

# Application de la Spectrométrie Proche-Infrarouge à l'analyse de terre



Valérie Genot, Université de Liège, Gembloux Agro-Bio Tech  
vgenot@ulg.ac.be

Pierre Dardenne, Centre Wallon de Recherches agronomiques  
dardenne@cra.wallonie.be





# SOMMAIRE

---

Contexte

Stratégie suivie

Méthodologie et résultats

Conclusions

Remerciements



## Contexte

# Contexte

## La SPIR dans un réseau d'analyses et de conseil en analyse de terre

En Wallonie, la plupart des laboratoires d'analyse de terre sont regroupés au sein d'un réseau – ASBL REQUASUD



# Contexte

## La SPIR dans un réseau d'analyses et de conseil en analyse de terre

REQUASUD = analyses et conseils agricoles et agro-alimentaires

Objectifs du réseau:

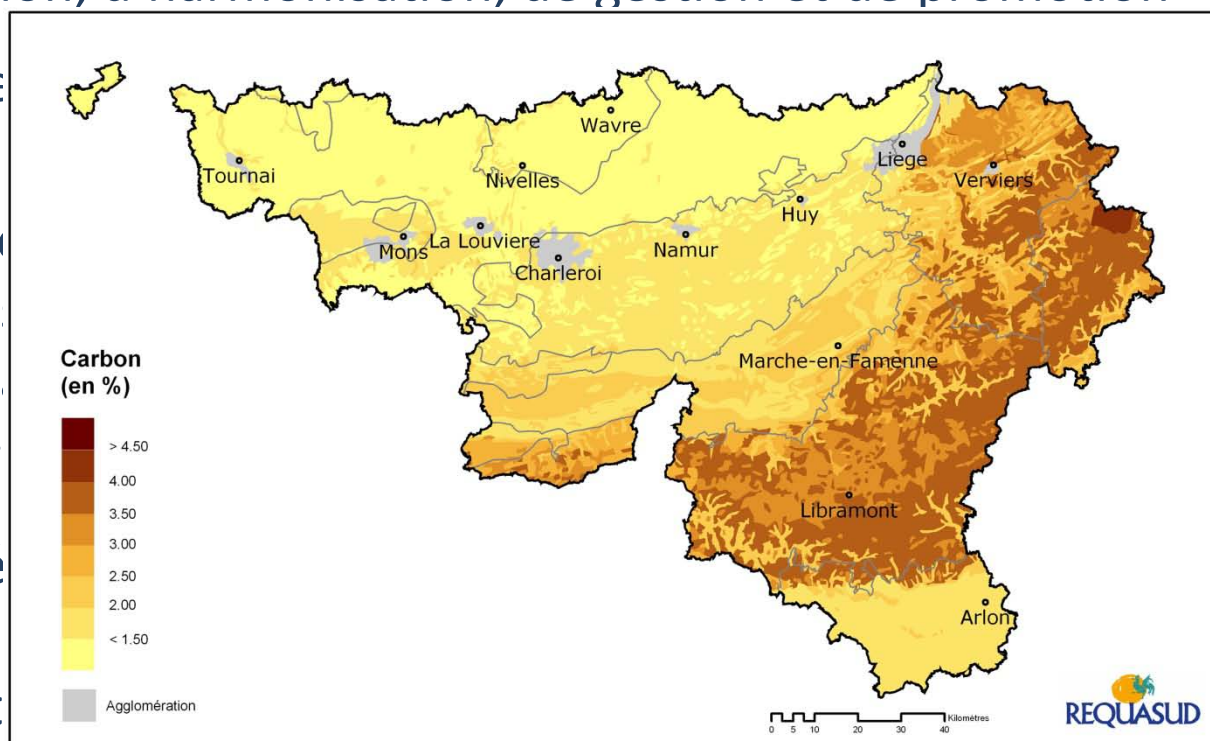
○ Actions de coordination, d'harmonisation, de gestion et de promotion

○ Garantir la **Qualité** de

- Encadrement par
- Organisation en r
- Organisation d'es
- Préparation de m

○ Garantir une **Proximi**

○ Toutes les analyses ré  
une base de données  
l'état de fertilité des t





# Contexte

## La SPIR dans un réseau d'analyses et de conseil en analyse de terre

---

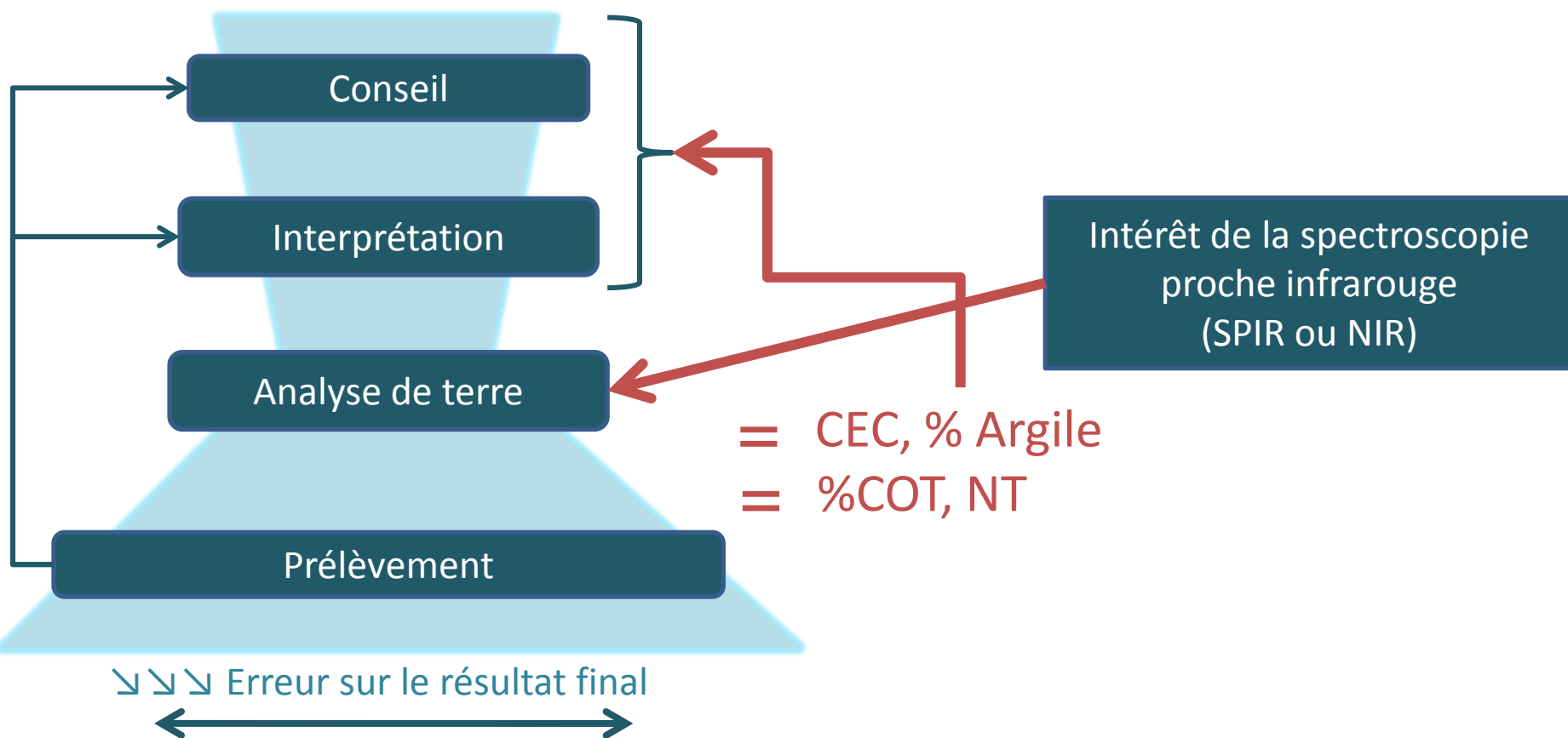
Les laboratoires d'analyse de terre sont encadrés par une institution scientifique (Unité de Science du Sol de Gembloux Agro-Bio Tech – Université de Liège).

Ses missions sont :

- Guider les laboratoires dans tous les maillons de la chaîne depuis l'échantillonnage des terres jusqu'au diagnostic agronomique et au conseil de fumure
- Garantir la qualité des analyses
- Développer de nouveaux outils permettant d'améliorer chacun des maillons menant au conseil, de manière à offrir un service de qualité aux agriculteurs

# Contexte

## La SPIR dans un réseau d'analyses et de conseil en analyse de terre



# Contexte

## La technique

Rayonnement (entre 1100 et 2500 nm)

Détecteur

Echantillon



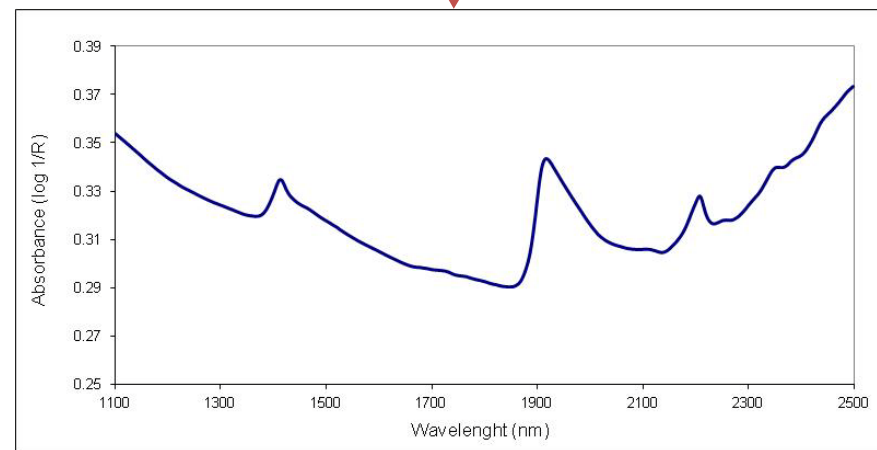
Besoin d'une phase de calibrage pour une utilisation quantitative de la réponse spectrale

XDS MasterLab™



$R(\lambda)$

Transformation en  $A = \log 1/R(\lambda)$



Spectre d'absorption = empreinte globale caractéristique de l'échantillon





# Contexte

## La technique – le sol, une matrice complexe

---

**SOL** = matrice complexe minérale et organique  $\Rightarrow$  interprétation des bandes d'absorption délicate

### Spectre influencé par

l'humidité du sol

la matière organique

la composition minérale

la texture

la teneur en carbonate de calcium

...

+

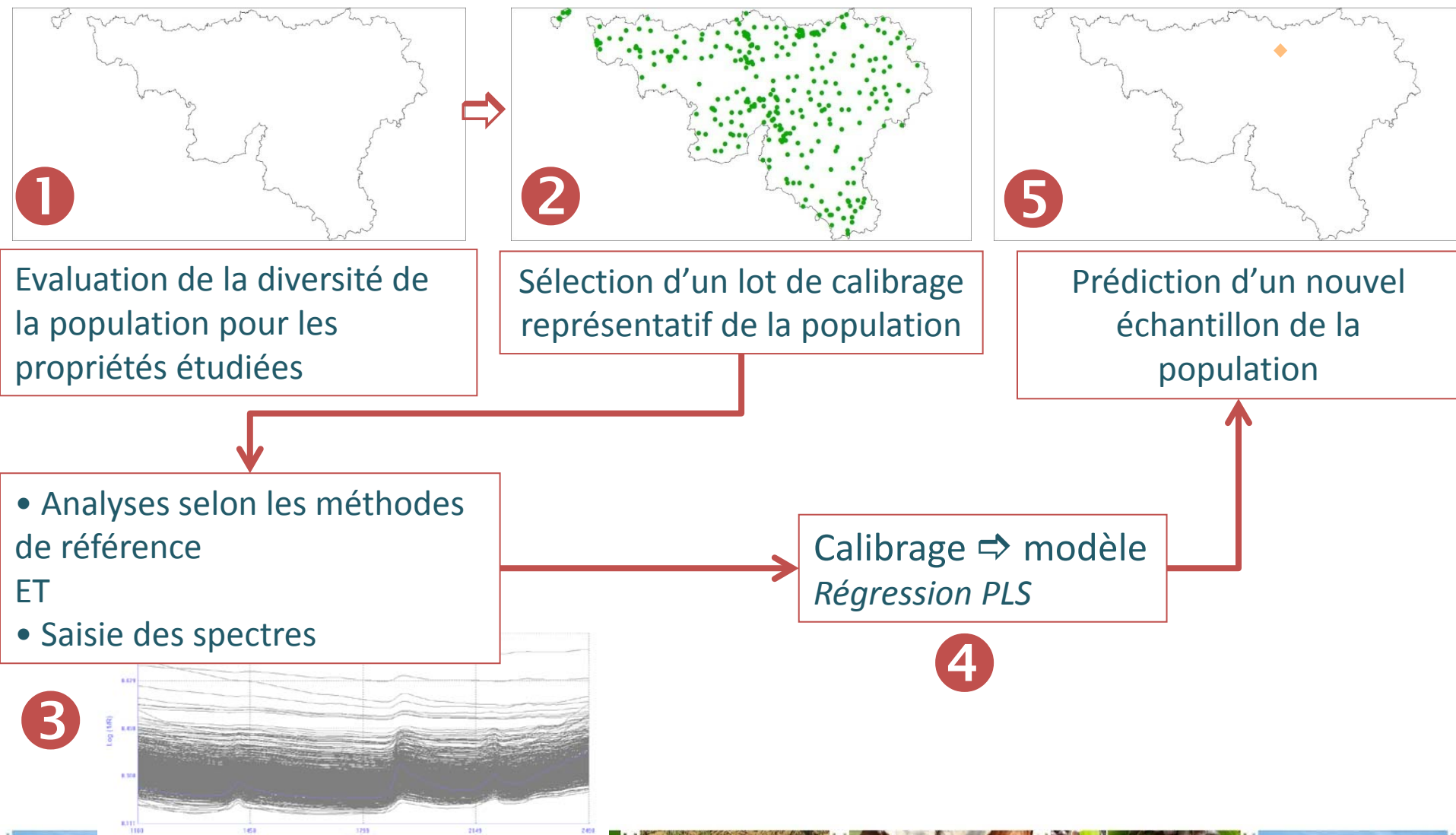
structure physique du matériel, la taille, la forme et l'arrangement des particules

$\rightarrow$

PHASE DE CALIBRAGE OBLIGATOIRE

# Contexte

## La technique – l'étape de calibrage





## Stratégies suivies



# Stratégies suivies

---

Domaine d'application : la Wallonie (Belgique méridionale)

Terres de cultures + terres de prairie, sols forestiers  
et les jardins potagers

Paramètres étudiés : Taux de carbone organique total (méthode Springer  
Klee)

Taux d'azote total (méthode Kjeldhal)

Taux d'argile (selon la méthode de l'hydromètre à  
chaîne)

Capacité d'échange cationique (selon la méthode  
Metson)



# Stratégies suivies

## Les différentes étapes identifiées

---

Méthodologie suivie pour une application en routine dans un réseau de laboratoires :

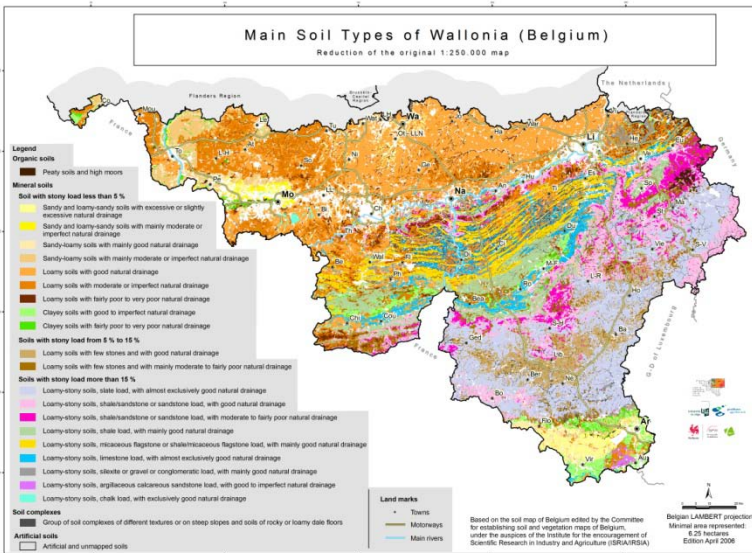
- Evaluer la diversité de la population pour les 4 paramètres étudiés
- Sélectionner un set d'échantillons de terre représentatifs
- Analyser les échantillons selon les procédures standards
- Définir une procédure de préparation des échantillons à appliquer pour la phase de calibrage et pour le travail de routine
- Scanner en double l'ensemble des échantillons selon cette procédure
- Elaborer les modèles prédictifs pour chaque paramètre (prétraitements des spectres et comparaison de modèles de prédiction)
- Evaluer la répétabilité et fidélité intermédiaire de la méthode
- Transférer la base de données et les modèles élaborés dans les différents laboratoires
- Prédiction en routine, implémentation de la base de données spectrales et amélioration en continu de la qualité des prédictions



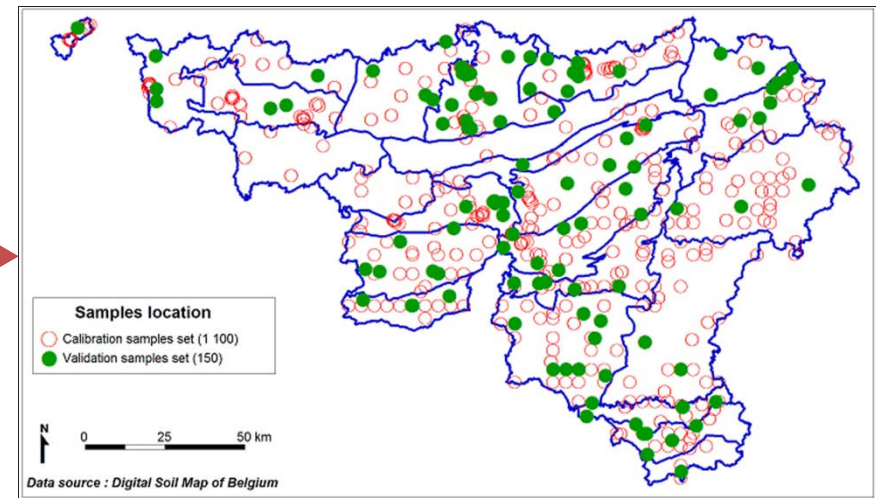
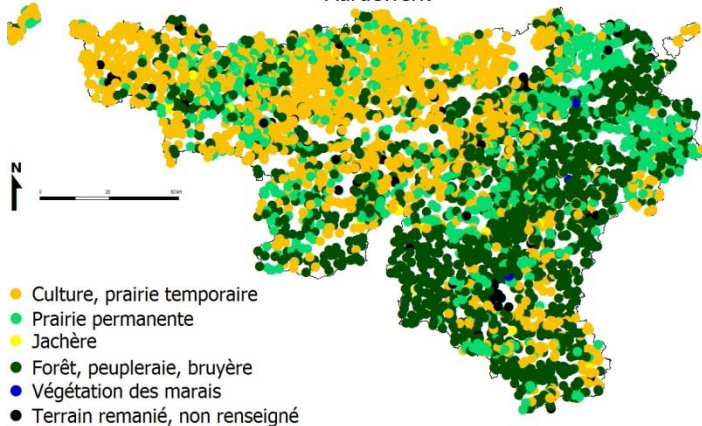
# Méthodologie et résultats

# Méthodologie et résultats

## Etapes 1 à 3 – sélection du lot d'échantillons



Répartition des points de la base de données Aardewerk

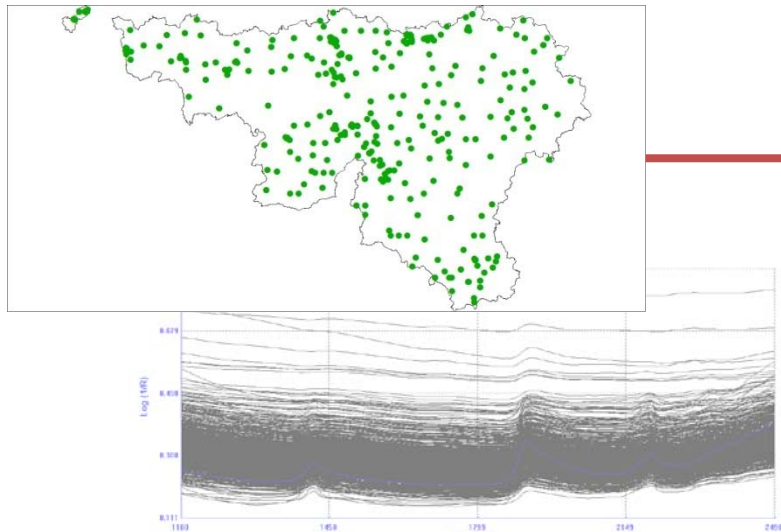


# Méthodologie et résultats

## Régression PLS global

CALIBRAGE : comparaison entre les résultats obtenus en travaillant en régression PLS global et local

Régression GLOBAL :



La totalité de la base de données  
(spectres + valeurs analytiques)

Une seule équation de régression

Prédiction d'un nouvel échantillon

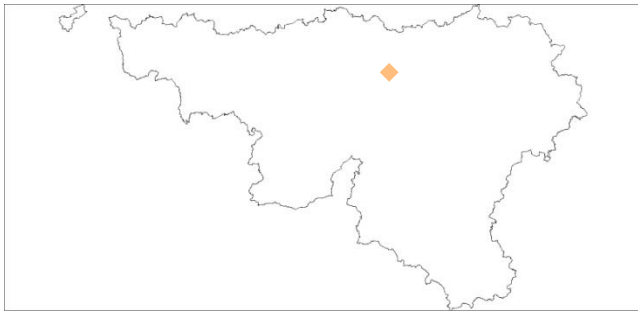




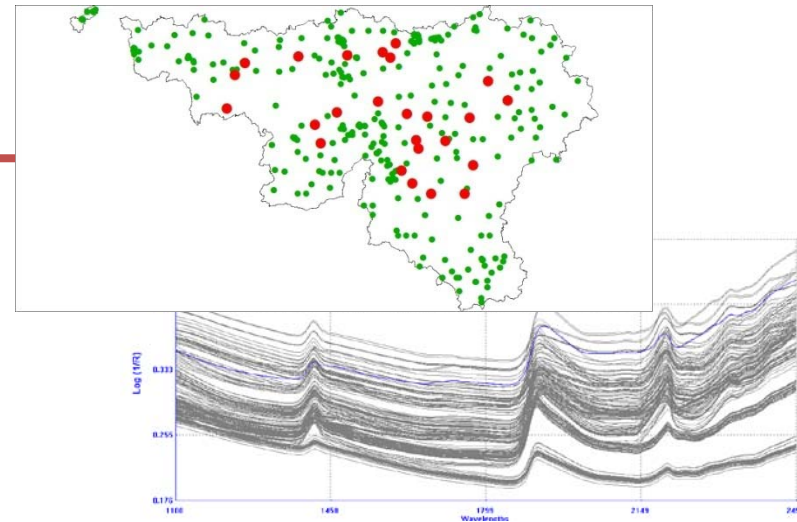
# Méthodologie et résultats

## Régression PLS local

Pour prédire un nouvel échantillon



Sélection des échantillons les plus proches dans la base de données spectrales



Elaboration d'une équation de régression avec ces échantillons sélectionnés

# Méthodologie et résultats

## Comparaison des modèles de prédiction (sur base du set de validation)

Paramètres	N = 60	Modèle global	Modèle local	
			N fixe	r <sup>2</sup> fixe à 0.99
COT (g 100 g <sup>-1</sup> )	SEP	0.50	0.20	0.13
	RPD	1.58	3.95	6.08
NT (g kg <sup>-1</sup> )	SEP	0.24	0.19	0.08
	RPD	0.83	1.05	2.5
Argile (%)	SEP	4.55	3.8	1.82
	RPD	1.04	1.24	2.60
CEC (cmol <sup>+</sup> kg <sup>-1</sup> )	SEP	3.03	2.59	1.09
	RPD	0.78	0.92	2.18

SEP : erreur standard de prédiction

RPD : ratio entre l'écart-type des échantillons et le SEP

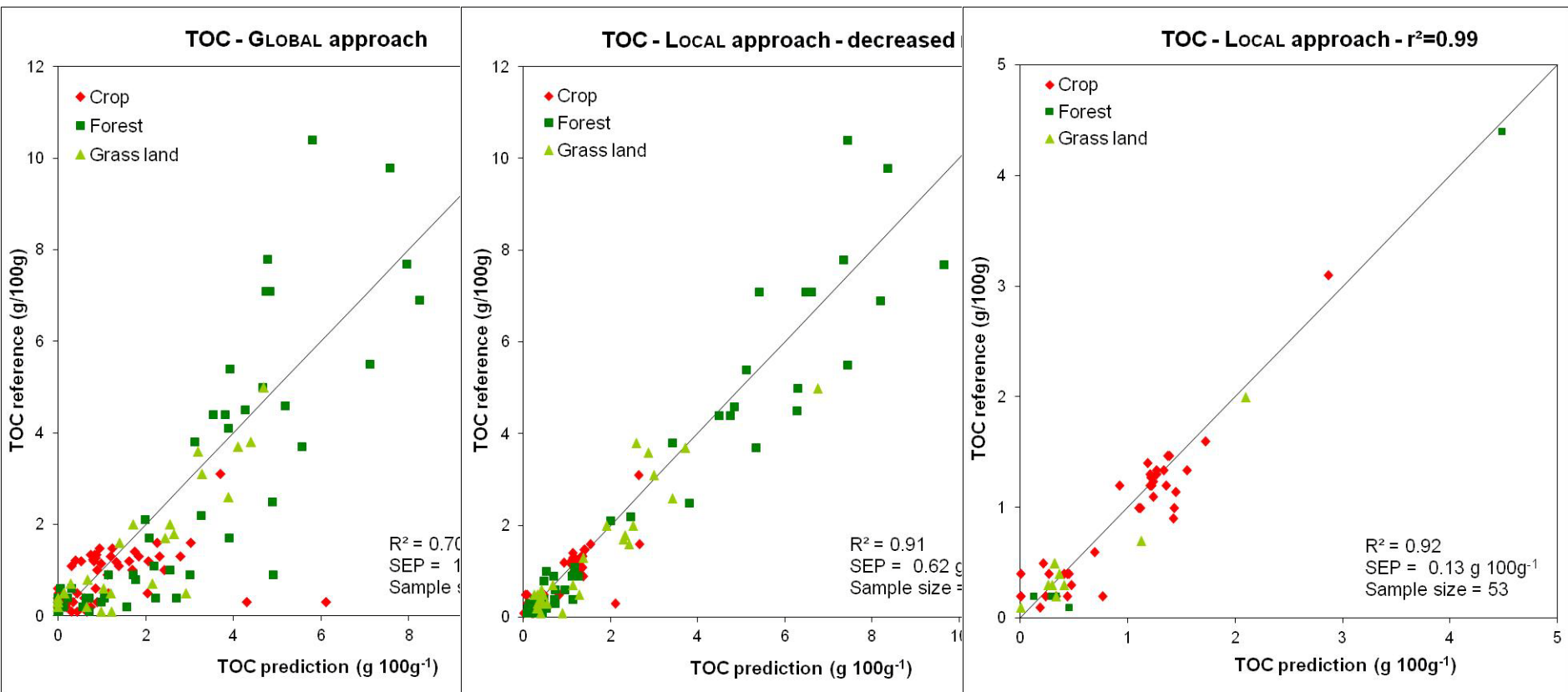
*RPD > 2 : bonne prédiction*

*1,4 < RPD < 2 : prédiction moyenne*

*RPD < 1,4 : pas de réponse dans le domaine du proche infrarouge*

# Méthodologie et résultats

## Comparaison des modèles de prédiction (sur base du set de validation)



# Méthodologie et résultats

## Evaluation de la répétabilité et fidélité intermédiaire

1 laboratoire

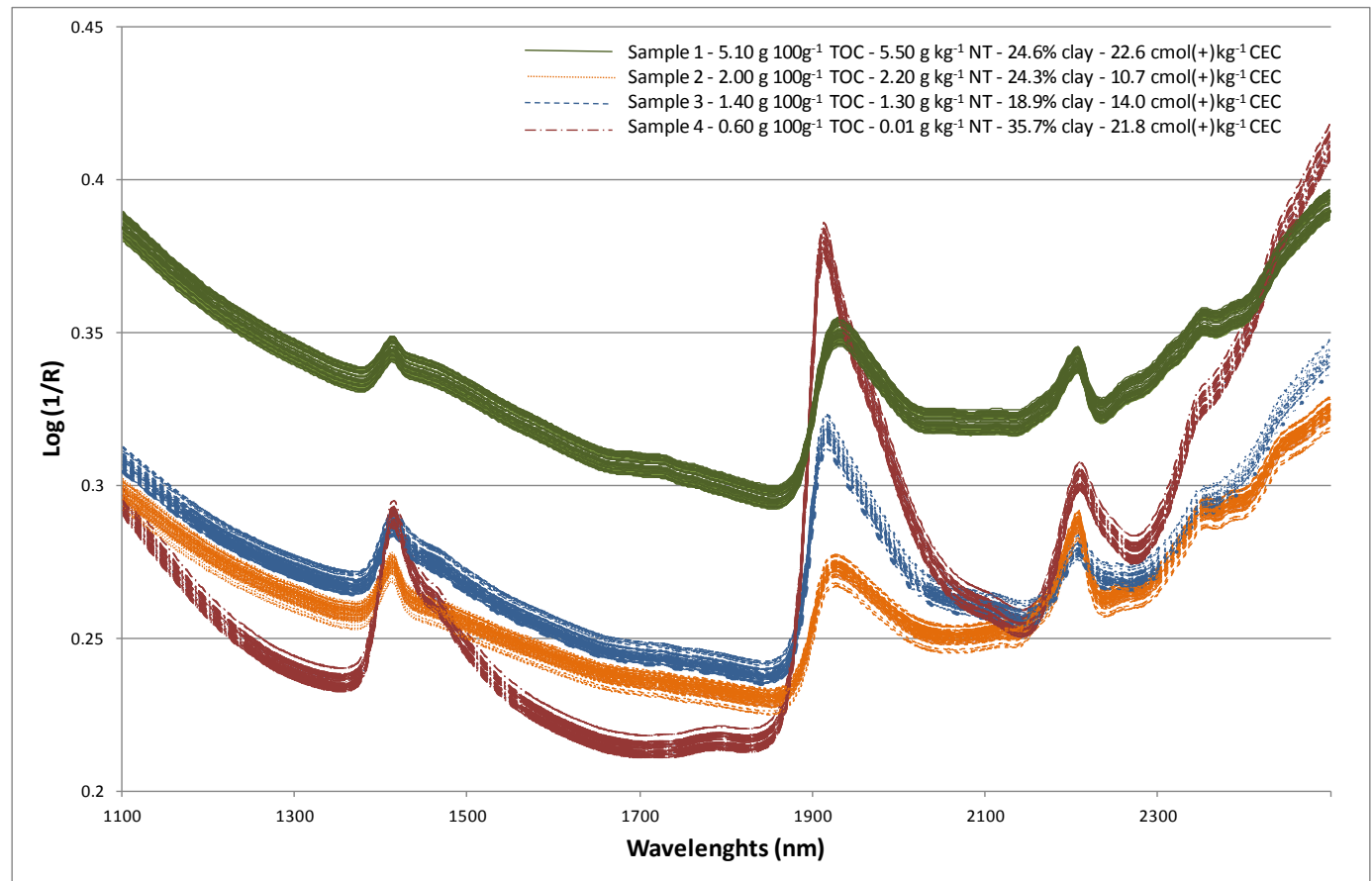
3 pas de temps

2 manipulateurs

4 échantillons

4 prises d'essai

3 répétitions

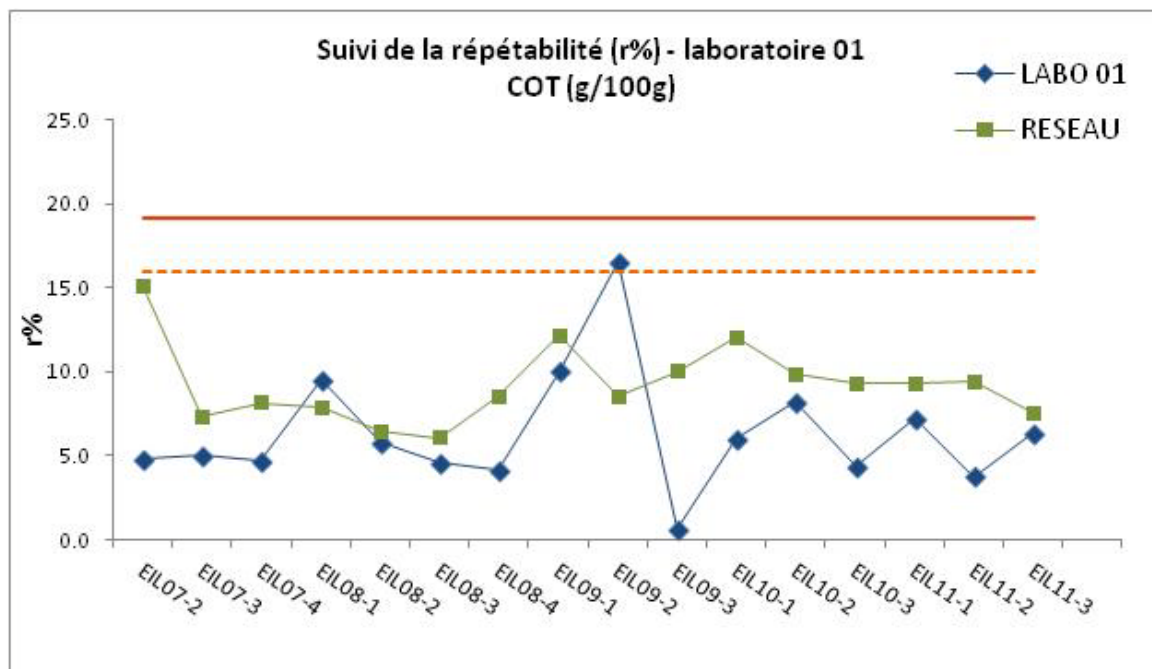


# Résultats

## Etude de la répétabilité et fidélité intermédiaire

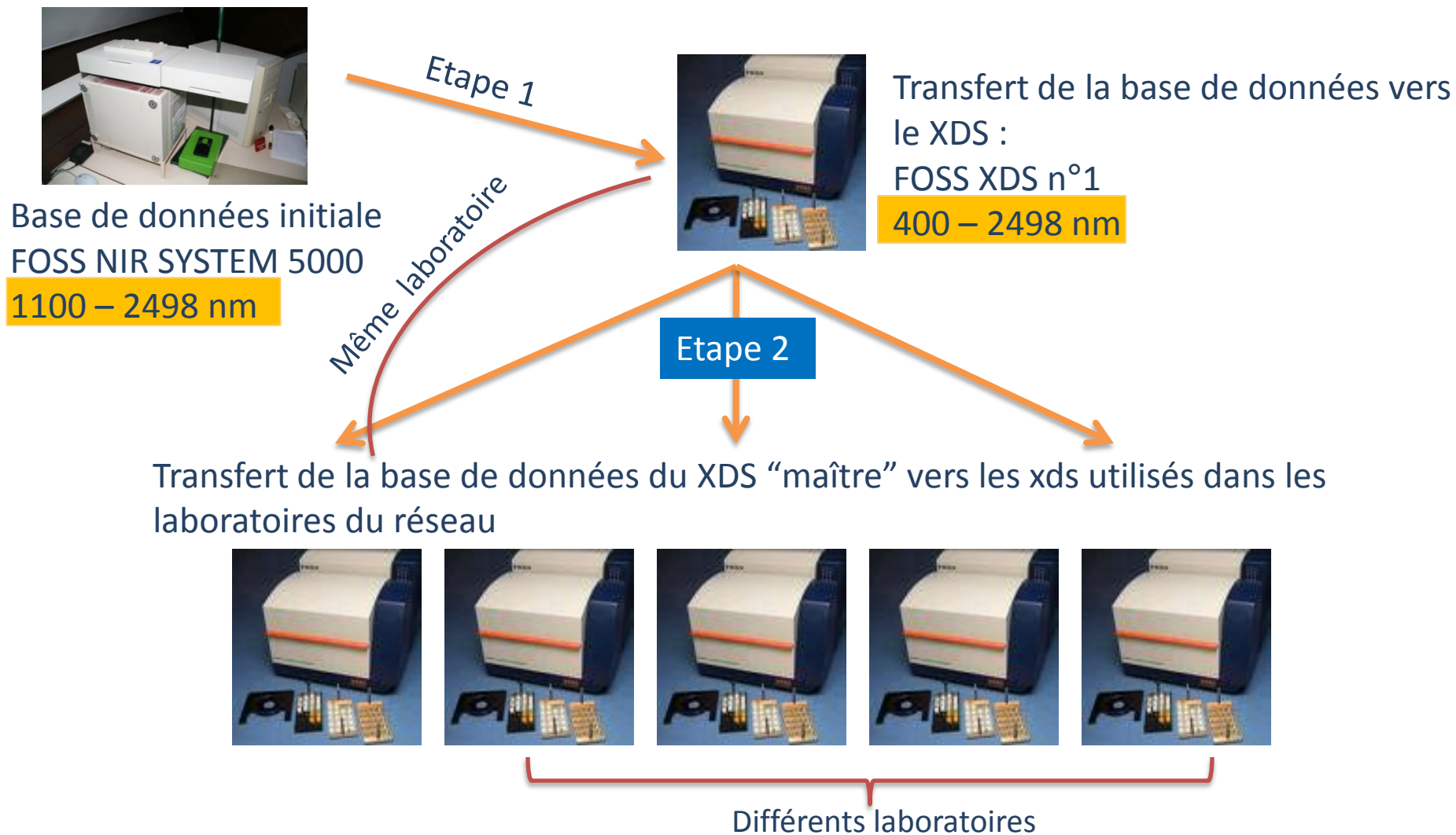
Paramètres	sr SPIR	r (%) SPIR	r(%) réf	sR SPIR	R (%) SPIR
COT (g 100g <sup>-1</sup> )	0.001	4.5 %	6.5 % <sup>1</sup>	0.008	10.6 %
NT (g kg <sup>-1</sup> )	0.002	4.3 %	7 - 17 % <sup>1</sup>	0.005	7.3 %
Argile (%)	0.83	9.7 %	8.0 % <sup>2</sup>	1.82	21.3 %
CEC (cmol(+) kg <sup>-1</sup> )	0.19	6.9 %	8.0 % <sup>2</sup>	0.81	14.1 %

1. Selon normes
2. A GxABT



# Méthodologie et résultats

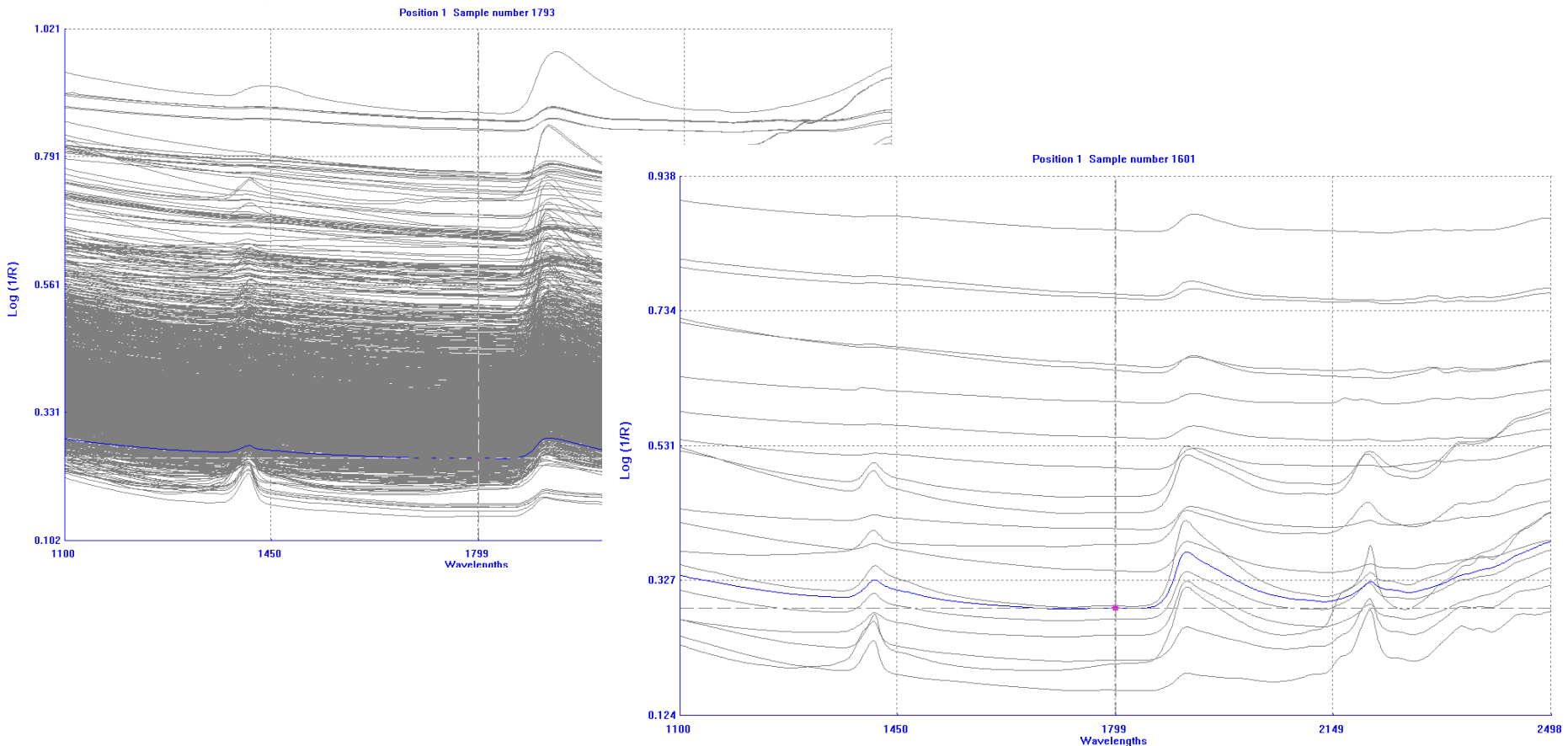
## Transfert de la base de données du FOSS 5000 vers les XDS



# Méthodologie et résultats

## Transfert de la base de données du FOSS 5000 vers XDS

Sélection de 20 échantillons couvrant la gamme de réflectance des différents spectres disponibles dans la base de données

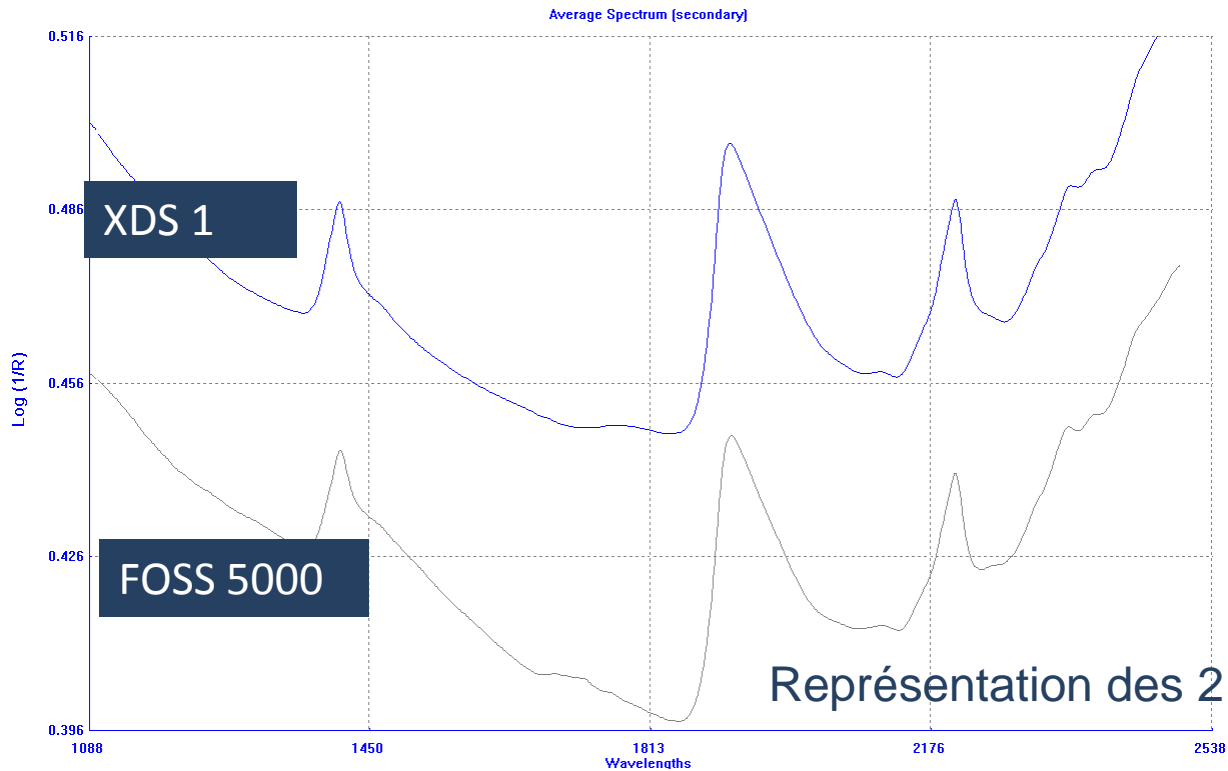


# Méthodologie et résultats

## Transfert de la base de données du FOSS 5000 vers XDS

Passage des 20 échantillons sur les 2 spectrophotomètres

Les pics sont positionnés au mêmes longueurs d'onde



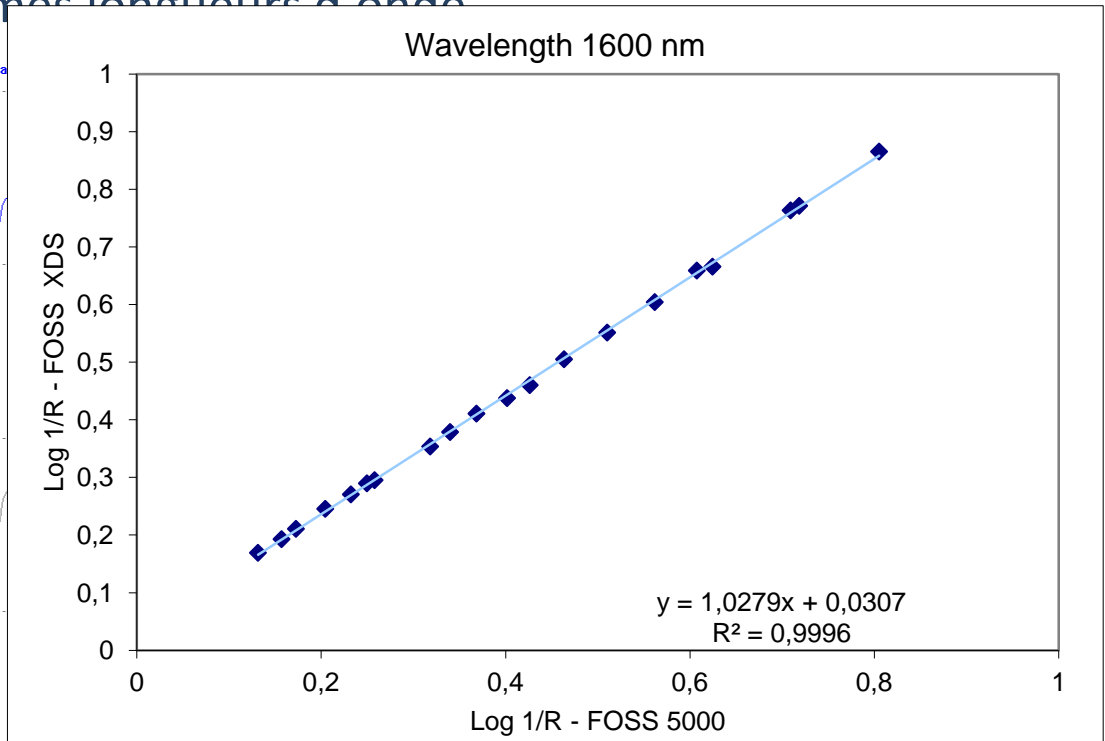
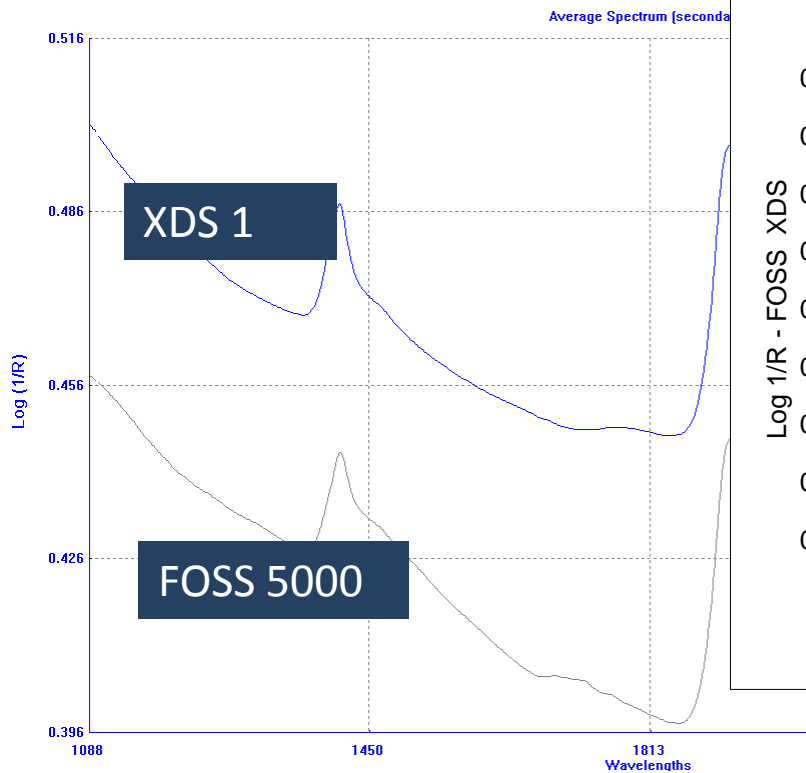


# Méthodologie et résultats

## Transfert de la base de données du FOSS 5000 vers XDS

Passage des 20 échantillons sur les 2 spectrophotomètres

Les pics sont positionnés au mêmes longueurs d'onde



Corrélation pour la longueur d'onde 1600 nm

Représentation des 2 spectres moyens



# Méthodologie et résultats

## Vers une utilisation en routine

---

- ① Les laboratoires scannent les échantillons et réalisent les analyses selon les méthodes utilisées en routine par les laboratoires
- ➔ permet de vérifier la qualité de la prédiction
  - ➔ permet de sélectionner les échantillons mal prédits ainsi que les échantillons les plus différents de ceux présents dans la base de données
  - ➔ analyse des échantillons les plus pertinents selon les méthodes de référence
  - ➔ introduction des spectres et résultats analytiques dans la base de donnée
  - ➔ amélioration de la qualité des prédiction



# Méthodologie et résultats

## Vers une utilisation en routine

---

- ② Les laboratoires scannent l'ensemble des échantillons
  - ➔ SOIT, prédiction correcte et valeur prédite est utilisée
  - ➔ SOIT, prédiction incorrecte, l'échantillon est analysé en laboratoire et le spectre + le résultat analytique est ajouté dans la BD

# Méthodologie et résultats

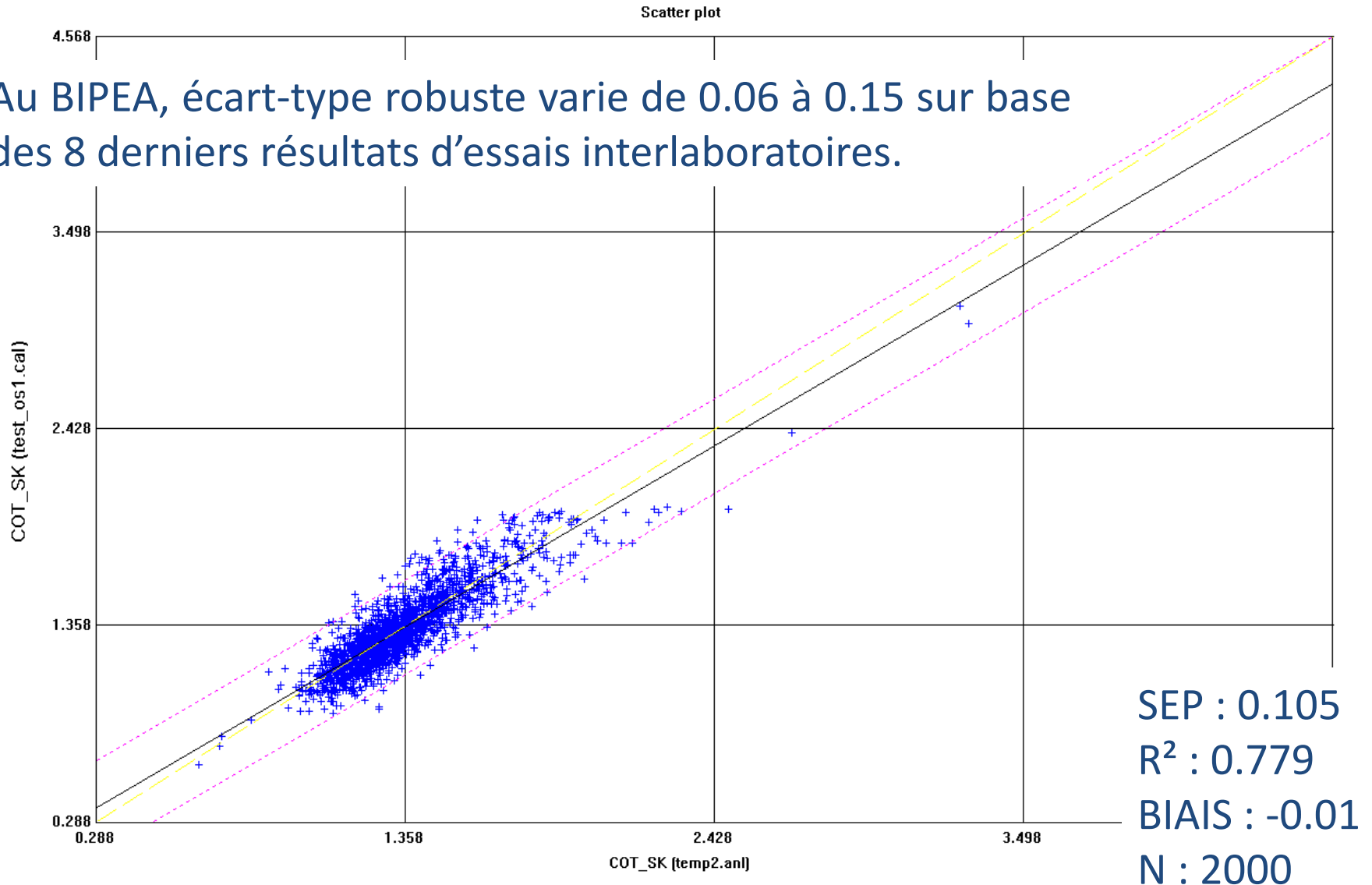
## Vers une utilisation en routine

Paramètres	OS	COT (g 100g <sup>-1</sup> )	NT (g kg <sup>-1</sup> )	Argile (%)	CEC (cmol(+) kg <sup>-1</sup> )
Nbr total d'éch.	CULT	3249			
Nbr d'éch. prédits		2186	989	298	1199
% d'éch. prédits		76 %	20 %	7 %	43 %
Nbr total d'éch.	PR	1545			
Nbr d'éch. prédits		975	479	331	597
% d'éch. prédits		67 %	29 %	19 %	41 %

# Méthodologie et résultats

## Vers une utilisation en routine

Au BIPEA, écart-type robuste varie de 0.06 à 0.15 sur base des 8 derniers résultats d'essais interlaboratoires.





# Conclusions



# Conclusions

---

- ① La phase de constitution de la base de données et d'élaboration des modèles de prédiction = phase la plus longue et couteuse de la méthodologie
- ② les prédictions en utilisant les modèles PLS locaux donnent des résultats très encourageant pour une utilisation en routine
- ③ Une fois les modèles et bases de données installés dans les laboratoires, environ 120 échantillons peuvent être scannés par jour sur un appareil
- ④ Une part importante des terres sous culture sont bien prédites pour le COT et la CEC et dans une moindre mesure pour les taux d'argile et d'NT.  
Ceci permet de concentrer les analyses sur les échantillons non prédits et d'améliorer en continu la qualité des prédictions
- ⑤ La SPIR est une méthode alternative d'avenir en analyses de terre pour améliorer le conseil de fumure, vers une agriculture de précision



# Remerciements





# Remerciements

---

Nous remercions tout particulièrement le laboratoire d'analyse de terre de Tinlot (CPL PROMOGEST), Dominique Vanvyve et Yorick Reusen pour leur contribution active à chacune des phases du projet

Nous remercions également tous les laboratoires membres de l'ASBL REQUASUD