

Résumés des communications

Communications orales

Pages

J.M. ROGER La chimiométrie à travers les âges, une synthèse de la dimension chimiométrique des 19 premières conférences d'HélioSPIR	2
B. BARTHES 2003-2019 : évolutions des applications de spectroscopie infrarouge en sciences du sol	2
M. ECARNOT et al. Imagerie hyperspectrale au travers des âges	4
D. BASTIANELLI Evolution des applications de la SPIR dans le domaine de l'élevage	4
G. CHAIX La spectroscopie proche infrarouge appliquée au bois à travers les âges	5
C. BARDY et al. 450 appareils NIR en réseau	6
V. LARAT et al. Simplification de la gestion des modèles NIR dans un réseau multi-instruments et multi-marques : Premières étapes	7
C. CHAUVERGNE et al. Plateforme de modèles locaux/globaux de transfert de spectres inter-instruments	8
J. GUILLORY et al. Gestion de réseaux de calibrations NIR et de spectromètres en alimentation animale	9
M. CAPELLE et al. Optimisation, maintenance et transfert de modèles entre spectromètre et micro-spectromètre proche infrarouge Application à l'évaluation de la maturité de la prune d'Ente	10
J. LOUET Intérêt de la diffusion multi-angle couplée à la spectroscopie UV-VIS-NIR, pour la caractérisation des produits agro/agri en milieu industriel	11
M. METZ et al. Un algorithme big-data pour la local-PLS	12
B. GACI et al. Imagerie hyperspectrale et analyses chimiométriques pour la détection des racines	12
S. MAS et al. Study of time-dependent structural changes of laponite colloidal system by NIR spectroscopy and MCR-alternating least squares	13
M. LECOMTE et al. Développement d'une méthode NIR pour les liants de polyoléfines	14
K. MEGHAR et al. Détection de la répartition longitudinale et radiale de matière sèche, polyphénols et sucres dans l'igname frais par SPIR	14
D. CORNET et al. Assembler la diversité des modèles classiques et «deep learning» pour développer un pipeline de calibration SPIR performant et générique	15
M. WATIEZ et al. Comment assurer la fiabilité d'un parc instrumental FTNIRS pour conduire nos process industriels ?	17
E. LATRILLE La SPIR dans le contexte de la science reproductible	17
P. HEBERT et al. Maintenance des méthodes et cartes de contrôle	18
V. BAETEN et al. Mise en œuvre de l'accréditation Iso 17025 et organisation d'essais inter-laboratoires dans le cadre d'essais NIR	18
L. BONNAL et al. Mise en œuvre de la SPIR pour les productions animales dans les pays du Sud	19

Posters

A. HERRERO-LANGREO et al. Geostatistical indexes for quantifying spatial information on hyperspectral imaging: an application for the evaluation of regression models.	20
E. BABY et al. Etude du vieillissement d'échantillons de végétaux par SPIR	22

Communications orales

La chimiométrie à travers les âges, une synthèse de la dimension chimiométrique des 19 premières conférences d'HélioSPIR

Jean Michel ROGER

UMR ITAP, IRSTEA Montpellier

Email : jean-michel.roger@irstea.fr

Depuis sa création, HélioSPIR est traversé en permanence par des demandes et des propositions en matière de chimiométrie. Cette composante apparaît en effet naturellement car elle est indissociable de l'exploitation des spectres proche infrarouges.

Cette présentation propose une synthèse des principales contributions présentées à HélioSPIR, en matière de chimiométrie. Ces contributions seront tirées des présentations de chimiométrie stricto sensu, des applications les plus originales, mais aussi des formations organisées par HélioSPIR. Les grandes tendances actuelles seront évoquées, ainsi que les actions concrètes qui ont découlé directement des actions d'HélioSPIR, comme CheMoocs ou ChemFlow.

2003-2019 : évolutions des applications de spectroscopie infrarouge en sciences du sol

Bernard BARTHES

IRD, UMR Eco&Sols, Montpellier

Email : bernard.barthes@ird.fr

Les applications de spectroscopie infrarouge en science du sol ont connu un important développement dans les dernières décennies, comme en atteste l'accroissement du nombre d'articles scientifiques sur le sujet, passé d'une trentaine par an au tournant du siècle à près de 200 par an actuellement (télédétection comprise). Ce développement a été plus tardif que pour les applications aux produits végétaux, du fait notamment de la composition variable des sols, qui détermine une hétérogénéité souvent forte des populations d'échantillons.

Concernant la spectroscopie de laboratoire, les prédictions ont concerné une gamme de plus en plus large de variables, en particulier dans le domaine biologique (activité, abondance et diversité des organismes du sol). L'emballage s'est toutefois tassé ces dernières années, et les travaux se sont recentrés sur les variables pédologiques les plus importantes (notamment teneurs en carbone et argile), avec le souci de

constituer des bases d'étalonnage couvrant de vastes territoires (par exemple RMQS pour la France, LUCAS pour l'Europe, AFSIS pour l'Afrique sub-saharienne). Dans le même temps se sont développés des travaux à visées plus opérationnelles afin d'améliorer la précision des prédictions, et notamment d'optimiser l'utilisation de ces grosses bases d'étalonnage pour des prédictions localisées.

La spectroscopie de terrain a connu un certain développement, en relation notamment avec la télédétection mais pas seulement, et moins important qu'anticipé. Certes elle permet de caractériser finement la variabilité spatiale des sols, déterminante par exemple en agriculture de précision, sans nécessité de ramener les échantillons au laboratoire. Mais les étalonnages requièrent des campagnes de prélèvements et d'analyses spécifiques, lourdes quand il s'agit de représenter des territoires vastes ; tandis que des collections d'échantillons secs déjà analysés, représentatives de ces territoires, sont déjà disponibles dans diverses pédothèques, et permettent donc d'étalonner des spectres acquis au laboratoire sans nécessité de retourner prélever des sols ou faire de nouvelles analyses de référence. Des travaux pionniers commencent à s'intéresser aux possibilités de « convertir » des spectres de terrain, acquis sur sol en place, carottes ou mottes humides, en spectres de laboratoire, acquis sur sol sec tamisé, et pour lesquels existent des étalonnages, qui pourraient ainsi être utilisés pour faire des prédictions à partir de spectres de terrain ; la question de l'humidité variable des échantillons de terrain semble pouvoir être résolue, mais celle de leur structure pose encore problème.

Comme dans d'autres applications, de nombreuses approches chimiométriques ont été explorées (arbres de régression, random forest, réseaux de neurones, SVM, etc.), avec des résultats parfois contradictoires (approches sophistiquées pas toujours les plus performantes). Mais la régression PLS reste très largement dominante. Du fait de l'hétérogénéité fréquente des populations d'échantillons de sol, un intérêt particulier est porté aux approches d'étalonnage local (chaque échantillon cible est prédit par un modèle généralement PLS qui lui est propre, construit uniquement avec des étalons qui sont ses voisins spectraux) et le spiking (enrichissement de la base d'étalonnage avec quelques échantillons de la population cible, éventuellement surpondérés).

Le moyen infrarouge a montré sa supériorité sur le proche infrarouge pour prédire les propriétés des sols tempérés, mais c'est le contraire pour les sols tropicaux (du fait sans doute de leur richesse en oxydes). Toutefois, le moyen infrarouge requiert généralement une préparation plus poussée des échantillons (broyage fin), et reste essentiellement cantonné au laboratoire car le matériel portatif est apparemment fragile.

En conclusion, on est passé en quinze ans d'une perspective de démonstration du potentiel de la spectroscopie infrarouge pour caractériser les sols à une recherche d'opérationnalité des procédures, illustrée en particulier par l'apparition d'offres commerciales d'analyses de sol par spectroscopie infrarouge (SoilCares aux Pays-Bas, Arvalis en France).

Imagerie hyperspectrale au travers des âges

Martin ECARNOT¹, Nathalie GORRETTA²

1. INRA, Montpellier. martin.ecarnot@inra.fr
2. UMR ITAP, IRSTEA, Montpellier. nathalie.gorretta@irstea.fr

Nées de la recherche en télédétection il y a plus de 25 ans, l'imagerie hyperspectrale a fait ses preuves dans des domaines d'application variées, de l'exploration de la planète Mars, à l'industrie pharmaceutique en passant par la géologie ou le phénotypage des plantes.

Devenu un outil indispensable dans un grand nombre d'industries et de laboratoires de recherche, l'imagerie hyperspectrale et les méthodes de traitement de données associées ont subi des avancées majeures ces dernières années.

L'apparition de caméras hyperspectrales a ajouté une dimension spatiale à l'analyse infrarouge, permettant d'enrichir les modèles spectraux par la possibilité d'obtenir une cartographie des phénomènes étudiés. La combinaison de la dimension spatiale et l'information spectrale a ouvert la porte au développement d'algorithmes d'analyses plus efficaces.

Cette présentation donnera un aperçu de l'évolution de l'imagerie hyperspectrale, de sa création jusqu'à nos jours. Cette évolution sera décrite d'un point de vue des avancées technologiques, des thématiques d'application et des différentes méthodes de traitement de l'information.

Evolution des applications de la SPIR dans le domaine de l'élevage

Denis BASTIANELLI

CIRAD, UMR SELMET, F-34398 Montpellier, France
SELMET, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France
denis.bastianelli@cirad.fr

La SPIR a été utilisée dans le domaine de l'alimentation animales dès les années 70, avec la qualification des fourrages, ainsi que des graines et tourteaux. Dans les années 80 l'utilisation de la SPIR s'est largement généralisée dans l'industrie de l'alimentation où elle est utilisée en routine.

Au cours des 20 dernières années la SPIR a confirmé son potentiel dans le domaine des productions animales, et ses utilisations se sont diversifiées, avec l'amélioration des matériels, la constitution de bases de données importantes permettant une grande robustesse des prédictions, et l'adoption de la technique par la plupart des acteurs du secteur. Les rencontres HélioSPIR ont vu un certain nombre de ces évolutions.

Pour l'analyse des matières premières et des aliments, les industriels (fabricants d'aliments ou firmes service) ont développé des bases d'étalonnage très importante et un savoir-faire pour la gestion de réseaux d'appareils dans les unités de fabrication. La mesure SPIR est sortie du laboratoire et s'est rapprochée de la production avec des mesures « at line » puis « online » à la réception des matières premières ou sur les lignes de fabrication. Elle est maintenant complètement intégrée dans le process de fabrication et la gestion de la qualité. En parallèle les paramètres mesurés sont plus nombreux et des équations ont été développées pour la prédiction de paramètres de valeur nutritive, comme l'énergie des aliments ou la digestibilité de acides aminés. L'analyse par SPIR sur microscope a aussi été mise au point pour détecter des particules de contaminants (farines animales, mélamine) dans les aliments.

L'analyse des fourrages par SPIR est maintenant réalisée en routine dans les laboratoires, permettant une caractérisation rapide et peu onéreuse au service des agriculteurs. Le progrès est surtout venu de la mise au point de matériels transportables qui ont permis d'apporter le spectromètre directement dans l'élevage pour caractériser les fourrages in situ, et donc produire un conseil en temps réel aux éleveurs. Des services sont maintenant offerts par les chambres d'agriculture ou autres acteurs de la filière. En parallèle les approches fécales ont été développées pour prédire la qualité des fourrages ingérés d'après les fèces des animaux : d'abord essentiellement du domaine de la recherche cette technologie est maintenant disponible, dans certaines conditions, comme un service aidant au pilotage des exploitations.

Dans le domaine de la qualité des produits, la SPIR est utilisée pour qualifier les viandes, laits, fromages. Cette technologie est opérationnelle pour la qualification de la composition chimique (matières grasses). De nombreuses autres applications ont été testées pour évaluer la qualité technologique de la viande, l'origine ou le mode de production. Malgré de nombreuses études de faisabilité concluantes, la robustesse des modèles s'effondre souvent lors du passage en conditions réelles et les applications de routine sont rares. Dans le domaine laitier, l'analyse de la composition du lait, très efficace en MIR, est maintenant réalisée aussi par SPIR.

Les applications in vivo restent encore du domaine de la recherche, mais il est probable que les nombreuses recherches en médecine humaine auront dans le futur des applications sur les animaux, pour caractériser l'état de santé ou de nutrition (acidose par exemple chez le ruminant).

Enfin des applications sur la composition des effluents ont été proposées, pour en évaluer la composition et la valeur fertilisante.

La spectroscopie proche infrarouge appliquée au bois à travers les âges

Gilles CHAIX

*CIRAD, AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, F-34398 Montpellier, France.
Email : gilles.chaix@cirad.fr*

Une des premières publications dans la littérature scientifique concernant le bois atteint la trentaine (Schultz et al. 1990, Wright et al. 1990). Elles provenaient naturellement du monde de l'industrie papetière et concernaient les extractibles, le rendement en pulpe et la cellulose. Pour ceux qui ne le savent pas, encore, le bois c'est 50 % de fibres de cellulose.

La première présentation à HélioSPIR sur le bois date des premières rencontres en 2003. A l'époque à Montpellier, le bois et la SPIR c'était Henri Baillères (Baillères et al. 2002), Riton pour les intimes : « Utilisation de la SPIR pour la prédiction des caractéristiques chimiques, physiques, mécaniques et biologiques du bois », initié par Fabrice Davrieux.

Mais finalement, après ce coup d'éclat, il a fallu attendre les 8ème Rencontres pour revoir du bois : « Apport de la SPIR pour les études génétiques de l'eucalyptus », présenté par votre serviteur, et plus loin encore les 18 et 19èmes Rencontres avec plusieurs présentations à chaque d'elles. Serait-ce un effet président ? ☺

En ce qui concerne la littérature, plusieurs articles de synthèse font le tour de la question (Tsuchikawa 2007, Schwanninger et al. 2011, Tsuchikawa et Schwanninger 2013, Tsuchikawa et Kobori 2015, Hein et al. 2018), nous n'allons pas aller dans le détail. Mais remercions : Saturo Tsuchikawa, Manfred Schwanninger, Hikaru Kobori (pour ces synthèses), et quelques autres fortement contributeurs dans le domaine : L.R. Schimleck, R. Meder, P.R.G. Hein, G. Chaix.

Si pour les aspects quantitatifs, la cellulose, la lignine, les extractibles ont été les principales molécules cibles, pour l'heure, la tendance actuelle tourne autour de classification, détermination d'espèces, dégradation du bois, microspectromètres, et bien sûr imagerie hyperspectrale. Le paysage des auteurs a changé également, avec de nouveaux acteurs venant de Chine, du Brésil, etc.
De quoi proposer des rencontres exclusivement consacrées au bois !

Références :

- Baillères, H., F. Davrieux and F. Ham-Pichavant. 2002. Near infrared analysis as a tool for rapid screening of some major wood characteristics in a eucalyptus breeding program. *Ann. For. Sci.* 59: 479–490.
- Hein P.R.G, Pakkanen H.K., Dos Santos A.A. 2018. Challenges in the use of Near Infrared Spectroscopy for improving wood quality: A review.
- Schimleck, L.R., Raymond, C.A., Beadle, C.L., Downes, G.M., Kube, P.D., and French, J. (2000) Applications of NIR spectroscopy to forest research. *Appita J.*, 53: 458–464.
- Schultz, T.P. and D.A. Burns. 1990. Rapid secondary analysis of lignicellulose: comparison of near infrared and fourier transform infrared (FTIR). *Tappi J.* 73(5): 209–212.
- Schwanninger, M., J.C. Rodrigues and K. Fackler. 2011. A review of band assignments in near infrared spectra of wood and wood components. *J. Near Infrared Spec.* 19(5): 287–308.
- Tsuchikawa, S. 2007. A review of recent NIR research for wood and paper. *Appl. Spectrosc. Rev.* 42: 43–71.
- Tsuchikawa, S. and H. Kobori. 2015. A review of recent application of near infrared spectroscopy to wood science and technology. *J. Wood Sci.* 61: 213–220.
- Tsuchikawa, S. and M. Schwanninger. 2013. A review of recent near infrared research for wood and paper-Part 2. *Appl. Spectrosc. Rev.* 48: 560–587.
- Wright, J., M. Birkett and M. Gambino. 1990. Prediction of pulp yield and cellulose content from wood using near infrared reflectance spectroscopy. *Tappi J.* 73: 164–166.

450 appareils NIR en réseau

Christophe BARDY et Elodie ORAMBOT

Limagrain Ingredients – 63 Riom - Société du Groupe coopérative français Limagrain
christophe.bardy@limagrain.com & elodie.orambot@limagrain.com

Depuis 1992, Limagrain Ingredients, filiale du groupe coopératif Limagrain, a créé le Réseau Ulice afin de fournir des prestations de service pour les analyseurs de céréales par proche infrarouge.

Quatre cent cinquante machines réparties en France et en Europe font parties du parc. Afin d'obtenir une précision et une répétabilité maximales des résultats obtenus sur des machines diverses et dans des conditions parfois extrêmes, le Réseau Ulice procède à : une acceptation des appareils neufs, à leur évolution hardware et/ou logiciel, à l'entretien et au contrôle des performances tous les ans, ainsi qu'au développement de nouvelles calibrations.

Fort de cette expérience, Limagrain Ingredients a créé et gère de nouveaux réseaux infrarouges pour ses usines de production ou d'autres clients. Nous procédons ainsi aux transferts de nos calibrations propres entre divers modèles d'appareils d'un même fournisseur ou à des transferts d'applications laboratoire sur le matériel d'un fournisseur vers de multiples machines d'un autre équipementier.

Simplification de la gestion des modèles NIR dans un réseau multi-instruments et multi-marques : Premières étapes

Vincent LARAT et Cécile GADY

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

La démocratisation des appareils NIR dans le domaine industriel et notamment en agriculture / alimentation implique la présence de nombreux appareils NIR pouvant avoir des caractéristiques différentes : appareils à filtre, réseau, interférométrique ; avec des gammes spectrales et des éléments optiques différents. Adisseo, acteur dans la filière de l'alimentation animale, propose des modèles NIR à ses clients pour caractériser les matières premières d'origine agricoles utilisés pour la fabrication d'aliments. Afin d'être utilisés par un grand nombre de ses clients, ces modèles NIR se doivent d'être compatibles avec les principaux fournisseurs d'appareils utilisés dans ce domaine de l'alimentation animale. Pour répondre à ce besoin, Adisseo a développé des modèles utilisés avec les systèmes FOSS (NIRS 5000, 6500, XDS, DS2500 et DS2500-F) ainsi qu'avec les systèmes BRUKER (MPA, Matrix-I, Tango). Les données issues de ces fournisseurs d'instruments n'étant pas directement compatibles entre elles, cela implique une double gestion des bases données, des modèles de calibration et de leur mise à jour, ce qui requiert des ressources en temps, personnel et complexifie le processus.

Dans l'optique de simplifier cette gestion, une étude a été menée afin de tester différentes stratégies de simplification :

- La première stratégie consiste à utiliser les modèles déjà développés à partir des données d'un des fournisseurs et de prédire les spectres de l'autre fournisseur après les avoir rendu compatibles,
- La seconde stratégie vise à mettre en commun les données de calibrations des 2 fournisseurs et de préparer un modèle unique pouvant être utilisable avec les spectres acquis sur les appareils des 2 fournisseurs.

Afin de tester ces 2 stratégies et d'évaluer leurs performances, des essais ont été réalisés sur différentes bases de données / équations présentant des degrés divers de complexité – notamment des déséquilibres plus ou moins prononcés entre données de calibration Foss et Bruker. Pour cela les erreurs de prédictions de jeux de validations calculés sur les modèles issus des différentes stratégies sont comparées aux erreurs obtenues sur les modèles originaux développés à partir de données exclusivement Foss ou Bruker.

Les différents résultats obtenus indiquent que la stratégie de mise en commun permettrait d'effectivement simplifier la gestion des bases de données sans toutefois détériorer la qualité des prédictions obtenues sur chacun des fournisseurs.

Plateforme de modèles locaux/globaux de transfert de spectres inter-instrument

Céline Chauvergne¹, Laurent Bonnal², Denis Bastianelli², Hélène Carrère¹, Yves Griveau³, Valérie Méchin³, Virginie Rossard¹, Éric Latrille¹

(1) LBE (Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement) - INRA (102 Avenue des Étangs, 11100, Narbonne, France) celine.chauvergne@inra.fr

(2) UMR SELMET (Systèmes d'Élevage Méditerranéens et Tropicaux) - CIRAD (F-34398 Montpellier, France)

(3) IJPB (Institut Jean-Pierre Bourgin) INRA (Centre de Versailles-Grignon, Route de St-Cyr, 78026 Versailles Cedex France)

Dans le cadre du projet Biomass For the Futur (BFF), des échanges inter-laboratoires d'échantillons de miscanthus, sorgho et maïs sont effectués afin de mesurer et de prédire des paramètres biochimiques. Chaque laboratoire possède ses propres méthodes de mesures expérimentales et ses modèles de calibration proche infrarouge. A ce jour, les prédictions issues des modèles de calibration nécessitent l'acquisition de spectres au laboratoire. L'objectif du travail mené ici est de pouvoir s'affranchir de cette étape d'acquisition en créant des modèles de transfert entre deux spectromètres. En effet, les appareils des laboratoires partenaires sont de marques différentes, et n'ont pas les mêmes modalités d'acquisition (unités, résolution...). Il est donc nécessaire de créer des modèles permettant de transférer un spectre d'un appareil vers un autre afin de l'utiliser pour la prédiction de paramètres biochimiques.

La présentation repose ici sur les modèles de transfert entre l'UMR [SELMET](#) pour leur spectromètre FOSS NIRSystem5000, et le [LBE](#) pour le spectromètre BUCHI N-500. Les modèles de transfert sont réalisés sur [ChemFlow](#), logiciel de chimométrie gratuit en ligne, permettant le stockage et le partage de données entre utilisateurs.

Deux types d'échantillons ont été échangés entre ces deux laboratoires pour la création des modèles : 40 échantillons de référence, représentatifs des activités de chaque laboratoire, ainsi que 31 échantillons spécifiques du projet BFF (maïs, miscanthus et sorgho). Ces deux jeux de données ont dans un premier temps été pris séparément pour créer deux modèles : le modèle labo40 (global) et le modèle BFF31 (local). Puis dans un second temps, les 71 échantillons sont rassemblés pour créer le modèle globalBFF71. Ces trois modèles sont construits avec l'outil de transfert PDS (Piecewise Direct Standardization) et diffèrent seulement par leur jeu de construction. Enfin, un modèle témoin est testé, le modèle 0, créé sans outil de transfert, simplement avec des fonctions permettant de changer les modalités du spectre (unité, absorbance ou réflectance, lissage et interpolation de spectres). Le but est de sélectionner le modèle qui donnera les meilleurs spectres transférés mais également de comparer les modèles globaux et locaux.

Deux jeux de validation sont utilisés pour la comparaison de ces quatre modèles : 11 échantillons de sorgho et 24 de miscanthus. Les valeurs biologiques des paramètres biochimiques étudiés sont connues, les spectres proche infrarouge ont été acquis sur le BUCHI ainsi que sur le FOSS, les prédictions laboratoires sont donc également connues (matière minérale totale, fibres, cellulose, digestibilité, potentiel méthane...). Les spectres des deux jeux de validations ont été transférés du BUCHI vers le FOSS et inversement, suivant les quatre modèles de transfert et les prédictions des paramètres biochimiques ont été réalisées sur les quatre nouveaux spectres transférés.

Les tracés des spectres issus des différents modèles montrent des déformations ainsi que des décalages d'absorbance ou de réflectance comparables pour chaque modèle. Grace aux tracés du spectre cible en fonction du spectre transféré, il est possible d'identifier des déformations plus importantes pour le modèle local BFF31. La comparaison entre les valeurs biologiques et les prédictions sur spectres transférés pour le potentiel méthane, permet difficilement de sélectionner le meilleur modèle (erreurs de prédiction comprises entre 15 et 20 mLCH₄/gMV). Cependant, avec d'autres paramètres comme la digestibilité, des erreurs de 5,8% et 5,3% pour les modèles labo40 et globalBFF71 sont observées, contre 14,3% pour le modèle BFF31. En revanche, ce dernier montre des résultats plus intéressants suite à la comparaison des coefficients de Kendall (coefficient de

corrélation de rang) pour plusieurs paramètres biochimiques. Suite à l'étude de l'ensemble des critères de comparaison, la sélection du modèle final sera en faveur d'un modèle global.

Mots-clés : spectroscopie proche infrarouge ; modèle ; transfert d'appareil ; PDS ; chimiométrie ; ChemFlow ; miscanthus ; sorgho ; matière organique

Gestion de réseaux de calibrations NIR et de spectromètres en alimentation animale

Julien Guillory, Séverine Beaumont

Laboratoire Upscience, groupe ADM, route de Talhouët, 56250, Saint-Nolff

Julien.guillory@adm.com , severine.beaumont@adm.com

La gestion des calibrations NIR est d'autant plus complexe que le réseau de spectromètres est hétérogène, à savoir multi-marques et multi-zones. Le transfert d'une calibration est appliqué de différentes manières selon les besoins :

- Standardisation d'une base de données d'un appareil maître vers un appareil esclave d'un autre modèle ou d'une autre marque
- Transfert d'une calibration sur deux appareils de même modèle : clones ou pas clones ?
- Installation d'une calibration dite globale dans une région localisée, aux conditions environnementales différentes.

L'utilisation de logiciels constructeurs fournis avec les appareils facilitent cette gestion à distance, indispensable au support pour le suivi des calibrations. Une adaptation technique (formation, validation et suivi) est également nécessaire selon les besoins de l'utilisateur, ses équipements pour la préparation et/ou l'analyse des échantillons, ainsi que l'accès aux analyses par méthode de référence.

Optimisation, maintenance et transfert de modèles entre spectromètre et micro-spectromètre proche infrarouge Application à l'évaluation de la maturité de la prune d'Ente

Monique Capelle¹, Salim Rashidi¹, Jordane Lallemand-Poulain², Sandra AUBERT²

1 Bureau national Interprofessionnel du Pruneau (BIP), 2 Rue des Magnolias, 47300 Villeneuve-sur-Lot, France, moniq.capelle@pruneau.fr

2 Ondalys, 4 Rue Georges Besse, 34830 Clapiers, France, saubert@ondalys.fr

Mots Clés : Spectroscopie proche infrarouge, micro-spectromètre, maintenance, transfert, robustesse, calibration, fruits

CONTEXTE

L'équipe du B.I.P. réalise depuis de nombreuses années des mesures sur les prunes d'Ente, afin de mieux caractériser la maturité des fruits à la récolte et adapter le procédé de séchage pour la transformation en pruneaux. Les paramètres de qualité à mesurer sont le taux de sucre et l'acidité totale, en plus du poids moyen. À l'heure actuelle, ces paramètres sont mesurés en laboratoire par des méthodes de référence longues et destructives.

L'objectif de cette étude était de remplacer ces méthodes de référence par une méthode rapide et non destructive telle que la spectroscopie proche infrarouge, et éventuellement par un outil portable au verger.

Les expérimentations ont été menées par le B.I.P. et l'analyse de données par Ondalys. Elles ont consisté en :

1. Une étude de faisabilité de la mesure du sucre et de l'acidité par spectroscopie proche infrarouge
2. La réalisation d'un modèle de prédiction robuste sur un spectromètre en laboratoire
3. L'optimisation et la maintenance des modèles au cours des millésimes
4. Le transfert des bases de données et modèles vers un micro-spectromètre portable au champ

MATERIEL & METHODES et RESULTATS

Des spectres ont été collectés entre 2013 et 2016 (1300 à 1500 fruits/an) sur un spectromètre proche infrarouge de laboratoire : l'ASD LabSpec4® (gamme entre 350 – 2500nm).

Les modèles de prédiction de l'acidité et du sucre, développés sur les spectres ASD LabSpec4® (2013 – 2016) donnent des performances satisfaisantes, capables d'estimer la qualité des nouveaux millésimes avec les performances suivantes :

- Sucre (°Brix) : RMSEP= 1.7 et $R^2=0.87$
- Acidité (Meq) : RMSEP=15.6 et $R^2=0.74$

Afin de réaliser un transfert d'étalonnage sur un micro-spectromètre portable, des spectres ont également été mesurés en 2016 sur le MicroNIRTM OnSite® (908 – 1676 nm) de la société VIAVI.

Le transfert des modèles de type « MicroNIR » a donc été bâti en utilisant les spectres de l'ASD LabSpec4® transférés de la base historique (2013-2016), concaténés avec les spectres 2016 mesurés avec le MicroNIRTM OnSite®.

Diverses méthodes de transfert inter-instruments ont été testées. Un transfert, par centrage local, c'est-à-dire une correction d'offset pour chaque longueur d'onde, a donné les meilleurs résultats :

- Sucre (°Brix) : RMSEP= 1.9 et $R^2=0.83$
- Acidité (Meq) : RMSEP=22.8 et $R^2=0.48$

CONCLUSIONS et PERSPECTIVES

Le modèle établi sur l'ASD LabSpec4® étant d'ores et déjà robuste vis-à-vis des millésimes, la maintenance annuelle sera très légère en termes de nombre d'échantillons.

Quant à la mise à jour des modèles établis sur le MicroNIR™ OnSite®, la base de données pour la prédiction du sucre devra être enrichie avec de nouveaux millésimes afin d'augmenter la performance du modèle.

Concernant l'acidité, un re-développement complet d'un modèle basé uniquement des spectres du MicroNIR™ OnSite® sera nécessaire, ce paramètre étant plus complexe à estimer.

Dans le futur, le B.I.P souhaite équiper les techniciens avec des micro-spectromètres portables ainsi qu'avancer sur les problématiques de tri en ligne des fruits avant séchage.

Intérêt de la diffusion multi-angle couplée à la spectroscopie UV-VIS-NIR, pour la caractérisation des produits agro/agri en milieu industriel

Julien Louet

Indatech, Clapiers jlouet@indatech.eu

Responsables : Fabien Chauchard, fchauchard@indatech.eu

Sylvie Roussel, sroussel@indatech.eu

Les produits agroalimentaires finis ou en cours de fabrication présentent, dans la majorité des cas, une matrice physico chimique complexe. La spectroscopie VIS NIR est très répandue pour l'analyse chimique. Néanmoins, l'effet de la diffusion est le plus souvent éliminé par des prétraitements car elle perturbe la mesure standard (par exemple la mesure de la couleur). La diffusion contient pourtant beaucoup d'information. Par exemple dans le cas de milieux comme le lait, on rencontre une matrice émulsionnée et opaque avec des globules de lipides qui vont créer un effet diffusif. Sur ces globules existe également des changements d'interface, liés à des agglomérats de protéines. Cette hétérogénéité va présenter un rôle au niveau de la diffusion. La présentation expose le travail réalisé sur des milieux complexes, avec un capteur mesurant à différents angles et différentes longueurs d'onde. Les cas présentés seront le lait et la bière.

Un algorithme big-data pour la local-PLS

Maxime Metz¹, Matthieu Lesnoff², Jean-Michel Roger¹

1. ITAP, Montpellier SupAgro, Irstea, Univ Montpellier, Montpellier, France

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

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

maxime.metz@irstea.fr

La spectrométrie proche infrarouge peut fournir d'énormes quantités de données à l'agriculture numérique. Un des outils principaux utilisé pour analyser les spectres est la PLS. La méthode a prouvé sa pertinence pour les petites bases de données homogènes.

Son extension aux bases de taille moyenne est la «local-PLS» : elle détermine un voisinage de l'individu à prédire, puis réalise une PLS sur ce voisinage. Cette méthode combine la puissance de la méthode des k plus proches voisins et de la PLS. Cependant, cette méthode n'est pas capable de traiter de grandes bases de données qui apparaîtront dans un futur proche. Les algorithmes local-PLS actuels utilisent tous des algorithmes k-NN (méthode force brute) pour lesquels les temps de calcul deviennent irréalistes ; d'autres algorithmes doivent être considérés. Nous proposons d'étudier un algorithme de réduction de dimensionnalité et de recherche rapide du voisinage utilisé pour traiter de grands ensembles de séries chronologiques (ayant une structure de données similaire aux spectres NIR) : ParSketch. Dans cette présentation, nous allons étudier la méthode ParSketch et la comparer à la méthode k-NN. Pour cela, nous avons traité un problème de classification et étudié les résultats des méthodes ParSketch-PLS-DA, Knn(force brute)-PLS-DA et PLS-DA.

Imagerie hyperspectrale et analyses chimométriques pour la détection des racines

Belal GACI¹, Nathalie GORRETTA¹, Christophe JOURDAN²

1 ITAP, IRSTEA, Montpellier SupAgro, Université Montpellier, France

2 Eco&Sols, Montpellier SupAgro Université Montpellier, Montpellier, France

L'observation des systèmes racinaires est un exercice rendu difficile par leur côté caché dans le sol. Pour une observation in situ, les méthodes disponibles sont toujours confrontées à la difficulté de détection automatique des racines par rapport à leur substrat, et entre espèces. L'objectif de notre étude était de suivre l'évolution dynamique des racines sur substrat par imagerie hyperspectrale dans deux gammes spectrales i.e. visible proche-infrarouge (400-1000 nm) et l'infrarouge court (SWIR : 1000-2500 nm). L'étude a été réalisée sur diverses plantes : une céréale, le blé dur (*Triticum durum*), deux arbres à feuillage persistant, le chêne vert (*Quercus ilex*) et le pin maritime (*Pinus maritima*), un arbre à feuillage caduque, le chêne blanc (*Quercus pubescens*), et une légumineuse herbacée, le haricot (*Phaseolus vulgaris*). Des rhizobox constituées d'une surface en verre permettant le passage des rayonnements infrarouges ont été réalisés avec des sols ad hoc pour chacune des espèces, récoltés dans la région de Montpellier. Les rhizobox ont été ensuite positionnées en milieu contrôlé (humidité, lumière, température) pendant 6 mois. Des images hyperspectrales ont été réalisées sur chaque rhizobox toutes les 3 semaines sur toute la période avec deux caméras Hypspx (Neo, Norway). Des modèles de discrimination PLS-DA permettant la classification du sol et des racines ont été ensuite construits puis appliqués sur des images tests. Les taux de bonne classification de chacun des modèles construits (espèce par espèce et date à date) étaient supérieurs à 95%. Pour le suivi de l'évolution temporelle des racines, deux approches ont été utilisées. La

première a consisté à analyser l'évolution du vecteur discriminant obtenu date à date. La seconde, a consisté à analyser les variations temporelles à l'aide d'une analyse en composante principale. Cette méthode est très prometteuse pour détecter automatiquement des racines in situ dans les sols et offre des perspectives intéressantes pour séparer les racines de différentes espèces, pour caractériser la dynamique de sénescence et enfin pour détecter le taux de mortalité racinaire.

Study of time-dependent structural changes of laponite colloidal system by NIR spectroscopy and MCR-alternating least squares

Sílvia Mas¹, R. Bendoula¹, G. Agoda-Tandjawa¹, Anna de Juan² and J.-M. Roger¹

1 Irstea, UMR ITAP, rue Jean-François Breton - Montpellier, F-34196, France

2 Chemometrics Group. Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry. UB. Av. Diagonal, 645. 08028 Barcelona, Catalonia, Spain

silvia.mas-garcia@irstea.fr

Laponite is synthetic pure Hectorite clay, which forms a transparent colloid once dispersed in water. Owing to its high purity and transparency, Laponite constitutes a very useful model for investigating the properties of colloidal systems such as sewage sludge. Laponite colloidal systems undergo structural evolution with time. The time-dependent changes in chemical or physical structure are usually termed as ageing process. In this work, we study the ageing behavior of Laponite colloidal systems using near infrared spectroscopy (NIRS). The aim of this study is to investigate the ability of near-infrared spectroscopy combined with Multivariate Curve Resolution-Alternating Least Squares (MCR-ALS)[1] analysis to monitor and detect changes in structural properties of Laponite colloidal systems during the ageing process.

To enable resolution and provide meaningful results, difference spectra were used[2-4]. This strategy enhances the fine spectroscopic changes undergone during the process and allows characterizing the effects of the perturbations on the NIR spectra. The hybrid hard and soft modeling version of MCR-ALS (HS-MCR), allowing the introduction of kinetic models to describe the process behaviour, is used to resolve this kind of data. With this, interpretation of the meaning of the resolved process profiles and difference spectra can be obtained.

We have found that two distinct components are present in Laponite colloidal system ageing process; one related to a chemical effect (loss of water form with weak hydrogen bonding) and one related to a physical effect (possible scattering phenomena).

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 [1] A. de Juan, S.C. Rutan, M. Maeder, R. Tauler. MCR Capítols en: D. Brown, R. Tauler, B. Walczak (Eds.), *Comprehensive Chemometrics*, vol. 2, Elsevier: Amsterdam, 2009, pp. 325-344, 473-506.

[2] L. Blanchet, C. Ruckebusch, J.P. Huvenne, A. de Juan. Hybrid hard- and soft-modeling applied to difference spectra. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 89 (2007) 26–35.

[3] L. Blanchet, A. Mezzetti, C. Ruckebusch, J.-P. Huvenne, A. de Juan. Multivariate curve resolution of rapid-scan FTIR difference spectra of quinone photoreduction in bacterial photosynthetic membranes. *Anal Bioanal Chem* (2007) 387:1863–1873

[4] L. Blanchet, C. Ruckebusch, A. Mezzetti, J. P. Huvenne, and A. de Juan. Monitoring and Interpretation of Photoinduced Biochemical Processes by Rapid-Scan FTIR Difference Spectroscopy and Hybrid Hard and Soft Modeling. *J. Phys. Chem. B* 2009, 113, 6031–6040.

Développement d'une méthode NIR pour les liants polyoléfinés

Margaux LECOMTE, Perrine HEBERT, Safia MONTAGNIER, Jean GUILMENT

ARKEMA CERDATO, Laboratoire d'Etude des Matériaux (LEM). 27470 Serquigny - France
margaux.lecomte@arkema.com

Grâce à leurs excellentes propriétés adhésives sur de nombreux supports, les polymères Orevac® sont utilisés dans la fabrication de structures multicouches (polyéthylène, polypropylène, polystyrène, polyamide, polyester, matériel de barrière EVOH, aluminium, acier, papier...) en tant que liant. Ils servent principalement dans les applications de conditionnement et les applications industrielles comme couche d'adhérence.

Le polymère est fonctionnalisé dans le but d'adhérer aux couches voisines. Afin que l'adhésion soit réalisée, nous avons besoin de vérifier le taux de greffage du polymère.

Les méthodes quantitatives basées sur la spectroscopie vibrationnelle et plus spécifiquement le proche Infrarouge permettent d'obtenir des résultats rapides et précis at-line ou on-line. On peut ainsi remplacer des techniques lourdes en termes de maintenance, dangerosité ou préparation d'échantillons par la mesure d'un spectre proche infrarouge qui peut se faire directement et sans préparation sur un prélèvement d'échantillon ou directement en ligne.

Cependant, dans le cadre du développement de ces méthodes quantitatives, il faut considérer une limitation importante qui est, en fait, la méthode de référence. La limitation peut être de plusieurs ordres (précision, nombre d'échantillons, corrélation entre les données, ...).

Détection de la répartition longitudinale et radiale de matière sèche, polyphénols et sucres dans l'igname frais par SPIR

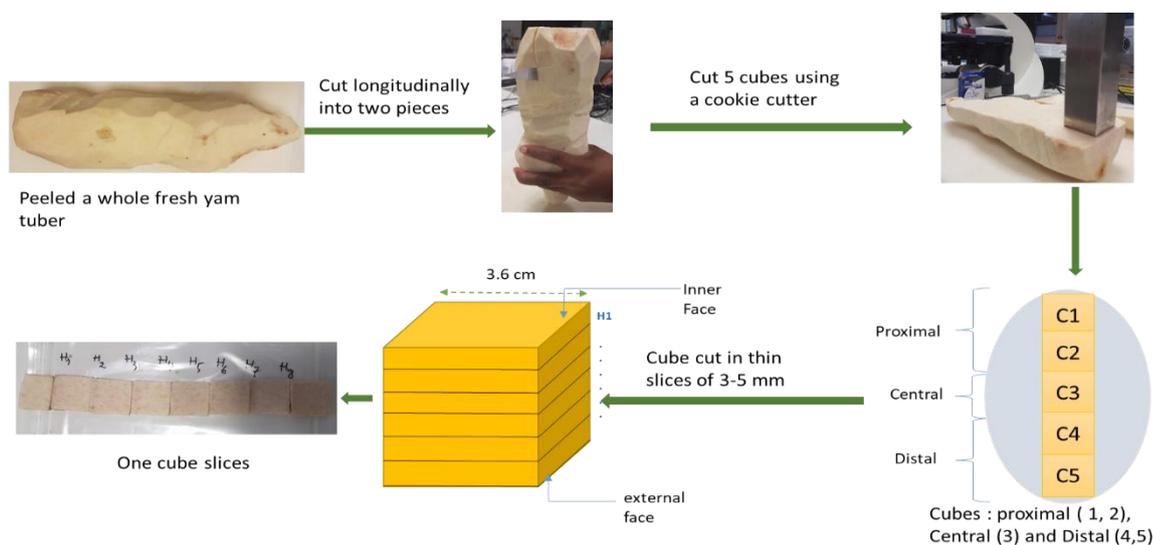
Meghar K.¹, Mestres C.¹, Davrieux F.¹, Ricci J.¹, Olier L.¹, Honfozo L.², Akissoe N.²

1. CIRAD, UMR Qualisud, Montpellier, France.

2. Faculté des Sciences Agronomiques, Université d'Abomey-Calavi, Cotonou, Bénin.

L'igame, *Dioscorea sp.*, est un tubercule multi-espèces cultivé en Afrique, Asie, Amérique du Sud, Caraïbes et îles du Pacifique Sud. C'est un aliment de base en Afrique de l'Ouest où il est cultivé largement. Jusqu'à maintenant, le suivi de la répartition spatiale des composés majeurs de l'igname se fait par les méthodes physico-chimiques traditionnelles (Graham-Acquaah et al., 2014). Cependant, la caractérisation par ces dernières demande beaucoup de temps et d'argent. C'est pour cette raison que nous avons décidé avec nos partenaires du Bénin de mettre en place une méthode d'analyse rapide et non destructive qui détecte la distribution spatiale des composés dans l'igname.

Dans la présente étude, 4 variétés d'origine du Bénin ont été utilisées. Les tubercules ont été découpés longitudinalement en deux tranches, ensuite une seule tranche a été utilisée pour découper 5 cubes de la zone proximale à la zone distale. Chaque cube a été découpé à son tour en tranches fines comme le montre le schéma ci-dessous. Enfin 3 spectres ont été acquis en mode réflectance sur chaque tranche de chaque cube à l'aide d'un spectromètre ASD LabSpec (350-2500 nm).



Une fois les données spectrales collectées, une ACP a été appliquée afin de discriminer les différentes zones du tubercule. Ensuite, des modèles prédictifs ont été développés pour évaluer les performances de quantification de MS, polyphénols et sucres sur des tranches d'igname frais. Les résultats obtenus ont montré une différence significative entre les zones proximale, centrale et distale mais pas de différence significative entre les tanches radiales.

Références

Graham-Acquaah, S., Ayernor, G.S., Bediako-Amoa, B., Saalia, F.K., and Afoakwa, E.O. (2014). Spatial distribution of total phenolic content, enzymatic activities and browning in white yam (*Dioscorea rotundata*) tubers. *J. Food Sci. Technol.* 51, 2833–2838.

Assembler la diversité des modèles classiques et « deep learning » pour développer un pipeline de calibration SPIR performant et générique.

Cornet D.¹, Desfontaines L.², Cormier F.¹, Marie-Magdeleine C.³, Arnau G.¹, Meghar K.⁴, Davrieux F.⁴, Beurier G.¹

1. CIRAD, UMR AGAP, F- 34398 Montpellier, France
2. INRA, UR 1321 ASTRO, Centre de recherche Antilles-Guyane, Petit-Bourg, France.
3. URZ Recherches Zootechniques, INRA, 97170 Petit-Bourg (Guadeloupe), France.
4. CIRAD, UMR Qualisud, Montpellier, France

La calibration d'un nouveau modèle de prédiction basé sur des spectres proche infrarouge, requiert une bonne dose de savoir expert et beaucoup de patience. En effet la grande diversité de prétraitements des spectres et des modèles de calibration offre un nombre très élevé de combinaisons à tester. Et même si le savoir expert peut aider à orienter les choix de combinaisons, l'identification du meilleur modèle reste très empirique et repose sur la comparaison d'un grand nombre de tentative.

Traditionnellement, la construction des modèles et leur comparaison est réalisée manuellement par des experts. Cependant, la démocratisation des spectromètres et leur vulgarisation amène un nombre grandissant d'utilisateurs provenant de disciplines souvent éloignée de la chimio-métrie (e.g. améliorateur, agronome). Leur objectif n'est pas toujours d'identifier le meilleur modèle mais bien de construire, sans savoir expert et avec un minimum d'investissement en temps, un modèle prédictif remplissant une

exigence de performance connue préalablement. Dans ce contexte particulier, et afin de tirer le meilleur parti des avancées récentes en science des données et en capacités de calcul, cette communication présente les arguments théoriques et méthodologiques justifiant la construction d'un pipeline de calibration performant mais surtout suffisamment générique pour s'appliquer à une grande diversité d'analytes, de spectromètres, de taille de jeux de données et de produits.

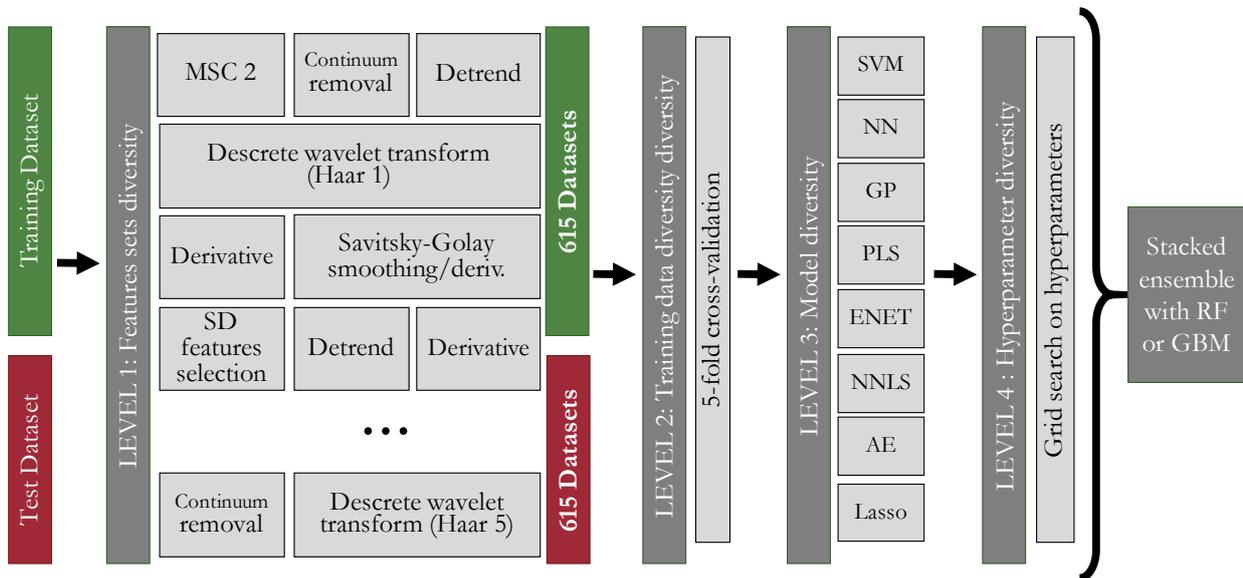


Figure 1 : Représentation schématique du pipeline de calibration.

Le pipeline doit permettre de combiner les avantages des approches traditionnelles et les techniques modernes d'apprentissage profond. Ainsi les algorithmes spatio-temporels dédiés à l'analyse de signaux 2D et 3D seront utilisés afin de mieux intégrer les informations de position des spectres. En outre, les améliorations apportées aux algorithmes de recherche heuristique offrent la possibilité d'étudier un plus vaste espace de combinaisons de prétraitements des spectres, de type de modèles et d'hyper-paramètres. Afin de tirer parti de cette diversité d'approches, nous utiliserons des techniques d'assemblage de modèles (i.e. stacking). Ces méthodes permettront de capitaliser les informations complémentaires apportées par les multiples modèles de base au sein d'un méta-modèle. Enfin, la généricité d'un tel « pipeline » offrira la possibilité d'effectuer une calibration directement sur un vecteur d'analytes plutôt que de les traiter un par un. Cette approche permettra de mieux gérer les valeurs aberrantes et le bruit de fond, et d'utiliser les possibles liens entre variables (e.g. covariance).

Cette communication présente la structure du pipeline et les premiers résultats appliqués dans le cadre du projet RTBfoods (BMGF), axés sur les cultures des plantes à racines et tubercules et des bananes en Afrique subsaharienne.

Comment assurer la fiabilité d'un parc instrumental FTNIRS pour conduire nos process industriels ?

WATIEZ Mickaël, LANGLET Kathy, GAUTHIER Line

Centre Recherche Innovation Développement Lesieur Groupe Avril, Coudekerque-Branche (59), France.
mwatiez@lesieur.fr

Avril est l'acteur industriel et financier des filières des huiles et des protéines. Il s'est construit et fonctionne toujours selon un modèle original: une organisation en filière, de la graine jusqu'aux produits élaborés.

La technologie FTNIRS a été implantée en 2008 au Centre de Recherche Lesieur puis elle s'est rapidement déployée au sein de la filière Avril. Aujourd'hui le parc instrumental est composé d'une vingtaine d'instruments en production, en laboratoire contrôle qualité ou en centre de recherche. Les modèles de calibration développés au sein du centre de recherche Lesieur permettent, après transfert vers les instruments, de libérer plus rapidement les matières premières et les produits finis. La conduite des process trituration, raffinage ou estérification est également pilotée grâce à ces calibrations. Les performances de ces calibrations ont donc une influence non négligeable sur la performance de nos process industriels. Comment donc s'assurer de la fiabilité de notre parc instrumental ?

Après avoir harmonisé et validé les méthodes de référence des laboratoires contrôle qualité permettant la création des calibrations FTNIRS, de nombreux outils ont été mis en place pour garantir la fiabilité de nos calibrations. Le processus de création, validation et suivi des performances de calibration a ensuite été formalisé et les indicateurs de performance de celles-ci ont été déployés. Ces indicateurs sont clés à la fois pour garantir la performance des instruments FTNIRS mais également pour maintenir la confiance des utilisateurs dans la technique.

La SPIR dans le contexte de la science reproductible

Eric Latrille

(1) LBE (Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement) - INRA (102 Avenue des Étangs, 11100, Narbonne, France). eric.latrille@inra.fr

(2) Chemhouse, ITAP - IRSTEA (Bâtiment Minea 361, Rue Jean-François Breton, 34090 Montpellier).
chemhouse@groupes.renater.fr

Les perspectives de développement et d'utilisation généralisée de la spectrométrie proche-infrarouge dans de nombreux domaines s'accompagneront d'une demande accrue de fiabilité des échanges de données, du partage des modèles d'étalonnage et de prédiction. Ces modèles devront être évolutifs et conserver la compatibilité avec les versions antérieures. D'importants efforts ont été réalisés par les constructeurs de spectromètre infra-rouge afin de standardiser les prises de mesures spectrales. La définition du format de données spectrales Jcampdx (Joint Committee on Atomic and Molecular Physical Data) a été une avancée considérable et il est maintenant largement adopté et proposé dans la plupart des logiciels de traitements de spectres. De plus, le déploiement des technologies du Web a permis de déporter les traitements de données sur des serveurs d'applications offrant la possibilité de disposer, à tous moments, des versions les plus fiables et les plus à jour des modèles de prédiction. Cela nécessite de respecter les formats standard d'échange de données dictés par les principes du FAIR. Les principes FAIR (Findable, Accessible, Interoperable, Reusable) visent à rendre les données découvrables, accessibles, interopérables et réutilisables. Ces principes s'appliquent aux données de spectrométrie infra-rouge d'autant plus que les

échanges d'information se font entre des domaines très différents tels que l'agronomie, la génétique, l'environnement et les statistiques.

Mots-clef : spectroscopie proche infrarouge ; ChemFlow ; base de données, FAIR, science reproductible

Maintenance des méthodes et cartes de contrôle

Margaux LECOMTE, Perrine HEBERT, Safia MONTAGNIER, Jean GUILMENT

ARKEMA CERDATO, Laboratoire d'Etude des Matériaux (LEM). 27470 Serquigny - France
perrine.hebert@arkema.com

Le proche infrarouge s'est déployé de façon exponentielle ces dernières années sur nos différents sites industriels et centres de R&D. Que ce soit pour des analyses at, in et on line en contrôle fabrication ou en contrôle qualité final du produit. Le proche infrarouge nous permet aujourd'hui de quantifier aussi bien des propriétés physiques (MFI, Viscosité) que des propriétés chimiques (dosage) de façon simple et rapide. Le développement des modèles étant la partie la plus longue, par le choix de la méthode de référence, du nombre d'échantillon et de la gamme d'étalonnage.

Lors de la mise en place des méthodes dans les laboratoires, salles de contrôle ou dans les ateliers (suite à la validation), il est important de mettre en place un plan de maintenance. En effet, les procédés et les produits évoluent très régulièrement et les modèles proche infrarouge ainsi que la méthode de référence doivent évoluer.

Mise en œuvre de l'accréditation Iso17025 et organisation d'essais inter-laboratoires dans le cadre d'essais NIR

Vincent Baeten, Bernard Lecler, Juan Antonio Fernandez Pierna, Olivier Minet

Unité Qualité des Produits. Département Valorisation des Productions, Centre wallon de Recherches agronomiques (CRA-W). Bâtiment Henseval, Chaussée de Namur, 24. 5030 Gembloux. Belgique. Email : v.baeten@cra.wallonie.be.

La réalisation des essais sous accréditation ISO17025 pour un laboratoire impliqué dans l'autocontrôle ou le contrôle officiel des productions agro-alimentaires est devenue un incontournable. Cette tendance lourde n'a pas épargné les laboratoires réalisant des analyses basées sur la spectroscopie proche infrarouge.

Les caractéristiques intrinsèques des techniques et de l'instrumentation utilisée en spectroscopie vibrationnelle sont des avantages indéniables pour la conduite d'analyse sous accréditation. Sur base de plusieurs expériences concernant la mise en œuvre de techniques proche infrarouges (NIR classique, NIR couplé à la microscopie et l'imagerie NIR) en vue de la quantification de propriétés ou de la détection de contaminants dans les aliments à destination de la production animale, il est possible de tirer différents enseignements sur la mise en place et la maintenance sous accréditation d'une méthode NIR au sein d'un laboratoire.

Parmi les éléments-clés, l'installation d'un système de contrôle de la qualité des résultats produites est essentielle. Cela passe notamment par la création de matériaux de référence, la mise en place d'outils

pour le suivi journalier de la qualité des analyses et la participation à des essais inter-laboratoires. Ces éléments ainsi que la contribution unique de la spectroscopie NIR dans la réalisation de matériaux de référence utilisés dans des essais inter-laboratoires seront également discutés lors de la présentation.

Mots clés : accréditation, ISO 17025, matériaux de référence, essais inter-laboratoires.

Mise en œuvre de la SPIR pour les productions animales dans les pays du Sud

Laurent BONNAL, Denis BASTIANELLI

CIRAD, UMR SELMET, F-34398 Montpellier, France

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

Laurent.bonnal@cirad.fr

Les instituts de recherche en productions animales des pays du Sud disposent parfois de laboratoires d'analyse. Cependant ces laboratoires rencontrent souvent des difficultés de fonctionnement soit techniques (défaut d'approvisionnement en eau ou électricité) soit humaines (difficultés à avoir et/ou conserver des agents formés). De plus, les centres de recherche disposent parfois de capacités d'investissement en équipements scientifiques assez bonnes (projets, coopération, dons) mais ne disposent pas des ressources financières pour les maintenir et les faire fonctionner correctement. La production de données de référence fiables est donc généralement très difficile et aléatoire.

Dans ce contexte où il est également de plus en plus difficile de faire voyager des échantillons pour des raisons sanitaires ou réglementaires, l'utilisation de la SPIR est une solution efficace pour permettre la production de données expérimentales à grande échelle. L'UMR Selmet travaille à la mise en place d'un réseau SPIR en Afrique et Océan Indien. Cette stratégie vise à appuyer nos partenaires d'une part à s'équiper en SPIR pour leur permettre d'acquérir une capacité de caractérisation de leurs ressources alimentaires et d'autre part à les accompagner dans le développement de cette technique.

Pour l'UMR Selmet l'accompagnement des partenaires passe par la formation et par le développement et le déploiement d'outil d'aide à la prédiction (plateforme de prédiction en ligne « NIRSPred »). Il est cependant essentiel d'associer les partenaires à la production de données de référence et d'éviter de les rendre totalement dépendants de bases centralisées. L'aide au suivi de la qualité des spectromètres (création automatisée de carte de contrôle « ASDMonitor ») est également un élément important de l'appui au développement du réseau.

Posters

Geostatistical indexes for quantifying spatial information on hyperspectral imaging: an application for the evaluation of regression models.

Ana Herrero-Langreo^{1*}; Nathalie Gorretta²; Bruno Tisseyre²; Aoife Gowen¹; Jun-Li Xu¹; Gilles Chaix^{3,4}; Jean-Michel Roger²

1. UCD School of Biosystems and Food Engineering, University College of Dublin (UCD), Belfield, Dublin 4 Ireland

2. ITAP, Univ Montpellier, Irstea, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

3. CIRAD, UMR AGAP, Montpellier, France

4. ESALQ. Departamento de Ciências Florestais. Universidade de São Paulo, Sao Paulo, Brazil.

* ana.herrero-langreo@ucd.ie

Keywords: Hyperspectral, Modelling, NIR, Geostatistics, Calibration, Image, Spatial, Overfitting, PLS

Hyperspectral (HS) images have the characteristic of containing both spectral and spatial information of a sample. Typically, spectral information can be related with chemical and physical properties through multivariate regression models. The application of these models onto HS images results in prediction maps, which provide an estimation of the modelled chemical information for each pixel of the image. This approach has wide applications in food processing industries for online monitoring of product quality and process control. One of the main difficulties derived from an imaging set up, is that the size of the pixels is usually much smaller than the area required to obtain a wet chemical reference. This means that, as opposed to point spectroscopy, the performance of the estimations cannot be evaluated by directly comparing observed and estimated values for each pixel. Moreover, the selection of regression model parameters, such as the number of latent variables (LV) in a partial least squares (PLS) model, cannot be assessed on a pixel basis either. Nonetheless, compared to point spectroscopy, HS imaging does provide information on the spatial distribution of the predicted values.

The objective of this work is to propose a quantitative approach to use spatial information of prediction maps for supporting the evaluation of regression models applied to HS images. This approach is based on the use of geostatistical indexes, which allow decomposing the total variance of the prediction maps into two components: non spatially structured and spatially structured variance, represented respectively by the nugget effect (C0) and the partial sill (C1). This strategy was tested in a simulated dataset and two real case studies. Geostatistical indices of the prediction maps were compared to model performance metrics for PLS models with increasing number of LV. As a result, this work establishes a connection between linear regression model performance estimates and the spatial decomposition of variance in prediction maps, when the ground truth to estimate is spatially structured.

The presented study [1], allowed to evaluate HS imaging models, not only from average estimations which can be compared to reference values, but also from the spatial structure of prediction maps. This approach does not require ground truth values and could be used as a source of information for supporting the choice of optimum calibration options, such as the number of LV, or the pre-treatments, complementing the traditional visual inspection of prediction maps with quantitative and objective metrics.

Further works could explore the effect of spatial structure at different scales in the data. This approach could also be applied to evaluate variations of other parameters in the model, such as different methods for spectral pretreatments.

[1] Herrero-Langreo A., Gorretta N., Tisseyre B., Gowen A., Jun-Li Xu, Chaix G., Roger JM. (2019), Using Spatial Information for Evaluating the Quality of Prediction Maps from Hyperspectral Images: A Geostatistical Approach. *Analytica Chimica Acta*. 1077 116–128. doi:10.1016/j.aca.2019.05.067.

Etude du vieillissement d'échantillons de végétaux par SPIR

Elodie BABY, Laurent BONNAL, Samantha BAZAN, Denis BASTIANELLI

CIRAD, UMR SELMET, F-34398 Montpellier, France

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

Elodie.baby@cirad.fr

Certains échantillons de végétaux conservés dans des collections (échantillothèques, herbiers, carpothèques, ...) ont une valeur scientifique ou patrimoniale importante, et la mesure de leurs caractéristiques biochimiques par SPIR serait intéressante. Une limite à cette utilisation peut être l'état de conservation des échantillons et ses conséquences sur leur composition chimique. Dans le cadre de la valorisation d'importantes collections d'aliments pour animaux (plus de 60 000 échantillons stockés depuis les années 1960), nous avons étudié l'évolution des spectres et des prédictions de composition chimique avec la durée de stockage d'échantillons de fourrages.

120 échantillons appartenant à 4 catégories de végétaux ont été sélectionnés. Les spectres des échantillons présentés en poudre ont été collectés sur un spectromètre FOSS (NIRSYSTEM 5000 et 6500, 1100-2500nm) en 2002 puis à nouveau en 2017. Deux types de comparaisons ont été réalisées, l'étude de l'évolution du spectre et l'étude de l'évolution des prédictions de trois paramètres clé : protéines (MAT), fibres totales (NDF) et digestibilité *in vitro* (DMO).

La distance entre les spectres initiaux et les spectres obtenus après 15 ans est supérieure à celle observée entre deux répétitions réalisées à la même date. Une partie des différences est logiquement située dans les bandes de l'eau mais certaines se situent dans d'autres régions spectrales.

RMS	Autres				Moyenne	RMS
entre les dates	Poacées	Fabacées	Ligneux	dicotylédones		Répétitions ²
Spectres bruts	7898	6426	7784	9271	7845	1667
Spectres Prétraités ¹	3754	3721	3145	4223	3711	598

1. Prétraitement: Dérivée 2nde, SNV et Detrend

2. RMS moyen entre deux répétitions réalisées à la même date

Les valeurs de prédictions montrent (i) que les résultats sont comparables pour les paramètres MAT et DMO, (ii) qu'il y a une diminution de la teneur en NDF pour toutes les catégories d'échantillons, (iii) que les écarts-types sont identiques pour un même paramètre. Les régressions linéaires entre les prédictions basées sur les anciens et les nouveaux spectres donnent des R^2 autour de 0,96. Malgré le biais qu'il peut y avoir, les valeurs restent fortement corrélées.

Il est donc nécessaire de prendre des précautions dans l'interprétation des données de prédictions sur des échantillons anciens. D'une part, celles-ci devraient être réalisées à partir d'équations n'intégrant pas les bandes de l'eau. D'autre part, l'existence d'un biais systématique sur certains paramètres doit être prise en compte, en effectuant des comparaisons sur des valeurs relatives plutôt qu'absolues.

Une étude sur la dynamique des changements observés au cours du temps pourrait montrer si l'évolution concerne essentiellement les premiers temps de stockage ou si elle se poursuit au cours du temps.