

Résumés des communications

Communications orales

Pages

Mardi 11 juin 2024

B. WISE et al. Putting the chemistry back into NIR calibration models with gray classical least squares	3
A. CAMBOU et al. Transfert d'étalonnage entre différents spectromètres en réflexion diffuse dans le proche infrarouge appliqué aux sols	4
V. SEGURA et al. La sélection phénotypique chez les plantes : retour sur le séminaire de l'association des sélectionneurs français et questionnements	6
B. JAILLAIS. Imagerie hyperspectrale proche infrarouge appliquée à l'art	7
B. GACI et al. Détection du feu bactérien du pommier par imagerie hyperspectrale	8
M. NAUDET-HUART et al. Projet INSPIR : Circuit inter-laboratoires du Réseau National INRAE NIRS	9

Mercredi 12 juin 2024

V. BAETEN La révolution NIRS dans l'agriculture et l'agro-alimentaire n'a pas fini de nous émerveiller	11
F. DAVRIEUX et al. Certifier la qualité des sucres spéciaux par Spectroscopie Résolue Spatialement	12
F. STEVENS et al. Caractérisation de maladies du blé tendre d'hiver par spectroscopie proche-infrarouge sur essais en champ	13
K. ADELIN et al. Determining the leaf biochemical and phytosanitary status of orchard trees using spectroscopy from visible to long-wave infrared range	15
E. ZIEMONS et al. La spectroscopie proche infrarouge appliquée à l'analyse pharmaceutique : Du contrôle analytique des procédés à la protection du patient	16
M. CLAVAUD et al. Leveraging pharmaceutical manufacturing development with Process Analytical Technology and Near-Infrared spectroscopy during continuous manufacturing and real-time release testing	17
N. CAILLOL et al. Évaluation des spectroscopies Raman, Mid-IR, et Near-IR pour le suivi en ligne de la synthèse d'un API en remplacement de l'HPLC	18
M. SINGER Spectroscopie proche infrarouge pour prédire l'amidon sur grains entiers de sorgho	19
E. COINDRE et al. NIRS as a high-throughput phenotyping tool for assessing the diversity of leaf functioning under water deficit in a large grapevine panel	20
N. DEMBA et al. Discrimination de bois d'espèces d'intérêts commerciales au Congo avec une approche anatomique et de spectroscopie proche infrarouge	21
M. ISMAÏL HOSKY et al. Transfert d'étalonnage entre différents spectromètres en réflexion diffuse dans le visible et proche infrarouge appliqué aux sols	23
Y. JANATI IDRISSE, K. MEGHAR Authentification des mélanges blé-légumineuses par Spectroscopie Proche Infrarouge	25

L. JOLI et al. Détection et caractérisation de matière organique dans le calcin de verre par spectroscopie proche infrarouge	26
P. CRESPIN et al. Constitution d'une base de spectres PIR de farines de blé issue du circuit inter-laboratoires INSPIR	26
M. LACOUÉ-NEGRE et al. La spectroscopie proche infrarouge au cœur de la transition énergétique	27
A. BARCZYK et al. Suivi en ligne de traces d'eau dans une matrice organique sur une unité pilote par SPIR bas coût	28
I. BICHARI et al. Evaluation de la réactivité enzymatique sur des échantillons de biomasse par imagerie proche-infrarouge	29

Posters

Pages

D. TARGINO DE MEDEIROS et al. Effect of the sensors on calibrations for wood density in benchtop and portable NIR equipment	30
G. MOUSSARD et al. Pertinence de la Spectrométrie Proche InfraRouge pour le raisonnement de la fertilisation de la canne à sucre ?	32
M. LESNOFF Jchemo: Chemometrics and machine learning on high-dimensional data with Julia	33
J. BRUSTEL et al. Phénotypage NIRS des teneurs et de la composition en isoflavones des cotylédons et de l'axe embryonnaire de la graine de soja	34
A. HERRERO-LANGREO et al. Fine tuning for distance-based classification: what pretreatments for which distance metrics? Case study on NIR imaging of recyclable materials.	35

Communications orales

Putting the chemistry back into NIR calibration models with gray classical least squares

¹ Barry M. WISE, ¹ Lyle W. LAWRENCE, ¹ Donal O'SULLIVAN, ² Rasmus BRO

¹ EIGENVECTOR RESEARCH, Inc., Manson, WA 98831 – USA

² UNIVERSITY OF COPENHAGEN, DEPT. OF FOOD SCIENCE, 1958 Frederiksberg C – Denmark

Email : bmw@eigenvector.com

Mots-clefs : calibration, classical least squares, filtering, external parameter orthogonalization, generalized least squares weighting

There is a resurgence in the use of Classical Least Squares (CLS) models primarily due to their interpretability. When used with spectroscopic systems that follow the Lambert-Beer law CLS models follow naturally from first principles. Unfortunately, CLS models typically do not have the predictive ability of inverse least squares (ILS) models such as Partial Least Squares (PLS) regression: the prediction error of CLS models is usually higher, and often notably so. This is largely due to non-idealities in the data of interest along with the presence of unaccounted for minor components, e.g. scatter and baseline variations. PLS models handle these situations by adding components to the model that keep the resulting regression vector orthogonal to the non-ideal variations. In this work we examine a method for developing CLS models with predictive properties competitive with ILS formulations. This is done by using the CLS model “half-residuals” to develop pre-filters with Generalized Least Squares Weighting (GLSW) or External Parameter Orthogonalization (EPO). The result is calibration models that have chemically meaningful estimates of the pure component spectra, interpretable factors for non-idealities and minor components and good predictive ability. Gray CLS models are demonstrated with several NIR data sets and their performance is shown comparable to PLS models.

Transfert d'étalonnage entre différents spectromètres en réflexion diffuse dans le proche infrarouge appliqué aux sols

^{1,2}Aurélie CAMBOU, ^{1,2}Vova MARTIROSYAN, ^{1,2}Bernard G. BARTHÈS, ^{1,2}Tiphaine CHEVALLIER, ^{3,4}Gilles CHAIX, ⁵Jean-Michel ROGER

¹Eco&Sols, Université de Montpellier, CIRAD, INRAE, IRD, Institut Agro, 34060 Montpellier – France

²IRD, UMR Eco&Sols, Montpellier, France

³CIRAD, UMR AGAP, 34395 Montpellier, Cedex 9, France

⁴UMR AGAP, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

⁵ITAP, INRAE, Institut Agro, University Montpellier, 34196, Montpellier – France

Email : aurelie.cambou@ird.fr

Mots-clefs : carbone organique, sols tropicaux, orthogonalisation

Le carbone organique des sols (COS) est un élément clé de la fertilité physique, chimique et biologique des sols ; sa quantification dans le temps et l'espace est donc cruciale. Depuis une trentaine d'années, l'intérêt de la spectroscopie en réflexion diffuse dans le proche infrarouge (SPIR, 800-2500 nm) utilisée en condition de laboratoire a été rapporté dans la littérature pour quantifier le COS. De nombreux modèles de prédiction des teneurs en COS (gC.kg⁻¹ sol) d'échantillons de sol ont été construits à partir des spectres dans le proche infrarouge (PIR) acquis par différents appareils de mesure et pour différents jeux d'échantillons de sol. Aujourd'hui, dans un objectif d'ouverture des données, la mise à disposition et l'interopérabilité de bases de données spectrales obtenues avec différents appareils de mesure représentent un enjeu important car alors, il serait possible d'élargir nos capacités de prédiction du COS dans une diversité de contextes. Néanmoins, les perturbations liées à la diversité des instruments limitent l'interopérabilité des bases de données et différentes stratégies de correction (ou de transfert d'étalonnage) permettent de réduire leur impact. L'objectif de la présente étude était de tester et d'optimiser différentes approches de transfert d'étalonnage pour assurer l'interopérabilité de bases de données spectrales obtenues avec deux spectromètres PIR afin de prédire la teneur en COS.

Pour cela, un ensemble de 137 échantillons de sols issus de 23 sites (au Brésil, Bénin, Burkina Faso, Cameroun, Congo, Côte d'Ivoire, Madagascar, Mali et Sénégal) caractérisés par des textures variées (de sableuse à argileuse) et différentes profondeurs a été utilisé. Les spectres des 137 échantillons ont été acquis avec deux spectromètres PIR de marques différentes (Foss NIRSystems 5000 et ASD LabSpec 2500) sur échantillons séchés à l'air et tamisés à 2 mm. Pour cette étude, le spectromètre source était le spectromètre Foss, le spectromètre cible était l'ASD ; la gamme spectrale retenue était celle du spectromètre source, i.e. 1100-2500 nm. La teneur en COS a été analysée sur échantillons tamisés à 2 mm puis broyés à 0,2 mm à l'aide d'un analyseur élémentaire CHN (combustion sèche). Ce jeu de données a ensuite été divisé entre (i) un jeu d'étalonnage permettant de construire le modèle de prédiction (par régression des moindres carrés partiels, PLSR) de la teneur en COS (67 échantillons), (ii) un jeu de transfert permettant de construire le modèle de transfert d'étalonnage visant à corriger les perturbations spectrales induites par le changement de spectromètre (source vs. cible ; 32 échantillons), et (iii) un jeu de validation indépendant (ne provenant pas des sites utilisés pour l'étalonnage et le transfert) provenant du Burkina Faso (38 échantillons). Trois modèles PLSR permettant de prédire la teneur en COS ont d'abord été établis et testés sans transfert d'étalonnage : (i) un modèle construit à partir des spectres d'étalonnage acquis avec le spectromètre Foss (spectres Foss ; modèle Foss) et appliqué aux spectres Foss du jeu de validation ; (ii)

un modèle construit à partir des spectres d'étalonnage acquis avec le spectromètre ASD (spectres ASD ; modèle ASD) et appliqué aux spectres ASD du jeu de validation ; (iii) le modèle Foss appliqué aux spectres ASD de validation. Quatre approches de transfert d'étalonnage ont ensuite été développées à partir du jeu de transfert puis testées : la méthode d'actualisation (update), la standardisation directe par segment (piecewise direct standardisation ; PDS), la correction biais-pente (CBP) et une méthode d'orthogonalisation (external parameter orthogonalisation ; EPO).

L'erreur quadratique moyenne de validation (RMSEP) et le biais, obtenus dans les différents cas de figure, ont été respectivement les suivants en validation indépendante :

- modèle Foss appliqué aux spectres Foss, 2,0 et 0,0 gC.kg⁻¹ ;
- modèle ASD appliqué aux spectres ASD, 2,6 et 0,9 gC.kg⁻¹ ;
- modèle Foss appliqué aux spectres ASD, sans transfert, 4,9 et 4,1 gC.kg⁻¹ ;
- modèle Foss appliqué aux spectres ASD après CBP, 2,7 et 0,0 gC.kg⁻¹ ;
- modèle Foss appliqué aux spectres ASD après PDS, 2,9 et 1,0 gC.kg⁻¹ ;
- modèle Foss appliqué aux spectres ASD après update, 3,0 et 1,4 gC.kg⁻¹ ;
- modèle Foss appliqué aux spectres ASD après EPO, 11,1 et 10,2 gC.kg⁻¹.

Dans cette étude, la méthode EPO a donc été la moins performante, avec une précision même inférieure à celle obtenue avec changement de spectromètre mais sans transfert d'étalonnage. Au contraire, les autres méthodes de transfert ont permis un gain de précision par rapport au non-usage de méthodes de transfert, dans le cas d'un changement de spectromètre. Seule la CBP a permis de corriger suffisamment la perturbation liée au spectromètre pour que la précision initiale du modèle ASD appliqué à des spectres ASD (sans changement de spectromètre) soit de nouveau atteinte. Cette méthode, qui constitue l'une des plus simples à mettre en œuvre parmi les quatre testées, s'avère donc prometteuse dans un contexte de changement de spectromètre pour prédire la teneur en COS.

La sélection phénotypique chez les plantes : retour sur le séminaire de l'association des sélectionneurs français et questionnements

1,2 Vincent SEGURA, 3 Christelle BROQUET, 3 Céline HAMON, 3 Charlotte ROBY, 1 Martin ECARNOT, 4 Renaud RINCENT, 1,5 Hugues DE VERDAL, 1,5 David POT, 1,5 Nathalie PIVOT, 6 Pauline ROBERT, 7 Christopher SAUVAGE

¹ AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, INRAE, Institut Agro, Montpellier, France

² Geno-Vigne®, IFV-INRAE-Institut Agro, F-34398, Montpellier, France

³ Vegenov, 29250, Saint-Pol-de-Léon, France

⁴ GQE-Le Moulon, Université Paris-Saclay, INRAE, CNRS, AgroParisTech, GQE-Le Moulon, 91190, Gif-Sur-Yvette, France

⁵ CIRAD, UMR AGAP Institut, Montpellier, F-34398, France

⁶ SECOBRA Recherches, 78580, Maule, France

⁷ Syngenta SA France, 1228 Chemin de l'Hobit, 31790 Saint Sauveur, France

Email : vincent.segura@inrae.fr

Mots-clefs : Amélioration génétique, sélection, prédiction phénotypique, prédiction génomique, spectroscopie dans le proche infrarouge

Le concept de sélection phénotypique a été proposé en 2018 avec une preuve de concept sur blé et peuplier. Inspirée de la sélection génomique, cette approche propose de remplacer les données de génotypage par des données phénotypiques (typiquement des spectres dans le proche infrarouge) pour capturer de l'information génétique et l'utiliser pour la prédiction de caractères d'intérêt, qui ne sont pas nécessairement liés aux caractéristiques physico-chimiques des échantillons analysés. Suite à cette preuve de concept, un certain nombre de travaux ont été publiés chez diverses espèces végétales d'intérêt, soulignant la généralité de l'approche et tout l'intérêt qu'elle suscite dans le domaine de l'amélioration génétique.

Les 18 et 19 mars 2024, un séminaire sur cette thématique a rassemblé à Montpellier près d'une centaine de personnes venant à la fois du domaine de la recherche académique et du secteur privé. Ce séminaire était organisé par l'association des sélectionneurs français et co-animé par Vegenov et l'UMR AGAP Institut. Au cours de cette présentation, nous reviendrons d'abord brièvement sur la définition du concept de sélection phénotypique, puis nous dresserons un panorama des travaux présentés lors du séminaire et des échanges et discussions qui ont suivi, en tâchant de souligner certains questionnements qui nous semblent intéressants de partager avec la communauté des rencontres HélioSpir. Enfin, nous tâcherons de conclure avec des perspectives basées sur des travaux en cours ou des projets de travaux à venir.

Plus d'informations sur le séminaire : <https://umr-agap.cirad.fr/toutes-les-actualites/seminaire-sur-la-selection-phenomique>

Imagerie hyperspectrale proche infrarouge, vérité terrain, peinture, chimiométrie

Benoît JAILLAIS

¹StatSC, Oniris INRAE, Rue de la Géraudière, 44322, Nantes – France

Email : Benoit.Jaillais@inrae.fr

Mots-clefs : imagerie hyperspectrale proche infrarouge, vérité terrain, peinture, chimiométrie

En spectroscopie proche infrarouge, la vérité terrain est toujours compliquée à obtenir, voire impossible. Ainsi lors du traitement exploratoire de données, des loadings peuvent être ininterprétables soit parce que les longueurs d'ondes identifiées sont reliées à un phénomène sous-jacent inconnu, soit parce qu'une bande peut être assignée à des fréquences de vibration de liaisons chimiques communes à de nombreuses molécules.

Il existe des matériaux de référence qui peuvent être achetés pour aider à l'interprétation. Afin d'étudier cette vérité terrain, j'ai décidé de « fabriquer » un échantillon à partir de matériau connu, à savoir une reproduction partielle de la danse de Matisse (Figure 1a).

Une image hyperspectrale proche infrarouge de ce tableau est ensuite acquise (SWIR-CL-400-N25E, SPECIM) puis analysée par ACP, MCR-ALS et ICA afin d'estimer quels sont les apports de chaque technique pour décrire au mieux l'échantillon. Le traitement le plus pertinent par rapport à la vérité terrain sera sélectionné et appliqué ultérieurement à l'étude d'autres tableaux.

Il est aisé de voir que l'image score associée à PC2 (Fig. 1b), est bien représentative du tableau étudié. Toutefois, le fond du tableau n'est pas autant homogène que dans le tableau. Ce résultat (probablement dû à la profondeur de pénétration du rayonnement proche infrarouge) se retrouve avec les autres traitements utilisés et sera détaillé dans la présentation.

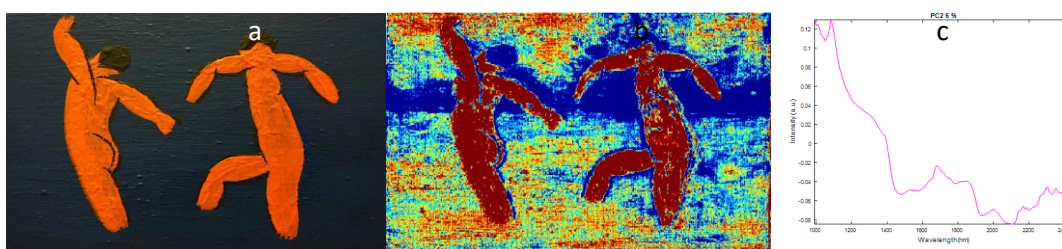


Figure 1: Image RGB (a), PC2 image-score (b) et Loadings associés à PC2 (c)

Détection du feu bactérien du pommier par imagerie hyperspectrale

Belal Gaci ¹, **Florent Abdelghafour** ^{2,3}, **Silvia Mas-Garcia** ^{2,3}, **Marine Louargant** ¹, **Yohana Laloum** ¹, **Ryad Bendoula** ^{2,3}, **Jean-Michel Roger** ^{2,3}.

¹ CTIFL, France

² ITAP-INRAE, Institut Agro, University Montpellier, Montpellier, France

³ ChemHouse Research Group, Montpellier, France

Email : belal.gaci@gmail.com

Mots-clefs : Imagerie hyperspectrale, classification, méthode multi-bloc, détection du feu bactérien sur les plants de pommiers

Cette étude propose une méthodologie pour le traitement des images hyperspectrales. La méthode consiste à extraire les informations spatiales et spectrales des zones d'intérêt, appelées "imassettes", dans l'image hyperspectrale. L'objectif est de caractériser chaque imasette à l'aide d'un ensemble de scores. Les imassettes sont des carrés de largeur impaire, ce qui met en avant le pixel central.

Pour extraire les informations spatiales et spectrales, deux approches sont adoptées. La première se concentre sur la dimension spatiale en réduisant la dimension spectrale à l'aide de l'analyse en composantes principales (ACP) sur un ensemble d'apprentissage, transformant ainsi les imassettes en images monochromatiques. Les caractéristiques spatiales sont ensuite extraites à l'aide de l'analyse de texture basée sur les tenseurs de structures, permettant d'obtenir trois indices spatiaux caractérisant la texture de chaque imasette.

La deuxième approche cible la dimension spectrale. Les imassettes sont dépliées en matrices, où le nombre de lignes correspond au nombre de pixels dans chaque imasette et le nombre de colonnes correspond au nombre de longueurs d'onde. Ensuite une ACP non centrée est réalisée sur chaque imasette dépliée. Le premier loading de chaque imasette est retenu pour représenter sa signature spectrale.

Les informations spatiales et spectrales obtenues par ces deux approches sont fusionnées par une méthode de fusion supervisée, ROSA-PLS, suivie d'une classification par analyse discriminante linéaire (FDA) sur les scores obtenus. Cette méthode a été appliquée pour discriminer le feu bactérien du pommier. L'étude a utilisé 64 images hyperspectrales de feuilles de pommiers, couvrant la plage VNIR [400-1000 nm], incluant des échantillons sains, infectés et sous stress hydrique.

Projet INSPIR : Circuit inter-laboratoires du Réseau National INRAE NIRS

¹Myriam NAUDET-HUART, ¹Michaël TOURATIER, ¹Jennifer REGULIER, ²Lucienne DESFONTAINES, ²Jocelyne LEINSTER, ³Sylvie BUREAU, ^{3,23}Sylvie SERINO, ³Barbara GOUBLE, ^{4,23}Camille LEPOITTEVIN, ⁵David ALVAREZ, ⁶Olivier GARDET, ⁷Charlène BAROTIN, ⁷Alexis DORLAC, ⁸Frédéric COMPAN, ^{8,23}Martin ECARNOT, ^{8,23}Vincent SEGURA, ⁹Mathilde SINGER, ^{9,23}Gilles CHAIX, ⁹Armel SOTILLO, ^{10,23}Paul CRESPIAN, ^{10,23}Jean-Michel ROGER, ^{10,23}Denis CORNET, ¹¹Bernhard ZELLER, ^{12,23}Virginie ROSSARD, ¹²Maud PORTE, ^{12,23}Eric LATRILLE, ^{13,23}Nassim BELMOKHTAR, ¹⁴Renaud RINCENT, ¹⁴Timothée FLUTRE, ¹⁴Julie FIEVET, ¹⁴Jérôme ENJALBERT, ¹⁵Jeanne THOISY, ¹⁶Anouck HABRANT, ¹⁶François GAUDARD, ¹⁷Sophie ROLLAND, ¹⁸Philippe GANIER, ¹⁹Pierre PERRIN, ¹⁹Eric LECLOUX, ²⁰Cécile LEVASSEUR, ²¹Yves GRIVEAU, ²²Valérie DUFAYET, ²²Céline COLOMBET

¹ INRAE UMR AGROECOLOGIE	F- 21000 DIJON
² INRAE Unités ASTRO et ASSET	F- 97170 PETIT-BOURG Guadeloupe
³ INRAE Unités SQPOV et PSH	F- 84914 AVIGNON
⁴ INRAE UMR BIOGECO	F- 33612 CESTAS
⁵ INRAE UMR GDEC	F- 63000 CLERMONT-FERRAND
⁶ AGRI-OBTENTIONS-INRAE	F- 63100 CLERMONT-FERRAND
⁷ INRAE UR P3F	F-86600 LUSIGNAN
⁸ INRAE UMR AGAP	F-34000 MONTPELLIER
⁹ CIRAD UMR AGAP	F-34000 MONTPELLIER
¹⁰ INRAE UMR ITAP	F-34000 MONTPELLIER
¹¹ INRAE UR BEF	F- 54280 CHAMPENOIX
¹² INRAE LBE	F- 11100 NARBONNE
¹³ INRAE UMR BIOFORA	F- 45075 ORLEANS
¹⁴ INRAE UMR GQE	F- 91190 GIF-SUR-YVETTE
¹⁵ INRAE-UMR ECOSYS	F- 91120 PALAISEAU
¹⁶ INRAE UMR FARE	F- 51100 REIMS
¹⁷ INRAE UMR IGEPP	F-35650 LE RHEU
¹⁸ INRAE UMR PEGASE	F-35590 SAINT-GILLES
¹⁹ INRAE UMR AGIR	F- 31326 CASTANET TOLOSAN
²⁰ INP PURPAN-INRAE UMR LCA	F-31076 TOULOUSE
²¹ INRAE UMR IJPB	F- 78026 VERSAILLES
²² INRAE U2E	F-21110 BRETENIERE
²³ CHEMHOUSE, RESEARCH GROUP	F-34000 MONTPELLIER

Email : myriam.naudet-huart@inrae.fr

Mots-clefs : Circuit inter-laboratoires, SPIR, Protéines Kjeldahl, farine de Blé tendre, pipeline statistique French Pinard, calibration, standardisation, Comparatif, transfert d'étalonnage, base de données

Au sein d'INRAE, il existe le réseau national INRAE NIRS qui est en fait un groupe de compagnonnage entre 80 utilisateurs de la spectrométrie proche infra-rouge.

Suite à une enquête réalisée en 2021 auprès de ses membres, il a été décidé de créer un circuit inter-laboratoires entre les 18 implantations INRAE volontaires totalisant initialement une trentaine de spectromètres proche-infrarouges.

En effet, les données spectrales proche infra-rouges sont de plus en plus exploitées pour des caractérisations à haut-débit des échantillons car c'est une technique d'analyse physico-chimique, rapide et non destructive. Mais, pour chaque paramètre étudié, il est nécessaire de développer en amont un

étalonnage entre la base spectrale et les valeurs de référence associées (via une calibration). Par conséquent, la qualité et la fiabilité des spectres sont indispensables.

Début 2024, le projet multi-départements INSPIR, qui porte l'ambition de ce circuit inter-laboratoires, a été accepté. Il est prévu de faire circuler les mêmes échantillons de farines de blé tendre pour réaliser l'acquisition des spectres proche infrarouge au sein des différents sites et ainsi comparer :

- les différentes méthodologies de prise de spectres (bonnes pratiques)
- la qualité des spectres pris par les différents instruments (gamme de longueur d'onde, résolution et performances prédictives)
- les instruments entre eux (appareils de labo et portatifs de terrain)

Une base de données avec les spectres obtenus sur les différents appareils, les métadonnées associées et leur teneur respective en protéines (Kjeldahl) sera établie par notre stagiaire Master 2 Paul CRESPIE, puis publiée sous forme de Data paper et rendue disponible sur le Dataverse INRAE.

Cette base de données pourra également être très utile pour standardiser les spectromètres entre eux et entre sites INRAE. Cette possibilité de standardisation permettra d'assurer l'interopérabilité mais aussi le suivi en cas de panne ou de renouvellement d'un des appareils. La base sera également utilisée pour tester le pipeline statistique French Pinard élaboré par les collègues de l'UMR AGAP Institut afin de comparer les performances des différents spectromètres en termes de prédiction de la teneur en protéines.

En effet, le projet INSPIR comporte un deuxième volet : celui de faire progresser le collectif du réseau INRAE NIRS vis-à-vis des méthodologies de développement chimométrique via une comparaison des outils qui leur sont disponibles (logiciels fournisseurs, pipeline statistique French Pinard, Chemflow, R, etc...).

Ce projet INSPIR traduit la visée fédératrice concrète entre ces 20 équipes qui ont choisi de s'y investir.

La révolution NIRS dans l'agriculture et l'agro-alimentaire n'a pas fini de nous émerveiller

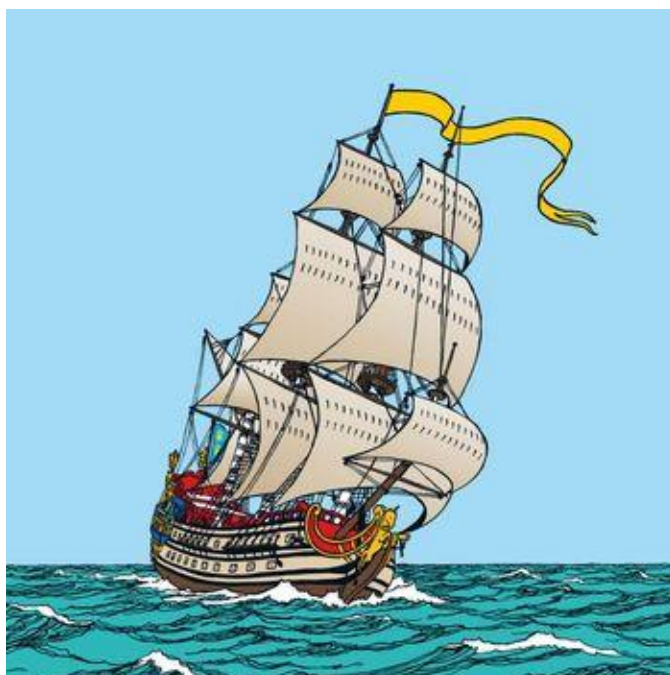
Vincent BAETEN

UNITE QUALITE ET AUTHENTIFICATION DES PRODUITS, CENTRE WALLON DE RECHERCHES AGRONOMIQUES (CRA-W),
5030 Gembloux - Belgique

Email : v.baeten@cra.wallonie.be

Mots-clefs : Spectrométrie, Chimie, Echantillonnage, Connaissance

Quand les 20 ans d'Heliospir m'inspirent ...



(La Licorne, © Hergé / Tintinimaginatio – 2024)

Certifier la qualité des sucres spéciaux par Spectroscopie Résolue Spatialement

¹Fabrice Davrieux, ²Jean-Vial Thomas, ²Santa-Kumar Tangavelou, ²Gaëlle Vaitilingom, ³Marc Cadarsi

¹CIRAD, UMR Qualisud, F-97410 Saint-Pierre, Réunion, France. Qualisud, Univ Montpellier, Avignon Université, CIRAD, Institut Agro, IRD, Université de La Réunion, Montpellier, France.

²Sucrerie du Gol (Le Gol Mill), BP 95, 97499 Saint Louis, Réunion, France

³eRcane, BP 60315, 97490 Sainte Clotilde, Réunion, France,

Email : Fabrice.davrieux@cirad.fr

Mots-clefs : Sucres roux, Spectroscopie Résolue Spatialement, Analyse multi-blocs, LW-PLSR

L'usine sucrière du Gol à la Réunion, du groupe TEREOS, produit à partir de la canne à sucre, des sucres « spéciaux » à haute valeur ajoutée. Ces sucres, de 4 qualités différentes, sont caractérisés par leurs granulométries et leurs couleurs, avec des limites d'acceptation ou de rejet pour les deux critères.

Durant la campagne 2023, 72 320 tonnes de sucres ont été produites. Les sucres encours de production ont été analysés, pour leur couleur et leur granulométrie, par le laboratoire de contrôle qualité et la mesure de leurs spectres a été réalisée At-line avec le système SAM-SPEC© de la société INDATECH-CHAUVIN-ARNOUX (Jacou, France).

Ce système d'analyse multipoints par spectroscopie NIR combine la puissance de l'imagerie hyper-spectrale (HSI) et la précision de la mesure par Spectroscopie à Résolution Spatiale proche infrarouge (NIR-SRS). Cette complémentarité permet d'obtenir une analyse de produits physiquement et chimiquement dense à haut débit. Le système utilisé pour l'analyse des sucres est équipé de 9 points (sondes) de mesures répartis spatialement par rapport à la source lumineuse.

Les échantillons de sucres ont été analysés en dynamique (écoulement). Environ 3 kg de sucres sont utilisés afin d'acquérir par échantillon $9 \times 100 = 900$ spectres. Pendant la campagne sucrière, 842 échantillons couvrant les 4 qualités de sucres ont été analysés.

Les données ont ensuite été traitées sous R (R Core Team (2024). Vienna, Austria) avec les packages : **rchemo** (Brandolini-Bunlon M, Jaillais B, Roger J, Lesnoff M (2023). <https://CRAN.Rproject.org/package=rchemo>) et **multiblock**: Liland K (2024). `_multiblock`: Multiblock <https://CRAN.R-project.org/package=multiblock>.

Plusieurs approches chimiométriques ont été testée : PLSR, LW-PLSR, MB-PLSR, CovSEL-PLSR, SO-PLS... sur les données en blocs lignes (9 sondes en ligne) et sur les données en blocs colonnes (9 sondes en colonnes).

Le modèle LW-PLSR sur les données en blocs colonnes présente les meilleures performances en prédiction sur un jeu test, avec un RMSEP de 0.02 mm. Ce modèle permet un suivi de la qualité des sucres avec des performances comparables aux analyses de contrôles.

La prochaine étape, pour la campagne 2024, concerne l'adaptation du système et des modèles à la mesure en ligne, avec les contraintes que cela implique : poussières, variations de température, débit de production élevé (20 tonnes heures), vibrations...

Caractérisation de maladies du blé tendre d'hiver par spectroscopie proche-infrarouge sur essais en champ

¹François STEVENS, ²Louise LECLÈRE, ²Yannick CURNEL, ²Viviane PLANCHON, ³Maxime TROIANI, ³Pierre DEFOURNY, ¹Vincent BAETEN et ¹Philippe VERMEULEN

¹ UNITE QUALITE ET AUTHENTIFICATION DES PRODUITS, CENTRE WALLON DE RECHERCHES AGRONOMIQUES, 5030 Gembloux – Belgique

² UNITE AGRICULTURE, TERRITOIRE ET INTEGRATION TECHNOLOGIQUE, CENTRE WALLON DE RECHERCHES AGRONOMIQUES, 5030 Gembloux – Belgique

³ EARTH AND LIFE INSTITUTE, UNIVERSITE CATHOLIQUE DE LOUVAIN, 1348 Louvain-la-Neuve – Belgique

Email : f.stevens@cra.wallonie.be

Mots-clefs : stress biotiques, essais blé au champ, hyperspectral, proxidétection, imagerie satellitaire

L'agriculture contribue au changement climatique tout en étant impactée par celui-ci. Cependant, des pratiques agricoles durables et des approches innovantes peuvent transformer l'agriculture afin d'en atténuer ses impacts tout en renforçant sa résilience face aux changements.

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est une technique qui a fait ses preuves pour l'analyse rapide et non destructive des différents produits de la chaîne agro-alimentaire et, en particulier, pour le suivi des cultures. Par ailleurs, l'imagerie hyperspectrale (IS) permet de fournir en temps réel et avec une haute résolution spatiale des informations sur les cultures, permettant entre autres de surveiller leur état sanitaire, d'en améliorer la gestion en fournissant une aide à la décision et d'optimiser les pratiques agricoles à plus long terme.

Le projet SPAGHYTI (« Space for Agriculture with Hyperspectral Teledetection & Innovation ») vise à développer des produits et services pour l'agriculture sous forme d'applications fournissant des informations pertinentes et exploitables au niveau de la parcelle. Le projet vise également à supporter le développement d'une constellation de petits satellites embarquant des caméras hyperspectrales. Les applications s'appuieront sur cette imagerie satellitaire hyperspectrale, permettant l'accès à des informations de grande valeur à un coût marginal et à haute résolution temporelle. Actuellement, deux applications sont définies dans le segment utilisateur : l'évaluation du statut azoté et la détection des maladies sur blé tendre d'hiver. Cette présentation porte plus particulièrement sur la détection des maladies.

Afin d'évaluer la faisabilité d'une approche basée sur des images satellites hyperspectrales dont la disponibilité est encore limitée, une étude est actuellement réalisée à partir de données spectrales (non imagées) collectées au sol. Une campagne de terrain intensive a été organisée entre mars et juillet 2023. Les données ont été collectées à la fois dans des essais en plein champ et dans des parcelles d'agriculteurs, tous situés en Wallonie. Parmi les différents essais, sont présentés ici un essai comparant diverses variétés de blé tendre soumises à plusieurs maladies avec infection naturelle ainsi que deux essais fongicides centrés chacun sur une seule maladie (rouille jaune et rouille brune). Les données collectées comprennent des spectres de réflectance acquis au moyen d'un spectromètre portable (ASD FieldSpec 4) fonctionnant dans le visible et le proche infrarouge, des observations sur l'état de développement des plantes et des notations de la sévérité des maladies.

Diverses méthodes sont utilisées afin d'étudier l'effet du stress biotique sur les propriétés du spectre, d'évaluer les capacités de détection de ces maladies à différents stades et de tester la discrimination entre plusieurs maladies présentes simultanément sur le même essai. Dans un premier temps, de multiples indices spectraux mentionnés dans la littérature pour leur capacité à caractériser la végétation ou à identifier des symptômes de maladies (souvent en conditions contrôlées) sont calculés à partir des spectres, et leur lien avec les divers stress analysé. Dans un second temps, des indices supplémentaires sont développés en choisissant des longueurs d'onde à l'aide de méthodes d'optimisation inspirées par la théorie de l'évolution darwinienne, telles que les algorithmes génétiques ou la méthode Competitive Adaptive Reweighted Sampling (CARS). Enfin, les méthodes multivariées classiques de régression ou de discrimination (PLS, SVM) sont testées à titre de comparaison. Les différents indices et modèles multivariés obtenus sont, dans la mesure du possible, validés sur des essais et parcelles, des variétés et des stades de développement différents, afin de déterminer au mieux leur potentiel prédictif et leur robustesse.

Les résultats fournissent une première estimation de la capacité détecter les stress biotiques sur le blé à partir de mesures SPIR au sol. Par la suite, les modèles obtenus seront validés sur les observations de la campagne de terrain 2024. Ces modèles seront également testés sur les données d'imagerie hyperspectrale satellitaire collectées par EnMAP et PRISMA durant les deux années. En fonction des résultats obtenus, les modèles prédictifs validés pourraient être intégrés dans une infrastructure informatique afin de permettre l'exécution automatisée de tâches sur des données d'imagerie satellitaire.

Remerciements

Le projet Spaghyti est financé par le Service Public de Wallonie (SPW) Economie, Emploi, Recherche - Pôles Skywin-Wagralim – Appel 33, dans le cadre de la convention de subvention n° 8614. Le consortium inclut également les partenaires industriels Constellr, Amos et Deltatec, impliqués dans de multiples aspects du projet. Les auteurs remercient le personnel des unités *Santé des plantes et forêts*, *Productions végétales* et *Qualité et authentification des produits* du Centre wallon de Recherches agronomiques pour la mise en place des essais et la collecte des données au sol.

Determining the leaf biochemical and phytosanitary status of orchard trees using spectroscopy from visible to long-wave infrared range

K. Adeline¹, N. Sikora¹, J.-P. Segaud¹, S. Jay², J.-B. Féret³, S. Serino⁴, D. Dumont⁴, G. Vercambre⁴, M.-N. Corre⁵, M. Roth⁵

¹ONERA / DOTA, Université de Toulouse, F-31055 Toulouse, France

²INRAE, UMR EMMAH, 228 route de l'Aérodrome, F-84914 Avignon, France

³INRAE, UMR TETIS, Université de Montpellier, F-34093 Montpellier, France

⁴INRAE, UR PSH, 228 route de l'Aérodrome, F-84914 Avignon, France

⁵INRAE, UR GAFL, 67 allée des Chênes, F-84143 Montfavet, France

The use of spectroscopy data from the visible to short-wave infrared range has proven to be efficient to quantify relevant biochemical traits at leaf scale related to photosynthetic activity, water content, biomass and nutrient allocation, as well as disease and pest damages. We propose to extend this work by (i) completing the spectral analysis with the mid- and long-wave infrared domain, (ii) studying the estimation accuracy and the method robustness by assessing a diversified set of leaf observations, and (iii) deriving biochemical and phytosanitary variables from the same samples.

From two INRAE orchard experimental sites located respectively at Avignon (Vaucluse) and Bellegarde (Gard), shoots comprising at least seven leaves were collected from peach trees (Nectarlove cv) undergoing two contrasted fertilization trials (ECOPECHE network), and from apricot trees selected from a core-collection of 150 accessions replicated in 5 randomized blocs and managed under low phytosanitary protection. This data collection was repeated each month from June to October 2023, and shoots were sampled for each tree on the bottom and top parts of the crown (different nutrient/water availability and illumination condition). Leaf directional-hemispherical reflectance and transmittance were measured with integrating spheres coupled with spectroradiometers (Perkin Elmer Lambda 950 instrument for 400 – 2500 nm and Bruker Invenio X for 2500 – 15000 nm). Biochemical traits were also measured, such as leaf-clip SPAD, fresh and dry weight, and leaf dimensions. At shoot scale, pigments (phenolics compounds, chlorophylls and carotenoids) and total nitrogen contents were analyzed in laboratory. We used correlation regressions with SPAD to upscale these data at leaf scale. Scoring of the phytosanitary status quantifying chlorosis, leafhopper attacks, and the presence of shot hole and rust diseases, was visually assessed at both leaf and shoot scales by an expert. In total, the database contains 155 samples at leaf scale and 31 samples at shoot scale.

Three methodological concepts to estimate vegetation biochemical and phytosanitary variables are explored: (1) an empirical approach by using the partial least squares regression (PLSR) to estimate all variables, (2) a physical approach based on the iterative inversion of the leaf radiative transfer model PROSPECT to estimate leaf biochemistry (pigments, water and dry matter contents), and (3) a hybrid approach combining both previous ones. For spectra from the visible to short-wave infrared range, all three approaches will be compared while for those from mid- to long-wave infrared range, only the empirical approach will be explored. Results are highlighted in relation to tree species and variety, the phenological stage, the crown vertical sampling and fertilization trials.

This study aims at assessing agro-ecological practices (ex: reduction of chemical inputs, breeding for resilient varieties) thanks to nondestructive spectroscopic proximal sensing measurements giving access to the vegetation status. The prospects include the upscaling of these results to outdoor conditions with

unmanned aerial vehicle and terrestrial acquisitions at centimetric spatial resolution to target the leaf scale and observe the intra-individual variability inside a tree crown.

This work is funded by the project ANR CANOP (ANR-22-CE04-0002).

La spectroscopie proche infrarouge appliquée à l'analyse pharmaceutique : Du contrôle analytique des procédés à la protection du patient

¹ Christelle WAFFO TCHOUNGA, ² Pierre-Yves SACRE, ¹ Charlotte DE BLEYE, ³ Roland MARINI, ¹ Philippe HUBERT, ¹ Eric ZIEMONS

¹ Université de Liège (ULiège), CIRM, ViBra-Santé hub, Laboratoire de Chimie Analytique Pharmaceutique, 4000 Liège – Belgique

² Université de Liège (ULiège), CIRM, Unité de support à la recherche en Chimiométrie, 4000 Liège – Belgique

³ Université de Liège (ULiège), CIRM, Unité d'assurance qualité, 4000 Liège – Belgique

Email : eziemons@uliege.be

Mots-clés : Spectroscopie proche infrarouge, Analyse pharmaceutique, Contrôle analytique des procédés, Médicaments falsifiés et de qualité inférieure

Grâce aux progrès technologiques dans les domaines de l'optique et de l'informatique au cours de ces dernières décennies, la spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est devenue un outil indispensable au contrôle de la qualité dans l'industrie pharmaceutique. La possibilité de la SPIR d'obtenir des données spectrales riches en information sans détruire l'échantillon, à très haute vitesse et avec un encombrement minimal a permis le développement de nombreux changements dans le contrôle pré- et post-marketing des spécialités pharmaceutiques.

Les procédés de fabrication dans le domaine pharmaceutique sont généralement basés sur une production par lots. Sous l'impulsion de la Food and Drug Administration et de l'Agence Européenne des Médicaments par l'intermédiaire des concepts tels que le contrôle analytique des procédés (PAT) et les tests de libération en temps réel (RTR), l'industrie pharmaceutique est actuellement en train de changer pour permettre la transition de la production par lots vers celle en continu. En effet, cette dernière offre de nombreux avantages par rapport à la mise à l'échelle, la variabilité, aux coûts de production tout en assurant la qualité des produits, une libération plus rapide et une flexibilité accrue. Ce changement de paradigme implique l'utilisation d'outils d'analyse rapides, non destructifs, miniaturisés pouvant être intégrés directement dans les lignes de production.

A côté du PAT et du RTR, la surveillance post-marketing est également un élément important dans la protection du patient et plus particulièrement par rapport aux médicaments falsifiés ou de qualité inférieure. Selon l'Organisation Mondiale de la Santé, la falsification des médicaments représenterait entre 10 et 15% du marché mondial. La disponibilité d'équipements proche infrarouge miniature à bas coût ouvre la voie pour des analyses de contrôle de la qualité rapides sur le terrain et donc permet aux autorités locales de prendre des mesures rapides sans attendre les résultats après analyse en laboratoire.

Leveraging pharmaceutical manufacturing development with Process Analytical Technology and Near-Infrared spectroscopy during continuous manufacturing and real-time release testing

Matthieu Clavaud, Yves Roggo, Laurent Pellegatti, Lizbeth Martinez, Camille Adler

Technical Development, Novartis A.G, Basel (Suisse)

Email : matthieu.clavaud@novartis.com

Mots-clefs : Near infrared spectroscopy, process analytical technology, pharmaceutical industry, continuous manufacturing, batch-wise, real time release testing

Process Analytical Technology (PAT), as defined by the United States Food and Drug Administration (FDA), is a mechanism used to design, analyze, and control pharmaceutical manufacturing processes¹. The concept aims at understanding the processes and monitoring critical process parameters in a timely manner in-line or on-line.

In order to implement a PAT project, several complementary process analytical tools are usually used. Their utilization offers several advantages: they enhance manufacturing efficiency, optimize control strategies and leverages associated benefits while minimizing risks. The overarching goals are to understand the manufacturing process, implement suitable technologies for production and ensure effective process control. Each pharmaceutical unit operation presents unique challenges that must be assessed to maintain the quality of the final product. Among the PAT tools, near infrared spectroscopy (NIR) spectroscopy is one the main approaches.

This presentation will focus on PAT applications at Novartis in both continuous manufacturing and conventional batch production methods for pharmaceutical drug products, particularly tablets.

During this presentation, the speaker will explore the untapped potential of NIR within the context of PAT applications for both continuous manufacturing and batch-wise processes. After providing an overview of the PAT concept in general and the various technologies onboarded in continuous manufacturing and batch-wise concept, specific PAT applications using NIR will be discussed, including blend monitoring, in-line moisture content monitoring during fluid bed granulation, segregation, and identity. Additionally, the content uniformity of tablets for real-time release testing will be covered for real-time release testing.

References

[1] Food and Drug Administration (FDA), Guidance for industry PAT—a framework for innovative pharmaceutical development, manufacturing, and quality assurance

Évaluation des spectroscopies Raman, Mid-IR, et Near-IR pour le suivi en ligne de la synthèse d'un API en remplacement de l'HPLC

Noémie CAILLOL¹, Manis GHEGHIANI¹, Marion GOURRAUD², Dennisse AVELLA ESTUPINAN², David SPEYBROUCK²

¹ Axel'One, 69360 Solaize, France

² Oril Industrie, 76210 Bolbec, France.

Email : noemie.caillol@axel-one.com

Mots-clefs : Synthesis – Spectroscopy – Raman - Near-IR - Mid-IR – HPLC - API (active pharmaceutical ingredient) - in-line/online monitoring

In this study, we present the evaluation of 3 spectroscopic vibrational methods: Medium-infrared (MIR), Near-infrared (NIR), and Raman to monitor in-line a specific synthesis step of an active pharmaceutical ingredient to replace liquid chromatography (HPLC) as the reference off-line method. Indeed, the HPLC requires a sampling operation with associated risks. The study was focused on monitoring the disappearance and appearance of functional groups characteristic of the principal reactant and of an impurity at the end of the reaction.

Being able to monitor the reactants plus the impurity below $2.0 \pm 0.05\%$ was the specification to meet. None of the techniques could achieve the uncertainty limit of $\pm 0.05\%$. Nevertheless, the results of the 3 spectroscopic techniques were equivalent to the HPLC results, whose uncertainty was estimated to be 0.4% in our laboratory. The synthesis step was repeated and monitored at laboratory conditions by immersing simultaneously the three spectroscopic probes inside the reactor and comparing the results with the off-line HPLC method. After doing a chemometric investigation of the results, it was possible to quantify the sum of the concentration of the main reactant and impurity on a linear range of concentrations from 0,7% to 4,5% ($\pm 0,4\%$ using MIR and NIR and $\pm 0,5\%$ with Raman. Expanded absolute uncertainty $k=2$).

Of the 3 techniques, Raman is suggested as the least suitable to monitor this synthesis step due to its lower precision between calibration and prediction results, fluorescence in the spectra, and signal saturation during stages before the monitored operation. On the other hand, the results of MIR and NIR techniques were satisfactory and could replace the HPLC off-line monitoring. However, additional parameters like robustness on external validation and costs could help decide which is more feasible to implement at a pilot and production scale.

Spectroscopie proche infrarouge pour prédire l'amidon sur grains entiers de sorgho

Mathilde SINGER¹

¹ CIRAD, UMR AGAP/Bioch&Spir, 34398 Montpellier – France

Email : mathilde.singer@cirad.fr

Mots-clefs : Spectroscopie proche infrarouge, Sorgho, Grains, Comparaison de modèles d'étalonnage, Amidon, Robustesse

La sélection variétale du sorgho a de nombreux enjeux : i) en Afrique et en Asie, assurer la productivité agricole, la résilience des petits exploitants et la sécurité alimentaire face à la croissance démographique, à la vulnérabilité économique et au changement climatique, ii) au niveau mondial, s'adapter au changement climatique et développer des pratiques agricoles plus durables.

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR) couplée à la chimiométrie est un outil d'analyse haut-débit dont les avantages (rapidité, non destructif et faible coût) par rapport aux analyses de laboratoire permettent d'étudier un grand nombre d'échantillons.

Dans le cadre des projets ABEE (Afrique) et Nitrosorg (France), la SPIR est utilisée pour déterminer la qualité des grains de sorgho, entre autres, prédire la teneur en amidon.

Au sein du laboratoire Bioch&Spir du CIRAD, 391 échantillons ont été analysés. Les spectres infrarouges ont été acquis sur un spectromètre Bruker-Tango, sur grains entiers et sur farines 1mm. Les données de référence amidon ont été réalisées sur ces mêmes échantillons par une méthode enzymatique de dosage indirect du glucose.

Dans un premier temps nous avons évalué la capacité à étalonner ce paramètre sur **grains entiers vs farines**. Le broyage est chronophage et coûteux. Ainsi pour s'affranchir de cette étape, nous avons vérifié que l'étalonnage sur spectres de grains entiers donnait des performances semblables à l'étalonnage sur spectre de farines. Les performances du modèle PLS sur grains entiers : 9LVs ; SECV = 22,6 mg/g MS ; R²CV = 0,75 ; SEP = 20,2 mg/g MS ; R²Pred = 0,81 ; RDP = 2,22. Les performances du modèle PLS sur farines : 5LVs ; SECV = 20,7 mg/g MS ; R²CV = 0,79 ; SEP = 20,4 mg/g MS ; R²Pred = 0,82 ; RDP = 2,20. **Le modèle sur grains entiers est aussi performant que celui sur farines.**

Dans un second temps nous avons évalué la **robustesse** du modèle d'étalonnage en fonction de l'**origine géographique des grains**. Le modèle d'étalonnage construit avec les échantillons provenant d'Afrique permet de bien prédire des échantillons de la même origine géographique. Les performances de prédictions sont SEP = 19 mg/g MS ; R²Pred = 0,84 ; RDP = 2,47. Avec ce modèle, les échantillons provenant de France sont moins bien prédits. Les performances de prédictions obtenues sont SEP = 32,1 mg/g MS ; R²Pred = 0,51 ; RDP = 1,46. Avec un modèle d'étalonnage construit avec des échantillons provenant d'Afrique et de France, les performances de prédictions sont meilleures : SEP = 20,2 mg/g MS ; R²Pred = 0,81 ; RDP = 2,22. **Un modèle construit avec une seule origine géographique est moins robuste qu'un modèle construit avec différentes origines géographiques.**

NIRS as a high-throughput phenotyping tool for assessing the diversity of leaf functioning under water deficit in a large grapevine panel

^{1,2}Eva COINDRE, ³Maxime RYCKEWAERT, ²Laurine CHIR, ²Romain BOULORD, ²Mélyne FALCON, ²Thomas LAISNE, ²Gaëlle ROLLAND, ^{4,5}Virginie BOUCKENOOGHE, ²Maëlle LIS, ²Llorenç CABRERA-BOSQUET, ¹Agnès DOLIGEZ, ²Thierry SIMONNEAU, ¹Virgilio FREITAS, ¹Miguel THOMAS, ²Benoît PALLAS, ²Aude COUPEL-LEDRU, ^{1,5}Vincent SEGURA

¹AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, INRAE, Institut Agro, 34398 Montpellier, France

²LEPSE, Univ Montpellier, INRAE, Institut Agro, 34060 Montpellier, France

³Inria, LIRMM, Univ Montpellier, CNRS, Montpellier, France

⁴Institut Français de la Vigne et du Vin, F-34398 Montpellier, France

⁵UMT Geno-Vigne, IFV, INRAE, Montpellier, France

Email : eva.coindre@umontpellier.fr

Mots-clefs : High-throughput phenotyping, Near-infrared spectroscopy (NIRS), PLS Regression, Ecophysiological traits, Water deficit, Model robustness

Water resource is a major limiting factor impacted by climate change, threatening the yield and quality of grapevine production. Understanding the ecophysiological mechanisms involved in response to water deficit is crucial to select new varieties more drought-tolerant. A major bottleneck that hampers such advances is the lack of methods for measuring functioning traits on thousands of leaves as required for genetic analyses. Recent studies have highlighted the interest of near-infrared spectroscopy (NIRS) and chlorophyll fluorescence for high-throughput evaluation of leaf functioning traits. The aim of this study is to develop these methods, and test their robustness to facilitate their deployment for phenotyping the genetic diversity of grapevine.

246 genotypes, representative of the genetic diversity of the species *Vitis vinifera*, were phenotyped over two consecutive years. In 2021, the genotypes were grown in pots outdoors under non-limiting irrigation conditions, while in 2022, the same potted genotypes were subjected to three different water scenarios (i. Well-watered, ii. Moderate water deficit, iii. Severe water deficit) in a greenhouse (PhenoArch high-throughput phenotyping platform).

To evaluate traits related to carbon and water functioning across the entire panel, a subset of genotypes were phenotyped by combining i/ low-throughput devices to precisely measure ecophysiological traits, and ii/ innovative high-throughput portable devices to measure NIRS, porometry and chlorophyll fluorescence. These data enabled the creation of partial least squares regression (PLSR) models using both low- and high-throughput data to predict ecophysiological traits.

Leaf mass per area and leaf water content were well predicted by spectrometers ($R^2 > 0.7$). Photosynthesis, on the other hand, was well predicted by chlorophyll fluorescence and porometry data.

The robustness of the predictive models was tested between experiments by comparing models calibrated with data from one experiment to predict data from the second one. The robustness of the models was dependent on the trait and the high-throughput device used. The prediction of leaf mass per area, using NIRS, appeared to be accurate and stable between experiments.

Intra-experiment robustness analysis showed that water deficit can impact the quality of trait predictions, particularly those related to water, such as water content and water use efficiency. The R^2 and RMSE parameters provided additional information, especially as water deficit affected trait variability. The prediction of these traits was less accurate when applied on a plant that had been grown under severe

water deficit. Compelling models will be employed to predict these traits across the entire panel, enabling their use in genetic analysis.

Discrimination de bois d'espèces d'intérêts commerciales au Congo avec une approche anatomique et de spectroscopie proche infrarouge

1,2,3,4,5 Nétih DEMBA, 5 Patrick LANGBOUR, 6 Gaël Ulrich BOUKA DIPELET, 6 Garel MAKOUANZI, 7 Boniface TIENTCHEU YOGOM, 8 Charles DOUMENGE, 6 Jean Joël LOUMETO, 2,3,4 Gilles CHAIX

¹ Université de Montpellier, Master Sciences du Bois, 34000 Montpellier – France

² CIRAD - UMR AGAP Institut, Montpellier - France

³ UMR AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, INRAE, Institut Agro, Montpellier - France

⁴ ChemHouse, Research Group, Montpellier, France

⁵ CIRAD, UR BioWooEB, 34 000 Montpellier - France

⁶ Université Marien Ngouabi, Faculté des Sciences et Techniques, Laboratoire de Biodiversité, de Gestion des Ecosystèmes et de l'Environnement (LBGE), Brazzaville – Congo

⁷ Institut National de Recherche Forestière, Brazzaville - Congo

⁸ CIRAD, UR Forêts et Sociétés, 34 000 Montpellier - France

Email : netih.demba@cirad.fr

Mots-clefs : Anatomie, Bois, Discrimination, Spectroscopie proche infrarouge

Le bassin du Congo est le second massif forestier en région tropicale humide sur Terre, derrière l'Amazonie. Plus de 60 millions d'habitants de la région tirent leurs moyens de subsistance de cette forêt. Au-delà de la biodiversité qu'il renferme, il représente une réserve importante de bois sur pied. En République du Congo comme dans la plupart des pays de la région, ces bois sont voués à l'exportation ainsi qu'à une utilisation locale. L'exploitation forestière durable est donc d'un intérêt majeur pour le développement de cette région. Il est donc primordial de mieux connaître la ressource bois, la biodiversité des forêts afin de définir des mesures adéquates pour leurs pérennisations.

Le bois de chaque espèce possède des caractéristiques propres (densité, chimie, anatomie, propriétés mécaniques) ayant un déterminisme génétique et environnemental au niveau interspécifique et intraspécifique. Les services forestiers et les exploitants ont donc besoin de mieux identifier l'influence des facteurs environnementaux et génétiques pour une gestion et une exploitation durable des forêts et une commercialisation raisonnée des bois.

Cette étude est réalisée dans le cadre du projet RESSAC financé par le CIFOR conduit par l'Université Marien Ngouabi associé à l'IRF, au Cirad et à l'Université Libre de Bruxelles. Trois espèces sont considérées : l'Ayous, le Fraké et le Sapelli, qui ont une valeur commerciale très importante pour la République du Congo. Le bois de ces trois espèces est exporté depuis des dizaines d'années et utilisé localement en menuiserie et bois d'œuvre.

L'objectif de l'étude est de combiner des mesures anatomiques et physiques du bois avec des mesures spectroscopiques dans le proche infrarouge afin de mettre en évidence la variabilité intraspécifique liée aux effets environnementaux et génétiques.

Trente-cinq arbres provenant de deux sites, Kabo et Loundoungou au nord du Congo, ont été abattus par une compagnie forestière locale partenaire du projet dans le cadre de son activité d'exploitation (CIB Olam-

Agri). Après l'abattage des arbres, des plateaux diamétraux (10 cm d'épaisseur et de 15 à 20 cm de large), allant de la moelle à l'écorce de l'arbre, ont été prélevés sur les souches des arbres. Les plateaux ont été poncés pour une meilleure qualité de surface, stabilisés en humidité et mesurés au spectromètre ASD Labspec4 (400-2500 nm, 1 spectre tous les 3 cm) et à la caméra hyperspectrale Specim (1000-2500 nm, taille pixel 500µm, sur toute la surface du plateau). Ensuite, ils ont été de nouveau usinés afin d'extraire 3 échantillons dits « cubes » d'environ 3x3x2cm au niveau de trois positions diamétrales : proche de l'écorce et de la moelle et un au centre. Ils ont été mesurés individuellement au spectromètre et à la caméra hyperspectrale. Des observations anatomiques du bois ont été également réalisées sur les « cubes ».

Les premiers résultats de cette étude, issus de l'analyse en composantes principales (ACP) des données spectrales de l'ASD nous montrent que la variabilité des bois du site de Kabo est plus importante que celle du site de Loundoungou. Pour mieux comprendre cette différence de variabilité, visible chez les trois espèces d'intérêt, il est nécessaire de vérifier les données écologiques des parcelles d'études (diamètre de l'arbre, milieu de croissance, ...). Les points extrêmes des ACP sont issus de mêmes individus avec des milieux de croissance similaire et pour certaines un aspect macroscopique comparable.

Une analyse discriminante (PLS-DA) en validation croisée a également été réalisée pour le Sapelli avec les données spectrales des plateaux et testée sur un ensemble de validation constitué par les données spectrales des échantillons « cubes ». Le test montre une performance globale du modèle autour de 70%. Néanmoins, si les 23 « cubes » de Sapelli issus du site de Kabo ont tous été bien classés, seulement 8 « cubes » sur 21 provenant de Loundoungou sont correctement classés.

A court terme, les perspectives pour cette étude sont de travailler sur les 2 autres espèces, et de traiter les données d'imagerie hyperspectrale afin de comparer les performances des deux approches (NIR vs HSI). Nous allons également créer un modèle de prédiction de l'infra- densité des trois espèces d'intérêt. A plus long terme, nous allons analyser simultanément les données spectrales avec les données anatomiques et physiques des bois des 3 espèces associées aux informations écologiques afin de permettre ou non une discrimination par rapport aux sites de croissance et éventuellement aider aux approches taxonomiques.

Transfert d'étalonnage entre différents spectromètres en réflexion diffuse dans le visible et proche infrarouge appliqué aux sols

^{1,2}Moubarak ISMAÏL HOSKY, ^{1,2}Aurélien CAMBOU, ^{1,2}Bernard G. BARTHÈS, ^{1,2}Tiphaine CHEVALLIER, ^{3,4}Gilles CHAIX, ⁵Jean-Michel ROGER

¹Eco&Sols, Université de Montpellier, CIRAD, INRAE, IRD, Institut Agro, 34060 Montpellier – France

²IRD, UMR Eco&Sols, Montpellier, France

³CIRAD, UMR AGAP, 34395 Montpellier, Cedex 9, France

⁴UMR AGAP, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

⁵ITAP, INRAE, Institut Agro, University Montpellier, 34196, Montpellier – France

Email : moubarakismailhosky@gmail.com ; aurelie.cambou@ird.fr

Mots-clefs : carbone organique, sols tropicaux, transfert d'étalonnage local

Dans le sol, le carbone organique (COS) joue un rôle prépondérant et positif sur la fertilité physique (e.g., résistance à l'érosion, développement racinaire), chimique (fourniture de nutriments, pouvoir tampon) et biologique (activités et diversités microbienne, animale et végétale) du sol. De plus, l'augmentation ou la perte de COS a un effet direct sur la concentration en CO₂ dans l'atmosphère, et donc sur le climat. Ainsi, le COS est l'un des principaux piliers de la fonctionnalité des sols et il représente un levier pour limiter le changement climatique ; sa quantification dans le temps et l'espace est donc cruciale. La spectroscopie en réflexion diffuse dans le visible et proche infrarouge (VNIRS, 350-2500 nm) est un outil d'acquisition rapide, non destructif et peu coûteux, qui n'implique que peu de préparation d'échantillon. Depuis une trentaine d'années, cette technique a suscité beaucoup d'intérêt en science du sol, notamment pour quantifier le COS. De nombreux modèles de prédiction des teneurs en COS (gC.kg⁻¹ sol) d'échantillons de sol ont alors été construits à partir des spectres dans le visible et proche infrarouge (VNIR) acquis par différents appareils de mesure et pour différents jeux d'échantillons de sol. Aujourd'hui, dans un objectif d'ouverture des données, un fort enjeu concerne la mise à disposition et l'interopérabilité de bases de données spectrales obtenues avec différents appareils de mesure, ce qui permettrait notamment d'élargir nos capacités de prédiction du COS dans une diversité de contextes. Les perturbations liées à la diversité des instruments peuvent limiter l'interopérabilité des bases de données et dans ce cas, différentes stratégies de correction (ou de transfert d'étalonnage) permettent de réduire leur impact. Néanmoins, la nécessité de recourir à ces méthodes entre plusieurs spectromètres VNIR de la même marque, de même modèle mais de séries différentes, n'a pas encore été étudiée pour prédire la teneur en COS. De plus, les méthodes de transfert d'étalonnage reposent majoritairement sur des approches globales (tous les échantillons sont utilisés similairement pour construire le modèle de correction) et à notre connaissance, aucune approche de correction locale, basée sur le voisinage spectral, n'a été testée à ce jour pour prédire la teneur en COS. Ainsi, la présente étude vise à répondre à trois questions : un transfert d'étalonnage est-il nécessaire entre trois instruments VNIR de la même marque et du même modèle mais de séries différentes, pour prédire la teneur en COS ? Si oui, trois spectromètres peuvent-ils être standardisés simultanément ou faut-il les standardiser deux à deux ? Les approches de correction locales sont-elles plus précises que les approches globales usuelles ?

Pour répondre à ces questions, cette étude repose sur un total de 139 échantillons de sols issus de 23 sites (au Brésil, Bénin, Burkina Faso, Cameroun, Congo, Côte d'Ivoire, Madagascar, Mali et Sénégal) caractérisés par des textures variées (de sableuse à argileuse) et différentes profondeurs. Les spectres VNIR des 139 échantillons ont été acquis avec trois spectromètres visible et proche infrarouge (ASD LabSpec2500,

ASD LabSpec4 et ASD LabSpec4 Bench) sur échantillons séchés à l'air et tamisés à 2 mm. La teneur en COS a été analysée sur échantillons tamisés à 2 mm puis broyés à 0,2 mm à l'aide d'un analyseur élémentaire CHN (combustion sèche). Ce jeu de données a ensuite été divisé entre (i) le jeu d'étalonnage permettant de construire le modèle de prédiction de la teneur en COS (69 échantillons), (ii) le jeu de transfert permettant de construire le modèle de transfert d'étalonnage entre les spectromètres (32 échantillons), et (iii) un jeu de validation indépendant (ne provenant pas des sites utilisés pour l'étalonnage et le transfert) du Burkina Faso (texture sableuse ; n = 38). L'efficacité de quatre approches de transfert sera évaluée pour standardiser les spectromètres deux à deux, puis tous les trois simultanément.

Ces approches sont :

- (i) l'actualisation (update), qui consiste à enrichir le jeu d'étalonnage scanné avec un appareil A (spectres A) avec les échantillons du jeu de transfert scannés avec un appareil B (spectres B) avant la construction d'un modèle de prédiction d'une variable d'intérêt. Le modèle de prédiction est ensuite testé sur les spectres B du jeu de validation ;
- (ii) la standardisation directe par segment (piecewise direct standardisation ; PDS), qui consiste à construire un modèle d'ajustement des spectres A aux spectres B dans le jeu de transfert. Ce modèle est alors appliqué aux spectres A du jeu d'étalonnage avant la construction d'un modèle de prédiction d'une variable d'intérêt qui est testé sur les spectres B du jeu de validation ;
- (iii) la correction de biais et pente (CBP), également construite à partir du jeu de transfert, qui permet de corriger la variable d'intérêt prédite par un modèle construit à partir des spectres A du jeu d'étalonnage et appliqué aux spectres B du jeu de validation ;
- (iv) l'orthogonalisation qui, à partir des spectres A et B du jeu de transfert, permet de définir le sous-espace impacté par les perturbations ; ce sous-espace spectral est ensuite supprimé dans le jeu d'étalonnage avant la construction d'un modèle de prédiction d'une variable d'intérêt.

Des méthodes de correction locales (i.e. basées sur le voisinage spectrale) seront également développées pour optimiser le transfert d'étalonnage entre deux spectromètres voire entre les trois simultanément.

Ce travail ouvre le champ d'application des méthodes de transfert d'étalonnage sur les sols, à travers un jeu d'échantillons aux propriétés hétérogènes.

Authentification des mélanges blé-légumineuses par Spectroscopie Proche Infrarouge

¹² JANATI IDRISSE Yassine, ¹ MEGHAR Karima

¹ CIRAD, PERSYST/UMR QUALISUD, 34090 Montpellier – France

² USMBA, FST, 30 000 FES – Maroc

Email : yassine.janati_idrissi@cirad.fr

Mots-clefs : Imagerie Hyperspectral, Spectroscopie dans le Proche Infrarouge, modélisation supervisée

La croissance de la demande pour des aliments plus sains et durables a révélé les mélanges de farines blé/légumineuses, en particulier la farine de lentille, comme une option prometteuse pour améliorer la qualité nutritionnelle par rapport aux farines de blé traditionnelles. Cette étude a été réalisée dans le cadre du projet européen IntercropValues, qui vise à exploiter les bénéfices de la culture intercalaire. Plus précisément, l'objectif de cette recherche est d'étudier la qualité des produits agroalimentaires fabriqués à partir de mélanges de deux espèces cultivées dans le même champ typiquement une céréale (blé) et une légumineuse (lentille). Dans cette étude, on compare les résultats de l'imagerie hyperspectral (HSI) et de la spectroscopie dans le proche infrarouge (SPIR) afin d'évaluer la qualité des échantillons de farines blé-lentilles.

Au total, 105 échantillons de mélanges de 5 variétés de lentilles et d'une variété de blé, avec différents pourcentages de lentilles, ont été analysés avec un spectromètre SPIR ASD LabSpec 5000 (350-2500 nm) et une caméra HSI Specim FX17 (932-1721 nm). Divers modèles de régression ont été testés pour corrélérer les pourcentages de lentilles dans les échantillons. 84 échantillons, incluant 4 variétés de lentilles, ont été utilisés pour l'étalonnage, tandis que 21 échantillons d'une variété différente ont servi à tester les modèles.

Des prétraitements spectraux (SNV, MSC, SG, Detrend) et leurs combinaisons ont été appliqués aux données spectrales, et les performances des modèles de régression ont été évaluées via les métriques R² et RMSE. Le modèle de régression linéaire multiple (MLR) utilisant les variables spectrales sélectionnées par l'algorithme SPA, après prétraitement SG de dérivé 2, a montré les meilleures performances pour les données HSI avec un R² de 99,39 % et un RMSE de 2,36 pour le modèle de calibration, et un R² de 98,69 % et un RMSE de 3,46 pour le modèle de validation.

La précision de prédiction de l'HSI et du SPIR était comparable, probablement grâce à la plus grande population statistique fournie par l'HSI, malgré une gamme spectrale plus petite. L'HSI offre l'avantage de balayer des échantillons entiers, permettant ainsi de visualiser et d'analyser les gradients de composition et l'hétérogénéité des échantillons, ce qui peut être un atout par rapport à la SPIR.

Détection et caractérisation de matière organique dans le calcin de verre par spectroscopie proche infrarouge

¹ Léonie JOLI, ¹ Jean-Michel ROGER, ¹ Camille SCOTTE

¹INRAE, UMR ITAP équipe COMIC, 34090 Montpellier – France

Email : leonie.joli@yahoo.com

Mots-clefs : Spectroscopie proche infrarouge, Chimiométrie, Analyse de verre

Résumé non disponible.

Constitution d'une base de spectres PIR de farines de blé issue du circuit inter-laboratoires INSPIR

¹ Paul CRESPIN, ^{1,2} Jean-Michel ROGER, ³ Myriam Naudet-Huart

¹INRAE/UMR ITAP équipe COMIC, 34090 Montpellier – France

² ChemHouse Research Group, Montpellier, France

³INRAE UMR AGROECOLOGIE, F- 21000 DIJON

Email : paul.crespin@inrae.fr

Mots-clefs : Spectroscopie proche infra-rouge, Chimiométrie, Base de données, standardisation, transfert, farine de blé tendre, Protéines

Au sein d'INRAE, il existe un réseau national de compagnonnage de 80 utilisateurs de la spectrométrie proche infra-rouge. Ils souhaitent créer un circuit inter-laboratoires entre 18 implantations INRAE volontaires et totalisant presque 40 Spectromètres Proche-Infrarouges (appareils de paillasse et de terrain). C'est pourquoi, 208 échantillons de farines de blé tendre récoltés en 2022 et 2023 circulent pour réaliser l'acquisition des spectres proche infrarouge au sein des différentes localisations et ainsi comparer :

- les différentes méthodologies de prise de spectres (bonnes pratiques)
- la qualité des spectres pris par les différents instruments (gamme de longueur d'onde, résolution et performances prédictives)
- les instruments entre eux (appareils de labo et portatifs de terrain)

Une base de données sera établie avec les spectres des mêmes échantillons et leur teneur respective en protéines. Cette base de données pourra servir à standardiser les spectromètres entre eux et entre sites INRAE. La possibilité de standardiser les spectres permet d'assurer l'interopérabilité mais aussi le suivi en cas de panne ou de renouvellement d'un des appareils. La base de données sera publiée sous forme de data paper et rendue disponible sur le Dataverse INRAE.

Au cours de mon stage de Master II, j'ai pour missions de vérifier et de classifier tous ces spectres qui viennent du réseau INSPIR, de réaliser la base de données et de laisser des scripts facilement utilisables pour l'enrichir ultérieurement. Le défi principal vient du nombre de données, d'où l'importance de l'unicité des données.

J'utiliserai enfin la base ainsi produite pour comparer les différents appareils puis pour tester le pipeline statistique French Pinard élaboré au sein de l'UMR AGAP Institut.

Pendant cette présentation, je montrerai la structure que j'ai adoptée pour les données, ainsi que les premiers résultats préliminaires que j'aurai pu en tirer.

La spectroscopie proche infrarouge au cœur de la transition énergétique

^{1,2} Marion LACOUÉ-NEGRE, ¹ David GONCALVES, ¹ Noémie CAILLOL, ¹ Maud REY-BAYLE

¹ IFP Energies nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3, 69360 Solaize, France

² ChemHouse Research Group, Montpellier, France

Email : marion.lacoue-negre@ifpen.fr

Mots-clés : énergies nouvelles, pétrole, biocarburants, chimométrie, plastiques

IFP Energies nouvelles (IFPEN) est un acteur majeur de la recherche et de la formation dans les domaines de l'énergie, du transport et de l'environnement en France, ce qui conduit les équipes à travailler dans de nombreux domaines. Historiquement, et encore aujourd'hui, la spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est utilisée pour la caractérisation de matrices hydrocarbonées pétrolières, du brut pétrolier aux carburants commerciaux (essence, kérosène et gazole). Avec une volonté de développer des solutions pour décarboner le secteur des transports, IFPEN œuvre pour la production de biocarburants pour lesquels la SPIR reste une méthode de choix pour les caractériser. Combinée à des modèles chimométriques, elle offre une alternative efficace à la caractérisation des produits qui passe traditionnellement par un processus analytique long et consommateur de produit. Aujourd'hui, IFPEN se tourne aussi vers le recyclage chimique des plastiques, où la SPIR a toute sa place, qu'elle soit utilisée pour la caractérisation de liquides comme de solides.

Cette présentation propose de montrer la place que prend la SPIR au sein d'IFPEN sur des thématiques d'actualité pour la transition énergétique.

Suivi en ligne de traces d'eau dans une matrice organique sur une unité pilote par SPIR bas coût

A. Barczyk*¹, M.Rey-Bayle¹, M.Lacoue-Negre¹

¹ IFP Energies Nouvelles, Lyon

Email : remy.gobin@inrae.fr

Cette étude s'inscrit dans le cadre des tests de qualification de tamis moléculaires, utilisés en séparation au sein d'une matrice organique. Les performances des tamis sont évaluées à partir de la combinaison de différentes analyses en ligne : l'analyse GC, l'analyse Raman pour le suivi au cours du temps du procédé et des hygromètres pour l'analyse de l'eau. La quantification d'eau revêt une importance forte, car c'est un paramètre critique pour le bon fonctionnement du procédé.

La robustesse des résultats fournis par les hygromètres est mise en doute ainsi la spectrométrie proche infrarouge (PIR) en ligne a été évaluée pour les remplacer. Un test de faisabilité a été fait en laboratoire, dans le but d'élaborer un modèle de prédiction de l'eau sur une gamme de concentration faible [0-200ppmpds] à partir d'échantillons chargés en eau avec un spectromètre process. En parallèle, la faisabilité a été évaluée en simulant la gamme spectrale d'un spectromètre bas coût. La preuve de concept ayant été validée un spectromètre bas coût a été installé sur l'unité pilote et un modèle de prédiction a été développé.

Cette étude a permis d'obtenir une prédiction fiable et en ligne de la teneur en eau (cf. Figure 1), paramètre de plus en plus critique pour ce type de tamis moléculaires.

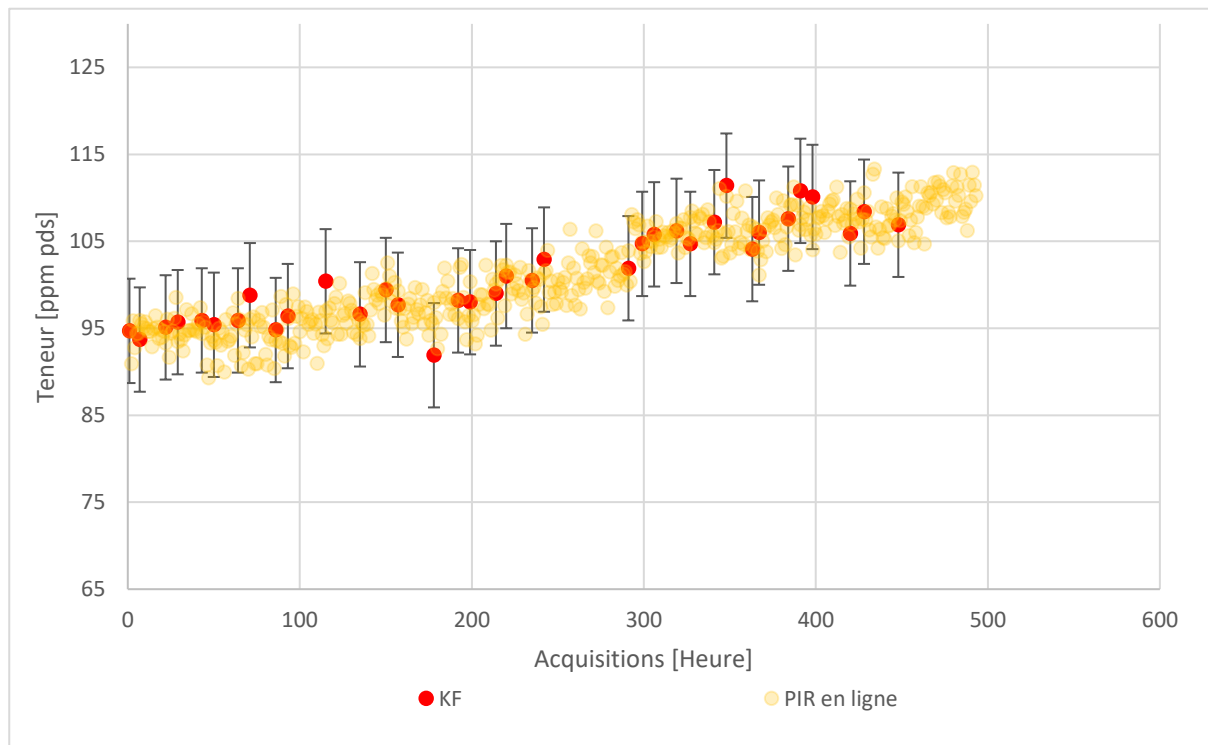


Figure 1 : Suivi de la teneur en eau au cours du temps, en ligne par PIR et au laboratoire par Karl-Fischer

Evaluation de la réactivité enzymatique sur des échantillons de biomasse par imagerie proche-infrarouge

¹ Ilyes BICHARI, ^{2,3} Marion LACOUÉ-NEGRE, ² David GONCALVES, ¹ Arnaud BONET

¹ INDATECH CA, 4 Rue Georges Besse, 34830 Clapiers, France

² IFP Energies nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3, 69360 Solaize, France

³ ChemHouse Research Group, Montpellier, France

Email : ibichari@indatech.eu ; marion.lacoue-negre@ifpen.fr

Mots-clefs : imagerie hyperspectrale, discrimination, biomasse lignocellulosique, hydrolyse enzymatique

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une collaboration entre Indatech et IFP Energies nouvelles (IFPEN). IFPEN travaille depuis plusieurs années sur la conversion de la biomasse lignocellulosique pour produire du bioéthanol. Pour cela, cette biomasse subit tout d'abord une étape de prétraitement permettant de rendre la cellulose accessible aux enzymes qui vont transformer la cellulose en glucose (hydrolyse enzymatique, HE). L'étape finale consiste à fermenter le glucose en éthanol. L'hydrolyse enzymatique est donc une étape clé dans ce processus, et va être limitée par la présence d'inhibiteurs produits lors du prétraitement. Une connaissance précise de l'état de la biomasse à l'issue de l'étape de prétraitement est aujourd'hui essentielle pour améliorer les rendements en glucose lors de l'HE.

L'utilisation de l'imagerie hyperspectrale (HSI) dans le proche infrarouge (NIR) avec le système HypeReal, fourni par Indatech, présente l'avantage de réaliser des mesures simultanées sur plusieurs échantillons tout en permettant la création d'une cartographie détaillée de chaque échantillon. 31 échantillons, sous forme de pastilles, de biomasses prétraitées ont été analysés par HSI. A chaque échantillon était associée une classe de réactivité en HE, mesurée à IFPEN : soit réactivité faible, soit standard/modérée. Un modèle de discrimination (PLS-DA) a été développé afin de discriminer les échantillons en fonction de leur réactivité. En plus des bonnes performances du modèle montrant la pertinence de l'HSI pour cette étude, les résultats ont permis de mettre en avant la forte hétérogénéité des échantillons, comme le montre la Figure 2.

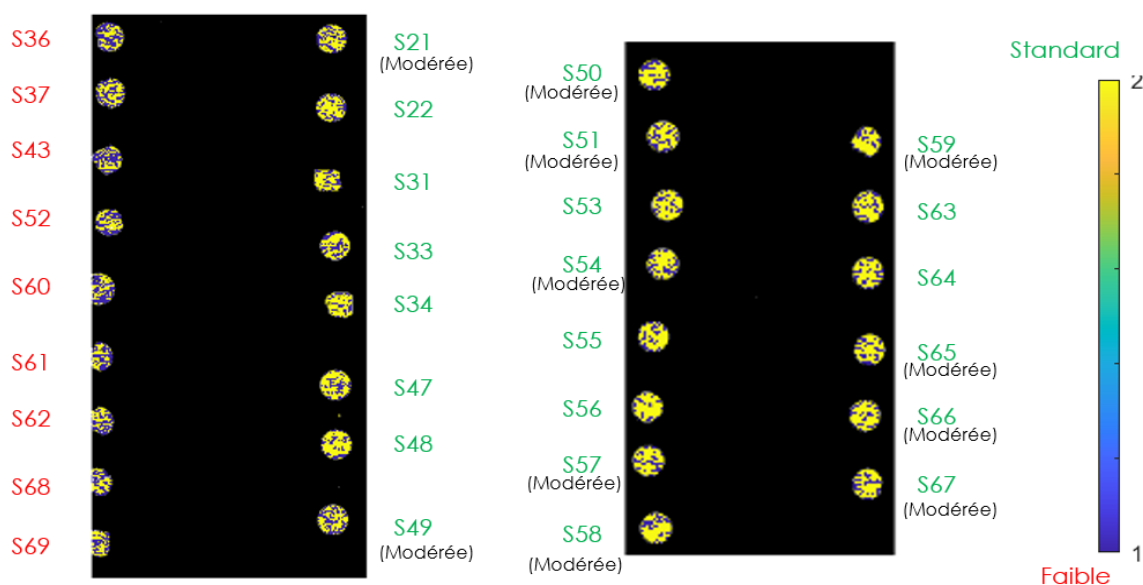


Figure 2: Hétérogénéité des échantillons de biomasses prétraitées mise en avant par HSI et PLS-DA

Posters

Effect of the sensors on calibrations for wood density in benchtop and portable NIR equipment

Dayane Targino de Medeiros¹, Felipe Gomes Batista¹, Paulo Ricardo Gherardi Hein¹, Adriano Reis Prazeres Mascarenhas², Gilles Chaix³

¹Federal University of Lavras (dayanemedeiost@gmail.com, felipejp.gomes@gmail.com, paulo.hein@ufla.br),

²Federal University of Rondônia (adriano.mascarenhas@unir.br),

³CIRAD - UMR AGAP Institute, Montpellier, France (gilles.chaix@cirad.fr)

1. CONTEXT

Forestry industries seek practical, fast and effective technologies to optimize production processes, since conventional methods for determining wood properties are time-consuming and expensive. For this reason, the use of technologies for wood selection and monitoring is an alternative to increase the quality control of raw materials and products. Near infrared spectroscopy (NIR) has been used in the forestry sector because it is non-destructive, reliable and provides real-time responses.

In general, wood density correlates with NIR spectra and promising models have been developed. However, it is necessary to analyze the predictive capacity of models generated from benchtop and portable equipment. In this context, the objective of the study was to evaluate the effect of NIR sensors on models' predictive capacity for basic density from portable and stationary equipment.

2. MATERIAL AND METHODS

2.1 Sampling: artisanal chips with a nominal dimension of 30 x 30 x 20 mm (length, width and thickness) in the radial direction of the wood were produced using a chisel. Density was determined by the relationship between mass and volume of each chip (determined by immersion).

2.2 Spectral acquisition: The spectra were collected directly on the chip surface using benchtop and portable NIR instruments:

Benchtop NIR: The benchtop instrument was a Fourier transform (FT) NIR spectrometer (MPA, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Germany) with its software OPUS v. 7.0. The spectra were recorded by diffuse reflection from the integration sphere. The spectral range used for the calculations was 1112–2500 nm (9000–4000 cm^{-1}) with a resolution of 8 cm^{-1} , resulting in 1300 spectral variables. Sixteen (16) scans were performed on each wood chip, and then the averages were calculated and compared with the standard to obtain the absorption spectrum of the specimen. Background compensation was performed every 10 min of spectral acquisition and the light leaking from the MPA window was protected.

Portable NIR: The portable instrument was an On-site MicroNIR (Viavi Solutions Inc., CA, United States); it was directly set in reflectance mode on the surface of the wood chip. The acquisition range was from 950 to 1650 nm (10526–6060 cm^{-1}) with a resolution of 5.6 nm, with the generation of 125

spectral variables. Each spectrum had an average of 16 scans. Using the point-and-shoot technique, a dark scan and a reference scan were performed approximately every 10 min, and the data was collected using the software SpectralSoft Solutions (Viavi Solutions Inc., CA, USA).

2.3 Data analysis: The spectral information was analyzed by multivariate statistics in its original form. The Unscrambler v.9.7 software was used to perform Partial Least Squares Regression (PLS-R) analysis. Wood density prediction models were developed by leave-one-out (LOO) cross-validation and independent validation (Test set) with 8 latent variables. For the Test set the selection of the number of validation spectra was carried out using the Random method. The standard deviation to performance ratio (RPD) was obtained by the relationship between the standard deviation of values determined in the laboratory and the standard error of independent validation.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The statistics of the models developed to predict the basic density of wood showed satisfactory coefficients of determination for the two NIR sensors (Table 1). In cross-validation, the portable equipment obtained a higher value than the bench-top one, however, in the independent validation the result was opposite, but for both sensors there was a reduction in the prediction values. According to Pasquini (2003), independent validation is more suitable for generating models with more realistic results.

Table 1. Statistics of PLS-R models for predicting density in wood chips (kg/m³) from benchtop and portable NIR equipment.

Sensor	R ² c	RMSEc	R ² cv	RMSEcv	R ² p	RMSEp	RPD
Benchtop	0.783	41.1	0.754	44.2	0.731	37.5	2.36
Portable	0.776	42.5	0.761	44.2	0.698	53.5	1.65

The standard deviation performance ratio (RPD) was higher for the benchtop device, with a value of 2.36. However, the portable equipment met the requirements indicated in the literature, obtaining more than 1.5, according to Schimleck et al. (2003). In the study by Costa et al. (2018), models for predicting wood density on the radial surface were also evaluated and found R²cv = 0.78 and R²p = 0.76 with a bench sensor, results close to those of the present study.

The results demonstrated that the influence of the type of sensor was incipient on the performance of the models, but the benchtop equipment was the most recommended, however the practicality of the portable equipment associated with the robustness of the results makes its use relevant.

4. FINAL CONSIDERATIONS

The performance of the two NIR sensors was satisfactory for predicting wood density. The difference in the statistical parameters of the models depending on the type of equipment was low, although the most robust model was developed with banking equipment. New studies using portable equipment are recommended for new applications in the forestry sector.

REFERENCE

1. Costa, E. V. S.; Rocha, M. F. V.; Hein, P. R. G.; Amaral, E. A.; Santos, L. M. Influence of spectral acquisition technique and wood anisotropy on the statistics of predictive near infrared-based models for wood density. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, v. 26, n. 2, p. 106-116, 2018. <https://doi.org/10.1177/0967033518757070>
2. Pasquini, C. Near infrared spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. *Journal of the Brazilian chemical society*, v. 14, p. 198-219, 2003.
3. Schimleck, L. R.; Doran, J. C.; Rimbawanto, A. Near infrared spectroscopy for cost effective screening of foliar oil characteristics in a *Melaleuca cajuputi* breeding population. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 51, n. 9, p. 2433-2437, 2003.

Pertinence de la Spectrométrie Proche InfraRouge pour le raisonnement de la fertilisation de la canne à sucre ?

¹ Géraud MOUSSARD, ¹ Laurent THURIES, ¹ Antoine VERSINI, ¹ Cécile NOBILE

¹CIRAD Réunion / UPR 78 « Recyclage et Risque », 97490 Sainte-Clotilde – France

Email : geraud.moussard@cirad.fr

Mots-clefs : spectroscopie proche infrarouge, sols tropicaux, fertilisation, canne à sucre, OAD

Le raisonnement de la fertilisation de la canne à sucre repose en grande partie sur les analyses de sol. A la Réunion, un OAD (Outil d'aide A la Décision), SERDAF, permet d'obtenir une préconisation en fertilisation (N, P, K, chaulage). Ce conseil est basé sur plusieurs paramètres, dont l'analyse de sol, le type de sol déterminé par sa localisation GPS, le type de culture ainsi que les rendements visés.

Les analyses de sol effectués au laboratoire du CIRAD à la Réunion son coûteuses et l'obtention des résultats peut être long.

Depuis 2009, nous avons pu acquérir les spectres de plus de dix mille sols canniers ainsi que les analyses de laboratoire associées. Cette base de données conséquente et représentative de la variété des sols réunionnais nous a permis d'élaborer des modèles prédictifs de plusieurs paramètres d'intérêt : N, P, K, pH, CEC. Le modèle PLS « LOCAL » est celui qui nous a donné les meilleurs résultats. Si les résultats sont satisfaisants pour N ($r^2=0.94$), ils sont moyens pour CEC et pH (respectivement 0.87 et 0.79) et mauvais pour P ($r^2=0.43$) et K ($r^2=0.47$).

Au-delà de la mesure de l'incertitude de nos modèles prédictifs, nous voulions mesurer la capacité de la SPIR à fournir un conseil en fertilisation pertinent. Nous avons donc comparé les sorties de SERDAF en utilisant les valeurs mesurées au laboratoire ou les sorties des modèles SPIR.

La SPIR permet d'obtenir des préconisations de chaulage et de fertilisation en Azote (N) acceptables avec environ 70% des échantillons proches ($\pm 15\%$) des préconisations issues des valeurs de laboratoire. En revanche, les préconisations pour P et K sont insatisfaisantes avec respectivement 55% et 45% de similitude avec les conseils basés sur les mesures de laboratoire.

Malgré une base de données de sols tropicaux conséquente et présentant une large gamme de valeurs dans chacun des paramètres, la SPIR ne permet pas d'être suffisamment précise pour alimenter un OAD de conseil en fertilisation tel que SERDAF. En effet les écarts de préconisations, principalement pour P, et K mais aussi N dans une moindre mesure pourrait conduire à des pertes de rendement ou à une sur-fertilisation coûteuse et potentiellement néfaste à l'environnement.

Jchemo: Chemometrics and machine learning on high-dimensional data with Julia

Matthieu LESNOFF

¹UMR SELMET, CIRAD, 34398 Montpellier – France
Email : Matthieu.lesnoff@cirad.fr

Mots-clefs : *Chimiométrie, Machine learning, Package, Langage Julia*

Julia (<https://julialang.org>) is a programming language designed for high performance. It is an open source project made available under the MIT license. The language tries to tackle the “two-language problem” referring to the fact that many scientific codes are prototyped in a slow but flexible language (to test an idea quickly) but then have to be moved to a faster (e.g. C++) but less flexible language for practical applications. Julia allows fast computations with simple and easily readable coding. Works on Julia began in 2009. Julia's syntax is now considered stable, since version 1.0 in 2018 (actual version Jan 2024: 1.10.0), with many registered available packages and a very active users' forum (<https://discourse.julialang.org>).

The proposed poster will present Jchemo [1] (<https://github.com/mlesnoff/Jchemo.jl>), a Julia package (tool-box) dedicated to chemometrics and machine learning in general. **Why did I decide to switch in 2021 from the language R to Julia** for my chemometrics works? Trying to run a PLSR (25 LVs) with $n = 1e6$ samples and $p = 500$ variables with my function crashed systematically my R working sessions (with a I9 Intel processor). With the same computer and function written in Julia, the computation took 8 seconds. **Why did I choose Julia compared to Matlab?** Since Julia is free.

Jchemo was initially dedicated to partial least squares regression (PLSR) and discrimination (PLSDA) models and their extensions, in particular locally weighted PLS models (kNN-LWPLS-R & -DA). The package has then been expanded to various dimension reduction and regression and discrimination models.

Beside usual chemometrics methods (signal preprocessing, PCA, PLS etc.), multi-block methods are available, for dimension reduction (e.g. MBPCA, ComDim, rCCA, etc.) and regression/discrimination (MBPLS, ROSAPLS, SOPLS, etc.) models. Various ridge and sparse models are proposed, as many nonlinear models useful for heterogeneous data (kernels, kNN, RF, SVM). The syntax of Jchemo is very consistent between all the functions and can, therefore, be learned and used by non-specialists of programming.

[1] M. Lesnoff. Jchemo: Chemometrics and machine learning on high-dimensional data with Julia. 2021, <https://github.com/mlesnoff/Jchemo>. UMR SELMET, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Institut Agro, Montpellier, France

Phénotypage NIRS des teneurs et de la composition en isoflavones des cotylédons et de l'axe embryonnaire de la graine de soja

¹² Jean BRUSTEL, ³ Cécile LEVASSEUR-GARCIA, ¹ Monique BERGER, ² Patrice JEANSON, ¹ Jean DAYDE

¹ INP-PURPAN, PHYSIOLOGIE PATHOLOGIE ET GENETIQUE VEGETALES (PPGV), 31076 Toulouse – France

² LIDEA FRANCE, 31700 Mondonville, France

³ INRAE INPT, INP-PURPAN, LABORATOIRE DE CHIMIE AGRO-INDUSTRIELLE (LCA), 31076 Toulouse – France

Email : jean.brustel@gmail.com

Mots-clefs : Phénotypage, NIRS, Soja, Isoflavones, Artificial Neuronal Network

Les isoflavones du soja ont des propriétés œstrogéniques et leurs caractérisations représentent un enjeu pour l'avenir de la sélection variétale. Le phénotypage haut débit de la teneur totale dans les cotylédons grâce aux spectres NIRS est suffisamment performant pour screener des lots en routine. L'axe embryonnaire est écarté pour la consommation humaine mais représente environ 30% des isoflavones de la graine malgré sa petite taille (2% du poids de la graine). Déterminer la teneur et la composition en isoflavones des cotylédons séparément de l'axe embryonnaire permettrait de satisfaire les besoins du secteur alimentaire, tout en préservant la qualité germinative de la semence de soja. Dans cette étude, les spectres proche infrarouge de 653 échantillons de graines entières de soja (67 génotypes, 16 lieux et années de culture) ont été collectés (Brucker MPA, réflectance mode, 12,500 to 3600 cm^{-1} avec un pas de 0.25 nm, triplicats analytiques). Les spectres sont prétraités avec un lissage par moyenne glissante suivi d'une transformation SNV et de 2 detrends. La teneur totale en isoflavones (équivalent aglycone) et les pourcentages de Daidzéine et Génistéine ont été déterminés dans les cotylédons par quantification HPLC après extraction méthanol : eau (80 : 20) des cotylédons broyés. De plus, pour 260 de ces échantillons, la teneur totale et les pourcentages de Daidzéine et Glycitéine ont été mesurés sur les axes embryonnaires. Le set de validation externe est défini par échantillonnage Kennard Stone et représente 15% du pool d'échantillons. La régression est menée via réseau de neurones artificiels (ANN) supporté par l'extreme learning machine du package elmNMRcpp de R. Le choix du nombre de neurones est déterminé par le critère d'Akaike. La teneur en isoflavones de l'axe embryonnaire n'a pas pu être aussi bien prédite que celle du cotylédon avec cette méthode (R^2 et RPD respectifs en validation externe 0.83/2.43 et 0.53/1.44). En revanche, la composition des isoflavones des deux sous-parties de la graine a été aussi bien prédite avec des performances prometteuses malgré la différence du nombre d'échantillons les représentants (R^2 et RPD respectifs en validation externe pour le pourcentage de Daidzéine et de Génistéine des cotylédons, et pour le pourcentage de Daidzéine et Glycitéine des axes embryonnaires 0.80/2.26, 0.80/2.23, 0.82/2.21 et 0.79/2.10). Avec ce modèle, screener la teneur totale des cotylédons, ainsi que la composition en isoflavones dans les deux compartiments de la graine, constitue dès aujourd'hui un moyen de contrôle efficace des isoflavones dans l'alimentation, tout en garantissant la qualité germinative des semences produites.

Fine tuning for distance-based classification: what pretreatments for which distance metrics? Case study on NIR imaging of recyclable materials

Ana HERRERO-LANGREO¹, Nazan ALTUN¹, Aoife A. GOWEN¹

¹ SCHOOL OF BIOSYSTEMS AND FOOD ENGINEERING, UNIVERSITY COLLEGE DUBLIN, D04V1W8, Dublin – Ireland

Email : ana.herrero-langreo@ucd.ie

Mots-clefs : Hyperspectral, pretreatments, distance, classification, NIR, multiplicative, additive

Spectral pre-treatments are an essential step in the analysis of hyperspectral images. Compared to point spectroscopy, the spectral signal in imaging applications can be greatly affected by environmental conditions, object morphology and other factors that may vary from pixel to pixel within the same image, particularly in field or industrial settings. Spectral pretreatments are generally required in this context to minimize these effects and enhance the spectral signal of interest. At the same time, recent technology development has prompted the popularization of hyperspectral imaging systems for non-expert users. Most hyperspectral imaging systems incorporate exploratory software that allows to inspect the acquired images and provides a first approximation to object discrimination in real time or with minimal data processing by the user. Because of its simplicity and computational efficiency, distance-based classification is generally used for this purpose. Little attention is given in this context to the type of pretreatment or distance metric being used, and even less to the effect of the combination of distance metric and spectral pretreatment.

This work aims to explore this issue by testing different pre-treatments and their effect on the distance-based classification of 5 types of recyclable materials: cardboard, HDPE, PS, PET and PP. Hyperspectral images were acquired on the infrared range (943 - 1643 nm). Multiplicative scaling (SNV) and derivatives are tested as pretreatments. Five types of distance metrics (Euclidean, Mahalanobis, cityblock and SAM and SCM) were considered.

The effects of combining different spectral pretreatments with each one of the distance metrics is explored and discussed in this work. Distance metrics based on angle or correlation provided the most robust results when used with different pretreatments, while Euclidean, Mahalanobis and Cityblock distances were greatly affected by the type of pretreatment.

This work provides a practical insight into the effects that the parameters used on distance-based classification may have on the performance of classification models. In turn, taking into account this issue might greatly improve classification performance when assessing the potential of hyperspectral imaging systems for a particular application.

Future works will study the effect of pre-treatments on distance-based classification in more complex, biological samples, i.e, food pathogenic bacteria cultures. Funding for this research was provided by Science Foundation Ireland under the investigators programme Proposal ID 15/IA/2984-HyperMicroMacro.