

Résumés des communications

Lundi 27 novembre 2017

Pages

P. Dardenne Limite de détection et incertitude en spectroscopie proche infrarouge	2
M. Pires-Franco et al. Transfert de calibration - HSI et chimie du bois	3
M. Ryckewaert et al. ANOVA-Simultaneous component analysis on vegetation spectra data acquired into an experimental design	4
J. Guillory et al. Application du NIR à l'alimentation animale	5
V. Baeten et al. Qualité spectrale de spectromètres (micro spectro et spectro de laboratoire)	5
P. Courcoux et al. Random forests for the prediction of water content by near-infrared hyperspectral imaging spectroscopy in biscuits	6

Mardi 28 novembre 2017

F. Marini Discrimination and Classification in NIR spectroscopy	7
J.A. Fernandez-Pierna et al. Détection de spectres anormaux/atypiques - test de conformité de produits	7
M. Veleva et al. Discussion sur la discrimination pour l'identification et la qualification de matières premières	8
A. Malechaux et al. Discrimination variétale des huiles d'olive vierges extra – effet terroir	8
E. Lancelot et al. Détermination en ligne du temps optimal de mélange de pâte à pain de mie par une approche d'analyse discriminante des spectres Proche-Infrarouge	9
D. Andueza et al. Utilisation de la spectrométrie visible et proche infrarouge pour discriminer les fromages au lait cru et au lait pasteurisé	10
J. Lallemand et al. Discrimination Strategies For Polymer Identification For Continuous Processes with On-Line Near Infrared Spectroscopy	11
D. Bastianelli et al. Classification d'échantillons de végétaux pâturés par les ovins en garrigue	12
M. Andrianindrina et al. Discrimination pour l'aide à l'identification des bois malgaches	13
M. Ecarnot et al. Identification de mélanges variétaux de blés durs : Grains et Feuilles	13
E. Skibsted et al. Discrimination with NIR in the biotech and pharma industry	14
P. Hébert et al. Use of a NIR mini spectrometer for polyamides discrimination on a production unit	15
A. Bourely et al. Stratégie de discrimination pour le tri de déchets à haute cadence	16
F. Davrieux et al. Application des méthodes de projection multivariées pour la classification et l'optimisation du traitement post-récolte des mangues	16
M. Noury et al. Early detection of the fungal disease "apple scab" using hyperspectral imaging	17

Posters	Pages
M. Andrianindrina et al. Utilisation de la spectroscopie proche infrarouge pour la prédiction des propriétés physiques et mécaniques et la discrimination de 5 essences autochtones de la station forestière de Mandraka (Madagascar)	19
G Moussard et al. Diagnostic foliaire de la Canne à Sucre par SPIR – Prédiction de la teneur en Azote (N)	20
V. Segura et al. Détermination des taxons de mélèze par spectroscopie proche infrarouge	20

Communications orales

Limite de détection et incertitude en spectroscopie proche infrarouge

P. Dardenne

Consultant NIR, Belgique

Parmi les publications traitant des applications de la SPIR, on peut trouver^{1,2} des articles qui présentent des résultats prétendant atteindre le niveau du PPM et celles-ci notamment dans le cadre de la contamination de poudres de lait par de la mélamine. La communauté SPIR fut assez horrifiée par ces résultats et Karl Norris lui-même fit une mise au point³ dans le Journal of Near Infrared Spectroscopy conseillant aux chercheurs de valider leurs modèles avec des échantillons indépendants avant de donner une limite de détection.

La lecture de ce jour présente deux exemples tirés de données réelles. Le premier concerne la teneur résiduelle en eau dans des échantillons de maïs plante entière séchés et broyés. Une base de près de 5000 spectres est triée par ordre croissant des teneurs en eau et 2 spectres moyens sont calculés sur 2500 spectres. Si on assume que les autres sources de variation sont annulées, les spectres moyens ne représentent que les variances dues aux teneurs en eau. Par un simple calcul de l'absorptivité de l'eau à 1930 nm, on démontre qu'il est difficile de descendre en-dessous de 0.1% d'eau comme limite de détection.

Le second exemple concerne la contamination des poudres sèches de tourteau de soya par de la mélamine. Les données ont fait l'objet d'un challenge lors de l'édition 2012 de la conférence Chimométrie. En moyennant suffisamment de spectres, on parvient à isoler les bandes les plus caractéristiques et à estimer le coefficient d'extinction de la molécule d'intérêt. On se rend vite compte que sous 0.1% les différences peuvent être masquées par le bruit de fond de l'instrument, l'erreur d'échantillonnage, et toute autre source de variation.

Le second thème abordé concerne l'incertitude des analyses provenant des modèles multivariés. De façon intuitive, il est montré qu'une valeur estimée par un modèle dépend de la qualité des coefficients de régression et non des écarts observés lors de l'étalonnage. Une simulation sur un jeu de données consiste à rendre les valeurs Y de moins correctes par l'ajout d'un vecteur de bruit ($n(0,x)$) : vecteur gaussien de moyenne nulle et d'écart-type croissant. On montre ensuite que les modèles construits avec des données fausses permettent d'estimer correctement les « vraies » valeurs sur une série indépendante. Cela pour arriver à la conclusion que l'erreur de la référence doit être soustraite de l'erreur observée pour obtenir une incertitude SPIR plus exacte et qui peut être inférieure à la valeur de reproductibilité de la méthode de référence.

- (1) Mauer L.J. et al., Melamine Detection in Infant Formula Powder Using Near- and Mid-Infrared Spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 2009, 57 (10), pp 3974–3980
- (2) Lu C. et al., Rapid detection of melamine in milk powder by near infrared spectroscopy *J. Near Infrared Spectrosc.* 17, 59–67 (2009).
- (3) Norris K., Letter to the Editor: Hazards with near infrared spectroscopy in detecting contamination *J. Near Infrared Spectrosc.* 17, 165–166 (2009)

Transfert de calibration - HSI et chimie du bois

PIRES FRANCO Mariana¹, CHAIX Gilles^{1,2,3}, TOMAZELLO FILHO Mario¹, VIDAL Cristiane⁴, PASQUINI Celio⁴, GORRETTA Nathalie⁵, ROGER, Jean-Michel⁵

¹ESALQ-USP, LAIM, Piracicaba, Brazil,

²CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France,

³AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France,

⁴Chemistry Institute, DAC Chemistry, UNICAMP, Campinas, Brazil,

⁵RSTEA, Unité ITAP, Montpellier, France

marianapfranco@usp.br

Dans le cadre de l'étude des impacts des changements climatiques sur le développement des espèces pérennes, nous étudions des arbres ayant été soumis à différentes contraintes hydrique et minérale par rapport aux conditions normales de sylviculture industrielle au Brésil. Cette étude porte sur des eucalyptus de 5 ans (15-20 m de hauteur) d'un dispositif expérimental de l'ESALQ-USP, Brésil dans lequel nous avons récolté des disques de bois sur 48 arbres abattus. Outre les aspects de croissance, de cycle de l'eau et des éléments minéraux, étudiés par ailleurs, nous abordons les conséquences de ces contraintes environnementales sur la formation du bois. Nous avons évalué sur ces disques la densité du bois ainsi que la taille des éléments anatomiques du bois, fibres et vaisseaux, les propriétés chimiques du bois (extraits totaux, lignine, cellulose) moyennes des disques pour chacun des arbres à partir des étalonnages SPIR. Afin de mieux comprendre les interactions formation du bois et climat sous contraintes environnementales, nous avons pour objectif de d'évaluer ces propriétés chimiques à travers leur distribution radiale et spatiale existante sur les disques de bois.

L'objectif de notre étude est donc de pouvoir transférer nos étalonnages d'un appareil (Vector, Bruker, 12500-3800 cm⁻¹) basé sur des poudres de bois (dont nous possédons encore un certain nombre d'échantillons de collections sous forme de poudre et sous forme solide), à un autre appareil (caméra HSI, SPECIM, 900-2500 nm) sur des images de disques de bois solide.

Nous allons ici montrer les résultats de transfert d'étalonnage entre les deux appareils pour les poudres de bois seulement qui constitue la première étape de ce transfert. Le transfert est basé sur une la base d'étalonnage complète (500 échantillons) et sur centaine d'échantillons, dits standard, mesurés sur les deux appareils. Avec la base complète et les 2/3 des standards et en régression PLS, nous avons comparé différents modèles de transfert comme Updating, Repfile, Transfer by Orthogonal Projection (TOP) et Piecewise Direct Standardization (PDS). Ensuite, leur efficacité a été comparée en prédiction sur le 1/3 restant des standards.

Les résultats préliminaires pour le taux d'extractibles montrent que (i) le modèle existant basé sur le Vector et testé sur les spectres standard de la caméra sans transfert d'étalonnage donne des prédictions avec de faibles performances (RMSEP = 2.24% MS) comparé au test sur les spectres standard Vector (RMSEP = 1.14% MS) ; (ii) les transferts d'étalonnage testés améliorent significativement la qualité de la prédiction des standards caméra (Updating : RMSEP = 1.32% MS, PDS : RMSEP = 1.28% MS) et sont prometteurs pour le modèle TOP qui doit encore être testé.

Ces résultats encourageants nous permettent de poursuivre le processus de transfert à savoir d'utiliser la base complète d'étalonnage pour prédire les propriétés chimiques des disques de bois à partir des spectres de caméra. Nous avons d'ailleurs un exemple d'images obtenues à partir de prédictions issues de l'étalonnage en régression PLS développée sur la caméra avec 50 échantillons de bois solide dont nous avons les mesures de propriétés chimiques.

ANOVA-Simultaneous component analysis on vegetation spectra data acquired into an experimental design

Ryckewaert Maxime*^{1,2}, Roger Jean-Michel², Henriot Fabienne¹, Gorretta Nathalie², Gobrecht Alexia²

1. Limagrain Europe, Clermont-Ferrand, France;

2. UMR ITAP, IRSTEA, Montpellier, France

The main objective of an experimental design is to verify assumptions or answer scientific questions (Oehlert, 2000). For example, the design may be determined to see the effect of a specific factor fixed by the experimenter, also called treatment. The added value of an experimental design is to access the difference among and between groups by studying the impact of one or more factors on the variance of the observed data (Kirk, 1982).

Over the past decade, chemometrics methods have been developed to take advantage of an experimental design with multivariate data (Brereton et al., 2017). Among these methods, ANOVA-Simultaneous component analysis (ASCA) (Smilde et al., 2005), ANOVA-Target-Projection (Marini et al., 2015) or ANOVA-PCA (Harrington et al., 2005) give statistical significance of the factors and can reveal their interdependencies. These methods were first used in metabolomics, where they can treat multivariate responses from chromatography or nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy.

First, we introduce the principle of the ASCA method. And then, we describe the possibility to use such approaches in agronomy by using reflectance spectra of cultivated plants included in an experimental design. An example is given on a dataset of 480 spectra collected on different maize hybrids, in a block design. Spectra are acquired on the field with high-spectral resolution (256 bands) in the range of 310 nm – 1100 nm. The obtained results confirm that this kind of method is relevant to assess complex data and to describe the influences of the different factors on the variability.

Keywords: Chemometrics, ASCA, experimental design, spectrometry, reflectance spectra, agronomy

References

- Brereton, R.G., Jansen, J., Lopes, J., Marini, F., Pomerantsev, A., Rodionova, O., Roger, J.M., Walczak, B., Tauler, R., 2017. Chemometrics in analytical chemistry—part I: history, experimental design and data analysis tools. *Anal. Bioanal. Chem.* 409, 5891–5899.
- Harrington, P. de B., Vieira, N.E., Espinoza, J., Nien, J.K., Romero, R., Yergey, A.L., 2005. Analysis of variance—principal component analysis: A soft tool for proteomic discovery. *Anal. Chim. Acta* 544, 118–127. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.02.042>
- Kirk, R.E., 1982. *Experimental design*. Wiley Online Library.
- Marini, F., de Beer, D., Joubert, E., Walczak, B., 2015. Analysis of variance of designed chromatographic data sets: The analysis of variance-target projection approach. *J. Chromatogr. A* 1405, 94–102. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2015.05.060>
- Oehlert, G.W., 2000. *A first course in design and analysis of experiments*. W.H. Freeman, New York.
- Smilde, A.K., Jansen, J.J., Hoefsloot, H.C.J., Lamers, R.-J.A.N., van der Greef, J., Timmerman, M.E., 2005. ANOVA-simultaneous component analysis (ASCA): a new tool for analyzing designed metabolomics data. *Bioinformatics* 21, 3043–3048. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/bti476>

Application du NIR à l'alimentation animale

Julien Guillory

UPSCIENCE-LABS SOLUTIONS

F. +33 (0)1 71 25 06 06 - M. +33 (0)6 09 70 17 87

www.upscience-labs.com

L'alimentation animale est un domaine dans lequel le NIR s'illustre depuis de nombreuses années. Les technologies évoluent rapidement avec sur le marché de nombreux modèles de spectromètre proche-infra-rouge, de plus en plus compacts et conviviaux à utiliser. Depuis quelques temps, le NIR s'est démocratisé et s'invite désormais dans la poche des consommateurs.

Différents exemples de développements de calibrations et d'applications du NIR seront présentés, exprimant les difficultés du métier de laboratoire d'analyse à répondre à la multiplicité des instruments utilisés et aux besoins des utilisateurs d'aujourd'hui et de demain.

Spectral quality of spectrometers (micro and bench-top instruments)

Vincent Baeten, Juan Antonio Fernández Pierna, Philippe Vermeulen, Pierre Dardenne, Bernard Lecler, Eric Fontaine, Stéphane Brichard, Sandrine Mauro, Olivier Minet, Audrey Pissard

Unité Qualité des Produits, Département Valorisation des Productions, Centre Wallon de Recherches Agronomiques (CRA-W), Gembloux, Belgique.

v.baeten@cra.wallonie.be; foodfeedquality@cra.wallonie.be

In the field of Near Infrared (NIR) spectroscopy, there are several recent promising technological developments. Among them, there is the development of pocket NIR spectrometers.

The overall objective of this work is to compare the performances of bench-top NIR devices to recent pocket NIR spectrometers. Questions arise as whether similar performances in terms of spectral quality and prediction ability can be reached with those pocket spectrometers compared to the bench-top NIR devices.

In order to achieve the goal of this work, several studies are conducted at CRA-W using different instruments and concern, for instance, the analysis of wheat flours (an "homogeneous" product) or the analysis of apples (a "heterogeneous" product). In the case of the wheat flours, the aim is to compare the performance of classical NIR bench-top instrument and recent pocket NIR spectrometers as the VIAVI or the SCIO devices for predicting protein content. Spectra acquisition of the same batch of samples was made in individual sealed cells using the different instruments.

The demand of those kinds of pocket instruments is increasing at industrial but also consumer level. However, until now, only a very limited number of studies has been conducted in order to evaluate the spectral quality of pocketed NIR devices.

Keywords: NIR, bench-top, pocket NIR devices.

Random forests for the prediction of water content by near-infrared hyperspectral imaging spectroscopy in biscuits

Philippe Courcoux¹, Eloïse Lancelot², Sylvie Chevallier², Alain Le Bail², Benoît Jaillais¹

¹ StatSC ONIRIS/INRA, 44322 Nantes, France.

² GEPEA-UMR 6144 CNRS, ONIRIS, 44322 Nantes, France.

benoit.jaillais@inra.fr

This work aims at evaluating the suitability of Near-Infrared Hyperspectral Imaging Spectroscopy (NIR-HSI) for the quantification of water content in commercial biscuits. Ten biscuits from a commercial brand were conditioned with different water activities. Biscuits were first analysed by NIR-HSI and resulting unfolded images are submitted to a Principal Components Analysis (PCA). In a second step, a regression model is computed using a small number of variables in order to predict moisture values for each pixel and reconstruct prediction images in false colour.

Random Forests (Breiman, 2001) is an efficient algorithm of regression based on model aggregation (bagging and boosting) principle. This ensemble technique combines a great number of CART trees and gives an alternative to regression methods with several advantages (good robustness even in the case of strong collinearity, dealing with non-linearity and interactions between predictors). Random Forests may be used for descriptive purpose and/or for building a predictive model after selection of variables.

Results obtained by PCA show that the water content of the two brands of biscuits can be easily monitored by NIR-HSI. Computing the importance of all the wavelengths for the prediction of moisture of biscuits gives a way for highlighting the most influent parts of the spectra. The predictive model given by Random Forests appears as efficient and robust. The moisture of each pixel of images can be predicted and the resulting images may be used for analysing the heterogeneity of water distribution in a sample.

Keywords : Near-infrared imaging, Biscuits, Water, Random Forests, Chemometrics.

References :

Breiman, L. (2001) Random Forests. *Machine Learning* 45 (1), 5-32.

Qin, J., Chao, K., Kim, M.S., Lu, R., and Burks, T.F. (2013). Hyperspectral and multispectral imaging for evaluating food safety and quality. *J. Food Eng.* 118, 157–171.

Chemometric classification methods and their application to spectroscopic data

Federico Marini

Dept. Chemistry, Univ. Of Rome La Sapienza, P.le Aldo Moro 5, I-00185 Rome, Italy
federico.marini@uniroma1.it.

Many real world problems deal with the need of predicting one or more qualitative properties on a set of samples based on the recorded experimental profiles: examples include the possibility of forecasting whether an individual is healthy or ill, of authenticating if a particular product with a designated origin comes from where declared on the label or not, or to verify whether a drug is authentic or counterfeited, just to cite a few. In the language of chemometrics, the tools which allow to predict a qualitative outcome falls within the family of classification methods. Indeed, classification methods operate by assigning any individual under investigation to a category (or class) based on the measurements: in this context, a class corresponds to one of the possible values of the qualitative response to be predicted.

In this communication, the main chemometric tools for classification will be described, stressing both the theoretical aspects and some practical guidelines for their implementation. Well established methods, like PLS-DA, kNN or SIMCA, will be introduced, together with more recently proposed tools, such as kernel-PLSDA or locally weighted PLS-DA. Moreover, each method will be exemplified through discussion of some applications to real world problems involving the use of (infrared) spectroscopy.

Détection de spectres anormaux / atypiques - test de conformité de produits

J.A. Fernández Pierna, V. Baeten, P. Dardenne

Unité Qualité des Produits, Département Valorisation des Productions, Centre Wallon de Recherches Agronomiques, Gembloux, Belgique.
j.fernandez@cra.wallonie.be, foofeedquality@cra.wallonie.be

Afin d'exploiter les grandes bases de données NIR créées au cours des années, de nombreux outils chimiométriques ont été développés. Parmi ceux-ci la régression PLS (Partial Least Squares) qui est de loin la plus populaire. Par ailleurs, les larges bases de données peuvent être également utilisées pour caractériser des produits agronomiques, détecter les fraudes ou les contaminations par des ingrédients illégaux ou non désirés. Jusqu'à présent, les outils chimiométriques utilisés (p.e. l'analyse discriminante PLS-DA) fonctionnent de manière ciblée afin de détecter des ingrédients non autorisés mais connus. Contrairement à l'analyse ciblée, une approche non ciblée enregistrerait toutes les informations dans une certaine corrélation/similarité, y compris des données provenant de nouveaux produits. Une analyse non ciblée signifierait des détections plus tôt et plus facilement des fraudes et des contaminations au sein de la chaîne agro-alimentaire.

Une procédure – test de conformité - est proposée ici pour l'authenticité des produits ainsi que pour la détection de spectres anormaux. Ce test combine l'utilisation d'équations de régression dites 'historiques' à une analyse de similarité basée sur un calcul de distances et sur une méthode « locale ». Les méthodes dites locales concernent un ensemble de méthodes basées sur la sélection, à partir d'une grande base de données, d'un ensemble d'échantillons « spectralement » similaires au spectre d'un échantillon inconnu. Avec cette stratégie, un modèle local individuel est ensuite développé pour ce spectre nouveau en utilisant les spectres de "voisinage" précédemment sélectionnés comme ensemble d'étalonnage. Cela signifie que chaque échantillon est prédit avec une équation d'étalonnage différente. Jusqu'à présent, les méthodes locales sont utilisées en régression quantitative. Cependant, aucune approche locale n'existe pour l'analyse discriminante.

Dans ce travail, nous présentons une approche pour effectuer la discrimination locale dans le but de détecter l'adultération et la contamination d'une manière non ciblée. Cette approche est appelée « Local Window Principal Component Analysis (LWPCA) » et est basée sur les résidus PCA. LWPCA a été appliquée à des spectres d'échantillons de lait contaminés avec de la mélamine et a permis de détecter la contamination à des niveaux allant jusqu'à 100 ppm. Elle a aussi été utilisée dans une étude visant la détection de contamination directement à la réception de matières premières au sein d'une usine de production d'aliments à destination animale.

La méthodologie proposée pourrait être étendue à la détection et à la prédiction simultanée de plus d'un produit à partir d'ensembles de données uniques et de grande taille, tout en réduisant le temps et les efforts nécessaires pour l'élaboration de modèles individuels.

Keywords: Discrimination, méthode "Local", analyse non ciblée.

Discussion sur la discrimination pour l'identification et la qualification de matières premières

Milena Veleva, Alice Croguennoc, Lidia Esteve Agelet, Jérémy Laxalde, Mathieu Montoya

ROYAL CANIN / Mars Petcare, Aimargues, France

An approach used at Mars Petcare for food safety and quality control of petfood raw materials will be presented. This approach is using NIR with qualitative models and is integrated in the inbound quality control procedure.

A discussion around the application of identification and qualification of organic materials by NIR will follow with focus on the capabilities, limitations and the opportunities for improvement of this approach.

Discrimination variétale des huiles d'olive vierges extra – effet terroir

Astrid Maléchaux^a, Yveline Le Dréau^a, Maria João Cabrita^b, Jacques Artaud^a, Nathalie Dupuy^a

^a Aix Marseille Univ, CNRS, IRD, Avignon Université, IMBE UMR 7263, 13397 Marseille, France

^b Université d'Évora, ICAAM, 94 7002-554 Évora, Portugal

Les industriels de l'agroalimentaire sont confrontés à un défi permanent : assurer l'authenticité de leurs produits. Les aliments à forte valeur ajoutée sont des cibles de choix pour les fraudeurs. Ainsi, les huiles d'olive vierges extra labellisée par un signe de qualité (Appellation d'Origine Protégée) peuvent être adultérées par des huiles de moins bonne qualité et moins chères. Même si ces pratiques ne présentent pas de risque sanitaire, elles affectent la réputation des huiles d'olive vierges et entraînent des pertes financières pour les producteurs et les consommateurs. Il est donc nécessaire de pouvoir vérifier que la qualité et l'origine d'une huile correspondent à celles indiquées sur son étiquetage. Le projet européen MedOOmics, dans lequel s'inscrit ce travail, vise à identifier des marqueurs de traçabilité permettant de confirmer les origines géographique et variétale d'huiles d'olive vierges extra obtenues à partir de variétés d'olives typiques des pays partenaires (France, Portugal, Tunisie et Turquie). Pour cela différentes techniques chromatographiques et spectroscopiques seront appliquées aux échantillons par les équipes de chaque pays. Dans ce cadre, des analyses par spectroscopie proche infrarouge ont été effectuées.

Les résultats des analyses en composantes principales à partir des spectres proche infrarouge d'échantillons récoltés en Provence et au Portugal montrent une discrimination partielle des 12 variétés étudiées. Il est à noter que les variétés Cobrançosa, Madural et Verdeal présentes sur deux sites, l'un continental au Portugal et l'autre sur l'île du Cap Vert, sont séparées en deux groupes selon leur origine géographique. Un « effet terroir » semble permettre de discriminer ces huiles. Des résultats préliminaires mettent en évidence la capacité du modèle PLS1-DA à différencier les huiles selon la variété d'olive dont elles sont issues. Ces résultats, obtenus avec des huiles d'une seule année de récolte, seront approfondis avec un plus grand nombre d'échantillons récoltés sur plusieurs années pour prendre en compte la variabilité des conditions climatiques.

Remerciements : travaux financés par l'ANR-15-ARM2 projet MedOOmics Arimnet2

Détermination en ligne du temps optimal de mélange de pâte à pain de mie par une approche d'analyse discriminante des spectres Proche-Infrarouge

Eloïse Lancelot^{1,2}, Joran Fontaine^{1,2,3}, Dominique Dellavalle¹, Joëlle Grua-Priol¹, José Chéio³, Alain Le-Bail^{1,2}

1 Oniris, UMR 6144 GEPEA CNRS, Nantes, F-44307, France. eloise.ribette-lancelot@oniris-nantes.fr

2 CNRS, Nantes, F-44307, France

3 VMI, 70 rue Anne de Bretagne - PA Marches de Bretagne - 85600 Saint-Hilaire-de-Loulay, France

Dans l'industrie agroalimentaire, le suivi des différentes étapes d'un procédé est une préoccupation majeure d'un point de vue scientifique et économique. Dans le cas de la panification, la qualité du produit final est étroitement liée à toutes les étapes depuis la préparation du pain jusqu'à la cuisson, mais le mélange est souvent considéré comme la plus importante. En effet, plusieurs modifications physiques, chimiques et physicochimiques se produisent lors du mélange où les ingrédients de la pâte sont répartis de manière homogène avec une hydratation suffisante pour assurer un gonflement des particules de farine, donnant ainsi une pâte viscoélastique capable de conserver les noyaux de gaz qui pousseront pendant la phase de fermentation. Un temps de mélange optimal est nécessaire pour obtenir un volume et une texture optimales du pain, mais il dépend fortement de la formulation et des paramètres du procédé. Si la pâte est sous-mélangée ou mélangée bien au-delà de son développement maximal, un pain de qualité inférieure est produit. De nos jours, l'arrêt du mélange au bon moment dépend toujours partiellement de l'expérience de l'opérateur. Une autre façon de contrôler l'achèvement du mélange consiste à utiliser la quantité d'énergie mécanique fournie à la pâte, car lors du mélange, la structuration progressive du réseau de gluten entraîne une consommation accrue pour maintenir la vitesse de rotation de l'outil. Bien que très utile et réalisée en ligne, la mesure de puissance est une méthode limitée à la description des évolutions des propriétés physiques de la pâte ne donnant pas un accès direct aux modifications chimiques de la pâte pendant le mélange. Comme les spectres Proche-Infrarouge sont le résultat des vibrations des liaisons chimiques des composés organiques constituant la pâte (eau, protéines, amidon, lipides, etc.), les modifications chimiques lors du développement de la pâte peuvent être détectées en utilisant la spectroscopie Proche-Infrarouge (SPIR). Dans le passé, la SPIR a été étudiée avec succès à l'échelle de laboratoire pour étudier le mélange de pâte à pain en utilisant des techniques d'analyses univariées ou multivariées (PCA, 2DCOS) cependant difficilement transposables pour la supervision en ligne. Dans cette étude, nous proposons l'utilisation d'une approche d'analyse discriminante utilisable en ligne. Pour cela, un modèle a été créé à partir de trois expériences de surpétrissage réalisées sur un pétrin d'essai (SPI 11 5kg - VMI, Montaigu, France). Les spectres proche-infrarouge obtenus directement en ligne au moyen d'une sonde optique ont ensuite été répartis en trois catégories (A : étape de frasage, B : étape de pétrissage et C : Pâte à l'optimum de pétrissage). Ce modèle a été ensuite appliqué à d'autres expériences de pétrissage réalisées sur le pétrin d'essai avec des paramètres de procédés différents (vitesse outil, entrefer). Les temps de mélange obtenus par analyse de

puissance et par analyse discriminante des spectres proche-infrarouge ont ensuite été comparés et se sont révélés cohérents. Le modèle établi avec le pétrin d'essai a également été appliqué à des expériences réalisées avec des pétrins de plus grosse capacité (type KN250 250kg -VMI, Montaigu, France) et les premiers résultats semblent prometteurs. Ces résultats confirment le potentiel de la SPIR pour contrôler en ligne le mélangeur à l'aide d'une approche d'analyse discriminante et la possibilité de proposer une interprétation chimique de la variation spectrale avec le temps de mélange.

Utilisation de la spectrométrie visible et proche infrarouge pour discriminer les fromages au lait cru et au lait pasteurisé

D. Andueza¹, D. Pozo¹, F. Picard¹, I. Constant¹, I. Verdier-Metz², B. Martin¹

¹ INRA, UMR1213 Herbivores, F-63122 Saint-Genès Champanelle, France
VetAgro Sup, UMR Herbivores, BP 10448 F-63000 Clermont-Ferrand, France
Email : donato.andueza@inra.fr

² INRA, UMR Fromages, INRA 36 rue de Salers F-15000 Aurillac, France

Environ 10% des fromages sont produits avec du lait cru. Ces fromages sont souvent vendus plus que les fromages au lait pasteurisé. Des analyses chimiques classiques permettent de vérifier si les laits ont subi ou non un traitement thermique préalable mais ces analyses sont relativement longues et coûteuses.

Une expérimentation a été menée afin d'évaluer la capacité de la Spectrométrie visible et proche infrarouge (VIS+SPIR) pour classer des échantillons de laits crus ou pasteurisés ainsi que des fromages issus de ces laits. Pour cela, les spectres de 36 échantillons de laits crus et les mêmes laits pasteurisés (n=72) ainsi que 45 échantillons de fromages (Cantal et Saint Nectaire) issus des laits crus et pasteurisés (n=90 au total) ont été collectés sur un appareil SPIR (FOSS NIRSystem 6500) entre 400 et 2500 nm tous les 2nm.

Les spectres des laits ont été obtenus par transfectance à partir des échantillons liquides. Ils ont également été obtenus par réflectance à partir des échantillons séchés en étuve à 30°C selon la méthode DESIR (Thyolt et Isaksson, 1997). Les fromages ont été râpés avant d'être placés dans des coupelles de quartz de 50 mm et présentés à l'appareil pour la saisie spectrale en mode réflectance.

A partir de l'information spectrale (visible + proche infrarouge) des laits liquides, secs ou des fromages, une analyse discriminante a été réalisée pour comparer les échantillons crus et pasteurisés. Les modèles obtenus ont été validés en utilisant la méthode de la validation croisée.

Pour les échantillons liquides, le taux d'échantillons bien classés est de 90 % (3 spectres d'échantillons crus et 4 spectres d'échantillons pasteurisés ont été mal classés par le modèle). En revanche, les modèles développés pour les laits séchés et pour les fromages permettent classer correctement 100 % des échantillons.

Ces résultats permettent de conclure que la SPIR pourrait être utilisée pour éviter d'éventuelles fraudes dans l'industrie fromagère, pour des fromages ou des laits en utilisant la méthode DESIR. Ce travail devrait être poursuivi pour confirmer les résultats sur les fromages et sur les laits séchés avec un nombre d'échantillons plus élevée ainsi qu'en utilisant d'autres types de fromages que ceux utilisés dans ce travail. Il faudrait aussi poursuivre les travaux concernant le lait liquide afin d'essayer d'améliorer les résultats obtenus.

Discrimination Strategies For Polymer Identification For Continuous Processes with On-Line Near Infrared Spectroscopy

J. Lallemand¹, S. Montagnier², P. Hebert², J. Guilment², S. Roussel¹

¹ Ondalys, 4 rue Georges Besse, 34 830 Clapiers, France, jlallemand@ondalys.fr

² Arkema Cerdato, Laboratoire d'Étude des Matériaux (LEM) 27470 Serquigny – France, jean.guilment@arkema.com

Introduction

Methods based on vibrational spectroscopy, and specifically near infrared (NIR), provide fast and precise results. During continuous process control, NIR analysis is able to monitor transitions from one product to another, to isolate compliant products from those affected by the transition. In these cases, exhaustive models for quantitative prediction are not precise enough. It is then important to determine first the product to choose its specific quantitative model and then to predict the end of the transition toward a stable state.

Material and methods

The study has been conducted on polymerization processes with a transition from one polymer to another. NIR spectra (12 000 - 4 000 cm⁻¹) have been acquired on-line during the whole process. The stable state spectra have been used for building models, and an independent spectral set, corresponding to the entire transition, has been used to test them. Several discrimination approaches have been compared: PLS-DA (Partial-Least-Square Discriminant Analysis) [1] with 3 different strategies: direct approach, hierarchical, or “one versus all”; and SIMCA (Soft Independent Modelling of Class Analogy) [2].

Results and discussion

The study showed that hierarchical discriminant analysis allowed to better differentiate similar classes. However, this approach isn't adapted to transitions, because spectra in transition contain chemical information that is not necessarily taken into account in the sub model. “1versus all” models are less accurate but they provide the adequate observation of transition kinetics. (C.f. figure 1). In both of these approaches the models can be optimized independently, which is not the case for direct approaches. These methods have also been compared to SIMCA modeling.

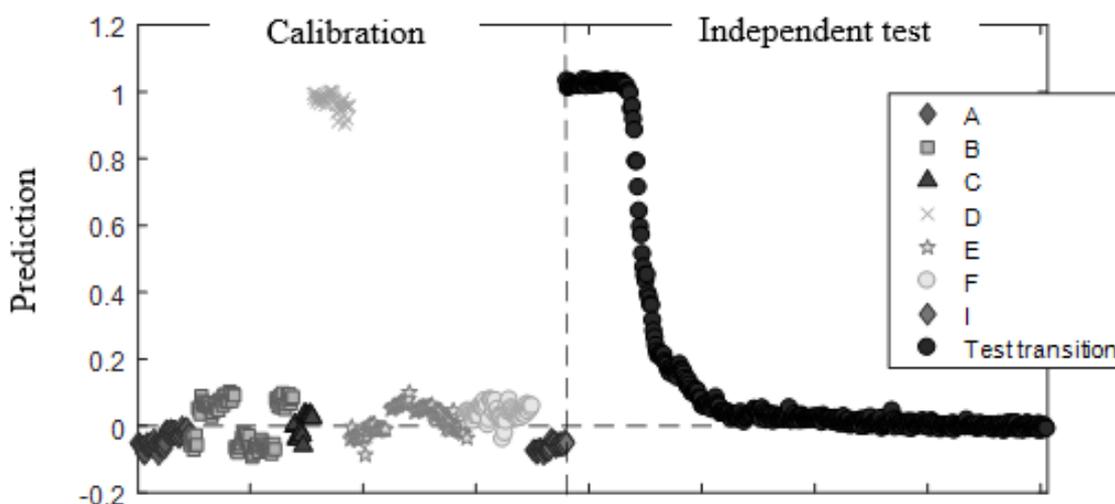


Figure 1 – Example of model “Class D versus all” with prediction in calibration (left) and for an independent test set (right), showing the transition kinetic.

Conclusion

This study has developed a discrimination strategy for polymer identification during the transition phases, with on-line NIR in the chemical industry. The importance of the chemometric method choice has been illustrated. It strongly depends on data, discrimination difficulty, application, and objectives pursued.

Keywords: Discriminant analysis, NIR, polymers, transitions, continuous process, on-line.

References

- [1] S. Wold, and M. Sjostrom. SIMCA: A Method for Analyzing Chemical Data in Terms of Similarity and Analogy - (Chapter Book). Chemometrics: Theory and Application. 52: 243–282, 1977.
- [2] M. Barker, W. Rayens. Partial Least Squares for Discrimination. Journal of Chemometrics, 17(3), 166-173, 2003.

Classification d'échantillons de végétaux pâturés par les ovins en garrigue

D. Bastianelli, N. Silué, E. Baby, L. Bonnal, P Hassoun, M. Meuret, M. Jouven

UMR SELMET, Montpellier

Le régime alimentaire des animaux d'élevage qui se nourrissent dans les parcours méditerranéens de garrigue peut comprendre plus de 50 aliments (« plante prise », PxP) par jour. Sa composition change en fonction des jours et des saisons. Ainsi, une évaluation classique de la valeur nutritive de l'alimentation avec un échantillonnage des fourrages disponibles suivi d'une analyse chimique serait trop difficile, et la grande masse de résultats produit ne serait pas exploitable de façon opérationnelle.

Nous explorons une méthode alternative pour caractériser la diversité des aliments disponibles en regroupant les échantillons en classes nutritives fonctionnelles par une classification basée sur les spectres.

La zone étudiée était une garrigue méditerranéenne (Corconne, Gard), pâturée par des ovins. En se basant sur le comportement alimentaire des moutons, des prélèvements de PxP ont été effectués sur 3 saisons (Mai 2015, Juin et Octobre 2016).

Un total de 358 échantillons a été collecté, appartenant à 66 espèces végétales. Les échantillons ont été séchés à l'étuve (55°C) et broyés (1mm) avant la collecte des spectres proche infrarouge (NIR, 1100-2500 nm). Les spectres ont été prétraités (dérivée d'ordre 2 ; SNV et detrend) et les bandes correspondant à l'absorption de l'eau ont été éliminées pour éviter que le classement ne se fasse sur la base de l'humidité résiduelle des échantillons.

Une classification hiérarchique des spectres NIRS a été effectuée, conduisant à la définition d'un nombre limité de classes. Certaines classes étaient relativement homogènes au plan botanique (par exemple essentiellement des espèces de graminées) alors que d'autres rassemblaient des plantes très diverses au plan botanique, mais ayant une valeur nutritionnelle et / ou des caractéristiques similaires, telles que la nature des organes (jeunes feuilles tendres, tiges lignifiées etc.) ou la présence de composés secondaires comme des huiles essentielles.

Cette méthode pourrait permettre une meilleure caractérisation de la valeur des parcours pour une exploitation par les animaux. L'enrichissement des bases de données par des échantillons collectés dans des milieux divers permettra une plus grande universalité des classes constituées par cette méthode.

Discrimination pour l'aide à l'identification des bois malgaches

ANDRIANINDRINA Mikala Yvana¹, RAZAFIMAHATRATRA Andriambelo Radonirina¹, ARITSARA Amy Ny Aina^{1,2}, CHAIX Gilles^{3,4,5}, RAMANANANTOANDRO Tahiana¹

¹ Université d'Antananarivo, ESSA-Forêts, Antananarivo, Madagascar

² Guangxi University, College of Forestry, Nanning, China

³ CIRAD, UMR AGAP, Montpellier

⁴ ESALQ-USP, Piracicaba, Brazil

⁵ AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

Actuellement à Madagascar, les bois précieux, exploités illicitement, font l'objet d'une exportation massive. L'absence de contrôle au niveau des forêts, des ports, l'insuffisance des compétences en matière de discrimination de ces essences et l'absence d'un système qui garantit la traçabilité des essences malgaches facilitent cette filière illégale. L'étude qui est présentée a été menée dans le cadre du projet Spirmadbois et propose une solution à cette problématique à travers l'utilisation de la spectroscopie proche infrarouge (SPIR). La possibilité de discriminer des essences au moyen de spectres acquis sur du bois à l'aide d'un spectromètre portable MicroNIR a été étudiée sur cinq essences autochtones échantillonnées dans la forêt secondaire de la station forestière de Mandraka : *Agauia sp.*, *Neotina isoneura*, *Nuxia capitata*, *Tambourissa trichophylla* et *Weinmannia rutenbergii*.

Des modèles de discrimination pour les 5 espèces ont été établis par la méthode de régression PLS-DA à partir des spectres de 50 échantillons par espèce, acquis sur les trois sections (transversale, radiale et tangentielle) des échantillons collectés. Les résultats obtenus avec et sans prétraitements des données spectrales ont été comparés en utilisant le nombre de variables latentes et le pourcentage d'individus bien classés pour chaque modèle. Les résultats ont montré que les résultats de discrimination au moyen de la PLS-DA sont excellents quel que soit la face considérée. Le meilleur prétraitement n'améliore que très peu la qualité de la discrimination avec un individu bien classé en plus. Sur la base de cette expérience et des compétences acquises, nos perspectives sont de poursuivre nos travaux en discrimination sur les espèces des genres *Dalbergia* et *Diospiros* dont la distinction n'est pas possible par les agents de contrôle au niveau des ports malgaches, par manque de compétences en anatomie des bois et les difficultés de les acquérir.

Remerciements : Mikala a suivi le Chemoocs en 2016. Grâce à ce cours, elle a pu se former efficacement à distance et a pu être autonome dans la réalisation de cette étude, en utilisant le logiciel ChemFlow. A travers cette présentation, elle souhaite témoigner de cela et remercier toute l'équipe de ChemProject.

Identification de mélanges variétaux de blés durs : Grains et Feuilles

Martin Ecarnot, Pierre Roumet, Frédéric Compan¹

AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

contact : martin.ecarnot@inra.fr

Les questionnements de durabilité des systèmes de production, de protection de l'environnement, de réduction des intrants (fertilisants, pesticides) sont au centre de débats concernant des agro-systèmes de l'avenir. Dans ce contexte les mélanges variétaux suscitent un regain d'intérêt.

En effet, maintenir une certaine diversité au sein d'une même culture pourrait avoir pour conséquence une meilleure stabilité des rendements, une adaptation aux variations climatiques et l'amélioration de la résistance face aux bioagresseurs.

L'évaluation de cette hétérogénéité génétique et, en particulier, l'identification des composantes présentes nécessite de développer des méthodologies permettant une caractérisation rapide, non destructive et non invasive des géotypes pour analyser leur contribution au fonctionnement du couvert et/ou à la production.

Pour cela, nous proposons d'utiliser la spectrométrie proche infrarouge comme outil d'identification de variétés de blé dans un mélange, à deux échelles : celles des grains, et des feuilles.

Sur les grains, la reconnaissance d'une variété dans un mélange grâce au spectre d'un grain unique a été possible à hauteur de plus de 90 % de bon classement. Sur des lots de grains mélangés, une régression PLS a permis de prédire la proportion d'un mélange avec une précision (RMSECV) de 4,6 %.

Sur les feuilles, l'imagerie hyperspectrale sur des parcelles de différentes variétés de blé a été utilisée pour leur discrimination basée sur le spectre de chaque pixel. Différentes stratégies d'échantillonnage ont été testées, avec des résultats obtenus où jusqu'à plus de 90 % de pixels étaient bien classés.

Discrimination with NIR in the biotech and pharma industry

E. Skibsted

NOVO NORDISK, Danemark

There is a huge number of near infrared applications in the pharmaceutical and biopharmaceutical industry. NIR is used for chemical identification of raw materials in the warehouses, process control during manufacturing and final quality control of the finished drug products.

Most applications use regression models like PLS for quantitative predictions for example water determination in freeze-dried drug products or content of active pharmaceutical ingredient in a tablet.

However, the use of classification has mostly been used in the chemical identification of incoming raw materials verifying the identity of a raw material by comparing with a spectral library.

In this presentation, Erik Skibsted will present an introduction to the use of NIR and classification in pharma and biotech. He will then present in detail a new PLS-DA classification model of natural raw material soy hydrolysate for cell cultivations where the aim is to classify the soy batches into batches that will give a high yield during cultivation or batches that will give a low yield.

Use of a NIR mini spectrometer for polyamides discrimination on a production unit

Hebert Perrine¹, Montagnier Safia¹, Guilment Jean¹, Lallemand Jordane², Roussel Sylvie²

¹ ARKEMA - CERDATO / Laboratoire d'Étude des Matériaux (LEM) - Route du Rilsan, 27470 Serquigny – France - perrine.hebert@arkema.com

² Ondalys - 4 rue Georges Besse, 34830 Clapiers, France - jlallemand@ondalys.fr

ARKEMA produces various polyamides in its Serquigny (27) plant. For quality reasons, it can be interesting to differentiate the polymer bases' type between polyamide 11 (plasticized or not plasticized) and polyamide 12. This can be easily done using a conventional FT-NIR instrument but the cost is high compared to the industrial interest. We decided to test the performances of a mini NIR spectrometer (Spectral Engine NIRONE Sensor) whose cost is more compatible with the expected gains.

The instrument is based on Micro ElectroMechanical System (MEMS) Fabry-Perot Interferometer which can be driven across the 1550-1950 nm wavelength range (6450 – 5128 cm⁻¹) with a resolution of about 15nm. The Sensor has a single point detector instead of a linear array, which makes it an affordable solution for all applications.

We tested the instrument in order to find the best parameters for the spectrometer with a time constraint of about 30s to record the spectra. A C++ computer interface was developed to get all the necessary information for the acquisition and the spectral treatment.

In addition, it was necessary to create a sample carrier with a “background” zone and a “sample” zone to improve robustness, simplicity and the analysis' conditions.

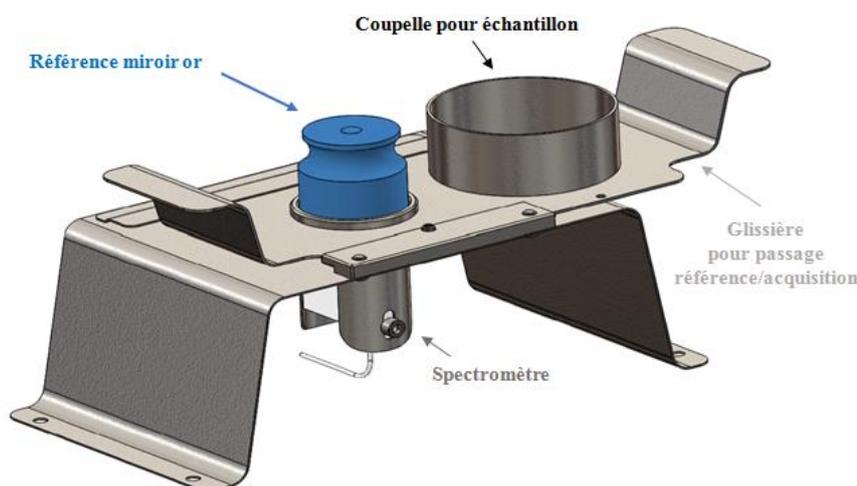


Figure 1: Sample carrier

Thanks to a chemometric discrimination method like PLS DA¹ (Partial Least Square Discriminant Analysis), we can separate the various classes of polymeric bases (PA 11 not plasticized, PA 12 not plasticized, PA 11 plasticized level 1, PA 11 plasticized level 2 and others). We also tested the quantitative ability of the system in order to predict the plasticizer content.

¹ PLS-DA : **Partial least squares for discrimination**, *Journal of chemetrics*, 2003 ; 17 :166-173, Matthew Barker and William Rayens.

Stratégie de discrimination pour le tri des déchets à haute cadence

Antoine BOURELY, Nicolas GROTUS

PELLENC ST, PERTUIS France

Pellenc ST construit un spectromètre dédié temps réel, dont les longueurs d'onde (LO) sont irrégulièrement espacées et choisies pour optimiser la pertinence des séparations chimiques entre produits. Les produits concernés sont les plastiques, et les cellulosiques (papiers, bois, tissus), qu'on peut rencontrer sales ou humides dans un centre de tri.

La diversification des produits à trier nous amène à concevoir une nouvelle version du spectromètre, capable de différencier de façon optimale un nombre de produits beaucoup plus important que la version d'origine. Le principe est de réorganiser les LO choisies, pour éloigner au mieux les produits pris deux à deux.

Démarche: le concepteur fait le choix dimensionnant des produits à séparer, et acquiert un spectre de référence par produit.

Pour chacun de ces produits, un jeu de LO clés est déterminé par analyse visuelle du spectre : maxima, minima, points d'inflexion, etc... On crée ainsi une collection de LO candidates assez nombreuses.

Une méthode itérative choisit les LO finales en optimisant une fonction de coût globale définie sur l'ensemble des produits à trier.

Cette démarche permet d'interpréter à tout moment la pertinence chimique des choix de LO effectués, et aussi de prendre en compte des contraintes externes et l'expertise métier des concepteurs.

1 PLS-DA : **Partial least squares for discrimination**, *Journal of chemometrics*, 2003 ; 17 :166-173, Matthew Barker and William Rayens.

Application des méthodes de projection multivariées pour la classification et l'optimisation du traitement post-récolte des mangues

F. Davrieux, T. Nordey, M. Chillet, F. Normand, M. Léchaudel

CIRAD, La Réunion

Pour cette étude 3 récoltes, de 80 mangues chacune, ont été réalisées. L'étude porte sur la variété Cogshall cultivée sur le verger du CIRAD de Bassin Plat, à Saint Pierre, Réunion. Les fruits ont été récoltés au stade « vert mature » correspondant à des fruits dont l'état physiologique est suffisamment avancé pour permettre leur maturation après récolte dans des conditions de conservation ou de mise en marché observées dans les circuits commerciaux actuels. Pour chaque récolte, les valeurs de fluorescence et de densité des fruits ont été mesurées et les fruits présentant des valeurs extrêmes pour ces deux critères ont été écartés (test de Grubbs à 5%). Ainsi 3 lots de fruits homogènes ont été constitués : R1 (n = 55), R2 (n= 53) et R3 (n =53). Les fruits sont ensuite conditionnés pour une conservation et une maturation optimale selon le protocole suivant : 18 jours à 10 °C, puis 4 jours à 20 °C. Les fruits sont sortis des chambres de conditionnement après 22 jours, à un stade fruit « mûr » correspondant au stade de consommation pour cette variété. Les spectres proche infrarouge des fruits ont été enregistrés au stade récolte et au stade « fruit mûr ». Les variances intra et inter lots ont été calculées pour les deux stades du procédé. Des analyses en composantes principales ont été conduites sur les différents couples lot/niveau de procédé. Les distances de Mahalanobis au spectre moyen ont été calculées sur la base des composantes principales. Pour un niveau de risque fixé, une distance critique a été calculée afin de repérer les spectres « hors norme ». Cette approche a permis de définir un espace multidimensionnel des

fruits des lots R1 et R2 en fin de procédé (+22 jours). Les composantes de cet espace ont été introduites comme variables quantitatives dépendantes en regard des données spectrales des mêmes fruits au stade récolte. Les scores ont été modélisés en appliquant la régression PLS. Ensuite, l'équation ainsi développée a été appliquée aux spectres des fruits du lot R3 au stade récolte. Une approche de type « one-class classifier » basée sur la distance de Mahalanobis a permis ensuite de classer ces fruits comme conforme ou non conforme en fonction d'un niveau de confiance fixé.

Les résultats obtenus permettent de conclure :

- Il est possible de construire un espace multidimensionnelle caractéristique de l'homogénéité de lots de fruits ayant subis un procédé de maturation contrôlé.
- Il est possible de développer des modèles prédictifs, à partir des spectres mesurés en début de procédé, des scores des individus pour les dimensions de l'espace en fin de procédé.
- Il est possible d'appliquer le modèle à des échantillons mesurés en début de procédé et de classer de façon prédictive ces échantillons conforme ou non conforme en fin de procédé.

Cette approche permet d'envisager une sélection précoce des échantillons présentant le potentiel (donc l'état physiologique) requis pour correspondre à une qualité donnée après traitement. Cette méthode permet d'orienter le traitement post-récolte des fruits, en retenant les fruits qui pourront être amenés à maturité optimum lors de la mise sur le marché et en orientant les fruits écartés pour transformation en deuxième ou troisième gamme.

C'est une garantie :

- De diminution des pertes,
- D'homogénéisation de la qualité des fruits consommés entiers,
- D'optimisation des procédures post-récolte.

Early detection of the fungal disease "apple scab" using hyperspectral imaging

Maroua. Nouri*¹, Nathalie Gorretta², Pierre Vaysse¹, Jean-Michel Roger²

1. CTIFL, Interprofessional Technical Center for Fruit and Vegetables, Bergerac, France;
2. Research group Itap, Irstea, Montpellier, France

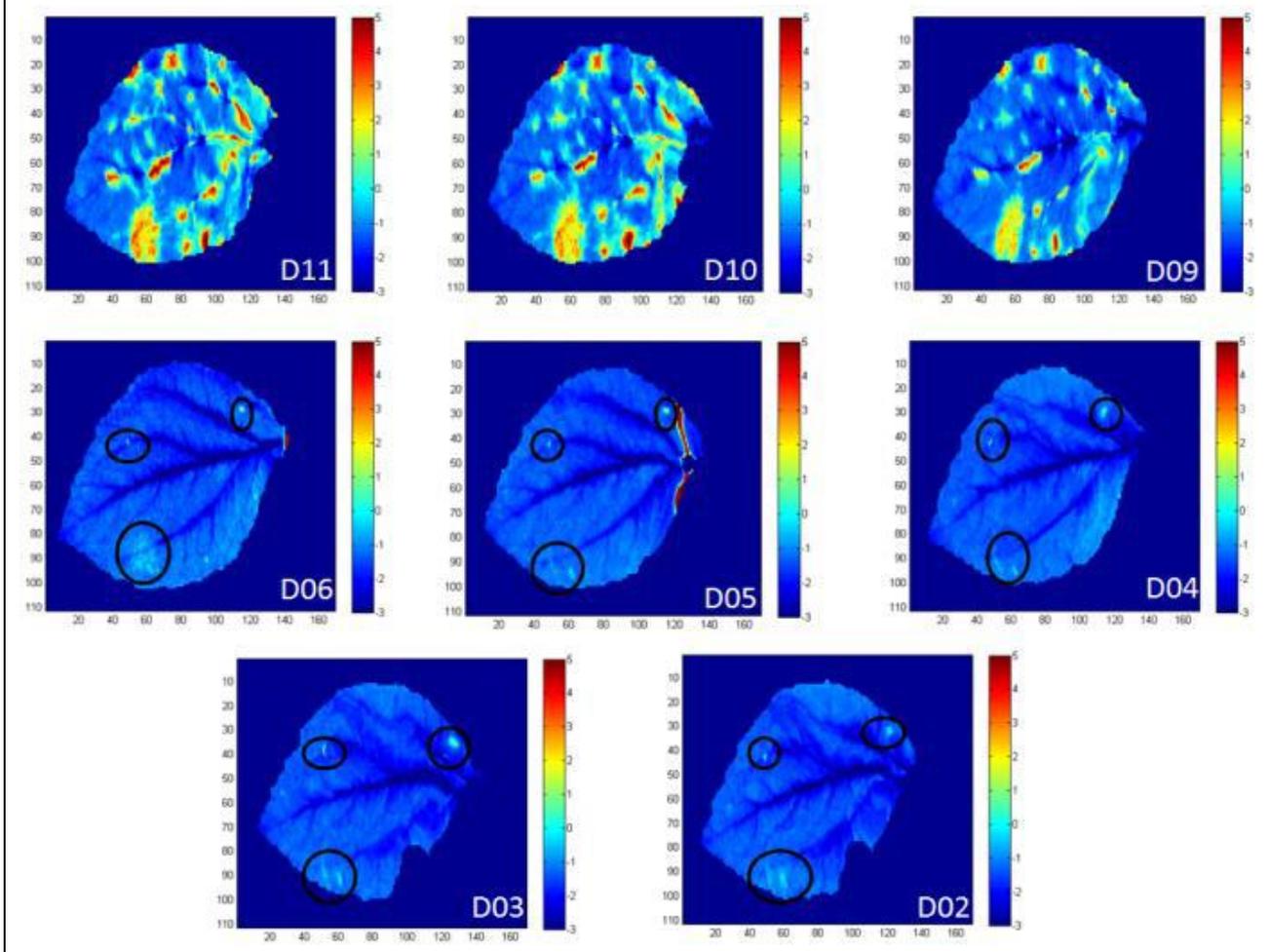
Abstract: Apple scab (ascomycete *Venturia Inaequalis*) is the main cause of stress and fruit losses in apple orchards. Its treatment is most often based on repeated fungicide applications, which is a costly and time consuming approach (Delalieux et al., 2005). In this context, early, accurate and non-destructive detection of apple scab infection would be an efficient solution to optimize the management of the fruit disease, reducing fungicide applications while maintaining crop quality (Mahlein et al., 2012a).

Our study aims at exploring the potential of hyperspectral imaging for early detection of apple scab in leave. The objective of the disease management approach is to detect the presence of the fungus a few days after the infection. Close range hyperspectral images of healthy and infected leaves were acquired daily under laboratory conditions from 2 days after inoculation to 11 days after inoculation using a push-broom HySpex SWIR camera from 960 nm to 2490 nm. Chemometric tools were used to analyze the evolution of the disease on the leaves, observing the process backwards for each leave, from last stages of infection until early stages. Partial Least Squares Discriminant Analysis (PLSDA) was used as classification technique between the two classes: Infected and healthy.

Results suggest that good predictability can be achieved when classifying infected leaf area based on hyperspectral data using PLSDA and demonstrates that hyperspectral imaging offers high potential as a non-invasive detection tool of apple scab infection.

As the results obtained show, PLSDA classification model is able to detect scab spots as the disease spread even at early infection stage (2 and 3 days after inoculation).

Figure 1: Test of the PLSDA model on infected leaf from 11 days after inoculation to 2 days after inoculation (black circles represent no visible to naked eye spots detected)



Keywords: Hyperspectral Image, Apple scab, PLSDA, Reflectance, Spectra, Early detection

References :

DELALIEUX, S., VAN AARDT, J., KEULEMANS, W. & COPPIN, P. Detection of biotic stress (*Venturia inaequalis*) in apple trees using hyperspectral analysis. Proceedings of the 4th EARSLLeL Workshop on Imaging Spectroscopy, Warsaw, 2005. 27-29.
MAHLEIN, A.-K., OERKE, E.-C., STEINER, U. & DEHNE, H.-W. 2012a. Recent advances in sensing plant diseases for precision crop protection. *European Journal of Plant Pathology*, 133, 197-209.

Posters

Utilisation de la spectroscopie proche infrarouge pour la prédiction des propriétés physiques et mécaniques et la discrimination de 5 essences autochtones de la station forestière de Mandraka (Madagascar)

ANDRIANINDRINA Mikala Yvana ¹, RAZAFIMAHATRATRA Andriambelo Radonirina ¹, ARITSARA Amy Ny Aina ^{1,2}, CHAIX Gilles ^{3,4,5}, RAMANANANTOANDRO Tahiana ¹

¹ Université d'Antananarivo, ESSA-FORETS, Antananarivo, Madagascar

² Guangxi University, College of Forestry, Nanning, China

³ CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France

⁴ ESALQ-USP, Piracicaba, Brazil

⁵ AGAP, Univ. Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

Corresp. : mikala.yvana@gmail.com

Moins de 5% des essences de bois recensées à Madagascar (4220 espèces) ont été décrites pour leurs caractéristiques physiques et mécaniques de leur bois. Une cinquantaine d'entre-elles est localement utilisée en considérant toutes les formes d'utilisation. Cette exploitation sélective conduit à la raréfaction des essences les plus couramment utilisées tandis que les autres essences, plus abondantes et potentiellement meilleures, sont négligées.

D'un autre côté, l'exploitation illicite des bois précieux malgaches et exportés ne cesse de s'intensifier profitant du peu de contrôle des forêts et de l'absence d'un système permettant la traçabilité des ressources ligneuses malgache. En amont comme en aval, les administrations forestières et des douanes, les entreprises de transformations manquent de compétences, de moyens techniques à disposition et financiers pour identifier ces essences par les méthodes classiques d'identification des bois.

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est un outil potentiellement prometteur en ce qui concerne la discrimination d'essences de bois dans le sens où il est peu invasif, rapide, facile à utiliser et à reproduire et aussi parce que les échantillons à analyser ne nécessitent pas beaucoup de préparations.

L'objectif de cette étude est de calibrer un microNir pour la caractérisation de sept propriétés de bois : la densité, la dureté, le module d'élasticité (MOE), le point de saturation des fibres (PSF), les retraits longitudinal, radial et tangentiel, et la discrimination d'espèces, en considérant 5 essences autochtones de la station forestière de Mandraka.

Plusieurs prétraitements des spectres ont été testés pour l'étalonnage des propriétés du bois et l'analyse discriminante à partir des spectres acquis sur la face RT donnant les meilleurs résultats.

Les résultats ont montré que les étalonnages sont utilisables en prédiction pour la densité, le PSF et le MOE. L'analyse discriminante donne de très bons résultats pour la discrimination des 5 espèces considérées ici.

Diagnostic foliaire de la Canne à Sucre par SPIR – Prédiction de la teneur en Azote (N)

Géraud Moussard

CIRAD, UR Recyclage et Risques, St Denis, La Réunion

L'azote, élément limitant pour la croissance de la Canne à Sucre, nécessite d'être apporté en juste quantité, en début et au cours du cycle. Les besoins en fertilisant sont aujourd'hui, soit estimés sur la base d'une analyse de sol réalisée avant plantation, soit de manière empirique.

Une mauvaise maîtrise de la fertilisation peut avoir des coûts économiques et environnementaux non désirés. Par exemple, une sur-fertilisation entraînera un surcoût pour les planteurs (main-d'œuvre, achat de fertilisants) tout en favorisant des potentielles pollutions (volatilisation et lixiviation). A l'inverse, une sous-fertilisation entraînera une baisse des rendements impactant les résultats économiques de l'exploitation.

Le diagnostic foliaire permet, par l'analyse de feuilles spécifiques (dans la partie sommitale), d'appréhender l'état nutritif de la plante et donc déterminer si une complémentation de fertilisant est nécessaire ou superflue. Réalisée de manière conventionnelle sur feuilles sèches, cette analyse nécessite de nombreuses étapes et trop de temps (jusqu'à 45 jours) pour permettre aux planteurs la réactivité nécessaire.

L'étude porte sur la faisabilité de ce diagnostic par SPIR sur feuilles fraîches. La base de données représente 650 échantillons prélevés à différents stades de développement, provenant de 3 variétés issues de plusieurs essais répartis sur l'île de la Réunion (pédoclimats différents).

En faisant l'acquisition de spectres PIR de parties médianes de feuilles de canne à sucre, nous avons développé un modèle qui permet de prédire la teneur en azote avec une SEP de 0.92 g/kg de M.S (SELab= 0.37 g/kg de M.S) en 48h.

On peut donc envisager de mettre en œuvre cette méthode rapide, peu coûteuse au plus près de la parcelle pour piloter la fertilisation azotée avec réactivité. Ce travail a été lauréat du prix de l'innovation agricole en section « organisme de recherche » durant les rencontres « Agro fert'îles » 2017 organisées par l'Arméflhor (Association Réunionnaise pour la Modernisation de l'Economie Fruitière, Légumière et HORTicole).

Détermination des taxons de mélèze par spectroscopie proche infrarouge

Vincent Segura¹, Jean-Paul Charpentier^{1,2}, Kévin Ader^{1,2}, Corinne Buret¹, Nathalie Boizot^{1,2}, Luc E. Pâques¹

¹ INRA, UR0588 Amélioration Génétique et Physiologie Forestières, Orléans, France

² INRA, Plateforme régionale GénoBois, Orléans, France

Dans le contexte de la sélection des arbres forestiers, un contrôle de qualité rigoureux est nécessaire, en particulier lorsque les variétés améliorées proviennent d'une hybridation interspécifique. C'est le cas du mélèze dont les variétés améliorées sont des hybrides entre des espèces européennes et japonaises. Dans ce cas, le contrôle de qualité est confronté à deux défis: (1) la vérification des espèces parentales dans les vergers à graines, et (2) l'attestation du statut hybride des plantules dans les pépinières. Dans les deux cas, une technique rentable à haut débit est nécessaire pour identifier l'origine génétique des arbres.

Dans ce contexte, la spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est une alternative potentiellement intéressante aux approches plus traditionnelles basées sur des marqueurs morphologiques ou moléculaires typiquement fastidieux et/ou coûteux. L'utilisation de la SPIR pour la caractérisation génétique repose sur l'hypothèse que certaines propriétés chimiques et/ou physiques sont capables de discriminer l'origine génétique des échantillons analysés (Cruickshank et Munck, 2011). Une étude récente sur le pin a testé avec succès cette hypothèse pour des échantillons de feuilles (Meder et al., 2014), soulignant le potentiel de la SPIR pour le contrôle de la qualité dans les programmes d'amélioration génétique des arbres forestiers. La présente étude vise à évaluer cette approche sur un total de plus de 350 échantillons de feuilles qui ont été collectés pendant trois années consécutives sur des mélèzes européens, japonais et hybrides qui poussent sur le même site.

Nous avons d'abord effectué une analyse en composantes principales de l'ensemble des données spectrales qui a révélé des regroupements en fonction de l'espèce et de l'année d'échantillonnage, ce qui suggère que la SPIR est capable de capter des informations utiles (génétiques) et indésirables (année). En outre, la capacité des spectres PIR à capturer l'information utile varie en fonction du prétraitement statistique des spectres. Ensuite nous avons évalué la capacité de la SPIR à prédire l'origine génétique de nos échantillons avec une analyse en PLS-discriminante. Les étalonnages ont d'abord été effectués par année d'échantillonnage et la capacité prédictive des modèles a été évaluée par une validation croisée répétée. Les modèles correspondants incluaient entre 4 et 14 variables latentes et avaient une précision de prédiction qui variait entre 0,80 et 0,95, selon l'année de récolte. La robustesse de ces modèles a également été évaluée par validations externes entre les années d'échantillonnage. En raison de la grande variation interannuelle observée dans l'ensemble des données SPIR, la précision de la prédiction a diminué d'une année à l'autre avec des valeurs comprises entre 0,64 et 0,89. Nous avons donc essayé d'obtenir un modèle plus robuste formé au cours des trois années de récolte avec deux tiers des données et validé avec le tiers restant. Dans ce cas, les précisions de validation croisée et de validation se situaient dans la même fourchette, proche de 0,9 ; ce qui souligne l'utilité de la SPIR pour déterminer l'origine génétique des échantillons de mélèze. Fait intéressant, nous avons trouvé dans les schémas de validation croisée répétés que plusieurs échantillons étaient systématiquement prédits à tort, ce qui suggère certaines erreurs dans l'origine génétique de ces échantillons. De telles erreurs ont probablement conduit à un biais vers le bas dans nos estimations de précision de prédiction. Quelques analyses moléculaires utilisant le barcoding de l'ADN sont donc en cours de réalisation afin de tester cette hypothèse et d'ajuster notre précision de prédiction.

Notre étude est la première à évaluer la capacité de la SPIR à déterminer les taxons chez le Mélèze. Une étude précédente a mis en évidence une approche similaire chez le pin en utilisant des échantillons de feuilles prélevés à un moment donné dans un essai particulier (Meder et al., 2014). En comparaison, notre étude inclut une certaine variabilité environnementale à travers des récoltes multiples (3 années consécutives) dans un essai particulier. Nos résultats démontrent que cette variabilité affecte la capacité prédictive du modèle et devrait donc être prise en compte afin d'augmenter sa robustesse, une condition préalable pour l'utiliser de façon routinière dans un programme de sélection. Des récoltes d'échantillons sur plusieurs sites ont été effectuées récemment pour encore augmenter cette variabilité environnementale et seront incluses dans notre modèle afin de tester la robustesse du modèle quel que soit le site d'échantillonnage.

Remerciements

Nous sommes reconnaissants au ministère français de l'agriculture et de la forêt pour le financement de l'étude au travers du programme "DGPAAT - Évaluation des variétés forestières".

References

- 1 Cruickshank RH and Munck L (2011) It's Barcoding Jim, but Not as We Know It. *Zootaxa* 2933: 55-56
- 2 Meder R, Kain D, Ebdon N, Macdonell P and Brawner JT (2014) Identifying Hybridisation in Pinus Species Using Near Infrared Spectroscopy of Foliage. *JNIRS* 22: 337-345