

23^{ème} Rencontres HelioSPIR 2022

Remplacement du FT-NIR par l'imagerie hyper-spectrale

Marc PROVOT

29 juin 2022

L'entreprise

- 🌱 Union InVivo = Union Nationale des Coopératives Agricoles Françaises
- 🌱 InVivo et ses filiales = Groupe InVivo : 13 000 salariés dans 23 pays
- 🌱 Département Logistique et Stockage : 200 personnes
 - 🌱 12 silos de stockage du grain
 - 🌱 1 laboratoire : Laboragro (11 personnes)

Présentation de Laboragro

- 🌿 Laboratoire prestataire de services
- 🌿 Analyses de grains et dérivés : oléagineux, céréales, farines, ...
- 🌿 Physico-chimie, aptitude technologique à la transformation, mycotoxines, formation professionnelle
- 🌿 A destination des coop, négoce, industriels, traders
- 🌿 11 salariés permanents + 1 apprenti + stagiaires
- 🌿 450 m²
- 🌿 10 000 échantillons pour 25 000 déterminations par an

Reconnaisances Laboragro

☛ Accréditation COFRAC N° 1-6725



☛ FOSFA Analyst Member
niveau 1, section "oilseeds"



☛ GAFTA Approved analyst
grains



☛ Agréments Incograin

- ☛ Blé de meunerie
- ☛ Blé dur
- ☛ Orge de brasserie
- ☛ Maïs
- ☛ Oléagineux et Soja
- ☛ Protéagineux



L'activité œillette

- 🌿 Œillette = plante pharmaceutique
- 🌿 Plantes → granulés → extraction des molécules d'intérêt pharmaceutique
- 🌿 Graines → ingrédient agroalimentaire
- 🌿 Analyses des échantillons de paille récoltée (taux de capsules) → paiement des agriculteurs

Détermination du taux de capsules

- 🌱 Arrivée des premiers échantillons : 5 au 15 juillet
- 🌱 Résultats à délivrer impérativement : 15 septembre
- 🌱 Environ 40 jours pour analyser la totalité de la récolte
- 🌱 1990 – 2004 : 500 à 750 échantillons par an
 - 🌱 10 à 12 intérimaires pour du tri manuel
 - 🌱 1 à 2 échantillons / j / personne
- 🌱 Annonce d'une X 4 à partir de la récolte 2005
- 🌱 → nécessité de changer de méthode

L'arrivée du NIR-FT

- 🌱 A l'époque, la technologie NIR-FT est apparue comme la solution permettant d'analyser le nombre d'échantillons prévus en gardant le même délai
- 🌱 → y a-t-il nécessité de broyer ?
- 🌱 → étude de faisabilité ?
- 🌱 → choix de l'équipement ?

Etude de faisabilité

- ⑨ Fabrication d'une série de 11 échantillons synthétiques : 0 à 100 % par pas de 10
- ⑨ 2 présentations : concassé (4 mm) et broyé (0,8 mm)
- ⑨ Acquisition de 2 spectres sur 3 instruments différents
- ⑨ Création d'un premier modèle avec les logiciels disponibles pour chaque instrument

Etude de faisabilité

	Paramètre	Marque 1	Marque 2	Marque 3
Gamme 1 morceaux	SEC	3,0784	-	-
	R ²	0,9897	0,9612	0,9820
	SECV / SEP	5,9496	6,5000	4,2910
Gamme 2 poudre	SEC	3,4855	-	-
	R ²	0,9867	0,9885	0,9850
	SECV / SEP	3,9962	3,3900	3,8690



Choix d'un instrument

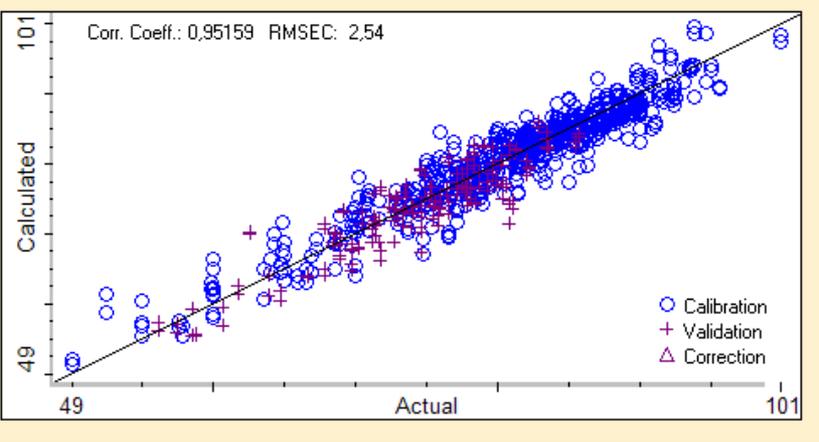
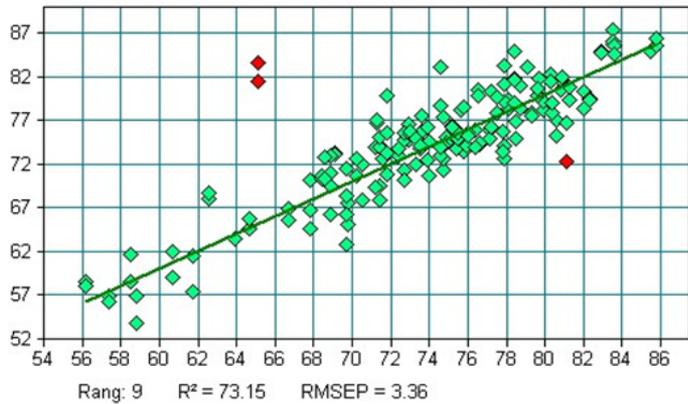
- Etude comparative de 4 spectromètres NIR-FT avec leurs logiciels associés
 - Bruker MPA + logiciel OPUS
 - Thermo Antaris + logiciel TQ
 - Perten DA7200 + logiciel Unscrambler
 - Foss NIR6500 + logiciel WinISI
- 383 échantillons naturels des récoltes 2002, 2003 et 2004 dont le taux de capsules est connu
- Répartition en 3 lots à utiliser pour :
 - calibration (lot 1 – n=198),
 - correction (lot 2 – n=100),
 - validation (lot 3 – n=87)

Choix d'un instrument

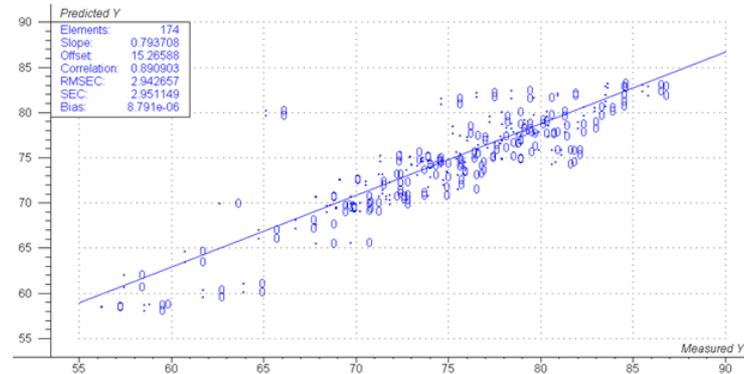
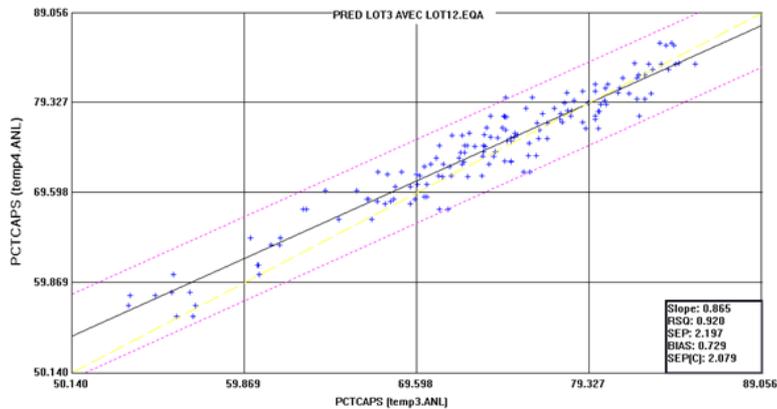
Instrument	MPA Bruker	Antaris Thermo	NIRS 6500	DA 7200
Calibration #	2.4	2.1	2.0	4.0
Echantillons de calibration	lot 1 + lot 2	lot 1 + lot 2	lot 1 + lot 2	lot 1 + lot 2
Pré-traitement des spectres	correction d'offset	dérivée seconde	SNV + Detrend 1441	non
Elimination d'outliers	non	oui	oui	non
Nb de points	298	284	282	2 X 298 = 596
Rang / Termes	9	7	14	12
R ²	0,8321	0,9516	0,9590	0,8840
RMSEE / SEC	3,41	2,54	1,88	2,91
Echantillons de validation	lot 3	lot 3	lot 3	lot 3
Nb de points	87	87	87	2 X 87 = 174
R ²	0,7333	-	0,7730	0,7338
RMSEP / SEP	3,35	2,87	3,51	3,52

Choix d'un instrument

Prédiction vs Vrai / Capsules [%] / Test du set de validation



GRAPHIQUE DE VALIDATION
PRED LOT3 AVEC LOT12.EQA



Choix d'un instrument

Constructeur	Instrument	Ergonomie instrument	Ergonomie logiciel de routine	Ergonomie logiciel de développement
Bruker	MPA	+++	+++	++
Thermo	Antaris	+	++	-
Foss	NIRS 6500	++	++	-
Perten	DA 7200	+++	+++	_(Grams)

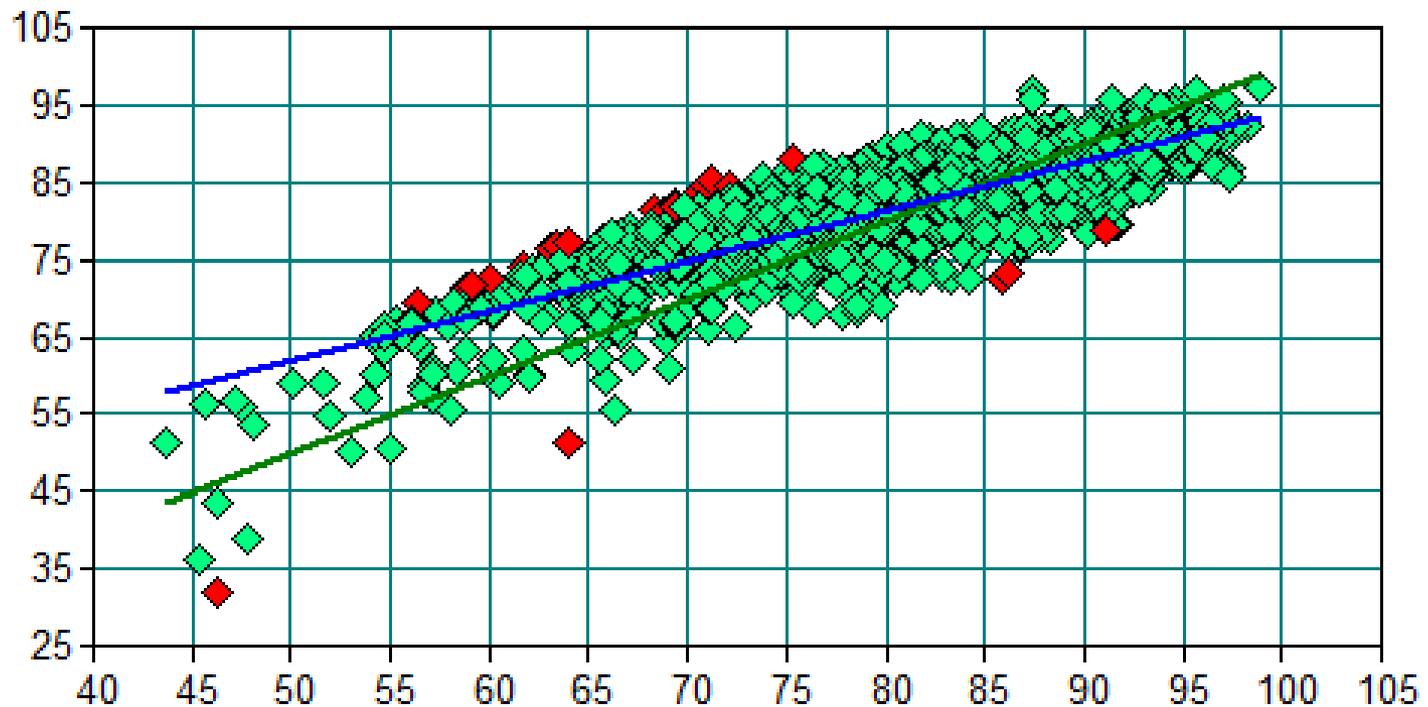
- Acquisition d'un MPA Bruker et de 2 broyeurs Retsch SM 2000 avec grille de 4 mm
- Utilisation en routine de août 2005 à septembre 2018

Evolution des calibrations

Millésime	Nb d'années	N cal	N val	Gamme	RMSEP	R ² val	Pente val
2007	1	256	169	[47 – 91]	3,28	0,746	0,676
2008	2	585	385	[47 – 95]	3,61	0,756	0,709
2010	4	1828	1204	[47 – 98]	4,09	0,683	0,636
2011	5	2282	1508	[36 – 98]	4,47	0,749	0,720
2012	6	3180	1896	[36 – 98]	4,94	0,729	0,679
2014	8	4537	2494	[36 – 98]	4,70	0,705	0,648
2017	11	6066	3381	[36 – 98]	4,99	0,714	0,663

Exemple type de validation

Prédiction vs Vrai / Capsules [%] / Set de validation



Offset: 29.347

Pente: 0.648

Coeff.Corr.: 0.8441

Rang: 10

$R^2 = 70.47$

RMSEP = 4.7

Biais: -0.383

RPD: 1.85

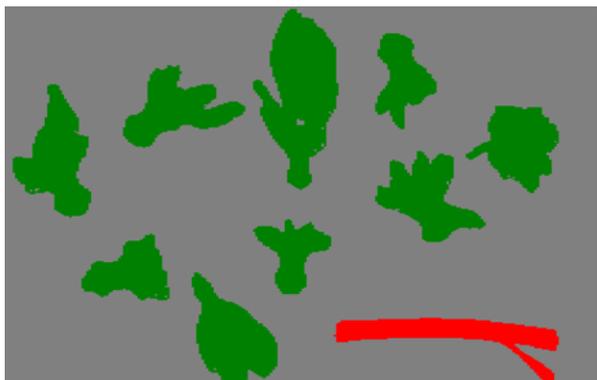
Limites du NIR-FT

- 🍃 L'ajout de spectres d'années en année dégrade progressivement les performances prédictives et rallonge le temps de calcul
- 🍃 L'élimination des spectres redondants détectés par une ACP améliore peu les performances mais réduit le temps de calcul
- 🍃 A partir de 2013, l'usage d'une calibration spécifique annuelle a souvent été la solution retenue
- 🍃 Prédire une mesure physique par NIR-FT reste assez imparfait

Vers l'imagerie hyperspectrale

- 🌱 Technologie évoquée par P. Dardenne en mars 2016 lors du colloque annuel Foss (EGN)
- 🌱 Opportunité d'essais sur un matériel LLA distribué en France par Polytec suite à présentation sur stand aux JTIC 2016
- 🌱 Tests préliminaires en janvier 2017 par envoi d'échantillons chez LLA en Allemagne
- 🌱 Tests plus complets sur échantillons synthétiques chez Polytec en novembre 2017

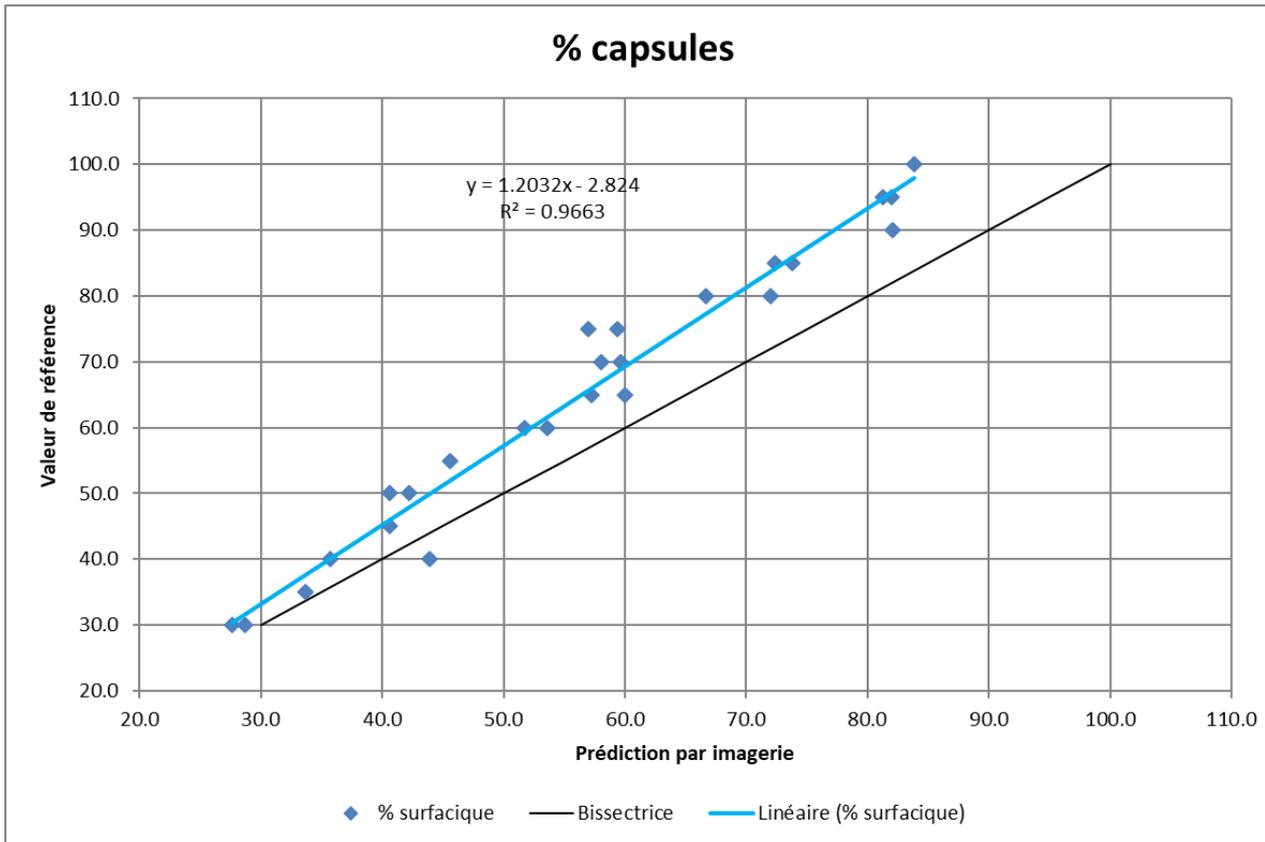
Test de faisabilité



- Résultats IHS :
 - Nb de pixels tiges
 - Nb de pixels capsules
- Calcul d'un pourcentage en nb de pixels (surfaces)
- Méthode de référence : pourcentage en masses

- 25 échantillons synthétiques :
 - De 30 à 100 % par pas de 5
 - 15 niveaux de % couverts
 - Récoltes 2016 et 2017
 - 5 variétés différentes
 - 2 échantillons sur 10 niveaux afin d'étudier répétabilité et reproductibilité intra

Test de faisabilité

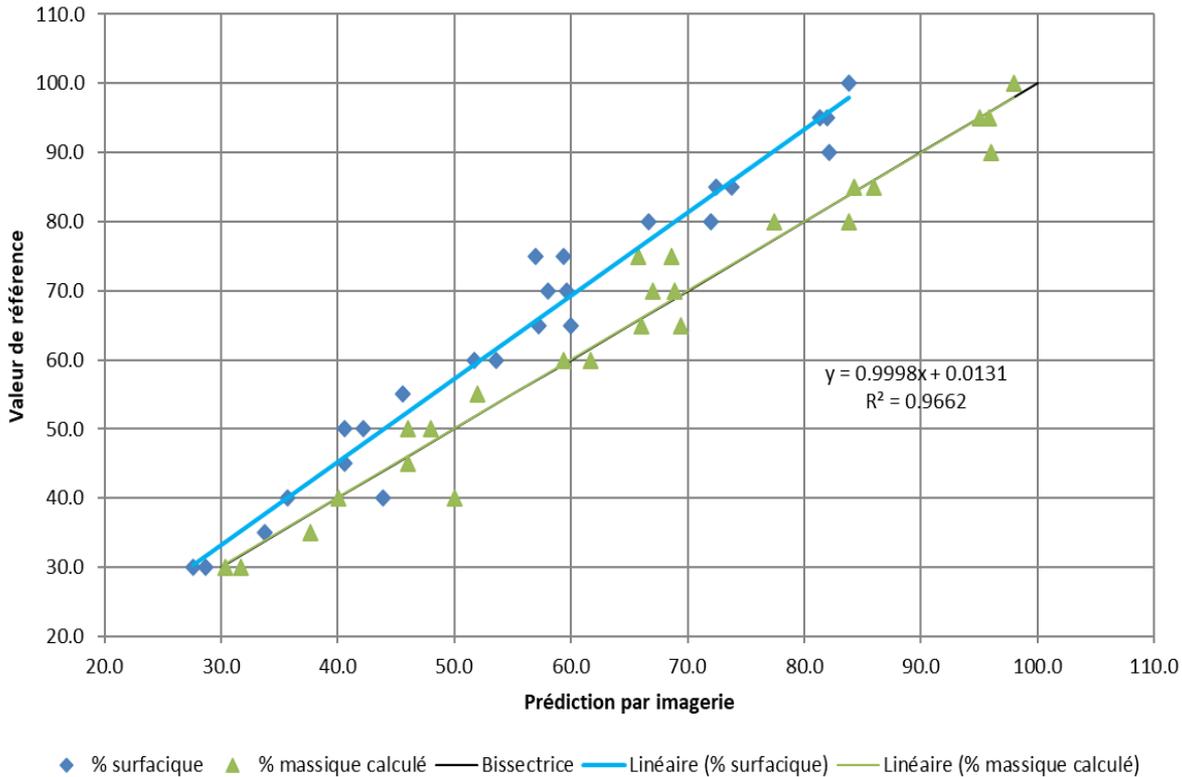


- 🌱 Pente = 1.2
- 🌱 Biais = - 8.63
- 🌱 RMSEP = 10.04
- 🌱 SEP = 5.24
- 🌱 Difficulté à faire la part des choses entre erreur de prédiction et conversion
- 🌱 % surface →

% masse

Test de faisabilité

% capsules

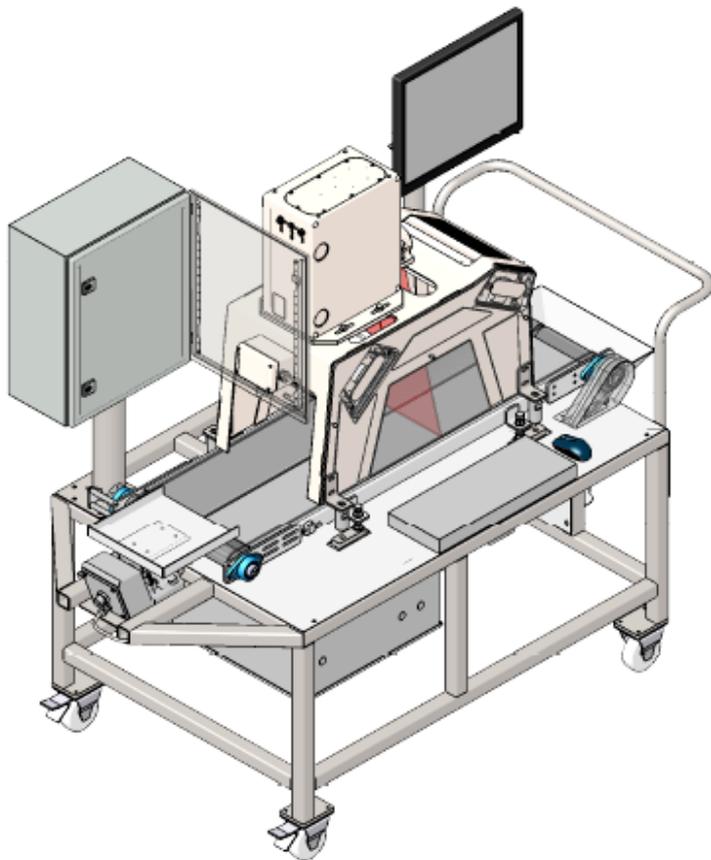


- Après correction :
- RMSEP = 3.81
- SEP = 3.89
- Validation de la faisabilité en novembre 2017

Vers l'imagerie hyperspectrale

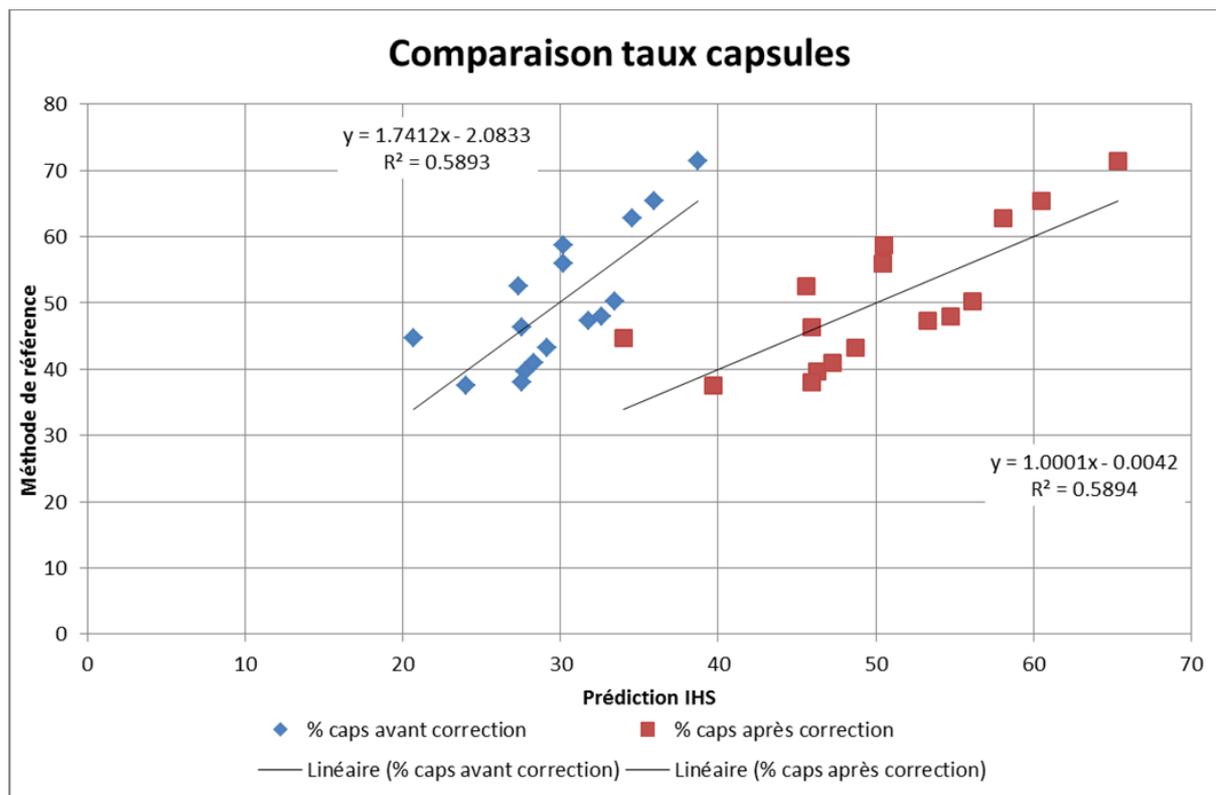
- 🍃 Nécessité d'associer un système de distribution et de défilement de l'échantillon devant la caméra IHS
- 🍃 Délai pour convaincre la Direction et le contrôle de gestion
- 🍃 Commande en mars 2018 d'une solution clé en main à la société Polytec
 - 🍃 caméra LLA uniSpec 1.7 [900 - 1700] nm
 - 🍃 système de distribution et de présentation des échantillons
 - 🍃 suite de logiciels Kusta (MSI - Spec – Belt)
- 🍃 Livraison le 18 juillet 2018
- 🍃 Période d'adaptation un peu difficile au départ

Utilisation en routine (année 1)



- ① 1^{ère} étape : Calibrer la reconnaissance
- ② Capsules pures + Tiges pures de 5 variétés différentes
- ③ Pas trop de quantité à chaque fois
- ④ 2^{ème} étape : vérifier sur des échantillons connus

Utilisation en routine (année 1)



- Confirmation de la nécessité d'appliquer une correction pour passer du % pixels au % en masses
- Régression différente de celle de l'étude de faisabilité
- R^2 un peu décevant

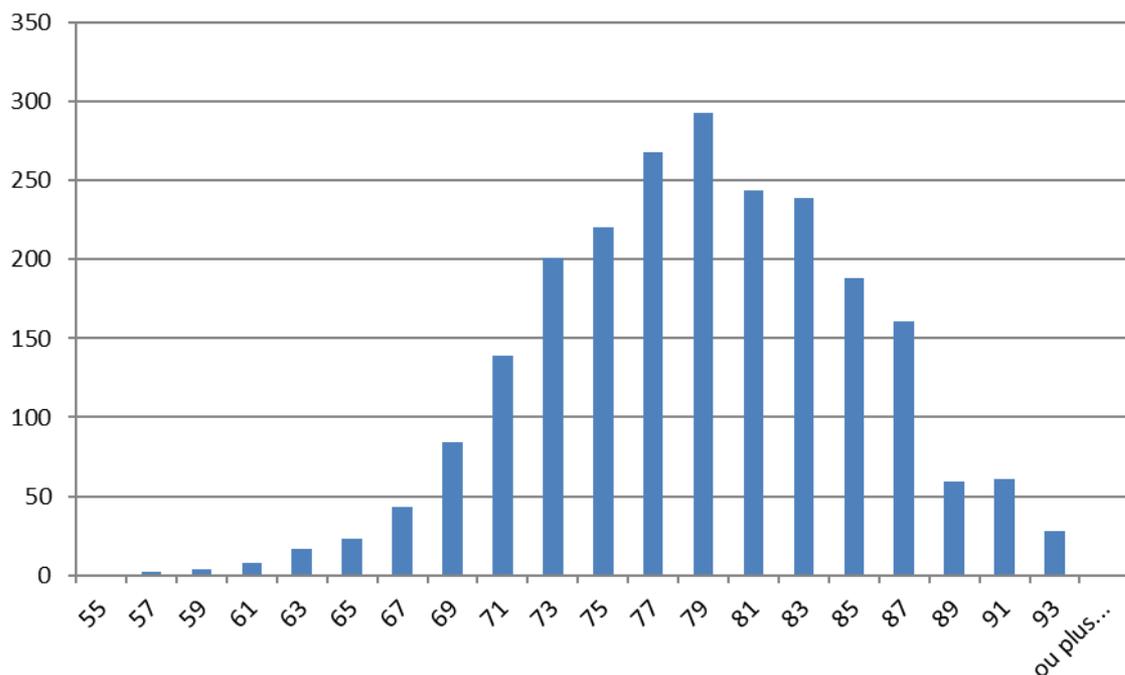
Utilisation en routine (année 1)

- ☛ Pris par le temps, il n'a pas été possible d'optimiser
- ☛ Mesure des 2282 échantillons reçus après préparation :
 - ☛ Division et préparation de 2 prises d'essai (~100 g)
 - ☛ Extraction de la poussière par tamisage
 - ☛ Acquisition de l'image HS pour chaque p.e.
- ☛ Et pour environ 1 échantillon sur 10 (témoins)
 - ☛ Préparation de 4 prises d'essais supplémentaires de 25 g
 - ☛ Acquisition de l'image HS pour chaque p.e.
 - ☛ Tri manuel de chaque p.e. et pesée des fractions triées
- ☛ Calcul de la formule de correction % surface → % masse avec les valeurs respectives du tri manuel et de l'IHS sur chaque prise d'essai



Utilisation en routine (année 1)

Taux de capsules 2018



- Sur 2282 échantillons
- Distribution conforme aux années précédentes
- Moyenne 77,9 %
- Mini 56,7 %
- Maxi 92,7 %
- Résultats acceptés par le client

Difficultés rencontrées (année 1)

- ☛ Taille du DD : plein au bout d'une semaine
- ☛ Logiciel peu adapté à un usage de laboratoire, manque de traçabilité des données brutes
- ☛ Ecrasement de fichiers possible si les identifiants sont mal renseignés (4 % des échantillons à repasser)
- ☛ Perte de résultats par oubli de sauvegarde du fichier csv quotidien (11 % des spectres à retraiter)
- ☛ Manque de souplesse pour un usage en grande série
- ☛ Dérive de la reconnaissance des pixels tout au long de la journée

Levée des difficultés (année 2)

- ④ Achat d'un DD externe 8 To
- ④ Développement à façon d'une nouvelle interface
 - ④ Choix du support de sauvegarde
 - ④ Sauvegarde des fichiers spectraux automatiques et sans écrasement possible
 - ④ Sauvegarde des résultats calculés bruts au format CSV (1 fichier / jour)
- ④ Suivi de la réponse spectrale avec un échantillon témoin à passer toutes les 2 heures
- ④ Recalibrage blanc/noir 4 fois par jour

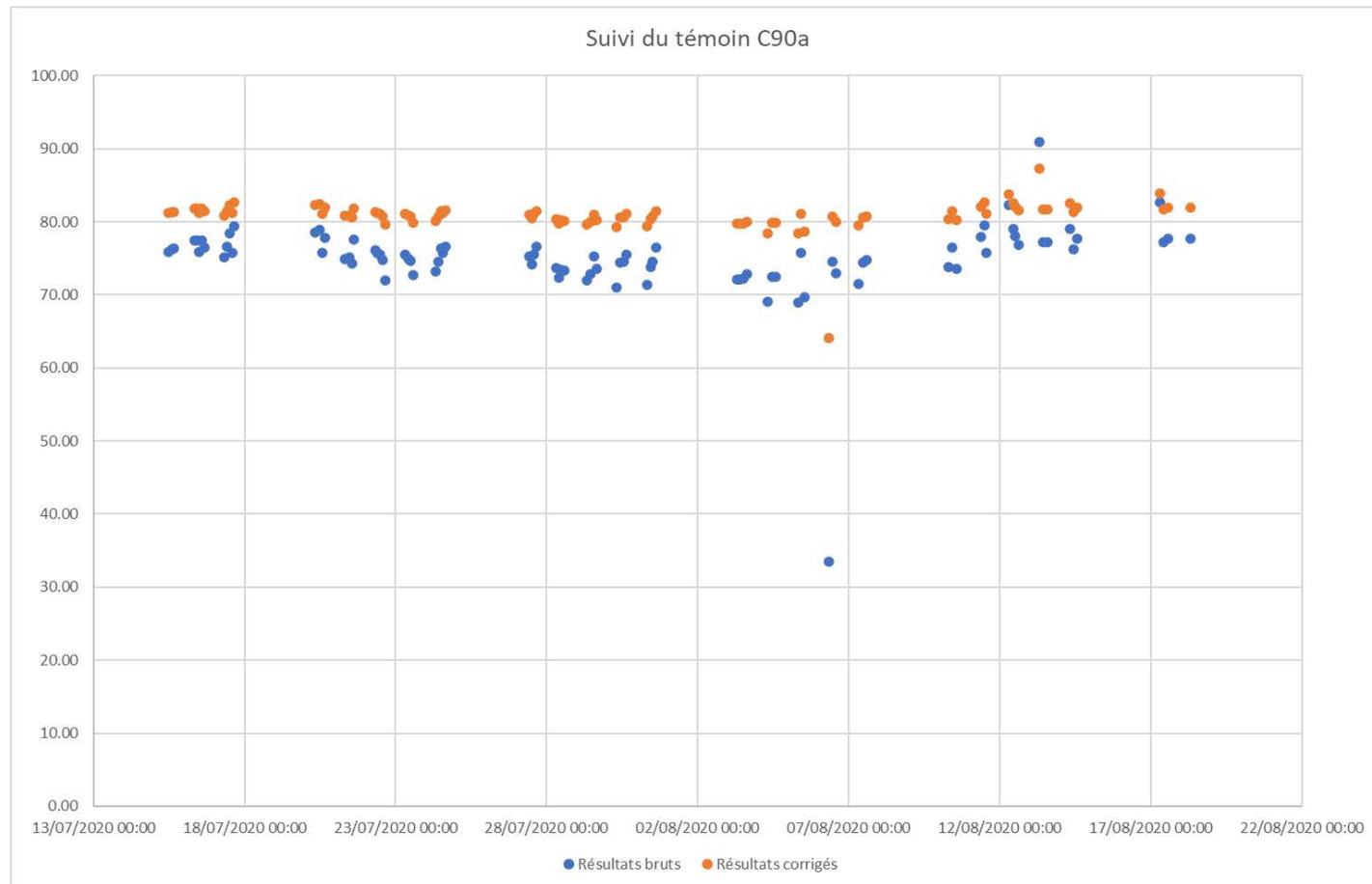
Nouvelle interface

- ☞ Mise en service de la nouvelle application pour la récolte 2019
- ☞ Bouton Départ (lance l'enregistrement de l'image)
- ☞ Visualisation du défilement en temps réel
- ☞ Choix de la calibration
- ☞ Calibrage Noir/Blanc de la caméra

ID	Type	Total	Percent
1	CAPS	134591	78.077
2	TIGES	37791	21.923
-1	---	6930037	4020.163
-3	unknown	1561	0.906

LLA Instruments GmbH & Co. KG
www.lla-instruments.com

Suivi de l'échantillon témoin (90 %)



Ecran de fin de mesure

The screenshot displays the 'KustaMSI_17 H407-18' software window. At the top left, there are status indicators: Device OK (green), Temperature/Humidity (green), Process Status (grey), RGB Status (grey, value 332.8 Scans/Sec), and Calibration Status (green). A 'Control' panel includes radio buttons for 'Operator' (selected) and 'Expert', a password field, and 'Lamps On/Off' buttons. The main display area contains the text 'Nb de pixels de chaque espèce' and '% de pixels de chaque espèce' with red arrows pointing to a table. A blue arrow points to the 'Identifiants' section. The table shows the following data:

ID	Type	Total	Percent
1	CAPS	134591	78.077
2	TIGES	37791	21.923
-1	---	6930037	4020.163
-3	unknown	1561	0.906

The 'Identifiants' section lists: Dossier d'enregistrement, Opérateur, and Echantillon. The 'Logging' section has a directory field set to 'F:\', and the 'Analysis' section has a dropdown set to 'Pailles02' and a file name 'Pailles02.mt2'. 'Calibration' buttons for 'Black' and 'White' are at the bottom right. The taskbar shows 'Laboragro' and the system tray displays '14:51 23/06/2022'.

Fichier brut des résultats (csv)

Sample Name	Date	Hour	operator Nam	Application	CAPS	% CAPS	TIGES	% TIGES
C90a-11h47	15/07/2020	11:48:35	MP	Pailles02	87768	75.85891	27931	24.14109
C90a-14h00	15/07/2020	14:01:21	JL	Pailles02	87844	76.28791	27304	23.712091
C90A-15h25	15/07/2020	15:26:35	JC	Pailles02	90543	76.318077	28096	23.681927
OP20.3.2.1	15/07/2020	15:54:21	NS	Pailles02	519893	80.935593	122461	19.064409
OP20.3.2.2	15/07/2020	15:56:07	NS	Pailles02	543447	79.744644	138037	20.255354
OP20.4.1.1	15/07/2020	15:52:25	NS	Pailles02	592087	80.98201	139047	19.017992
OP20.4.1.2	15/07/2020	15:50:39	NS	Pailles02	526807	81.069931	123011	18.930069
OP20.4.2.1	15/07/2020	15:46:36	NS	Pailles02	478819	74.612381	162923	25.387617
OP20.4.2.2	15/07/2020	15:48:23	NS	Pailles02	483145	74.152946	168407	25.847054
OP20.4.3.1	15/07/2020	15:38:03	NS	Pailles02	447748	76.668388	136258	23.33161
OP20.4.3.2	15/07/2020	15:39:48	NS	Pailles02	429535	75.849907	136761	24.150091
OP20.5.1.1	15/07/2020	15:41:57	NS	Pailles02	651976	77.828926	185728	22.171078
OP20.5.1.2	15/07/2020	15:44:23	NS	Pailles02	713120	79.069069	188775	20.930929
OP20.5.2.1	15/07/2020	15:33:45	JL	Pailles02	439382	72.737175	164686	27.262825
OP20.5.2.2	15/07/2020	15:35:35	JL	Pailles02	680862	83.857742	131063	16.142254
OP20.6.1.1	15/07/2020	15:30:30	JL	Pailles02	507152	82.09996	110573	17.900036
OP20.6.1.2	15/07/2020	15:32:05	JL	Pailles02	619489	86.249893	98760	13.750106
OP20.6.10.1	15/07/2020	14:50:59	JC	Pailles02	518664	77.088303	154154	22.911694
OP20.6.10.2	15/07/2020	14:52:39	JC	Pailles02	514994	79.079597	136241	20.920404
OP20.6.11.1.1	15/07/2020	14:46:31	JC	Pailles02	512084	77.427528	149288	22.57247

Synthèse sur 4 années d'utilisation

Année	Nb éch. témoins	Gamme	Correction pixels → masse (aX + b)		SEP après correction pixels/masses	Nb total éch. traités
			a	b		
2018	233	[30 - 95] %	0,4426	49,67	8,99	2282
2019	318	[60 - 98] %	0,5855	40,71	7,22	3194
2020	292	[58 - 90] %	0,4044	50,53	7,60	2595
2021	284	[55 - 86] %	0,4168	47,16	8,10	2330

 Voies d'amélioration à étudier

 Traiter les effets de bord

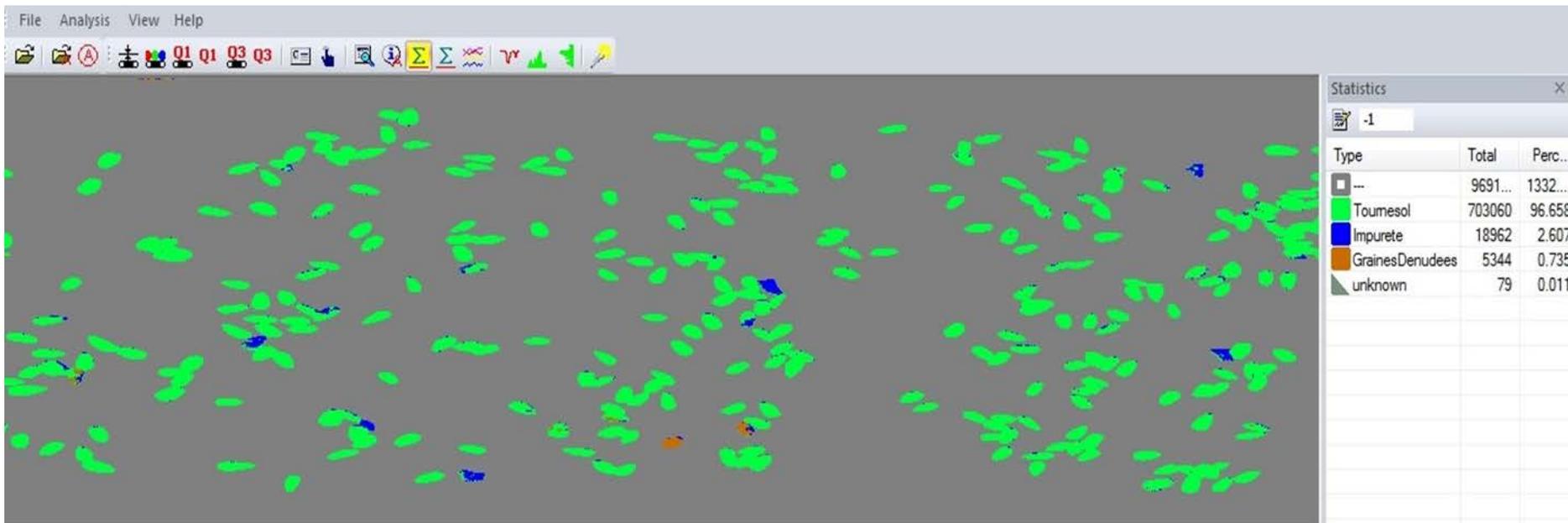
 Fonction « objet » ?

Conclusions

- ☛ Après stabilisation du software utilisé en routine
 - ☛ L'IHS n'a pas vraiment amélioré le pouvoir de prédiction
 - ☛ Une calibration sur un mixe pluriannuel de spectres reste à développer
 - ☛ La prise en main du logiciel KustaSpec est assez difficile
- ☛ Cependant, l'IHS a permis un gain appréciable sur
 - ☛ La charge de main d'œuvre
 - ☛ Le temps de traitement des résultats
 - ☛ Les délais

Perspectives IHS à Laboragro

- Essais concluants sur la teneur en impuretés dans les échantillons de tournesol
 - Impuretés proprement dites (différents types)
 - Amandes libres
 - Ecorces libres (face externe et face interne)



Perspectives IHS à Laboragro

- ④ Essais concluant sur la teneur en impuretés dans les échantillons de tournesol
 - ④ Impuretés proprement dites (différents types)
 - ④ Amandes libres
 - ④ Ecorces libres (face externe et face interne)
- ④ Demande client : développement pureté des fibres de chènevis
- ④ Besoin Laboragro : teneur en impuretés sur graines de colza mais difficultés de présentation de l'échantillon
 - ④ Graines sphériques difficiles à stabiliser
 - ④ Sensibles à l'électricité statique

Remplacement du FT-NIR par l'imagerie hyper-spectrale

Merci de votre attention

Marc PROVOT

mprovot@laboragro.com

