

## Résumés des communications

### **Communications orales**

**Pages**

<b>C Huck</b> Current Trends in NIR Spectroscopy including 2D-COS and Quantum Chemistry	2
<b>M. Svensk et al.</b> Utilisation de la SPIR pour l'étude des traits fonctionnels de plantes conservées en herbier	4
<b>N. Lafouge et al.</b> Identification de cépages et clones de vignes par SPIR sur feuilles	5
<b>A. Mallet et al.</b> Prédiction du pouvoir méthanogène de substrats organiques humides par SPIR : comment s'affranchir de l'effet de l'eau ?	6
<b>A Etayo et al.</b> Mise au point de modèles chimiométriques pour la caractérisation de sols à partir de mesures spectrales proche infrarouge effectuées au laboratoire et au champ	7
<b>H. Siesler</b> Hand-Held Vibrational Spectrometers: State-of-the Art Instrumentation and Novel Applications	8
<b>A Pissard et al.</b> Utilisation des appareils des spectromètres NIR miniatures pour l'analyse des fruits – enseignements de 10 années d'expérience	9
<b>J.P. Charpentier et al.</b> Utilisation de spectromètres Proche Infra Rouge portables pour l'évaluation de propriétés du bois sur arbres sur pieds : approche méthodologique et premiers résultats	10
<b>N. Chamberland et al.</b> Smart farming applied to dairy cow feeding using NIR spectroscopy	12
<b>M. Pires Franco et al.</b> Assessment of wood chemical composition in <i>Eucalyptus grandis</i> by hyperspectral imaging and calibration transfer	13
<b>V. Larat</b> NIR miniaturisés pour la caractérisation d'ingrédients en nutrition animale: premier retour d'expérience	14
<b>A.R. Razafimahatratra et al.</b> Microspectromètre SPIR : modèles de prédiction multispécifiques des propriétés de bois de plusieurs espèces forestières de Madagascar	15
<b>S. Montagnier et al.</b> Evaluation de mini spectromètres NIR pour des applications industrielles	16
<b>A Zgouz et al.</b> Bilan de l'étude HélioSPIR Microspectromètres : Méthodologie employée, résultats et perspectives	17
<b>S. Lurol et al.</b> Comparaison de six spectromètres SPIR portatifs ou miniaturisés pour prédire la qualité de pêches et nectarines	18
<b>B. Barthes et al.</b> Comparaison des performances d'un spectromètre proche infrarouge miniaturisé et d'un appareil standard pour caractériser les teneurs en carbone et azote du sol	19
<b>J. Guillory</b> Analyse SPIR des fourrages : applications en laboratoire et sur le terrain	20
<b>A Laborde et al.</b> Standardization of a fleet of miniaturized spectrometer for the quantification of melamine in milk powder	21

# Current Trends in NIR Spectroscopy Including 2D-COS and Quantum Chemistry

Christian W. Huck

*Institute of Analytical Chemistry and Radiochemistry, CCB – Center for Chemistry and Biomedicine, Leopold-Franzens University, Innrain 80/82, 6020 Innsbruck, Austria*

The field of near-infrared spectroscopy (NIRS) applied to food quality monitoring, mobile healthcare and related discipline is developing dynamically. Mini- and micro-spectrometers are poised to pervade the industrial and consumers' market. For this type of application compact footprint, integration of powerful chip and extremely low cost (<100\$/unit) are required.

Currently, miniaturized NIR spectroscopy solutions suffer from limited spectral range, resolution and high costs. Conventional spectrometers can be classified in three broad categories: The first category employs dispersive properties of a prism or a grating to generate the individual wavelengths onto different spatial positions, which are measured in the following by a detector array. The second category is based on tunable filters and single detectors, the third on Fourier-transform (FTIR) spectrometers which measure the first-order coherence function in a Michelson interferometer. Most commercial miniaturized spectrometers are working with the grating & array concept, but more and more companies are now commercializing micro-spectrometers based on microelectromechanical (MEMS) tunable filters. Both present fundamental limitations in their size and performance. Applying dispersive elements results in an intrinsic size-resolution trade-off, because long grating-detector distance is needed to achieve high resolution. Spectrometers based on MEMS-tunable Fabry-Perot resonators have limited spectral range and it is difficult to tune over a wide wavelength range. The integration of FTIR spectrometers is very challenging as the resolution is inversely related to the stroke of the moving mirrors in the range of hundreds of micro-meters.

For the critical evaluation of a spectrometer, two-dimensional correlation spectroscopy (2D-COS) has been developed towards a powerful analytical tool for monitoring its dynamics [1], which can be further supported by quantum mechanical calculations, e.g. by calculating a heat map about mode contribution into NIR spectrum (Figure 1) [2]. Multivariate determination of lower limits of detection (LOD) and quantitation (LOQ) applying Kennard-Stones and Duplex algorithm can be additional criteria judging the performance of a spectrometer [3]. The most suitable evaluation of a spectrometers performance is its application.

For this reason, the suitability of the three different types of micro-spectrometers will be discussed for food quality control and fraud detection, medicinal plant quality analysis and optimization of harvest time. From this presentation, limits and advantages should become much clearer and future trends can be concluded therefrom.

## References

- [1] Kirchler C.G., Pezzeri C.K., Bec, K.B., Mayr S., Ishigaki M., Ozaki Y., Huck C.W., Critical evaluation of spectral information of benchtop vs. portable near-infrared spectrometers: Quantum chemistry and two-dimensional correlation spectroscopy for a better understanding of PLS regression models of the rosmarinic acid content in *Rosmarini folium*. *Analyst*, **142**, 455-464 (2017); DOI: 10.1039/C6AN02439D
- [2] Beć K.B., Grabska J., Kirchler C.G., Huck C.W., NIR spectra simulation of thymol for better understanding of the spectra forming factors, phase and concentration effects and PLS regression features. *Journal of Molecular Liquids*, **268**, 895 - 902 (2018); DOI: [10.1016/j.molliq.2018.08.011](https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.08.011)
- [3] Henn R., Kirchler C.G., Grossgut M.E., Huck C.W., Comparison of sensitivity to artificial spectral errors and multivariate LOD in NIR spectroscopy – Determining the performance of miniaturizations on melamine in milk powder. *Talanta*, **166**, 109-118 (2017); DOI: 10.1016/j.talanta.2017.01.035.

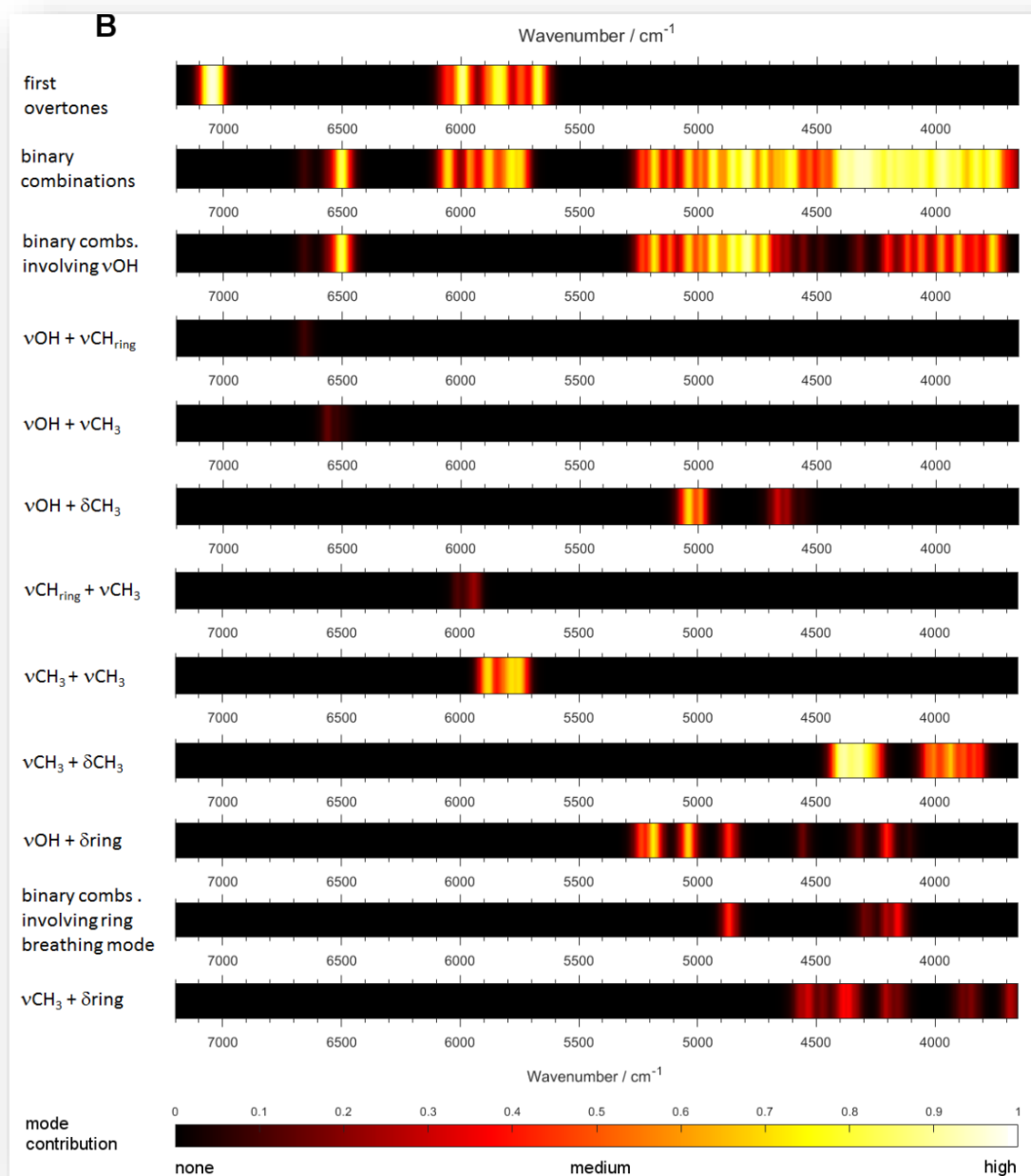


Fig. 1. The analysis of mode contribution into NIR spectrum of thymol (solution;  $100 \text{ mg mL}^{-1} \text{ CCl}_4$ ) based on the simulated data (DVPT2//DFT-B3LYP/SNST+CPCM). A: experimental and simulated outlines. B: contributions of selected modes as described on the figure.

# Utilisation de la SPIR pour l'étude des traits fonctionnels de plantes conservées en herbier

Mia Svensk, Denis Bastianelli, Laurent Bonnal, Simon Taugourdeau

CIRAD, UMR SELMET, F-34398 Montpellier, France.

SELMET, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France.

## Contexte

Les herbiers historiques peuvent être utilisés pour déterminer a posteriori les traits fonctionnels de plantes prélevées à des lieux et des périodes variés. Si de nombreux herbiers ont aujourd'hui été photographiés ou scannés, rendant possible la mesure de traits morphologiques (tailles et surfaces foliaires, ...), des mesures plus fines comme celle de la composition chimique des plantes ne sont aujourd'hui pas accessibles sans destruction des planches.

## Méthodes

Cette étude a été menée pour déterminer les conditions de prise de spectre d'un herbier tropical, et valider le contenu informatif des spectres obtenus. L'étude a été réalisée sur un herbier récent constitué à des fins méthodologiques, contenant 958 planches de plantes de 35 espèces prélevées au Sénégal dans différentes conditions (stades phénologiques, parcelles, conditions environnementales ...). Les spectres ont été acquis avec un appareil ASD (Labspec Pro, 350-2500nm) muni d'une sonde de mesure d'un diamètre de 4mm.

## Résultats

Au plan méthodologique l'étude a montré que le spectre d'une plante d'herbier est fortement influencé par le fond sur lequel la plante est fixée : la même plante prise sur un fond en papier ou en plastique avaient un spectre différent. Il est donc nécessaire d'avoir un fond standard. Un fond constitué d'une feuille noire très absorbante (> 99%) s'est avéré efficace. L'épaisseur de l'échantillon a également une influence, notamment si le fond n'est pas absorbant.

Le nombre de points de mesure sur chaque plante est important pour la répétabilité. Avec l'appareil testé un nombre de 20 spectres par organe a permis d'atteindre une bonne répétabilité.

L'exploitation des données a montré que l'on peut distinguer convenablement les spectres de différents organes, de différents stades phénologiques, et dans certains cas discriminer les espèces botaniques, avec toutefois des confusions entre espèces proches.

## Perspectives

Idéalement les herbiers pourraient être numérisés sous forme d'images hyperspectrales. Les images constitueraient une « numérisation » précieuse des collections botaniques, donnant accès à des mesures d'un nombre accru de traits. Les résultats de cette étude suggèrent que les pixels pourraient être assez facilement classés selon l'organe (feuille, fleur, tige, fruit). En outre le spectre peut constituer une aide à la caractérisation ou au classement des échantillons. Cependant il faut pouvoir déplacer les plantes sur un fond noir, ce qui n'est pas toujours possible dans le cas d'herbiers historiques où les plantes sont fixées à des cartons et où leur manipulation présenterait des risques de détérioration.

La prise de spectre permet en principe de prédire la composition chimique des échantillons. L'étude a permis d'initier ce travail, qui nécessite un étalonnage apte à être appliqué sur une grande variété de végétaux. La phase d'étalonnage est destructive (analyse des échantillons) et ne peut donc pas être réalisée sur des herbiers patrimoniaux. Par ailleurs le vieillissement des échantillons a un effet (limité mais réel) sur la teneur en constituants chimiques.

## Identification de cépages et clones de vignes par SPIR sur feuilles

Noémie Lafouge<sup>1\*</sup>, Martin Ecarnot<sup>2</sup>, Loïc Le Cunff<sup>1</sup>, Pierre Roumet<sup>2</sup>, Christophe Sereno<sup>1</sup>

<sup>1</sup>IFV – UMT Géno-Vigne®, Domaine de l’Espiguet, Le Grau du Roi

<sup>2</sup>AGAP – GE<sup>2</sup>pop, INRA, Montpellier

\* contact : noemie.lafouge@etudiants.purpan.fr

Depuis les années 60, des parcelles appelées « conservatoire » sont mises en place dans les différentes régions viticoles afin de préserver la diversité intra-variétale des cépages cultivés en France. Aujourd’hui, plus de 30 000 accessions, sont conservées dans près de 170 conservatoires régionaux. Parmi ces accessions, sont présents des clones à fort potentiel pour la viticulture, mais le nombre important d’individus conservés rend très difficile le criblage et la sélection des meilleurs candidats. Une méthodologie haut-débit pour identifier les cépages et les clones et donc garantir une traçabilité du matériel végétal, ainsi que pour cribler les conservatoires et accélérer le processus de sélection, serait un outil très précieux pour la filière viticole mais aussi pour toutes les filières qui utilisent la variation clonale comme source d’innovation.

Dans la présente étude, des spectres ont été collectés sur des feuilles de vignes à 10 dates entre le mois de juin et le mois d’août 2018 sur des collections de clones au Grau du Roi (30), dans des vignes-mères de l’Aude (11) et dans le conservatoire de Gamay du Beaujolais à Lissieu (69). L’expérimentation comprenait les cépages Syrah, Cabernet-Sauvignon et Gamay déclinés en 10 clones différents.

Les spectres ont été mesurés en transflectance grâce à un ASD FieldSpec 4 (gamme 350-2500 nm) muni d’une pince à feuille. L’identification des clones et des cépages a été investiguée en mettant en œuvre une analyse discriminante PLS (PLSDA).

Dans des conditions simples, par exemple à une date unique de mesure, la reconnaissance des cépages a été possible avec un taux de bons classements proche de 100%. En l’appliquant sur plusieurs dates, et sur d’autres parcelles et sites, le modèle a encore permis d’obtenir entre 80 et 100% de bons classements. Concernant la reconnaissance des clones, celle-ci a été possible jusqu’à 60% de bons classements.

L’importance de la sélection des spectres dans les jeux d’étalonnage et de validation a été étudiée.

Enfin, la connaissance de la prédiction de chaque individu a montré que certains clones étaient systématiquement mal classés. Cela permet de définir les limites de notre méthode, et le gain de performance globale obtenu en ciblant uniquement les clones que le modèle est capable de classer.

# Prédiction du pouvoir méthanogène de substrats organiques humides par spectroscopie proche infra-rouge : comment s'affranchir de l'effet de l'eau?

Alexandre Mallet<sup>1</sup>, Bastien Zennaro<sup>2</sup>, Eric Latrille<sup>2</sup>, Jean-Philippe Steyer<sup>2</sup>, Ryad Bendoula<sup>3</sup>, Jean-Michel Roger<sup>3</sup>, Cyrille Charnier<sup>1</sup>

(1) BioEnTech (Pépinière d'entreprise INNOVEUM - 74 avenue Paul Sabatier, 11100 Narbonne, FRANCE)

(2) Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement - INRA (102 Avenue des Étangs, 11100, Narbonne, France)

(3) ITAP - IRSTEA (Bâtiment Minea 361, Rue Jean-François Breton, 34090 Montpellier)

La méthanisation est un procédé qui, par fermentation anaérobie de substrats organiques variés, produit du biogaz. Dans le but d'atteindre la rentabilité escomptée, l'optimisation des installations de méthanisation est essentielle et nécessite notamment d'arriver à caractériser les substrats utilisés. Le Biochemical Methane Potential (BMP) est un paramètre de caractérisation important, basé sur une analyse de laboratoire durant environ 30 jours. Ce délai étant très contraignant, de nouvelles solutions reposant sur une mesure spectroscopique en PIR (telles que le FlashBMP®) ont été proposées. Cette technique est beaucoup plus rapide mais nécessite des étapes de lyophilisation et de broyage des substrats avant mesure. Ces étapes augmentent le délai de l'analyse et empêchent toute automatisation pour un suivi en continu.

Cette étude vise à étudier les effets de l'eau sur les spectres obtenus, par ré-hydratation contrôlée des substrats. Différentes analyses de spectres (ACP, PARAFAC) permettent de distinguer deux familles de substrats aux comportements différents vis-à-vis de l'eau. Par ailleurs, des premières tentatives de correction du modèle par orthogonalisation (EPO) seront également discutées.

Mots-clef : spectroscopie proche infrarouge; Biochemical Methane Potential (BMP); effet de l'eau; modélisation robuste; correction par orthogonalisation;

## Mise au point de modèles chimiométriques pour la caractérisation de sols à partir de mesures spectrales proche infrarouge effectuées au laboratoire et au champ.

Virginie Rossard<sup>1</sup>, Amandine Etayo<sup>2</sup>, Bernard Barthès, Claude Doussan, Youssef Fouad, Cyril Girardin, Etienne Lamy, Eric Latrille, Marie-Noelle Mistou, Brigitte Montegano, Nicolas Proix, Pascal Sartre, Jeanne-Chantale Thoisy

(1) Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement. LBE, 102, Avenue des Etangs, 11100 Narbonne, France

Email : [virginie.rossard@inra.fr](mailto:virginie.rossard@inra.fr)

(2) Laboratoire d'Analyses des Sols, 273 rue de Cambrai, 62000 Arras

Email : [amandine.etayo@inra.fr](mailto:amandine.etayo@inra.fr)

Les partenaires du projet SPECTRASOL (pari scientifique INRA, du département Environnement et Agronomie - 2017-2018) disposent de plus de 1000 échantillons, provenant de cinq sites géographiques (Clermont-Ferrand, Auzeville, Lusignan, Époisses et Isère), de données spectrales sur les sols et d'analyses chimiques correspondantes fournissant des spectres de référence pour des teneurs en Carbone organique (Corg) et Azote total (Nt). Les spectres ont été acquis (i) en laboratoire sur des échantillons séchés et tamisés (ii) au champ sur des échantillons bruts de sols (mesures de surface ou sur carottes de sol). Ces mesures (spectres et analyses) ont été rassemblées et utilisées pour tester différentes méthodes statistiques permettant de construire des relations entre les spectres et les propriétés des échantillons afin de développer des modèles de prédiction des teneurs en Corg et Nt. Ces modèles ont ensuite été testés à l'aide d'échantillons de référence, ayant permis la construction de profils d'exactitude.

Ce projet est conduit par des scientifiques des unités expérimentales (UE) du réseau CAREX et le Laboratoire d'Analyses des Sols. Conduire ce projet collaboratif permet de participer à la structuration d'une communauté scientifique et technique à l'INRA autour de la spectroscopie / chimiométrie pour l'étude des sols avec un objectif de transfert méthodologique vers les UE. L'échange et le partage des données et des modèles d'étalonnage s'articulent notamment autour de la plate-forme de modélisation en chimiométrie ChemFlow.

Mots clés : spectroscopie proche infrarouge ; sols ; chimiométrie ; régression partielle par les moindres carrés ; analyse en composantes principales ; Chemflow ; validation de méthode.

# Hand-Held Vibrational Spectrometers: State-of-the Art Instrumentation and Novel Applications

**Heinz W. Siesler**

*Department of Physical Chemistry  
University of Duisburg-Essen  
Schützenbahn 70, D 45117 Essen, Germany*

Miniaturization of vibrational spectrometers has started more than two decades ago, but only within the last decade real hand-held Raman, MIR and NIR scanning spectrometers have become commercially available and have been utilized for a broad range of analytical applications. While the weight of the majority of Raman and MIR spectrometers is still in the 1kg range the miniaturization of NIR spectrometers has advanced down to the 100 g level and developments are under way to integrate them in mobile phones. Furthermore, Raman and MIR hand-held spectrometers are still in the price range of several ten thousand US\$ whereas miniaturized NIR systems have recently reached the <1000 US\$ level. In view of the high price level of Raman and MIR instruments in the near future only the acquisition of NIR systems can be taken into consideration for private use whereas hand-held Raman and MIR spectrometers will be restricted to industrial, military and homeland security applications and public use by first responders, customs or environmental institutions.

The presentation will describe instrumental features of novel hand-held Raman, MIR and NIR spectrometers and discuss selected qualitative and quantitative case studies (1). Whereas material quality control applications have been selected for Raman and MIR, notwithstanding the indisputable value of hand-held NIR for the same purpose, only everyday-life application examples for the private sector will be discussed in order to enhance the interest of a new non-expert user community.

## REFERENCE

1 H. Yan and H. W. Siesler, *Spectroscopy*, 33 (11), 2018, in press.



## Utilisation des appareils des spectromètres NIR miniatures pour l'analyse des fruits – enseignements de 10 années d'expérience

Audrey Pissard<sup>a</sup>, Marc Lateur<sup>b</sup>, Pascal Dupont<sup>b</sup>, Vincent Baeten<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Centre wallon de Recherches agronomique (CRA-W), Département valorisation des productions, Unité qualité des produits. Bâtiment Maurice Henseval . Chée de Namur, 24, 5030 Gembloux. Belgique

<sup>b</sup> Centre wallon de Recherches agronomique (CRA-W), Département sciences du vivant, Unité amélioration des espèces et biodiversité. Bâtiment Emile Marchal. Rue de Liroux, 4, 5030 Gembloux. Belgique

La qualité des pommes est essentielle pour la production et la commercialisation de pommes de qualité différenciée (pomme de table et pomme à cidre). Or, elle dépend essentiellement du stade de maturité des fruits lors de la récolte. La date de récolte est donc un point-clé pour la production de pommes de qualité. Le CRA-W mène depuis plusieurs années des projets en collaboration avec le secteur fruitier (e.g. Groupements de producteurs (GAWI), Centre Pilote CEPIFRUIT (CEF), la cidrerie Stassen). L'objectif est de développer une méthodologie d'analyse des fruits permettant d'appréhender la qualité et d'optimiser la date de récolte afin de mieux valoriser la qualité différenciée des pommes produites en Wallonie. Dans ce dernier cas, il s'agit précisément de mettre au point une méthodologie permettant de déterminer la date optimale de récolte des variétés en fonction de leur qualité nutritionnelle analysée avec des méthodes de référence (méthodes physico-chimiques destructives) et des méthodes rapides et non-destructives (e.g. spectroscopie NIR).

Au cours des différents projets, plusieurs variétés ont été suivies dans divers vergers du CRA-W, GAWI ou CEF. Différents lots de fruits de ces variétés (chacun contenant 10 à 12 fruits) ont été suivis pendant toute la période de maturation. Après récolte, les lots étaient mesurés par méthodes spectroscopiques et ensuite analysés au laboratoire afin de mesurer les paramètres de qualité avec les méthodes physico-chimiques de référence (teneur en sucre, °Brix, polyphénols totaux, acidité, fermeté, indice KI, indice de Streif). Différents appareils portables de spectroscopie infrarouge ont été testés (i.e. Phazir, MicroNIR, Ocean Optics, Scio) et leurs résultats ont été comparés à ceux obtenus avec un appareil de spectroscopie proche-infrarouge de paillasse. Des essais de transfert entre l'appareil de paillasse et un spectromètre portable ont été réalisés. La présentation montrera les enseignements tirés de dix années d'expérience dans l'application des spectromètres NIR miniatures pour l'analyse de la qualité des fruits.

# Utilisation de spectromètres Proche Infra Rouge portables pour l'évaluation de propriétés du bois sur arbres sur pieds : approche méthodologique et premiers résultats

Jean-Paul CHARPENTIER<sup>1,2</sup>, Vincent SEGURA<sup>1</sup>, Kévin ADER<sup>1,2</sup>, Rémy GOBIN<sup>1</sup>, Esther Merlo<sup>3</sup>

*1 UMR BioForA, INRA Val de Loire Orléans, 2163 avenue de la Pomme de Pin 45075 Orléans Cedex 2.*

*2 plateforme GénoBois, INRA Val de Loire Orléans. [jean-paul.charpentier@inra.fr](mailto:jean-paul.charpentier@inra.fr)*

*3 Madera+, Parque Tecnológico de Galicia, Ourense, Espagne. [maderaplus@maderaplus.es](mailto:maderaplus@maderaplus.es)*

L'utilisation de la spectroscopie Proche Infra Rouge est maintenant bien établie en laboratoire pour l'évaluation de diverses propriétés physico-chimiques du bois (Tsushikawa and Kobori, 2015 ; Hein et al, 2017). Plusieurs modèles de prédiction sont en utilisation dans les laboratoires et permettent l'évaluation de propriétés telles que les teneurs en cellulose et lignines du bois, la densité du bois, les teneurs en extractibles ou molécules spécifiques de composés phénoliques, le potentiel de saccharification (Alves et al., 2012 ; Pulkka et al, 2016 ; Gebreselassie et al, 2017), soit à partir d'échantillons broyés ou même sur bois massif.

Cependant, seules quelques applications ont été mises en œuvre à ce jour dans des industries de transformation du bois ; uniquement pour le tri en ligne de produits bois ou pour le contrôle de la qualité de la production. L'exemple le plus significatif en France est l'utilisation de la SPIR dans la tonnellerie pour le tri et la sélection du bois de chêne pour la teneur en polyphénols (Giordanengo et al, 2009)

Dernièrement quelques exemples d'évaluation de la qualité du bois directement sur les grumes avec l'utilisation d'équipements portables (MicroPhazir, MicroNIR) ont montré les potentialités de ce type d'équipement dans l'évaluation et la sélection des bois sur le terrain (Sandak et al, 2015) ou pour la première transformation (scierie par exemple) et le contrôle de l'origine de la provenance, (Silva et al, 2018).

Mais l'évaluation directe sur les arbres sur pieds vivants n'est pas encore d'actualité et aucun exemple probant n'a été mentionné dernièrement. (Sandak et al, 2015). Pour des besoins de sélection précoce et rapide sans prélèvement d'échantillons, notamment dans les dispositifs génétiques, l'unité BioForA de l'INRA d'Orléans s'est lancé dans des expérimentations de terrain depuis 2 années. Les premiers essais dans le cadre de divers projets ont été entrepris sur les espèces comme le peuplier principalement mais aussi sur eucalyptus, chêne, hêtre et sapin. Deux types d'équipements portables sont utilisés et comparés, un compact et intégré, le MicroNIR (Viavi Solutions) et un spectromètre associé avec une fibre optique NIRQuest (Ocean Optics) conditionné pour une utilisation pratique et autonome dans les conditions de travail en forêt (équipement prototype en cours d'évolution avec la société IDIL Fibres Optiques). Le MicroNIR ne permet que d'obtenir des spectres en surface du tronc des arbres c'est-à-dire un bois formé dans la dernière année de croissance de l'arbre alors que le NIRQuest à l'aide de sa fibre permet aussi de pénétrer à l'intérieur du tronc grâce à un trou et donc d'obtenir des spectres sur du bois plus âgé. Les deux équipements sont également différents pour la gamme spectrale qu'ils proposent. (MicroNIR : 950-1650 nm, NIRQuest 512 2.5 : 900- 2300 nm)

Le premier objectif de ces expérimentations était de déterminer l'adéquation de la spectroscopie PIR pour la sélection des arbres et l'évaluation de la qualité du bois dans le processus de gestion forestière. Le deuxième objectif consistait à mener des premières expériences de comparaison d'équipements portables permettant d'évaluer certaines propriétés du bois directement sur l'arbre. Le MicroNIR s'avère d'utilisation plus pratique sur le terrain que le NIRQuest et permet une meilleure discrimination de génotypes de peuplier noir mais est beaucoup plus sensible à l'humidité.

Les premiers résultats obtenus sur des clones d'eucalyptus pour évaluer la densité du bois sont encourageants mais ne présentent pas encore des critères suffisants pour permettre une validation de notre méthodologie et des modèles. Les points les plus délicats à maîtriser sont l'extrême variation dans l'humidité du bois entre les saisons (printemps, été, hiver), la sensibilité des équipements à l'humidité, les conditions environnementales changeantes sur le terrain, les variations annuelles dans la formation du bois.

Il est toutefois évident avant une réelle utilisation de la SPIR portable pour la gestion forestière qu'il faut poursuivre des travaux supplémentaires pour garantir la fiabilité de la méthodologie et des modèles, en compensant la variabilité due à l'humidité du bois, à l'âge du bois et aux conditions environnementales lors de la mesure.

#### Références :

Alves A., Santos A., Rozenberg P., Pâques L.E., Charpentier J.P., Schwanninger M., Rodrigues J.C., 2012. A common near Infrared based partial least squares regression model for the prediction of wood density of *Pinus pinaster* and *Larix x eurolepis*. *Wood Science and Technology* 46(13): 157-175.

Gebreselassie M.N., Ader K., Boizot N., Millier F., Charpentier J.P., Alves A., Simões R., Rodrigues J.C., Bodineaud G., Fabbrinie F., Sabattie M., Bastien C., Segura V., 2017. Near-infrared spectroscopy enables the genetic analysis of chemical properties in a large set of wood samples from *Populus nigra* (L.) natural populations. *Industrial Crops & Products* 107, 159–171.

Giordanengo T., Charpentier J.P., Boizot N., Roussel S., Roger J.M., Chaix G., Robin C. and Mourey N., 2009. OAKSCAN™ : Procédé de mesure rapide et non destructif des polyphénols du bois de chêne de tonnellerie. *Revue Française d'Œnologie*. 234: 10-15.

Hein, P. R. G., Pakkanen, H., & Santos, A. A. D., 2017. Challenges in the use of Near Infrared Spectroscopy for improving wood quality: A review. *Forest Systems* 26 (3), eR03, p10. doi:10.5424/fs/2017263-11892

Pulkka S., Segura V., Harju A., Tapanila T., Tanner J., Pâques L., Charpentier J.P., 2016. Prediction of stilbene content from heartwood increment cores of scots pine using NIRS methodology. *Journal of Near Infrared Spectroscopy* 24, 517–528.

Sandak Anna, Jakub Sandak, Katharina Böhm, Andreas Zitek and Barbara Hinterstoisser, 2016. Near infrared spectroscopy as a tool for in-field determination of log/biomass quality index in mountain forests. *J. Near Infrared Spectrosc.* 24, 587–594. doi: 10.1255/jnirs.1231

Silva Diego C., Tereza C.M. Pastore, Liz F. Soares, Filipe A.S. de Barros, Maria C.J. Bergo, Vera T.H. Coradin, Alexandre Bahia Gontijo, Mirna Herrera Sosa, Cesar Belteton Chacon and Jez W.B. Braga, 2018. Determination of the country of origin of true mahogany (*Swietenia macrophylla* King) wood in five Latin American countries using handheld NIR devices and multivariate data analysis. *Holzforschung* 72(7): 521–530. <https://doi.org/10.1515/hf-2017-0160>

Tsuchikawa S and Kobori H, 2015. A review of recent application of near infrared spectroscopy to wood science and technology. *J Wood Sci* 61: 213-220. <https://doi.org/10.1007/s10086-015-1467-x>

#### Remerciements :

Projets Région Centre-Val de Loire : *EMPIR, Chêne & Vin, 2EBioPop* ; Projets européens : *TopWood, GenTree*.

*Nous remercions la société IDIL Fibres Optiques.*

## Smart farming applied to dairy cow feeding using NIR spectroscopy

Nicolas Chamberland, Ph. Vermeulen, B. Lecler, V. Decruyenaere, E Froidmont, Vincent Baeten

*Centre wallon de Recherches agronomique (CRA-W), Département valorisation des productions, Unité qualité des produits. Bâtiment Maurice Henseval . Chée de Namur, 24, 5030 Gembloux. Belgique*

Currently, the time for feed analysis is often long and analyses are punctual while forage quality changes over time and space. One of the issues met by the farmers to feed animal is to check regularly the nutritional value of their forage produced in the farm. In the framework of smart farming the Walloon Agricultural Research Center (CRA-W) is currently testing a new approach using NIR spectroscopy applied to the context of dairy farming in Wallonia, Belgium.

The aim of the project is to develop and validate new analytical methods for predicting quality parameters such as dry matter (DM), chemical composition (Starch, Crude Protein, ADF, NDF, Ash and Fat) and digestibility of wet forages directly on farm (specifically maize silage, grass silage, fresh grass and hay). Benefits for dairy farmers will be a reduction of wasted feed, an improvement of feeding efficiency (higher milk yield per kg of DM intake) and a better knowledge of the quality of their forage along the time enabling diet adaptations.

Fifteen dairy farms have been selected in Wallonia between May and October 2018 to collect fresh samples. NIR spectra were measured directly on site with three portable NIR spectrometers : the FieldForSpec 4 from ASD (350-2400 nm), the NIR4FARM from AUNIR (950-1750 nm) and the flameNIR from OceanOptics (940-1665 nm). These instruments allow acquiring NIR spectra directly on farm. Moreover, samples were also measured with a benchtop XDS instrument from FOSS (400-2400 nm) in the Food and Feed Quality Unit of the CRA-W.

Reference values were obtained by prediction with a FOSS XDS on dried and grounded samples from forages collected on farm using robust prediction models developed by the CRA-W since 30 years.

In the past, models have been developed by the REQUASUD network for fresh forages on benchtop XDS instrument (FOSS XDS) with ratio of prediction (RPD) between 2 and 3. These models will be improved with the new fresh samples collected during the 2018 season and a transfer of database will be performed from FOSS XDS to the NIR4FARM to assess the potential of the portable system to predict quality parameters with a transferred database.

Validation of the NIR fresh models will be performed during the 2019-2020 agricultural seasons with another set of farms.

The outcome of this project will be the development of an user-friendly tool for dairy farmers to predict on site the composition of theirs forages, enabling the calculation of their nutritional value and the adaptation of animal's feeding for a better sustainability.

## Assessment of wood chemical composition in *Eucalyptus grandis* by hyperspectral imaging and calibration transfer

PIRES FRANCO Mariana<sup>1</sup>, CHAIX Gilles<sup>1,2,3</sup>, TOMAZELLO FILHO Mario<sup>1</sup>, VIDAL Cristiane<sup>4</sup>, PASQUINI Celio<sup>4</sup>, GORRETTA Nathalie<sup>5</sup>, ROGER, Jean-Michel<sup>5</sup>

<sup>1</sup> ESALQ-USP, LAIM, Piracicaba, Brazil,

<sup>2</sup> CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France,

<sup>3</sup> AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France,

<sup>4</sup> Chemistry Institute, DAC Chemistry, UNICAMP, Campinas, Brazil,

<sup>5</sup> IRSTEA, Unité ITAP, Montpellier, France

[marianapfranco@usp.br](mailto: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 54 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. 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<sup>-1</sup>) basé sur des poudres de bois, 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 et d'échantillons en poudre à des échantillons solides. Le transfert est basé sur une collection d'étalonnage de 539 échantillons à partir du Vector et sur 50 échantillons de bois standards, mesurés sur les deux appareils. Avec la base complète, la moitié des standards et par régression PLS, nous avons comparé différents modèles de transfert (Update, Repfile, Transfer by Orthogonal Projection – TOP et Piecewise Direct Standardization - PDS) en prédiction sur l'autre moitié des échantillons standards. Les résultats préliminaires pour le taux d'extractibles montrent que (i) le modèle existant basé sur le Vector et testé sur les spectres standards de la caméra sans transfert d'étalonnage donne des prédictions avec de faibles performances (RMSEP = 1.24% DM); (ii) les transferts d'étalonnage testés améliorent significativement la qualité de la prédiction, notamment avec l'orthogonalisation (RMSEP = 0.55%).

# NIR miniaturisés pour la caractérisation d'ingrédients en nutrition animale: premier retour d'expérience

V. Larat

*Adisseo, Centre d'Expertise et de Recherche en Nutrition (CERN), 03600 Commentry  
vincent.larat@adisseo.com*

The use of NIR spectroscopy in animal feed to characterize proximate composition and digestibility properties of raw materials is already well established. The collection of data accumulated through years has led to robust models used not only for the quality control of ingredient, but also to adjust matrices of feed formulas or to evaluate and select ingredient suppliers.

Traditionally, all the NIR models were prepared with bench NIR instruments offering the capabilities of scanning samples over the full near infrared range with high spectral resolution and using dedicated accessories to include large volumes of samples for inhomogeneous material.

However, the launch in the market of miniaturized instruments questions the use of bench instruments for some applications: their portability, simplicity as well as the low price would give definitively some advantages to their use. As these instruments do not have the same technical characteristics as the bench instruments, a technical evaluation of their capabilities is necessary before considering any application development.

The results of a technical evaluation of NIR miniaturized instruments applied to feed ingredients will be discussed as well as an example of a challenging application of ingredient quantification, illustrating the potential and limitations of such miniaturized devices.

# Microspectromètre SPIR : modèles de prédiction multispécifiques des propriétés de bois de plusieurs espèces forestières de Madagascar

Razafimahatratra Andriambelo Radonirina<sup>1</sup>, Rakotovololonalimanana Herizo<sup>1</sup>, Thévenon Marie-France<sup>2,3</sup>, Belloncle Christophe<sup>4</sup>, Ramananantoandro Tahiana<sup>1</sup>, Razafinarivo Ravo Nantenaina Gabriella<sup>1</sup>, José Carlos Rodrigues<sup>5</sup>, Chaix Gilles<sup>6,7,8</sup>

<sup>1</sup> Université d'Antananarivo, Antananarivo 101, Madagascar

<sup>2</sup> CIRAD, UPR BioWooEB, F-34398 Montpellier, France

<sup>3</sup> BioWooEB, Univ Montpellier, CIRAD, Montpellier, France

<sup>4</sup> Ecole Supérieure du Bois, Nantes, France

<sup>5</sup> Instituto Superior de Agronomia (ISA), Université de Lisbonne, Portugal

<sup>6</sup> CIRAD - UMR AGAP, Montpellier, France

<sup>7</sup> AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

<sup>8</sup> ESALQ-USP, Wood Anatomy & Tree-Ring Lab, Piracicaba, Brésil

Les spectromètres Proche InfraRouge de laboratoire avec une large gamme spectrale et une résolution élevée sont connus pour être performants, mais ils sont très onéreux. D'où l'intérêt d'utiliser des spectromètres moins onéreux, de taille plus petite, portatifs et pouvant être utilisés directement sur terrain. Mais ces microspectromètres portatifs sont généralement moins performants que les spectromètres de laboratoire. Cette étude va comparer la performance en prédiction d'un spectromètre de laboratoire qui est le Spectromètre VECTOR de Bruker et un microspectromètre portatif microNIR 1700 de VIAVI. Il s'agit d'établir des modèles PLS pour quatre propriétés de bois : taux d'extractibles, taux de phénols, la durabilité naturelle des bois à travers les pertes de masse obtenus par attaque de champignons *Coriolus versicolor* et *Coniophora puteana*. Les bois utilisés appartiennent à 8 espèces provenant de Madagascar dont *Agauria* sp., *Cedrela odorata*, *Garcinia* sp., *Neotina isoneura*, *Nuxia capitata*, *Streblus dimepate*, *Tambourissa tricophylla*, *Weinmannia rutenbergii*. Les spectres ont été collectés sur des poudres de bois stabilisées à 12% d'humidité. Pour chacune de ces propriétés, les modèles multispécifiques comparés sont ceux basés sur les spectres du VECTOR dans la gamme 11494-4000 cm<sup>-1</sup> (M1), puis 10526-6060 cm<sup>-1</sup> (M2), et finalement le modèle basé sur les spectres du microNIR (M3 : 10526-6060 cm<sup>-1</sup>). Les modèles présentés ont été établis avec la méthode PLS, sans sélection de longueurs d'onde, en utilisant les meilleurs prétraitements et testés en validation croisée répétée. Pour chacune des propriétés, les modèles M3 ont des RMSECV faibles mais peu différents des modèles M1 selon les propriétés analysées bien que la résolution spectrale et la technologie des deux appareils soient très différentes. En perspective, nous allons tenter d'améliorer les modèles en sélectionnant les longueurs d'onde selon les propriétés à étalonner.

Mots-clés : Microspectromètre, spectromètre de laboratoire, prédiction SPIR, modèle multispécifique, propriété du bois, Madagascar

Remerciements : Projet SPIRMADBOIS financé par l'AUF (Agence Universitaire pour la Francophonie), ESPA (Ecosystem Services for Poverty Alleviation program) et IFS (International Foundation for Science) ; IUFRO-EFI YSI (International Union of Forest Research Organizations-European Forest Institute Young Scientists Initiative) award ; CIRAD Actions incitatives « appuis aux doctorants ».

## Evaluation de mini spectromètres NIR pour des applications industrielles

MONTAGNIER Safia, HEBERT Perrine, GUILMENT Jean

ARKEMA - CERDATO / Laboratoire d'Étude des Matériaux (LEM) - Route du Rilsan, 27470 Serquigny – France – [safia.montagnier@arkema.com](mailto:safia.montagnier@arkema.com)

ARKEMA est un acteur mondial de la chimie de spécialités et des matériaux avancés, avec 3 pôles d'activités, Matériaux Haute Performance, Spécialités Industrielles, Coating Solutions, et des marques mondialement reconnues.

Depuis plusieurs années, nous utilisons des appareils FT-NIR pour le suivi de nos procédés. Ces appareils sont très stables et leurs performances ne sont plus à démontrer. Cependant, il existe un certain nombre d'applications pour lesquelles le retour sur investissement d'un appareil classique n'est pas suffisant. Nous avons donc décidé de tester les performances de mini spectromètres NIR dont le coût est plus compatible avec les gains attendus.

Les mini spectromètres peuvent avoir des détecteurs à base de barrettes de diodes (Ocean Optics NIR Quest par exemple : gamme spectrale 900 – 2500 nm ; possibilité d'avoir 128, 256 ou 512 éléments) ou être basés sur un interféromètre de Fabry-Perot contrôlé par un système micro-électromécanique (MEMS). Ces derniers ont une plage de longueurs d'onde plus réduite et adaptable en fonction de l'écartement des miroirs (Par exemple Nirone 2.0 : 1550-1950 nm (6450 - 5128 cm<sup>-1</sup>) avec une résolution d'environ 15 nm). Le capteur possède un détecteur unique au lieu d'un réseau linéaire, ce qui en fait une solution à coût abordable pour toutes les applications.

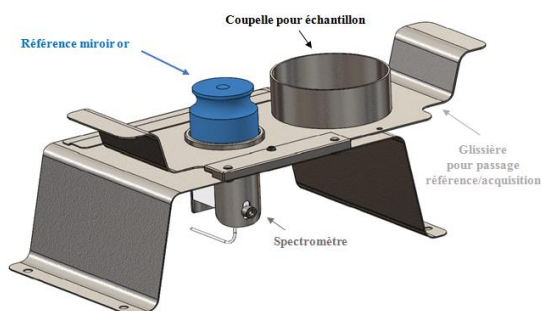


Figure 1 : accessoire de mesure

En 2017, nous avons testé l'instrument pour l'analyse de composés solides (Présentation P. Hebert ; Heliospir 2017). Une interface informatique C++ a été développée pour obtenir toutes les informations nécessaires à l'acquisition et au traitement spectral. Il a aussi été nécessaire de créer un support d'échantillon avec une zone « Mesure référence » et une zone « Mesure échantillon » pour améliorer la robustesse, la simplicité et les conditions d'analyse.

Nous avons complété nos évaluations sur l'analyse de liquides pour le suivi de flux de trans estérification dans la fabrication de monomères acryliques. Plusieurs appareils ont été testés sur un ensemble d'échantillons issu d'un plan de mélange à 3 composants plus un interférent. Le Nirone 2.0 donne de très bons résultats et présente notamment la possibilité d'être couplé par fibres optiques à une cellule de mesure en continu.



# Bilan de l'étude HélioSPIR Microspectromètres : Méthodologie employée, résultats et perspectives

Abdallah Zgouz<sup>1,3,4</sup>, Ryad Bendoula<sup>2</sup>, Daphné Héran<sup>2</sup>, Gilles Chaix<sup>3,4</sup>

*1 HELIOSPIR, Rue JF Breton, Montpellier, France*

*2 IRSTEA, UMR ITAP, Montpellier, France.*

*3 CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France*

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

[gilles.chaix@cirad.fr](mailto:gilles.chaix@cirad.fr)

Avec les contributions de Vincent Baeten (CRA-W), Denis Bastianelli (CIRAD), Jean Michel Roger (IRSTEA), Nathalie Gorretta (IRSTEA), Pierre Dardenne, Laurent Bonnal (CIRAD), Bernard Barthes (IRD), Vincent Larat (ADISSEO), Sébastien Lurol (CTIFL), Anne Clément Vidal (CIRAD), Sylvie Roussel (ONDALYS), Michaël Bonin (FONDIS ELECTRONICS)

Résumé non disponible

# Comparaison de six spectromètres SPIR portatifs ou miniaturisés pour prédire la qualité de pêches et nectarines

**LUROL Sébastien<sup>1</sup>, CHAIX Gilles<sup>2,3</sup> ; Abdallah ZGOUZ<sup>2,3,4</sup>**

*1 CTIFL, Unité Post-récolte, route de Mollégès, SAINT-RÉMY-DE-PROVENCE, France.*

*2 CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France*

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

*4 HELIOSPIR, Rue JF Breton, Montpellier, France*

[lurol@ctifl.fr](mailto:lurol@ctifl.fr)

Différents outils de spectroscopie proche infrarouge sont commercialisés pour prédire la qualité des fruits et légumes frais. Depuis quelques années, des équipements portatifs, et de plus en plus miniaturisés, apparaissent sur le marché. Certains sont développés spécifiquement pour les fruits, avec des optiques dédiées, d'autres permettent de réaliser des prises de mesures sur une large gamme de produits alimentaires, avec des modèles spécifiques à développer.

La filière fruits et légumes est en attente d'outils de mesure non destructifs pour approcher différents paramètres de qualité (maturité, taux de sucre, acidité, fermeté, texture) et pour différents objectifs (déclenchement de récolte, agréage après récolte, suivi de lots dans le circuit de commercialisation).

Dans le cadre d'une collaboration entre HelioSPIR, le Cirad et le CTIFL, 6 spectromètres portatifs ou miniaturisés ont été comparés au cours d'une journée de mesure sur des lots de pêches et nectarines : F750 Félix Instruments (350 – 1140 nm), NIR Case Sacmi (300 – 1100 nm), DLP® NIRscan™ Nano EVM Texas Instrument (900 – 1700 nm), SCIO Consumer Physics (750 – 1100 nm), MicroNIR1700 Viavi (900 – 1700 nm). Ces outils ont été comparés à un spectromètre de laboratoire couvrant une large bande spectrale ASD LabSpec4 (350 – 2500 nm).

150 pêches et nectarines des variétés Nectarlove cov (nectarine blanche), Moncrect (nectarine jaune) et Sweetbella cov (pêche blanche) ont été analysés successivement avec les différents spectromètres et 2 spectres par fruits ont été enregistrés. En parallèle, chaque face de fruit a fait l'objet de mesures physicochimiques (extrait sec soluble, acidité titrable, fermeté) pour constituer une base de données de 300 spectres et 300 mesures de référence par outil et par critère de qualité.

Nous comparons les performances des différents spectromètres selon leur plage de longueur d'onde mettant en exergue leur potentiel application dans le monde des fruits et légumes frais.

# Comparaison des performances d'un spectromètre proche infrarouge miniaturisé et d'un appareil standard pour caractériser les teneurs en carbone et azote du sol

Bernard G. Barthès <sup>1\*</sup>, Ernest Kouakoua <sup>1</sup>, Michaël Clairotte <sup>1,2</sup>, Jordane Lallemand <sup>3</sup>  
Lydie Chapuis-Lardy <sup>4</sup>, Michel Rabenarivo <sup>5</sup>, Sylvie Roussel <sup>3</sup>

*1 Eco&Sols, Université de Montpellier, Cirad, Inra, IRD, Montpellier SupAgro, Montpellier, France*

*2 adresse actuelle : European Commission Joint Research Centre, Directorate for Energy, Transport and Climate, Sustainable Transport Unit, Ispra, Italy*

*3 Ondalys, Clapiers, France*

*4 Eco&Sols, Université de Montpellier, Cirad, Inra, IRD, Montpellier SupAgro, Dakar, Sénégal*

*5 Laboratoire des Radio-Isotopes, Université d'Antananarivo, Antananarivo, Madagascar.*

*\*Auteur correspondant : [bernard.barthes@ird.fr](mailto:bernard.barthes@ird.fr)*

Des spectromètres miniaturisés sont maintenant disponibles, à des prix plus abordables que les spectromètres standards, mais leurs performances restent encore peu étudiées. L'objectif de ce travail était de comparer les performances du microspectromètre JDSU MicroNIR 2200 (poids < 0.1 kg ; les appareils de ce type sont maintenant commercialisés par la société Viavi) avec celles d'un spectromètre standard de paillasse, le Foss NIRSystems 5000, pour prédire les concentrations en carbone et azote du sol en conditions de laboratoire, sur une collection représentative de sols malgaches.

Malgré des spectres moins résolus et couvrant une gamme plus étroite (1151-2186 nm à un pas de 8.15 nm vs. 1100-2498 nm à un pas de 2 nm), le microspectromètre est presque aussi précis en validation indépendante que l'appareil standard (l'erreur standard de prédiction corrigée du biais atteint 3.9 vs. 3.4 gC kg<sup>-1</sup> pour le carbone et 0.36 vs. 0.35 gN kg<sup>-1</sup> pour l'azote, respectivement). Toutefois, les spectres du microspectromètre sont assez bruités et nécessitent d'être prétraités (par exemple par centrage-réduction SNV) pour fournir des prédictions correctes, ce qui n'est pas le cas des spectres bruts de l'appareil standard. Par ailleurs, la construction de modèles multivariés (PLS) nécessite moins de variables latentes avec les spectres du microspectromètre qu'avec ceux de l'appareil standard, et ces modèles semblent plus robustes (c'est-à-dire plus capables de fournir des prédictions sur de nouveaux échantillons). En calquant les spectres de l'appareil standard sur ceux du microspectromètre (gamme 1150-2150 nm à un pas de 2 ou 8 nm), on montre que les prédictions (un peu) moins précises du microspectromètre sont attribuables à sa gamme plus étroite plutôt qu'à sa moindre résolution.

Pour les applications considérées, le microspectromètre testé s'avère donc une solution économique intéressante. Ses performances doivent maintenant être testées sur le terrain.

Mots-clés : Spectroscopie proche infrarouge; carbone organique du sol; azote total du sol; microspectromètre; Madagascar.

# Analyse SPIR des fourrages : applications en laboratoire et sur le terrain I

**Julien Guillory**

*UPscience*

[jguillory@fr.upscience-labs.com](mailto:jguillory@fr.upscience-labs.com)

Dans le domaine agricole, l'analyse des fourrages constitue un volume important d'analyses, concentré sur des périodes de récolte souvent courtes. La technologie proche-infrarouge est depuis de nombreuses années utilisée dans les laboratoires pour cette catégorie de produit destinée à l'alimentation des ruminants. L'échantillon pour analyse doit être représentatif du silo de l'éleveur, car l'interprétation des résultats est utilisée en général pour la durée de vie du fourrage. La méthode conventionnelle implique un traitement par séchage et broyage puis analyse par spectroscopie proche-infrarouge afin de sortir sur un délai court l'ensemble des résultats permettant de calculer sa valeur énergétique.

La demande croissante du marché tend vers des analyses réalisées sur le fourrage en tel quel. En fonction de l'appareillage utilisé, que ce soit sur un spectromètre de pailleuse, portable, ou encore un micro-spectromètre, les exigences et l'interprétation sont à adapter aux performances des outils, des calibrations et à la collecte des échantillons.

# Standardization of a fleet of miniaturized spectrometer for the quantification of melamine in milk powder

Antoine Laborde, Marine Guth, Anthony Boulanger

GreenTropism, rue de l'Amiral Hamelin, 75116 Paris, France

On the market of near infrared spectroscopy, recent miniaturized spectrometers have been developed. As the cost of the hardware is reducing, industrials may now consider the use of fleet of handled miniaturized spectrometers for a given application. However, as for laboratory spectrometers, miniaturized devices have different transfer functions. This is an obstacle for the calibration of a single model for a fleet of several units of the same model.

The objective of this work is to compare the robustness of a quantification model on 5 different units of the Texas Instruments NIRscan™ Nano device. This study shows that calibrating such a model on one unit does not provide robust predictions on the other units. Consequently, the standardization of the fleet is proposed with respect to the quantification of melamine in milk powder.

A total of ten samples containing milk powder and melamine in various quantities were measured with 5 different units. The one-model-by-spectrometer strategy is compared with the calibration of a global model over the concatenated database. Then, standardization is proposed using orthogonalisation method with two approaches: the first one using a principal component analysis combined with lambda of Wilks indicator (PCA-LW) and the second one using a supervised algorithm with the partial least square discriminant analysis (PLSDA) with device units as target.

Results were analyzed through the RMSET using a leave-one-spectrometer-out cross-validation technique. They show that the one-model-by-spectrometer strategy is not appropriate to ensure robustness. The global model strategy is more robust. Using orthogonalisation techniques provide even more robust result as the RMSET does not increase with respect to calibration performances. Unlike the global model strategy, orthogonalisation is promising since it does not necessarily need measurement from the given application.

	One-model-by-spectrometer	Global model	Ortho PCA-LW	Ortho-PLSDA
RMSE on training spectrometer(s)	6.13	6.44	6.76	6.76
RMSE on test spectrometer(s)	7.06	6.60	6.64	6.59

## References

- Roger, J. M., Chauchard, F., & Bellon-Maurel, V. (2003). EPO-PLS external parameter orthogonalisation of PLS application to temperature-independent measurement of sugar content of intact fruits. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 66(2), 191–204. [https://doi.org/10.1016/S0169-7439\(03\)00051-0](https://doi.org/10.1016/S0169-7439(03)00051-0)
- Zeaiter, M., Roger, J. M., & Bellon-Maurel, V. (2006). Dynamic orthogonal projection. A new method to maintain the on-line robustness of multivariate calibrations. Application to NIR-based monitoring of wine fermentations. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 80(2), 227–235. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2005.06.011>