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

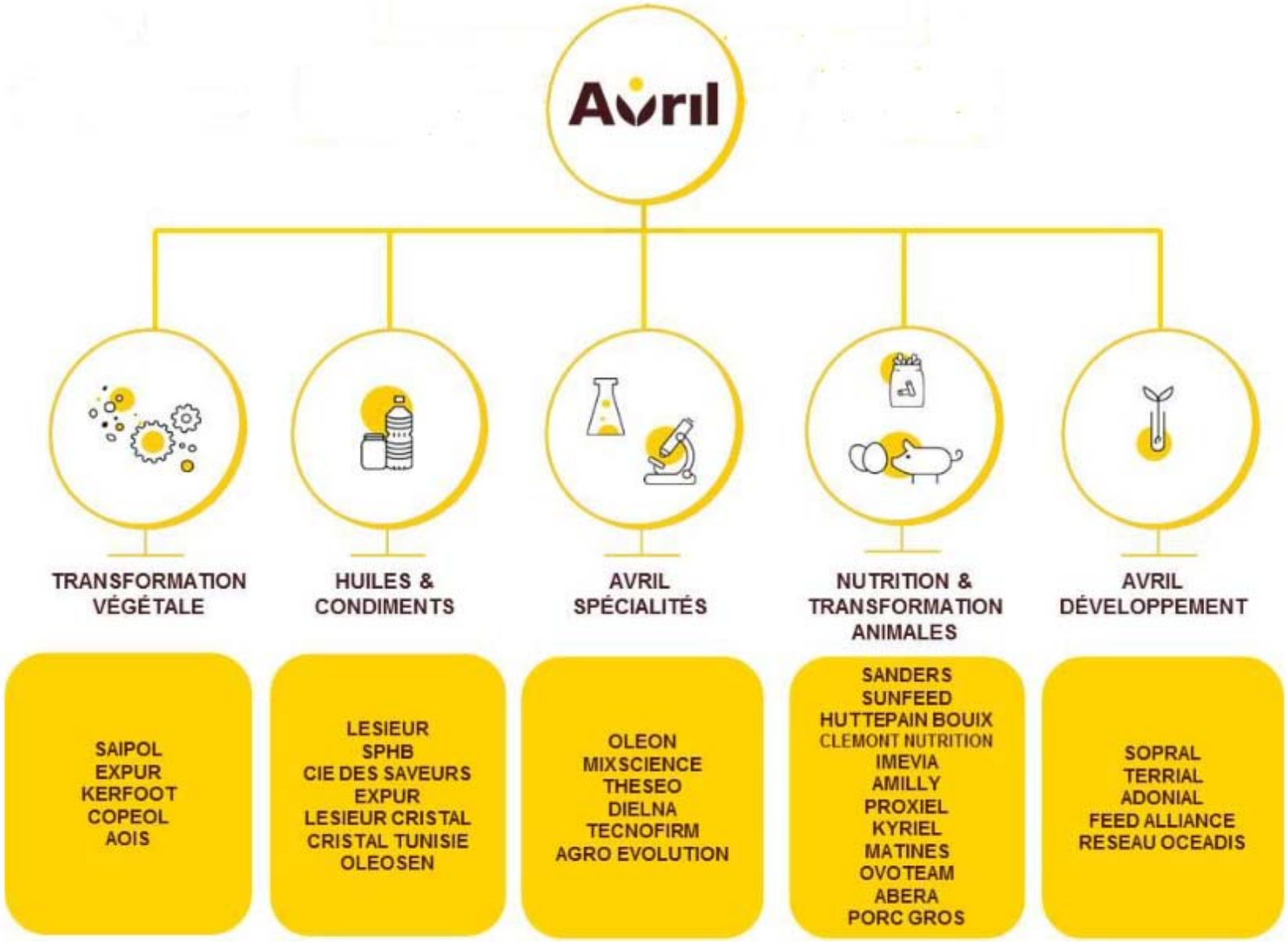
Mickaël Watiez, Congrès Heliospir, octobre 2019

Lesieur
Groupe Avril

Hélio SPIR

Organisation du Groupe Avril

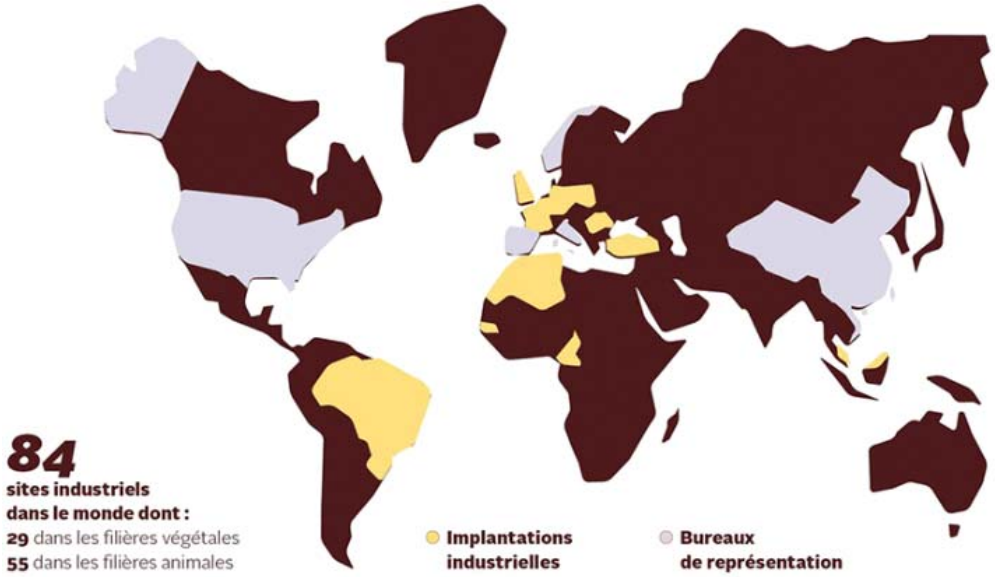
Les activités du groupe Avril couvrent l'ensemble des filières des huiles et des protéines



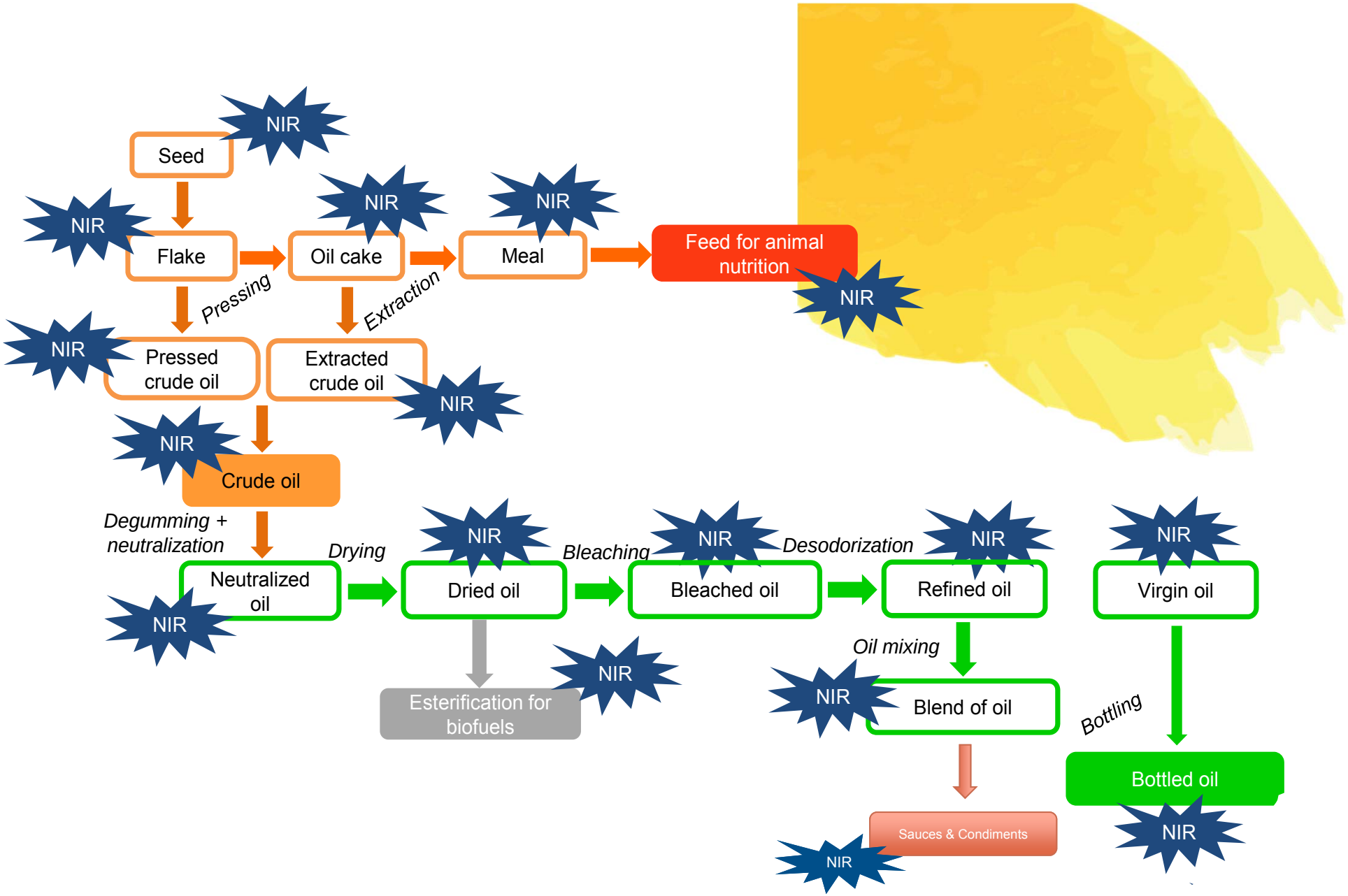
Implantations en France et à l'international

3 Centres de Recherche:

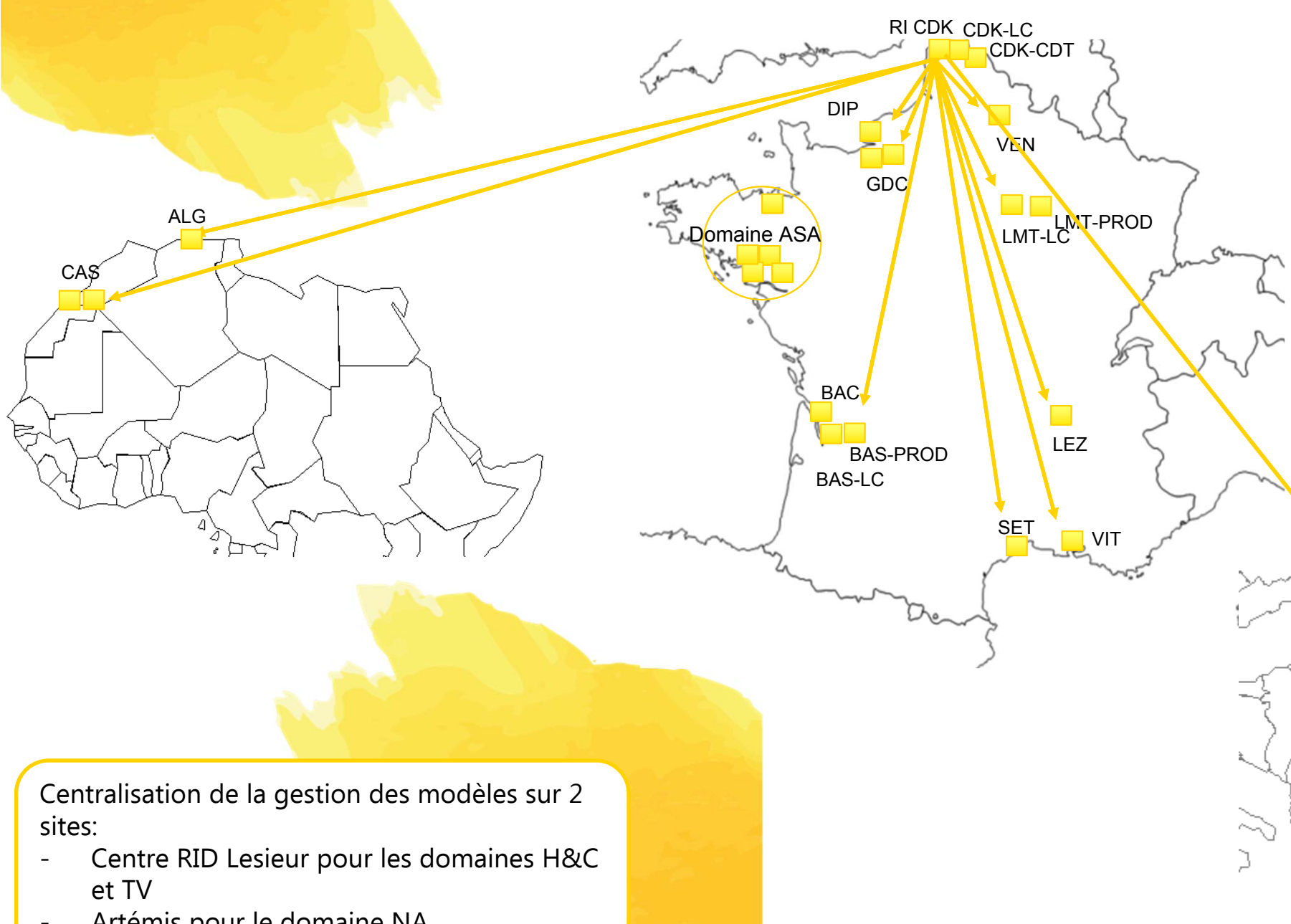
- Oléon Venette
- MixSciences Bruz
- Lesieur Coudekerque-Branche



Cartographie des principales utilisations du NIR pour le domaine Avril Végétal



Gestion de l'activité NIR

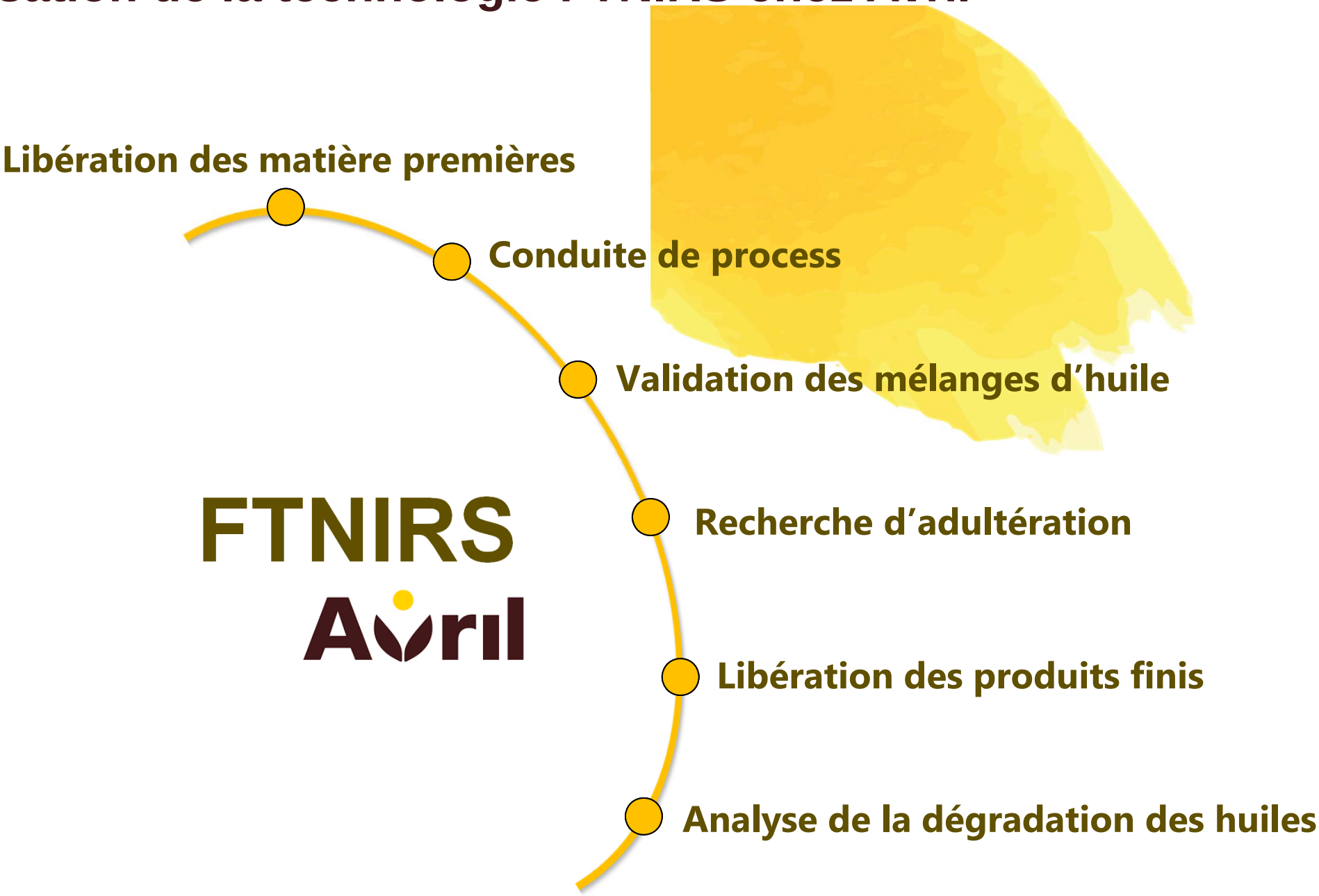


Business Units

Centralisation de la gestion des modèles sur 2 sites:

- Centre RID Lesieur pour les domaines H&C et TV
- Artémis pour le domaine NA

Utilisation de la technologie FTNIRS chez Avril



Quelques données

11 années de déploiement

19 instruments répartis sur **12** sites de production

300 modèles de calibration actuellement utilisés

30 000 Paramètres NIR contrôlés/an

200 000 spectres de calibration

Intérêts observés

Gain économique, gain sécurité:

+ Autonomie des opérateurs
+ Gain de réactivité process
+ Gain de temps en laboratoire
+ Gain de consommable
+ Elimination du risque chimique

Quid des labos de contrôle Qualité?

Montée en compétence des labos CQ: métrologie, analyses fines, participation aux projets industriels

Comment garantir la fiabilité de nos modèles de calibration?

Outils développés

Fiabilité: « Probabilité pour qu'une pièce primaire, un dispositif ou un équipement complet soit utilisé **sans défaillance** pendant une **période de temps déterminée**, dans des **conditions opérationnelles spécifiées** »

Prélèvement/échantillonnage

Méthode de référence (MR)

Spectres FTNIRS

Mode opératoire
Performance MR

Modèle de calibration FTNIRS

Dossier de validation
Suivi des performances FTNIRS

Suivi des écarts

Résultats MR vs FTNIRS

Suivi des contre-analyses

Tableau de bord des KPI

Détermination de la fiabilité du modèle

Essais interlaboratoires

Procédure générale de création, validation et suivi des modèles de calibration NIR
Création d'un site dédié Sharepoint
Connexion des instruments au LIMS Avril

Comment mesure t'on la fiabilité de notre parc FTNIRS?

$$\text{Z score} = \frac{(\text{XNIR} - \text{XMO})}{0{,}5 * Tolérance} \qquad \text{KPI NIR} = \left(\frac{NB\ zscore < 2}{N\ échantillons} * 100\right)$$

Fréquence de contrôle du NIR par méthode de référence interne selon:

environ 30000 paramètres/an

- ✓ la maturité du modèle,
- ✓ le risque pour la production,
- ✓ la performance du modèle de calibration

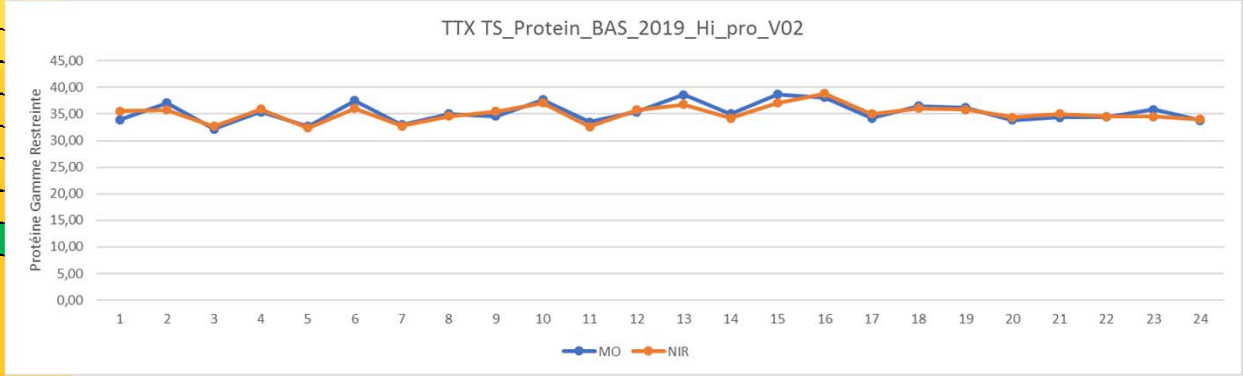
Validation des modèles de calibration

Création de dossier de validation à chaque création ou nouvelle version de modèle

#	Echantillon	MO	NIR	Z-score	Limite	
1	S_481238743_DES_E_20130121.0	33,90	35,57	1,41	2	-2
2	S_271211506_DES_E_20130121.0	37,10	35,77	-1,03	2	-2
3	S_41225629_EXP_E_20130122.0	32,20	32,66	0,41	2	-2
4	S_481235715_DES_E_20130121.0	35,40	35,94	0,43	2	-2
5	S_21224571_EXP_E_20130121.0	32,70	32,39	-0,27	2	-2
6	S_271212647_DES_E_20130121.0	37,50	36,04	-1,11	2	-2
7	S_31217664_EXP_E_20130117.0	33,00	32,72	-0,24	2	-2
8	S_41236493_EXP_E_20130121.0	35,00	34,62	-0,31	2	-2
9	S_271215086_DES_E_20130122.0	34,60	35,49	0,73	2	-2
10	S_31206866_DES_E_20130122.0	37,70	37,09	-0,46	2	-2
11	S_41220333_EXP_E_20130122.0	33,50	32,62	-0,75	2	-2
12	S_271223520_DES_E_20130122.0	35,40	35,80	0,32	2	-2
13	S_31223834_DES_E_20130121.0	38,60	36,82	-1,32	2	-2
14	S_271227547_DES_E_20130121.0	35,00	34,26	-0,60	2	-2
15	S_401217074_DES_E_20130124.0	38,70	37,07	-1,20	2	-2
16	TTX TSOL_RT_TTX_3060_13-11-2013_22H-6H_0	38,14	38,83	0,52	2	-2

Extraction via Opus

Visualisation des résultats



Décision de validation

Site	SAIPOL - Bassens
Paramètre	Protéine Gamme Restreinte
Nom du modèle	TTX TS_Protein_BAS_2019_Hi_pro_V02
Tolérance	0,07*MO
Origine tolérance	Groupe
Conformité	100%
Décision validation	OK

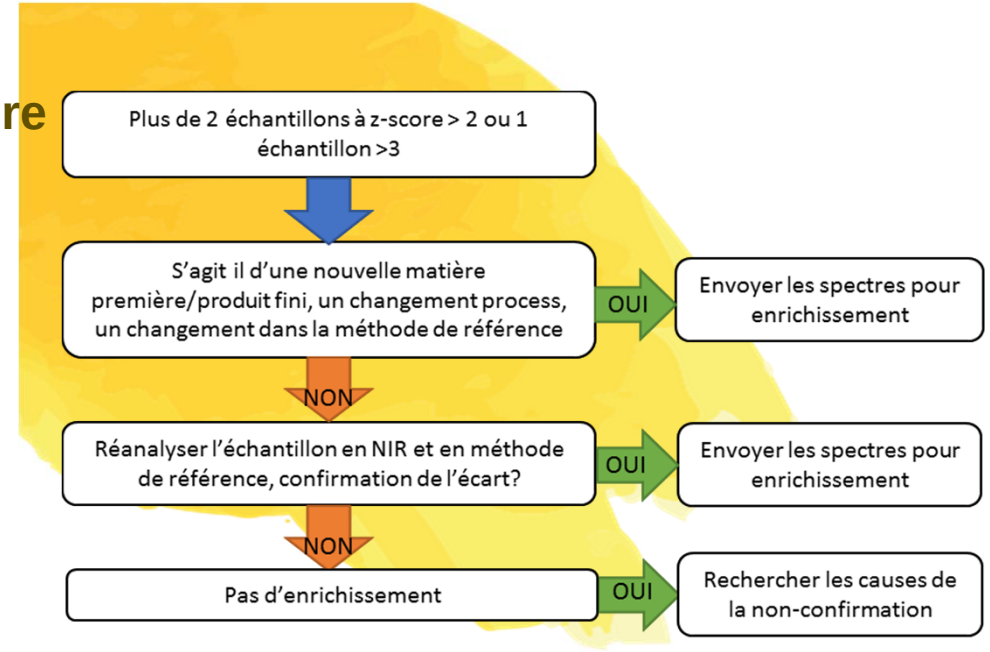
Suivi des performances des modèles de calibration FTNIRS

Nom du modèle	Paramètre mesuré	Matrice analysée	NIR d'utilisation	Min	Ma		Nb d'échantillo
HB_OleicAcidity_BAS_2019_V01	Acidité Oléique	Huile brute	NIR Saip Bass Labo	0,46	1,33	✓	345
HB_TotalPhosphorus_BAS_2019_V01	Phosphore	Huile brute	NIR Saip Bass Labo	33	354	✓	564
HR_C 18.2 4-40_BAS_2019_V02	C18:2	Huile raffinée	NIR Saip Bass Labo	4,76	44,86	✓	2602
HOVE_C16.0_VIT_2019_V02	C16:0	HOVE	NIR Vitrolles	8,44	15,65	✓	280
HOVE_C18:1_VIT_2019_V01	C18:1	HOVE	NIR Vitrolles	66,18	81,27	✓	307
HOVE_C18:2_VIT_2019_V01	C18:2	HOVE	NIR Vitrolles	3,65	16,82	✓	371
HB_C 16.0_EXP_2019_V04	C16:0	Huile brute	NIR Expur	3,17	6,34	!	181
HB_C 18.2_EXP_2019_V04	C18:2	Huile brute	NIR Expur	5,46	21,22	✓	286
ESTER_monoglyceride_BAS_2019_V01.	Monoglycérides	Ester	NIR Saip Bass Labo	0,25	0,75	✓	1490
ESTER_Diglycérides_BAS_2019_V01	Diglycérides	Ester	NIR Saip Bass Labo	0,05	0,33	✓	1408

RMSEC	Ran	RPI	R^2	Prétraitement mathématique	Justification	ier de vali	Statut modèl
0,0279	16	6,7	97,77	Dérivée première	Ecart observé	Oui	Utilisé
16,3	17	6,28	97,47	Normalisation Min-Max	Ecart observé	Oui	Utilisé
0,218	18	40,5	99,94	Dérivée première + Soustraction d'une droite	Ecart observé	Oui	Utilisé
0,156	19	7,71	98,32	Normalisation vectorielle (SNV)	Nouvelle récolte HOVE	Oui	Utilisé
0,194	18	12,7	99,38	Dérivée seconde	Nouvelle récolte HOVE	Oui	Utilisé
0,11	19	18,1	99,7	Soustraction d'une droite	Nouvelle récolte HOVE	Oui	Utilisé
0,131	14	7,04	97,98	Dérivée seconde	Déploiement Expur	Oui	Utilisé
0,176	20	31,2	99,9	Dérivée seconde	Déploiement Expur	Oui	Utilisé
0,0311	13	3,17	90,06	Soustraction d'une droite	Mise à jour de base données	Oui	Utilisé
0,0159	15	2,56	84,68	Correction d'offset	Mise à jour de base données	Oui	Utilisé

Contrôle des résultats FTNIRS

Définition d'une procédure



Traça des contre analyses et analyse des causes

Référence échantillon	Paramètre mesuré	Matrice analysée	Résultat obtenu par NIR	Résultat obtenu par MO	Réanalyse NIR?	Réanalyse MO?	Nouveau résultat NIR	Nouveau résultat MO
CDK1906030562	C 18:3 Cis	HAR	0,8	0,94	Oui	Oui	1	0,76
CDK1905310407	C 18:3 Cis	HAR	0,96	1,08	Oui	Oui	1,11	0,88
CDK1908020348	C 18:3 Cis	HR	7,31	6,43	Oui	Non	7.22	
CDK1908020348	C 18:3 Cis	HR	0	0,56	Oui	Non	0.33	
CDK1909090332	C 16:0	HR	4,79	5,885	Oui	Non	4.80	
CDK1909090332	C 18:1 Cis	HR	61,37	53,814	Oui	Non	61.41	
CDK1909090332	C 18:2 Cis	HR	20.04	25.358	Oui	Non	20.25	

Date de réponse	Analyse de cause	Décision	Statut
05-juin	Résultats MO confirmés	Enrichissement	Cloturé
05-juin	Résultats MO confirmés	Enrichissement	Cloturé
16-août	Nouvelle MP	Enrichissement	Cloturé
16-août	Nouvelle MP	Enrichissement	Cloturé
19-sept	Pb transfert LIMS	Pas d'enrichissement	Cloturé
19-sept	Pb transfert LIMS	Pas d'enrichissement	Cloturé
19-sept	Pb transfert LIMS	Pas d'enrichissement	Cloturé

Mesure de la fiabilité FTNIRS individuelle

CORIDAN

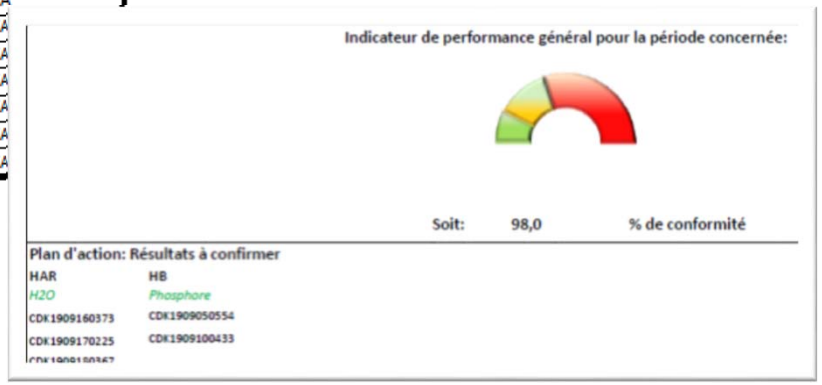
SUIVI NIR LESIEUR CDK

Avril

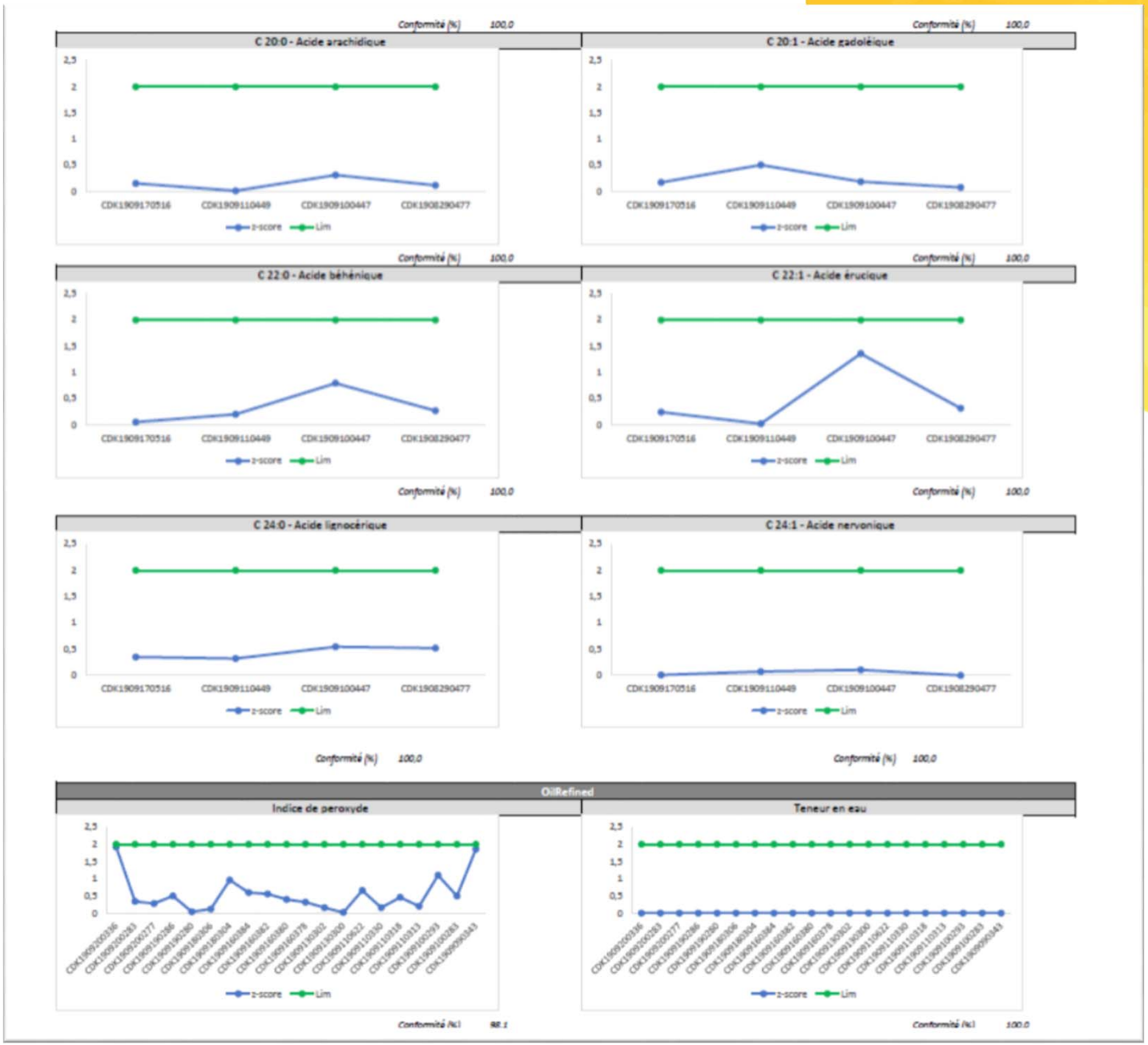
Rapport hebdomadaire pour chaque site

Période: S38-2019

Matrice	Paramètre	Tolérance	Origine tolérance
Oil Crude	Phosphore total	30% de la valeur de référence	BIPEA
	Acide Oléïque	11% de la valeur de référence avec un mini de 0,05%	BIPEA
	Teneur en eau et matières volatiles	10% de la valeur de référence avec un mini de 0,05%	BIPEA
	Densité	0,000344	BIPEA
	C 14 - Acide myristique	8% de la valeur de référence avec un min de 0,5% et un maxi de 3,5%	BIPEA
	C 16:0 - Acide palmitique		BIPEA
	C 16:1- Acide palmitoléique		BIPEA
	C 17:0 - Acide margarique		BIPEA
	C 17:1 - Acide margaroléique		BIPEA
	C 18:0 - Acide stéarique		BIPEA
	C 18:1- Acide oléique Cis		BIPEA
	C 18:2 - Acide linoléique Cis		BIPEA
	C 18:3 - Acide linolénique Cis		BIPEA
	C 20:0 - Acide arachidique		BIPEA
	C 20:1 - Acide gadoléique		BIPEA
	C 22:0 - Acide béhénique		BIPEA
	C 22:1 - Acide érucique		BIPEA
	C 24:0 - Acide lignocérique		BIPEA
	C 24:1 - Acide nervonique		BIPEA
Oil refined	Indice de peroxyde	3% de la valeur de référence	BIPEA
	Teneur en eau	10% de la valeur de référence avec un mini de 0,05%	BIPEA
	Densité	0,000288	BIPEA
	C 16:0 - Acide palmitique	8% de la valeur de référence avec un min de 0,5% et un maxi de 3,5%	BIPEA
	C 18:1- Acide oléique Cis		BIPEA
	C 18:1- Acide oléique Trans		BIPEA
	C 18:2 - Acide linoléique Cis		BIPEA
	C 18:2 - Acide linoléique Trans		BIPEA
	C 18:3 - Acide linolénique Cis		BIPEA
	C 18:3 - Acide linolénique Trans		BIPEA



Mesure de la fiabilité FTNIRS individuelle



Z-score par modèle de calibration

Mesure de la fiabilité FTNIRS générale

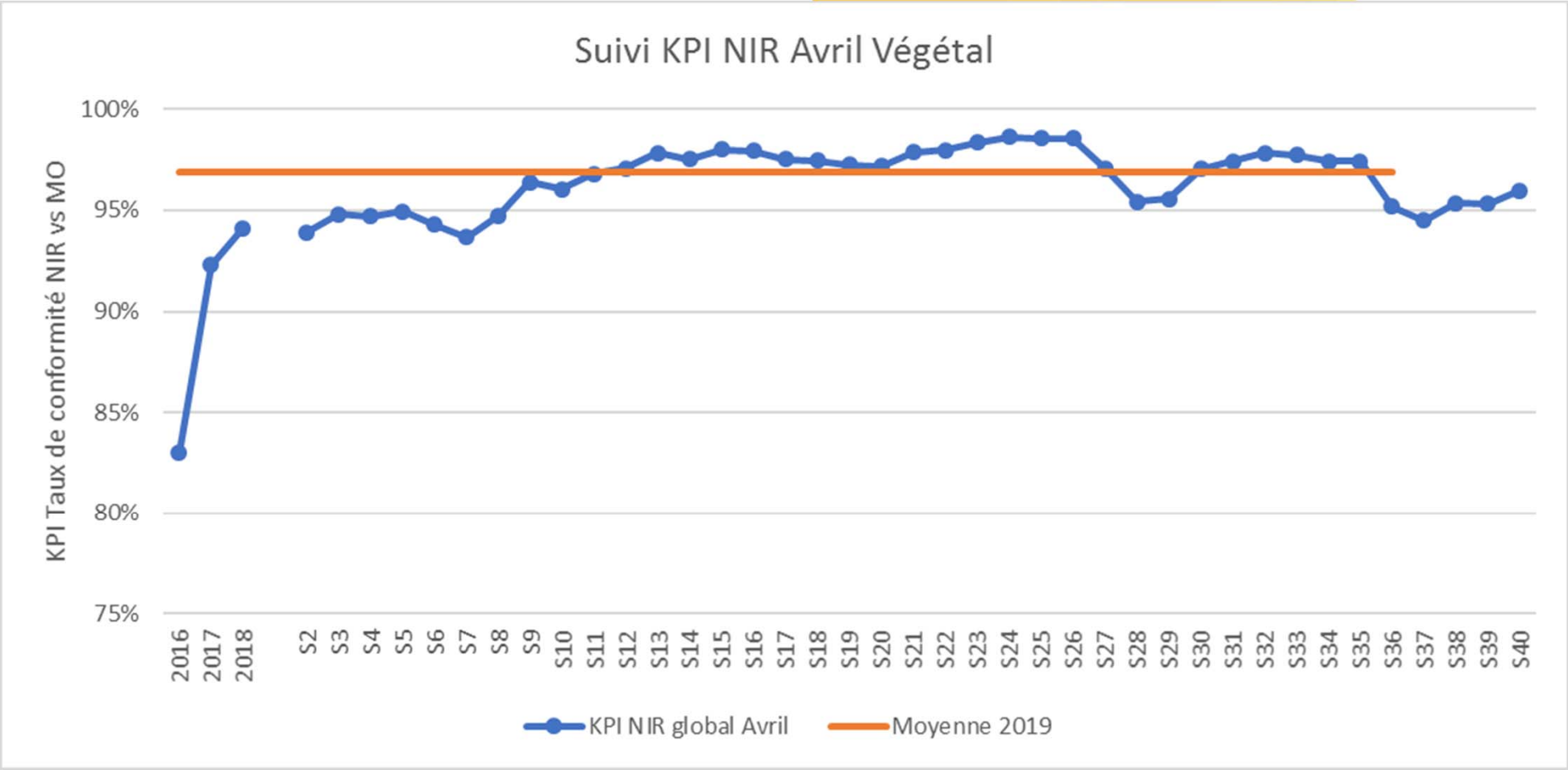
Tableau de bord des KPI FTNIRS Avril Végétal

Evolution vs S-1

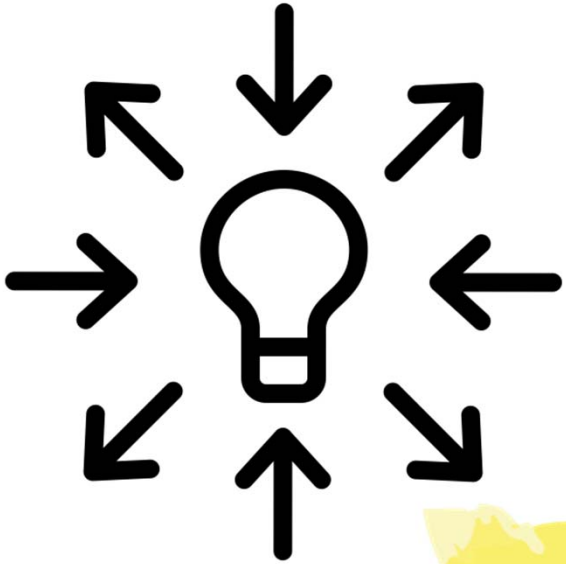
LESIEUR COUDEKERQUE 98,2% Objectif: 95% Record: 98,9%	**LESIEUR VITROLLES** 95,8% Objectif: 95% Record: 100,0%	**LESIEUR BASSENS** 97,4% Objectif: 95% Record: 100%
SAIPOL LE MERIOT 98,8% Objectif 95% Record: 99,4%	**SAIPOL LEZOUX** 93,3% Objectif 95% Record: 100%	**SAIPOL BASSENS** 94,0% Objectif: 95% Record: 97,2%
SAIPOL GRAND COURONNE 90,0% Objectif: 95% Record: 100%	**SAIPOL SETE** ND Objectif: 90% Record: ND	**SAIPOL EXPUR** 93,1% Objectif: 90% Record: 97,5%
LESIEUR GECO ALGERIE 100,0% Objectif: ND Record: ND	**LESIEUR CRISTAL** 99,5% Objectif: 95% Record: 100,0%	**AVRIL DOMAINE AVRIL VEGETAL** 96,0% Objectif: 95% Record: 98,6%

Objectif selon la maturité des modèles

Evolution du KPI global depuis 2016



NOUVELLES PISTES D'AMELIORATION?



Comment gérer nos spectres de mesure quotidiens?
Aujourd'hui:

Transfert des spectres d'intérêt sur Sharepoint pour l'enrichissement

Demain:
Enregistrement direct des spectres sur un cloud, téléchargeables depuis le centre RID

Merci de votre attention!