

Résumés des communications

Communications orales

	Page
Paul GELADI. NIR hyperspectral imaging: sampling and penetration depth issues	2
Bruno TISSEYRE. Le Semi-variogramme : exemple d'utilisation pour l'échantillonnage et l'estimation spatialisée.	3
Nathalie GORRETTA, Xavier HADOUX. Traitement spectral-spatial des images hyperspectrales : un état des lieux.	4
Cécile GOMEZ, A. DROST, Jean-Michel ROGER. Analyse des incertitudes associées aux prédictions de la teneur en argile obtenues par imagerie hyperspectrale Vis-NIR aéroportée (0.4-2.5µm)	4
Brigitte MAHAUT. Prise en compte de l'hétérogénéité d'une population de grains pour développer une calibration	5
Antoine STEVENS, Leonardo RAMIREZ-LOPEZ, Marco NOCITA & Bas van WESEMAEL. Prédiction du carbone organique des sols avec des bases de données spectrales hétérogènes : limitations et applications	6
Sandrine PLUT. Hétérogénéité pédoclimatique : Comment en tenir compte dans les étalonnages de grains - Exemple du tournesol	7
Michaël CLAIRONTE, Agnès MARTIN, Manon VILLENEUVE, Bernard BARTHES. Répétabilité et reproductibilité de la mesure : application des profils d'exactitude au dosage du carbone du sol et à sa prédiction par VisNIRS.	7
Alexia GOBRECHT, Nathalie GORRETTA, Jean-Michel ROGER, Tiphaine CHEVALIER, Bernard BARTHES. Caractérisation de l'hétérogénéité de la respiration du sol par imagerie hyperspectrale en proxidétection	8
Denis BASTIANELLI, Mathilde BRACHET, Laurent BONNAL. Comment un étalonnage global peut-il décrire l'hétérogénéité intra-échantillon ? Exemples sur le foie gras.	9
Fabien CHAUCHARD. Approche Vis-NIR multipoint intégrée pour la mesure d'index d'hétérogénéité	9

Posters

Laurent BONNAL, Guillaume BOISSIER, Philippe CACOT, Thibault GEOFFROY, Denis BASTIANELLI. Etalonnage de la mesure de l'azote total dans les ulves (<i>Ulva</i> sp.) par SPIR	10
Damien VINCKE, Rebecca MILLER, Édith STASSART, Marcel OTTE, Pierre DARDENNE, Matthew COLLINS, Keith WILKINSON, John STEWART, Sandrine MAURO, Nicaise Kayoka MUKENDI, Vincent BAETEN, Juan Antonio FERNANDEZ PIERNA. Collagen preservation in fossil bones: Fast & non-destructive detection	11

NIR hyperspectral imaging: sampling and penetration depth issues

Paul GELADI

Swedish University of Agricultural Sciences, Forest Biomaterials and Technology, SE 90183 Umeå, Sweden

Email : paul.geladi@slu.se

Introduction

Very few papers on NIR spectroscopy or NIR imaging take up penetration depth and sideways diffusion through the material. There are theoretical considerations, but for most solids too many material parameters are needed for a calculation of penetration of the radiation. Practical tests with a hyperspectral camera in reflectance mode provide more hands-on information. Some experimental ideas and their results are presented.

Material and methods

The Matrix NIR camera from Malvern consists of an InGaAs detector array and an LCTF filter. It makes images of size 320 x 256 x 118 in the wavelength range 960:6:1662 nm. The objective used allowed imaging of a 62 mm x 49 mm flat surface. This gave a pixels size of 0.2 mm x 0.2 mm. Illumination was by four quartz-halogen lamps. Imaging was by averaging 16 images of 32 ms integration time at each wavelength. Dark images were made by blocking the lens. A white reference image was made by imaging a Teflon diffuse reflector plate (Gore). Pseudo absorbance was calculated for each image taken in the lsys 5.0 software from Malvern. Software for chemometric analysis was Evince from Umbio. It allowed the making of mosaics for minimizing the problem of the limited spatial resolution of the InGaAs detector array. Chemometrics techniques could be applied to the mosaics. Materials used included pinewood, pure cellulose filter paper (Munktell OOM pure cellulose diam 70 mm, 0.18 mm thickness) and plastic membranes (Gelman Supor polyethersulfone diam 47 mm, pore 0.45 μ m, 0.145mm thickness).

Results and discussion

Reflectance measurements were made using a sandwich of: a Gore reflector plate, a piece of PE/PP plastic with writing on it, a number of filter papers and a glass plate to press the filter papers together. The number of filter papers was increased by one each time, starting from none. The resulting images were collected in a mosaic and multivariate image analysis was performed after removing irrelevant image parts and cleaning for bad pixels. Score images and score plots from PCA could be used to detect clustering of pixels. The clusters could be used to determine penetration depth limits. The score images could also be used to describe sideways diffusion. A similar experiment was done using a wedge of pinewood. This wedge had thicknesses from 0.1 mm to 9 mm. Also for this case the multivariate image analysis gave useful results. It was also possible to isolate wavelength regions in order to establish wavelength dependence of penetration depth and sideways diffusion.

Conclusion

NIR hyperspectral imaging is based on a limited penetration depth of the NIR radiation, in the experiments 0.8 to 1.5 mm. Furthermore, blurring can occur due to sideways diffusion (leaking between pixels). Because of this, a pixel in the collected image is not the same pixel in the material. Multivariate data analysis on mosaics is an ideal method of detecting penetration depth issues. An important conclusion is that a pixel in an image is not a pixel in the material imaged. It contains information from a voxel that is larger than the image pixels and goes deeper than the surface. A complication is that there is also wavelength dependency.

Short abstract

A short introduction to hyperspectral imaging is given. Using an InGaAs camera with an LCTF filter, hyperspectral images were made for determining penetration depth and sideways diffusion. Depending on the material, penetration depths of 0.8 to 1.5 mm were found. Sideways blurring was also detected and described. This means that pixels in an image really represent a voxel in the material imaged.

Literature reference: NIR News, 23 (8) 2012

Le Semi-variogramme : exemple d'utilisation pour l'échantillonnage et l'estimation spatialisée.

Bruno TISSEYRE

UMR Itap, Montpellier SupAgro/Irstea, 2 place viala, 34060 Montpellier cedex

Email : tisseyre@supagro.inra.fr

Le développement des systèmes de positionnement par satellites et des systèmes de mesures embarqués entraînent, dans les domaines de l'agriculture et de l'environnement, la génération de jeu de données avec une très grande résolution spatiale (> 2000 points de mesure par hectare). Ce nouveau contexte nécessite le recours à des méthodes spécifiques permettant l'analyse, le traitement et la représentation de ces données. Ces méthodes doivent simultanément prendre en compte deux phénomènes en apparence contradictoires : le caractère erratique et le caractère spatialement structuré des données. Le caractère erratique peut-être causé par le phénomène observé ou la chaîne de mesure utilisée. Dans le domaine de l'agriculture et de l'environnement, les phénomènes observés sont souvent vivants et présentent naturellement une grande variabilité, par exemple le rendement observé d'une plante à l'autre peut être très différent. Parallèlement, les conditions d'acquisition des données sont parfois difficiles (variation de la température, vibration, poussière, etc.) ce qui peut entraîner une grande variabilité des données mesurées. S'agissant de données spatiales, la structure spatiale des données s'oppose au caractère erratique de ces dernières, par exemple : deux observations proches, dans l'espace géographique, ont plus de chance d'être similaires que deux observations éloignées.

Le semi-variogramme s'est largement imposé comme un outil permettant de représenter et de prendre en compte conjointement ces deux caractéristiques de la donnée spatialisée dans le domaine de l'agriculture et de l'environnement. Après une présentation formelle du semi-variogramme et de sa signification. La présentation se focalisera sur son utilisation pratique à travers deux cas d'étude :

- l'estimation globale : nous montrerons l'intérêt du semi-variogramme pour raisonner un échantillonnage spatialisé pour produire l'estimation d'une moyenne sur un domaine donnée (exemple de l'estimation du rendement sur une parcelle)
- l'estimation locale : nous montrerons comment le semi-variogramme peut être utilisé pour produire une estimation et l'incertitude associée à cette estimation sur un site où aucune observation n'est disponible.

Traitement spectral-spatial des images hyperspectrales : un état des lieux.

Nathalie GORRETTA, Xavier HADOUX

UMR ITAP, IRSTEA Montpellier
Email : nathalie.gorretta@irstea.fr

L'imagerie hyper-spectrale (IHS) consiste à créer et à analyser des images de la même scène pour une succession de longueurs d'onde dans un domaine spectral donné. De telles images apportent des informations sur la constitution chimique des objets et permettent ainsi de distinguer des objets de même couleur mais de compositions chimiques différentes. Cependant, quel que soit le domaine d'application, la plupart des méthodes développées pour le traitement des images hyperspectrales analysent les données sans prendre en compte l'information spatiale. Les pixels sont alors traités individuellement comme un simple tableau de mesures spectrales sans arrangement particulier.

Cependant, depuis quelques années et du fait de l'apparition d'imageur hyperspectraux à haute résolution spatiale, un certain nombre d'auteurs se sont attachés à proposer diverses stratégies permettant d'exploiter ces deux sources d'informations. A ce jour, l'importance de prendre en compte l'information spatiale dans le traitement des images hyperspectrales a été démontré dans différents contextes tels que la classification, la segmentation d'images ou encore les approches de démixage.

L'objectif de cette présentation est de faire un point sur les approches spectraux/spatiales disponibles dans la littérature dans un objectif de classification ou de segmentation d'images hyperspectrales. On s'intéressera ainsi à deux grandes familles d'approches à savoir les approches de classification avec contrainte spatiale et les approches utilisant et étendant la définition de certains outils de traitement d'images. Après avoir présenté ces deux grandes familles, quelques stratégies nous paraissant particulièrement intéressantes seront détaillées.

Analyse des incertitudes associées aux prédictions de la teneur en argile obtenues par imagerie hyperspectrale Vis-NIR aéroportée (0.4-2.5 μ m)

Cécile GOMEZ¹, A. DROST^{1,2}, Jean-Michel ROGER³

¹ IRD, UMR LISAH (INRA-IRD-SupAgro), F-34060 Montpellier, France

² Centre for Geo-Information, Wageningen University, 6708 PB Wageningen, The Netherlands

³ IRSTEA, UMR ITAP, Montpellier, France

Email: cecile.gomez@ird.fr

Depuis quelques années, un nombre croissant d'études ont montré que l'imagerie spectroscopique Visible Proche-Infrarouge (0.4-2.5 μ m) aéroportée peut fournir une estimation géo-localisée de plusieurs propriétés de sol telles que l'Argile, la matière Organique, le Carbonate de Calcium ou encore le Fer. Ces estimations sont généralement réalisées par le biais de modèles de régression multi-variés, construit en Cross-validation sur des bases de données d'étalonnage, puis validées sur

des bases de données indépendantes. La performance globale de ces modèles est étudiée à travers l'analyse d'indices tels que l'Erreur Standard de Prédiction (SEP), le coefficient de détermination (R²), ou encore l'Erreur quadratique moyenne (RMSEP).

Au-delà de ces indices reflétant la performance globale des modèles, l'analyse de l'erreur et de l'incertitude affectant chaque nouvelle prédiction reste un enjeu. On peut définir l'erreur de prédiction comme « l'écart entre la valeur prédite et la valeur vraie ». Et on peut définir l'incertitude comme « la variance des prédictions ». Cette étude s'intéresse à l'estimation et l'interprétation de l'incertitude associée à chaque nouvelle prédiction.

Les données spectrales considérées dans cette étude sont des données aéroportées acquises par le capteur AISA-DUAL (280 bandes spectrales entre 0.4-2.5µm), sur le Bassin Versant du Lebna (300km², Tunisie), avec une résolution spatiale de 5m. Un modèle de régression PLS (Partial Least Square) a été construit à partir d'une base de données de 96 individus afin de prédire le taux d'Argile et validé par une base de données indépendante de 32 individus. Trois expressions de l'incertitude associée aux prédictions d'Argile, développées initialement par Fernandez-Ahumada et al. (2012) pour des modèles de régression calés sur des données spectrales de Laboratoire, ont été testées sur nos données aéroportées : i) un 1er terme exprime l'incertitude liée au modèle de régression, ii) un 2ème terme exprime l'incertitude liée au spectre permettant la prédiction, et iii) un 3ème terme exprime la dépendance des deux premiers. De plus des expressions d'incertitude plus communément employées telles que le Leverage, la distance de Mahalanobis et la variance de prédiction par Bootstrap, ont également été testées. La dimension spatiale de nos données a été prise en compte dans l'étude de cette incertitude associée aux prédictions.

Une analyse de ces différentes expressions d'incertitude a permis de mieux comprendre l'origine des différentes sources d'incertitude et de mettre en évidence des zones à fort risque de mauvaises prédictions.

Cette étude a été financée par le projet TOSCA- CNES « HUMPER - Mission HYPXIM : Apport de la résolution spatiale de la mission HYPXIM pour l'étude des propriétés pérennes des sols et de leur humidité de surface » (2013-2014).

Prise en compte de l'hétérogénéité d'une population de grains pour développer une calibration

Brigitte MAHAUT

ARVALIS-Institut du végétal, Station Expérimentale, 91720 BOIGNEVILLE
Email : b.mahaut@arvalisinstitutduvegetal.fr

ARVALIS - Institut du végétal développe des calibrations sur céréales, oléagineux et protéagineux à des fins d'utilisation interne pour caractériser la valeur d'utilisation des matières premières mais aussi pour des sociétés extérieures dont les organismes stockeurs. Les modèles doivent alors être robustes et transférables au sein d'un réseau d'utilisateurs regroupant plusieurs centaines de spectromètres afin que les mesures soient justes et homogènes.

La robustesse traduit l'insensibilité de la calibration aux facteurs d'hétérogénéité des grains à savoir le génotype, les conditions de production de l'échantillon (traitement cultural, lieu, climat), la propreté, la température et la teneur en eau des grains, la granulométrie du produit....

L'obtention de modèles robustes repose donc sur des bases de données qui incluent toutes ces composantes d'hétérogénéité. Dans notre domaine, l'introduction d'échantillons de différentes récoltes permet d'intégrer la plupart de ces facteurs dans la population de calibration. En outre, l'application de traitement mathématique particulier favorise la prise en compte de cette variabilité tout en la minimisant et permettent l'obtention de performances acceptables par l'utilisateur de la calibration.

La constitution de la base de calibration requiert un grand nombre d'échantillons donc une gestion de stockage et de conservation des lots sur plusieurs années. Elle représente un investissement initial important. Toutefois un modèle de prédiction robuste nécessitera moins d'ajustement et par conséquent peu d'actualisation qui est toujours une étape contraignante et coûteuse.

Prédiction du carbone organique des sols avec des bases de données spectrales hétérogènes : limitations et applications

Antoine STEVENS¹, Leonardo RAMIREZ-LOPEZ², Marco NOCITA^{1,3}, Bas van WESEMAEL¹

¹ Earth and Life Institute, UCLouvain, Louvain-la-Neuve, Belgium.

² Swiss Federal Research Institute WSL, Zurich, Switzerland

³ Institute for Environment and Sustainability, Joint Research Centre of the European Commission, Ispra, Italy
Email : antoine.stevens@uclouvain.be

La possibilité de prédire avec précision des propriétés de sols basées sur des bibliothèques spectrales regroupant des échantillons d'une population homogène ou d'origine similaire a été démontrée à de nombreuses reprises. Toutefois, ces bases de données locales n'ont qu'un champ d'application limité considérant le fait que les calibrations spectroscopiques sont empiriques et n'arrive souvent pas à prédire avec précision les *outliers*. Le développement de grandes bases de données spectrales des sols, couvrant de larges territoires et représentatives de leur complexité en terme de propriétés de sol, sont donc absolument nécessaire afin de permettre l'élaboration de modèles de calibration robustes, capables de prédire des échantillons d'origines diverses.

Lors de cet exposé, nous montrerons les limites de ces grandes bases de données spectrales en terme de performance prédictive et en discuterons les raisons. Les exemples utilisés seront issus de la base de données LUCAS SOIL (<http://eusoils.jrc.ec.europa.eu/projects/Lucas/Data.html>) regroupant plus de 20 000 échantillons collectés dans 23 pays de l'Union Européenne suivant un protocole standard et analysés suivant des méthodes ISO dans un laboratoire unique. Les échantillons ont été scannés avec un XDS Rapid Content Analyzer (FOSS NIRSystems Inc.). Nous comparerons les performances de différentes méthodes de calibration multivariée (*PLSR*, *Random Forest*, *Radial-basis Support Vector Machine Regression*, *Multivariate Adaptive Regression Splines*) pour la prédiction du carbone organique du sol à l'échelle européenne et proposerons de nouvelles approches basées sur les régressions locales.

Hétérogénéité pédoclimatique : Comment en tenir compte dans les étalonnages de grains - Exemple du tournesol

Sandrine PLUT

Caussade Semences, ZI de Meaux - BP 109, 82303 CAUSSADE CEDEX

Email : Sandrine.plut@caussade-semences.com

Le Tournesol est l'une des espèces végétales la plus cultivée au monde pour sa richesse en huile. Il est utilisé dans l'alimentation humaine sous forme d'huiles, dans l'alimentation animale comme tourteau, mais aussi dans l'industrie (biodiesel, encres, peintures, biolubrifiants...)

L'huile de tournesol est principalement constituée d'acide gras et de constituants mineurs (ex : tocophérols et phytostérols). A Caussade Semences, nos objectifs de sélection sont la teneur en huile totale et les hautes teneurs en acide oléique.

De la création d'une nouvelle lignée jusqu'à un hybride commercial, une dizaine d'années de croisements et d'analyses sont nécessaires. A chaque génération, nous mesurons la teneur en acide oléique des lignées afin de ne garder que les meilleures. Ces mesures sont effectuées par méthode indirecte à l'aide d'un appareil de spectrométrie infrarouge (MPA de Bruker). Par conséquent, nous devons construire une calibration afin d'associer notre valeur mesurée à la valeur de référence. La valeur de référence est obtenue par chromatographie en phase gazeuse.

Notre matériel génétique très diversifié impose une calibration précise quelles que soient l'origine des semences, les conditions de culture et la génétique de notre échantillon à évaluer. Chaque année, nous enrichissons notre calibration en rajoutant des points afin de prendre en compte les hétérogénéités pédoclimatiques. Ainsi, d'année en année, notre calibration est de plus en plus robuste.

Répétabilité et reproductibilité de la mesure : application des profils d'exactitude au dosage du carbone du sol et à sa prédiction par VisNIRS.

Michaël CLAIROTTE¹, Agnès MARTIN², Manon VILLENEUVE³, Bernard BARTHES³

¹INRA, UMR Eco&Sols, Montpellier ; ²CIRAD, UMR Eco&Sols, Montpellier ; ³IRD, UMR Eco&Sols, Montpellier.

Email : clairott@supagro.inra.fr

La validation des méthodes et l'évaluation de l'incertitude sont deux exigences de la norme ISO 17025. L'utilisation de la spectroscopie proche infrarouge à des fins d'analyse quantitative nécessite par conséquent l'estimation de la justesse, de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode utilisée. L'hétérogénéité de l'échantillon est une composante des sources d'incertitude liées à une mesure analytique, au même titre que l'équipement utilisé, l'opérateur, les conditions ambiantes, etc.

Dans cette étude, la justesse et la fidélité d'une méthode de prédiction des teneurs en carbone total et azote du sol par spectroscopie visible et proche infrarouge (VisNIR) sont estimées. Pour ce faire, 45 échantillons de sol de surface (0-30 cm) provenant du Réseau français de mesures de la qualité des sols (RMQS, INRA Orléans) ont été sélectionnés pour former des classes de teneur croissante en carbone total (de 5 à 130 gC/kg de sol ; sur ces échantillons, la teneur en azote varie de 0.7 à 13 gN/kg). Ces échantillons ont été analysés par la méthode de référence (combustion Dumas) avec un analyseur élémentaire CHN (FISONS - Thermo). Les spectres de réflectance de ces échantillons ont été acquis dans le VisNIR avec un spectromètre ASD LabSpec 2500 (350-2500 nm).

Les modèles de prédiction ont été réalisés par régression des moindres carrés partiels (PLS) avec validation croisée « leave-one-out ». La fidélité intermédiaire ainsi que l'intervalle de tolérance pour les différentes classes de teneurs en carbone et azote ont été estimés pour la méthode de référence et pour la méthode spectroscopique en répétant les mesures, avec différents opérateurs, et à différentes dates. Les résultats de validation de méthode et d'évaluation de l'incertitude ont été représentés graphiquement en se basant sur les profils d'exactitudes développés par Feinberg et al (2004). En fixant une limite d'acceptabilité de $\pm 20\%$ autour de la mesure de référence, le domaine de validité des modèles de prédiction étaient de 40 à 130 gC/kg pour les teneurs en carbone total du sol, et de 5 à 13 gN/kg pour les teneurs en azote du sol.

Caractérisation de l'hétérogénéité de la respiration du sol par imagerie hyperspectrale en proxidtection

**Alexia GOBRECHT¹, Nathalie GORRETTA¹, Jean-Michel ROGER¹,
Tiphaine CHEVALIER², Bernard BARTHES²**

¹ UMR ITAP, IRSTEA Montpellier ; ² UMR Eco&Sols, IRD Montpellier
Email : alexia.gobrecht@irstea.fr

Une meilleure estimation de l'hétérogénéité spatiale des propriétés du sol, en particulier la répartition des matières organiques et des activités biologiques, est souvent soulignée pour mieux appréhender le comportement du système sol, par exemple sa résistance au stress. Cependant, il est difficile de comprendre, quantifier et suivre l'évolution de la respiration du sol dans l'espace et le temps, notamment à l'échelle microscopique.

Bien que la spectroscopie proche-infrarouge (SPIR) ne soit pas pertinente pour mesurer directement le dégagement de dioxyde de carbone (CO₂), la respiration du sol implique la dégradation des matières organiques ainsi des changements biochimiques, qui eux, peuvent être estimés par SPIR.

Avec l'avènement des imageurs hyperspectraux, il est désormais possible d'accéder à une information spectrale finement résolue spatialement. Ainsi, l'objectif de cette étude était d'évaluer le potentiel de l'imagerie hyperspectrale de proximité dans le visible-proche infrarouge (VIS-NIR) (i) à étalonner un modèle pour prédire la respiration du sol dans des conditions contrôlées, et (ii) à représenter l'hétérogénéité spatiale et sa variation temporelle de la respiration du sol à une échelle de 0,2 mm.

Comment un étalonnage global peut-il décrire l'hétérogénéité intra-échantillon ? Exemples sur le foie gras.

Denis BASTIANELLI¹, Mathilde BRACHET², Laurent BONNAL¹

¹CIRAD SELMET, Baillarguet TA C-112/A, 34398 Montpellier cedex 05.

²UMR TANDEM, BP 52627, 31326 Castanet Tolosan Cedex

Email : denis.bastianelli@cirad.fr

Dans le cadre d'essais sur la caractérisation du foie gras de canard, des étalonnages SPIR ont été mis au point pour la mesure de la composition chimique des foies (p. ex. Matières grasses, MG) ou leurs propriétés technologiques (taux de fonte, TF). La prise de spectre sur des échantillons de foies entiers frais, avec un spectromètre ASD Labspec Pro équipé d'une sonde de réflectance, était réalisée en effectuant la moyenne de huit spectres pris à quatre endroits de chaque foie. Des spectres de plus de 1000 échantillons de foies ont ainsi été acquis, et des étalonnages de MG et TF ont été réalisés à partir de plusieurs centaines de mesures.

Ces données sont revisitées a posteriori en appliquant les étalonnages non plus à la moyenne des huit spectres pour chaque foie, mais à chacun des points de mesure (haut, bas, gauche et droite). Les spectres individuels sont bien intégrés dans la base de calibration globale. Des différences particulièrement importantes sont observées, avec des écarts de 11.5% (TF) et 4.8%(MG) entre le haut et le bas du foie (ANOVA $p < 0.001$) mais non entre gauche et droite ($p > 0.05$). Cette image à 4 « pixels » est intéressante car elle montre une hétérogénéité qui n'est pas facilement accessible par les méthodes de référence.

Pour aller plus loin, un essai de cartographie plus fine de la composition d'un échantillon de foie a été réalisé. 156 spectres ont été pris sur le foie, tant en face dorsale que ventrale et à l'intérieur du foie coupé en deux. L'ensemble de ces spectres peut être prédit à partir des étalonnages globaux, et l'hétérogénéité de l'échantillon peut alors être décrite de manière assez précise. Ce type de données n'est pas accessible expérimentalement puisque les mesures de TF et de MG sont destructives et requièrent une quantité importante d'échantillon.

La discussion porte sur de telles applications d'étalonnages globaux à des spectres individuels, les avantages et les risques de cette approche.

Approche Vis-NIR multipoint intégrée pour la mesure d'index d'hétérogénéité

Fabien CHAUCHARD

INDATECH

Email : FChauchard@indatech.eu

Le contrôle de produits industriels en ligne devient de plus en plus important sous la pression réglementaire et économique. Les critères habituellement mesurés sont d'ordre chimique (composition) ou physique (densité, taille moyenne de particules). L'homogénéité du produit est également un paramètre clé dans le cas d'applications reposant sur des mélanges de poudres ou

liquide (émulsion). L'imagerie hyperspectrale est généralement la méthode de référence en Laboratoire mais s'avère rapidement trop complexe à mettre en œuvre à l'échelle industrielle (taille des images, encombrement du système, ...). Ceci est d'autant plus vrai si la mesure doit se faire dans un réacteur (dans ce cas la seule solution est de plonger une sonde à l'intérieur). Afin de permettre une mesure rapide et efficace de l'homogénéité une nouvelle approche a été mise au point. Elle repose sur deux piliers clés :

- Une stratégie optique : La mise au point d'une approche de mesure multipoint fibrés couplée à une caméra hyperpsectrale (ou un spectromètre ASD). Cette technique permet de reproduire une image simplifiée de l'échantillon en moins d'1 ms.
- Une stratégie chimiométrique : un index d'inhomogénéité a été proposé il se base sur la comparaison de la variance des spectres entre eux.

Un exemple sera donné sur une application pharmaceutique dans le cas d'agglomérats de principe actifs.

Etalonnage de la mesure de l'azote total dans les ulves (*Ulva* sp.) par SPIR

Laurent BONNAL¹, Guillaume BOISSIER², Philippe CACOT², Thibault GEOFFROY³, Denis BASTIANELLI¹

¹ CIRAD UMR SELMET, Montpellier, France

² CIRAD UMR INTREPID, Montpellier, France

³ IFREMER Station de recherche en aquaculture de Palavas, Palavas-les-Flots, France

Email : philippe.cacot@cirad.fr

Les ulves peuvent-elles représenter une ressource alimentaire intéressante pour les poissons d'élevage ?

Les ulves (*Ulva rigida* et/ou *U. lactuca*) sont des algues communes sur les côtes françaises qui dans certaines conditions peuvent devenir envahissantes. Leur valorisation en alimentation animale serait intéressante, sous réserve que leur teneur en protéines soit suffisante (25% et plus). Un enrichissement en protéines par culture dans des milieux enrichis est étudié par l'UMR INTREPID.

Les algues ont été collectées dans les étangs à proximité de la station IFREMER de Palavas et fertilisées par apport d'ammoniaque, de phosphate, de fer et de carbone. Les échantillons ont été prélevés après différentes durées de culture, rincés puis centrifugés pour éliminer l'eau à l'extérieur des thalles. La teneur en azote total (Kjeldahl) a été mesurée sur 153 échantillons. La teneur en matière sèche des échantillons frais a été déterminée à l'étuve. Les spectres ont été collectés sur matériel frais (ASD Labspec Pro) ou après séchage et broyage (FOSS NIRSYSTEM 6500).

La teneur en azote total des échantillons a été très variable avec une plage s'étalant de 1,61 (échantillons non enrichis) à 8,67%MS (moyenne=5,6%MS, Ecart-type=1,5). Les étalonnages obtenus sur produits secs ont été précis, avec des valeurs de R², SECV et RPD de 0,98, 0,25 et 5,8 respectivement. Ils semblent directement utilisables pour des échantillons de même nature. Les étalonnages établis sur la base des spectres frais ont donné des valeurs de R², SECV et RPD de 0,89, 1,50 et 2,4 pour la matière sèche et de 0,97, 0,30 et 5,0 pour l'azote. La prédiction de la teneur en

azote total semble donc réalisable à terme, même s'il convient de consolider les bases d'étalonnage, en particulier par l'incorporation d'échantillons issus de fertilisations avec d'autres sources d'azote comme les nitrates.

Des analyses d'azote minéral suggèrent que la majeure partie de l'azote était présent sous forme de protéines. Pour les échantillons les plus riches, la teneur en protéines serait de près de 50%, montrant un potentiel nutritionnel majeur des algues enrichies pour l'alimentation de poissons omnivores mais également d'autres monogastriques. La SPIR est un moyen précis et pratique d'étudier la cinétique d'accumulation des protéines dans les algues lors notamment des cultures d'enrichissement.

Collagen preservation in fossil bones: Fast & non-destructive detection

Damien VINCKE¹, Rebecca MILLER², Édith STASSART², Marcel OTTE², Pierre DARDENNE¹, Matthew COLLINS³, Keith WILKINSON⁴, John STEWART⁵, Sandrine MAURO¹, Nicaise Kayoka MUKENDI¹, Vincent BAETEN¹, Juan Antonio FERNANDEZ PIERNA¹

¹ CRA-W, ² University of Liege, ³ University of York (UK), ⁴ University of Winchester (UK), ⁵ Bournemouth University (UK)

Email: d.vincke@cra.wallonie.be

Collagen is a critical material in archaeology required for different analyses (radio carbon dating, ancient DNA, etc.). For such analyses at present, archaeologists are faced with the issues of cost and time, and the risk of failure if collagen preservation is insufficient. The cost of these techniques requires a careful and time consuming screening of the samples. Rapid and non-destructive techniques are needed to screen bones to detect and quantify the amount of collagen preserved, capable of processing large numbers of samples and potentially to directly measure them on-site. Spectroscopy techniques such as Near Infrared (NIR) and NIR hyperspectral imaging fulfill all these conditions.

Climate and environment play a key role in explanations of human adaptation, survival and extinction when hominids are confronted with changing climate, particularly rapid oscillations. NIR and NIR Imaging analyses of the fauna will contribute to these questions by clarifying differences in faunal taphonomy (study of the weathering of archaeological remains) within and between strata, leading to further analyses that will refine the palaeoenvironmental and climatic sequence observed in the TAW sequence.

The results shown here indicate that NIR hyperspectral imaging combined with chemometric tools has enabled the detection of specific spectral bands characteristic of collagen (not shown here) and the analysis of the degree of collagen homogeneity (taphonomy) within and between different strata. These results have direct implications for archaeological applications (e.g. sample selection for subsequent analyses requiring collagen preservation and taphonomic analyses).