>Futures</b>	avril 2019 - avril 2020	SATT AxLR (Société d'accélération du transfert de technologies - Languedoc-Roussillon)	Programme de maturation initiale : - Optimiser le procédé de fabrication des granulés - Réaliser des essais insecticides et fongicides à l'échelle pilote
	2020	RMT Al Chimie	Contamination des grains et produits dérivés (farines, semoules) après contact avec les granulés