

Synthèse des travaux 2019 sur la spectrométrie NIR

Essais Interprofessionnels et ARTB

Rappel

Il est rappelé les travaux interprofessionnels importants réalisés au début des années 2000 qui avaient montré que s'il était relativement facile de construire un modèle de prédiction qui fonctionne à l'instant « t », il était impossible de construire un modèle qui demeure durablement valable (au sein d'une même campagne, et d'une campagne à l'autre) avec l'exigence de précision qui avait été définie. Il était donc nécessaire de réajuster le modèle (et le contrôler) en permanence. De plus les résultats variaient d'un appareil de mesure à l'autre sans possibilité simple d'étalonner les appareils comme on le fait avec le quartz pour les polarimètres. Cela avait conduit à l'abandon du projet.

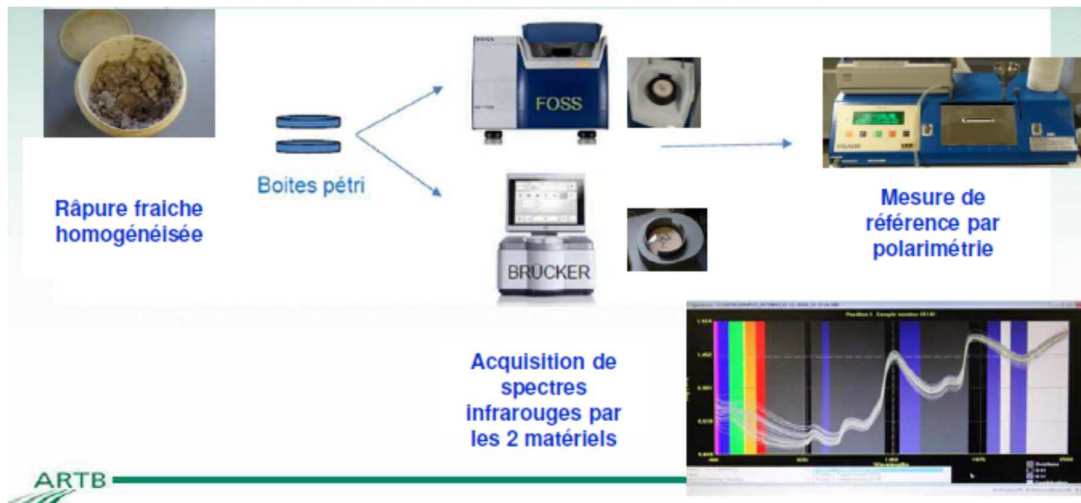
Par rapport à cette époque, les spectromètres actuels sont mieux standardisés et capables de s'auto-étalonner, ce qui devrait conduire à des écarts de résultats entre appareils plus faibles, et de ce fait à des résultats améliorés par rapport à ceux obtenus au début des années 2000.

Résultats obtenus

Des essais interprofessionnels (ARTB, SNFS, Tereos) ont été repris avec le concours de l'IRSTEA pour l'exploitation des données et le développement des modèles mathématiques de prédiction de la richesse.

Campagne 2016-17

Une première campagne d'expérimentation a été menée pendant la campagne betteravière 2016-17, avec des **spectromètres de laboratoire** (FOSS modèle DS2500 et BRUKER modèle Tango), les mesures étant réalisées sur des échantillons de râpüre homogénéisée d'environ 90g, le faisceau NIR étant projeté sur la surface libre de la râpüre.



Cette campagne a permis de montrer le potentiel limite de la spectrométrie infrarouge sur des **échantillons spécialement sélectionnés pour être centraux**.

Avec des **spectromètres de laboratoire**,

. avec de betteraves provenant **d'une seule usine**, les SEP sont ressortis à 0.14°S avec un biais <0.04°S, soit une erreur de prédiction¹ de l'ordre de +/- 0.3°S.

. avec de betteraves provenant de **10 usines**, une SEP jusqu'à 0.25°S avec un biais important <0.11°S soit une erreur de prédiction de l'ordre de +/- 0.6°S.

Ces prédictions ne sont pas au niveau de la limite communément admise de +/- 0,2°S.

D'autre part, un pourcentage très important de râpures n'a pas pu être mesuré : jusqu'à 22% avec de betteraves provenant d'une seule usine et jusqu'à 37% avec de betteraves provenant de 10 usines, ce qui ne paraît pas inacceptable dans une perspective d'achat en conditions industrielles.

Le tableau ci-dessous résume ces résultats

Comparaison de spectromètres de laboratoire

		lieu/ année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/ année
App. de Labo: DS2500	Foss	Attin 2016	PLS Irstea	1705	12%	0,09	-0,03	0,14	+ / - 0,30	2017-L1_2 25/07/17
App. de Labo: Tango	Bruker	Attin 2016	PLS Irstea	1704	22%	0,08	-0,04	0,14	+ / - 0,31	2017-L1_2 25/07/17
App. de Labo: DS2500	Foss	10usi2016	PLS Irstea	1362	26%	0,08	0,11	0,25	+ / - 0,61	2017-L1_2 25/07/17
App. de Labo: Tango	Bruker	10usi2016	PLS Irstea	1362	37%	0,09	0,11	0,25	+ / - 0,60	2017-L1_2 25/07/17

10 usines 2016 = Arcis, Artenay, Bourdon, Bucy, Cagny, Connantre, Corbeille, Ertein, Escaudoeuvres, Roye

L'exploitation des résultats de l'appareil de laboratoire DS 2500 avec réseau de neurones (ANN) a permis d'obtenir une SEP très intéressante de 0.05 °S avec les betteraves provenant d'une seule usine avec un biais limité <0.01°S, soit un résultat au niveau de la mesure de référence.

Par contre avec des betteraves provenant de 10 usines, la SEP atteint jusqu'à 0.36°S avec un biais <0.05°S, soit une erreur de prédiction de l'ordre de +/- 0.8°S.

Ces prédictions sont loin de la limite communément admise de +/- 0,2°S.

Comparaison de modèles ANN / PLS avec spectromètres de laboratoire

		lieu/ année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/ année
App. de Labo: DS2500	Foss	Attin 2016	ANN Foss	3162	0%		0,00	0,05	+ / - 0,11	2017-L0 24/06/18
App. de Labo: DS2500	Foss	Attin 2016	PLS Irstea	3162	3%		-0,01	0,12	+ / - 0,24	2017-L0 24/06/18
App. de Labo: DS2500	Foss	10usi2016	ANN Foss	1362	0%		-0,05	0,36	+ / - 0,78	2017-L1_2_b 23/11/17
App. de Labo: DS2500	Foss	10usi2016	PLS Irstea	1362	37%		0,13	0,40	+ / - 0,93	2017-L1_2_b 23/11/17

10 usines 2016 = Arcis, Artenay, Bourdon, Bucy, Cagny, Connantre, Corbeille, Ertein, Escaudoeuvres, Roye

Campagne 2017-18

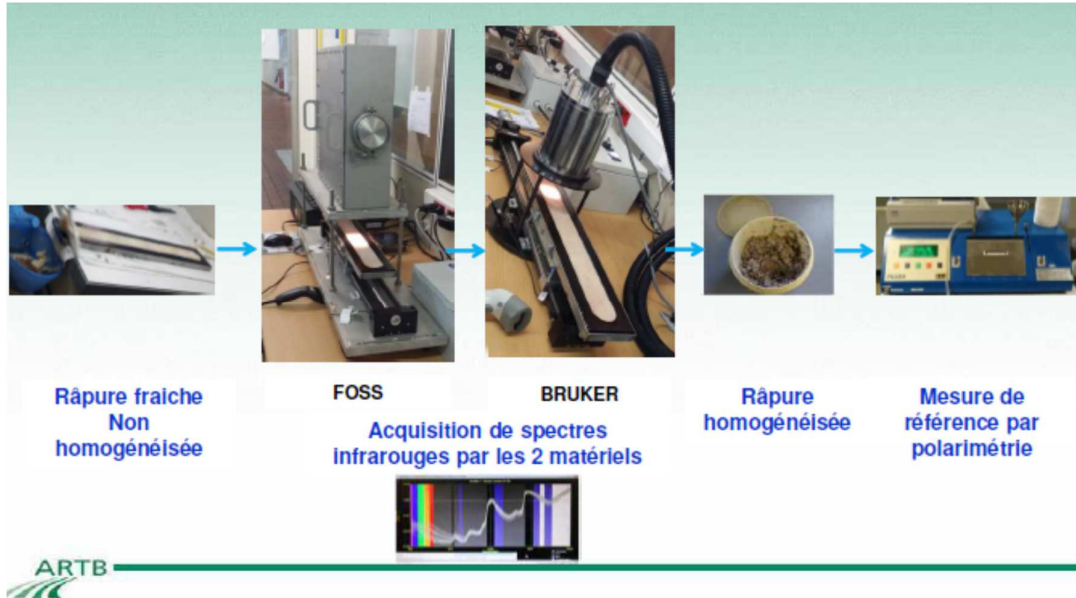
Une seconde campagne d'expérimentation a été menée lors la campagne betteravière 2017-18, avec des « **spectromètres de mesure en ligne de fabrication** » (FOSS modèle Profoss et BRUKER modèle Matrix).

Les spectromètres de mesure en ligne de fabrication, bien que moins précis (pour tenter de compenser il est prévu de réaliser la mesure sur une quantité de râpures plus importante), ont été

¹ l'erreur de prédiction a été prise à 2 * la SEP + valeur absolue (biais)

retenus compte tenu de leur plus grande robustesse et de leur plus grande facilité d'intégration dans un dispositif automatique d'acquisition.

Les mesures ont été réalisées sur des échantillons de râpuration non homogénéisée d'environ 300g, le faisceau NIR étant projeté sur la surface libre de la râpuration.



Avec des **spectromètres de ligne de fabrication**, sur des betteraves provenant **d'une seule usine**,
 . avec un modèle ANN, les SEP sont ressortis à 0.14°S avec un biais <0.07°S, soit une erreur de prédiction² de l'ordre de +/- 0.35°S.
 . avec un modèle PLS, l'erreur de prédiction est quasiment du même niveau, de l'ordre de +/- 0.31°S, mais avec 6% d'échantillons non mesurables.

Comparaison de modèles ANN / PLS avec spectromètres de ligne de fabrication

	lieu année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/année
App. de Ligne: Profoss	Foss	Attin 2017	ANN Foss	4286	0%	-0,07	0,14	+ / - 0,35	2017-10 24/06/18
App. de Ligne: Profoss	Foss	Attin 2017	PLS Irstea	1124	6%	-0,04	0,14	+ / - 0,31	2017-10 24/06/18

Avec des échanges de betteraves entre 2 usines, la SEP atteint jusqu'à 0.19°S avec un biais jusqu'à 0.06°S, l'erreur de prédiction ressort de l'ordre de +/- 0.4°S, et avec jusqu'à 40% d'échantillons non mesurables, voir tableau ci-dessous.

Spectromètres de ligne de fabrication - comparaison entre 2 usines

	lieu année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/année
App. de Ligne: Profoss	Foss	Arcis/Attin 2017	PLS Irstea	45	40%	0,01	0,15	+ / - 0,31	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Arcis/Attin 2017	PLS Irstea	45	24%	0,01	0,19	+ / - 0,39	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Profoss	Foss	Attin/Arcis 2017	PLS Irstea	60	25%	0,00	0,13	+ / - 0,26	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Attin/Arcis 2017	PLS Irstea	45	22%	0,06	0,17	+ / - 0,40	2018_L2_1 02/05/18

² l'erreur de prédiction a été prise à 2 * la SEP + valeur absolue (biais)

En prenant en compte tous les échantillons, la SEP atteint jusqu'à 0.2°S avec un biais jusqu'à 0.07°S, l'erreur de prédiction ressort de l'ordre de +/- 0.44°S, voir tableau ci-dessous.

		lieu année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/ année
App. de Ligne: Profoss	Foss	Arcis/Attin 2017	PLS Irstea	45	0%		0,03	0,20	+ / - 0,44	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Arcis/Attin 2017	PLS Irstea	45	0%		0,00	0,17	+ / - 0,35	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Profoss	Foss	Attin/Arcis 2017	PLS Irstea	60	0%		0,06	0,17	+ / - 0,39	2018_L2_1 02/05/18
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Attin/Arcis 2017	PLS Irstea	45	0%		0,07	0,16	+ / - 0,38	2018_L2_1 02/05/18

D'autre part, ces essais ont montré une répétabilité de la mesure par spectrométrie d'environ 0.09°S, à comparer aux 0.045°S de la méthode de référence et aux 0.04°S trouvés lors des essais réalisés en 2001.

Or la répétabilité de la mesure est une des qualités attendues de la spectrométrie infrarouge.

Lors des essais réalisés en 2001 la configuration était différente, les échantillons reposaient sur une fenêtre de quartz et la mesure se faisait au travers de cette fenêtre, en 2016-17 et 2017-18 les mesures ont été faites directement sur la surface libre de la râpüre.

Campagne 2018-19

Des essais comparatifs ont été réalisés entre la mesure directe avec interface air et une mesure avec une interface verre, mais contrairement à ce qui était escompté, il n'a **pas été constaté d'amélioration de la répétabilité** de la mesure par spectrométrie NIR, voir tableau ci-dessous.

Répétabilité Air/ Quartz

		lieu année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/ année
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Attin 2019	PLS Irstea		air	0,14				2019_repet air-verre 03/04/19
App. de Ligne: Matrix	Bruker	Attin 2020	PLS Irstea		verre	0,13				2019_repet air-verre 03/04/19

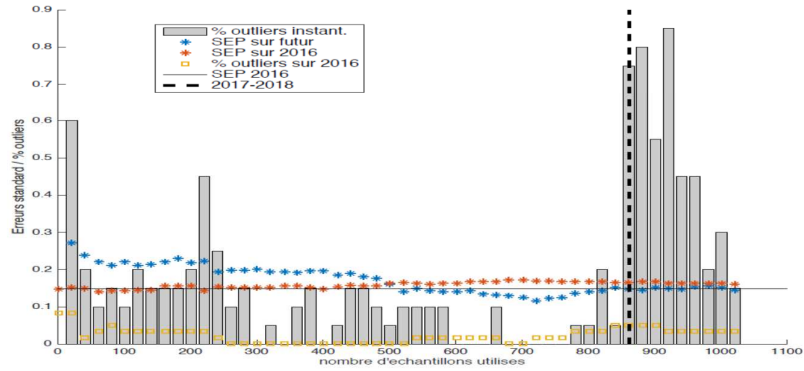
D'autre part, l'ARTB ayant réalisé des essais le même appareil sur 3 campagnes successives, des essais de transfert d'étalonnage ont pu être réalisés afin d'évaluer le nombre d'échantillons nécessaires à chaque campagne pour étalonner le modèle.

sur la base d'acquisition ARTB sur plusieurs campagnes. Ces essais montrent la nécessité d'un **minimum de 500 échantillons** pour descendre en dessous d'une erreur de prédiction de +/- 0.2 °S. D'autre part, un dispositif interprofessionnel devra être défini et mis en place afin de maîtriser toute dérive en cours de campagne.

Transfert d'étalonnage

	lieu année	modèle	effectif	% non mesurable	Répétabilité	Biais	SEP corrigé	Erreur de prédiction	livrable/ année
App. de Labo: DS2500	Foss Laon 2017 et 2018	PLS Irstea	1442						2019_transfert ARTB 27/03/19

nécessité de 500 mesures de référence au minimum pour obtenir une SEP <0,1°S



Conclusion

Les résultats obtenus apparaissent à ce stade très inférieurs à ceux de la méthode de référence par polarimétrie, notamment en ce qui concerne la répétabilité de la mesure, et ce sans prendre en compte l'effet de l'ensemble des paramètres d'influence.

Une fois la configuration stabilisée, il conviendra d'évaluer l'influence ces derniers : variabilité liée à la campagne, origine géographique des betteraves, état sanitaire des betteraves, réalisation ou non de l'opération de déterrage, présence de pétioles, variabilité entre appareils de spectrométrie, sur les résultats de la prédiction de richesse par spectrométrie NIR.