

## 20 ans d'infrarouge au Centre de Recherches agronomiques de Gembloux

*P. Dardenne, Chef de Département  
Département Qualité des Productions agricoles  
Centre de Recherches agronomiques de Gembloux  
Chée de Namur, 24, 5030, Gembloux, Belgium  
dardenne@cragx.fgov.be*

### Historique

Le CRA est impliqué dans la spectrométrie dans le proche infrarouge depuis bientôt un quart de siècle. Dès son arrivée à Libramont en 1976, la première préoccupation de Robert Biston a été de mettre sur pied un laboratoire de chimie analytique capable de réaliser les analyses de composition des productions agricoles et ce, en plus des recherches et des analyses qui étaient déjà menées par la Station de la pomme de terre. Il met également en place de nouvelles recherches en phytotechnie des prairies et en alimentation animale. Très vite, s'est fait sentir le besoin d'une méthode rapide de détermination de la qualité des fourrages, surtout avec la présence de Pierre Limbourg qui, avec ses innombrables essais, générait des milliers d'échantillons. Les analyses chimiques classiques étaient trop lentes et trop coûteuses.

Ayant épluché la littérature, c'est donc en 1978 que Robert Biston prend les premiers contacts avec les constructeurs. Avec l'appui du directeur de l'époque Robert Lecomte, le premier appareil (FQA51, *Feed Quality Analyser*) est installé à Libramont en 1979. Cet appareil était basé sur la technologie des filtres tournants. Au départ, le calculateur interne ne pouvait supporter que 25 échantillons et les calculs étaient vraiment fastidieux. Deux ans plus tard, en 1981, un appareil de recherche (Neotec 6350) était acquis avec un ordinateur Nova III de Data General. C'était plutôt un « nano »-ordinateur avec 32Kb de mémoire centrale, sans disque dur, mais 2 disques souples de 8 pouces d'une capacité de 128 Kb. Sans disque dur, il fallait faire le disc jockey pour passer des programmes aux données et vice-versa. Le nombre d'échantillons pouvant être traité en même temps était de 200, ce qui représentait déjà une nette amélioration par rapport au premier appareil. Cet ordinateur était malgré tout très lent et il fallait des heures sinon des jours de calcul pour sortir un modèle de régression multilinéaire basé sur la technique pas à pas. C'est également en 1981, que la Station de Haute Belgique a engagé un assistant supplémentaire, Pierre Dardenne. Obligé de se plonger dans les statistiques et l'informatique, celui-ci s'est lancé dans la spectrométrie, domaine qu'il n'a plus quitté depuis lors.

Les premières applications ont directement concerné la qualité des fourrages et, grâce aux contacts que Robert Biston avait avec l'INRA, et plus particulièrement avec Camille Demarquilly de la Station de Theix (Clermont-Ferrand), nous avons pu disposer de plusieurs centaines d'échantillons référencés par des mesures *in vivo* pour le coefficient de digestibilité. Les modèles de prédiction développés donnaient déjà à cette époque des résultats tout à fait intéressants et ont fait l'objet de plusieurs publications. Nos relations avec l'INRA s'amplifient et, pendant deux ans, nous participons à une action thématique programmée (ATP) au cours de laquelle nous échangeons notre expérience avec Dominique Bertrand et son équipe de l'INRA de Nantes. Robert Biston était fier de dire que la France finançait la recherche belge.

Avec l'apparition des Personal Computers (PC), la Station de Libramont s'est mise à la pointe du progrès avec l'achat en 1983 d'un spectromètre de recherche connecté à un micro-ordinateur. Celui-ci comprenait un lecteur de disque souple de 5 pouces et un disque dur de 5 Mb. Pour nous, c'était un progrès considérable. Le choix de la firme américaine NEOTEC s'était porté sur un système d'exploitation CP/M, qui était à l'époque concurrent du système DOS d'IBM. C'était le mauvais choix, car un peu plus tard, il fallait basculer vers le DOS avec l'apparition sur le marché des PC 286 et la disparition du système CP/M.

En 1985, afin de pouvoir étendre les activités et de répondre aux nombreuses demandes qui émanaient d'utilisateurs potentiels, la Station de Haute Belgique acquérait un spectromètre proche infrarouge Technicon 500. Ce monochromateur était équipé d'un mini-ordinateur HP1000, qui à l'époque, était très rapide, mais qui disposait d'un système d'exploitation multitâche propre à HP et assez complexe.

En 1986, la firme NEOTEC devenue Pacific Scientific nous propose un nouveau modèle à 7 filtres tournants équipé d'une cellule de lecture mobile qui permet la mesure d'échantillons hétérogènes. Cet instrument ne donne pas les résultats escomptés et l'année suivante, en partenariat avec Pacific Scientific, nous obtenons un second monochromateur de recherche équipé du même module de lecture sur lequel nous démarrons les mesures d'échantillons de fourrages frais en l'état, c'est-à-dire sans séchage ni broyage.

Lors des récoltes de céréales 84, 85 et 86, le laboratoire de Libramont a réalisé plus de 30.000 analyses de protéines dans les blés pour le compte de la société Brichard. C'est en outre sur ces résultats qu'a germé l'idée d'un réseau wallon et, pour la récolte 1987, avec l'aide de la Région wallonne, 8 laboratoires étaient équipés d'appareil de routine. Le réseau, actuellement Requasud, a largement étendu ses activités (<http://requasud.cragx.fgov.be>), mais la SPIR en était la base. La mise en place de ce réseau requiert une standardisation des instruments. L'idée était que tous les appareils utilisent les mêmes équations de prédiction développées à partir de données communes. C'est dans ce cadre, qu'une fructueuse collaboration s'est installée avec le Professeur John S. Shenk, de l'université de Pennsylvanie (State College, USA), développeur du logiciel de standardisation.

En 1989, la firme suédoise TECATOR sort un appareil révolutionnaire pour l'analyse des blés en mode transmission (850-1050nm) et met cet appareil à notre disposition pour développer des modèles. Ce monochromateur permet la mesure des céréales sans broyage. Très robuste, cet appareil, et les générations qui ont suivi, sont largement utilisés à la réception des blés par les organismes collecteurs. La France, grand producteur de céréales, compte à ce jour plus de 1200 machines installées.

La même année, nous recevons un des tout premiers monochromateurs de la nouvelle gamme proposée par NIRSystems (ex Pacific Scientific). Cet appareil offre des possibilités nouvelles par l'emploi de fibres optiques et d'une cellule liquide. L'année suivante, un deuxième appareil NIRSystems entre dans le laboratoire et est équipé d'un échantillonneur automatique qui permet de passer 50 coupelles sans intervention.

1990 est aussi l'année de l'organisation par Robert Biston et Nicole Bartiaux du 3<sup>ème</sup> congrès international de spectrométrie dans le proche infrarouge (3<sup>th</sup> ICNIRS) qui s'est tenu au palais des congrès de Bruxelles.

En 1993, un deuxième NIRSystems 6500 vient étoffer notre gamme et en 1994, Bran&Luebbe met à notre disposition un appareil à transformées de Fourier (FT-NIR) destiné à la reconnaissance des substances actives principalement dans l'industrie pharmaceutique.

En 1996, dans la perspective de la restructuration, le domaine de l'infrarouge proche s'étend à l'infrarouge moyen avec l'acquisition à la Station Laitière de Gembloux d'un interféromètre Anadis 200. Celui-ci est dédié aux analyses de liquides et plus particulièrement du lait, pour lequel la station laitière est spécialisée.

En 1997, un projet du Ministère de l'Agriculture sur le tri automatique de pommes finance l'achat d'une nouvelle génération d'appareil, appelé « Diode Array ». Le miroir concave (réseau holographique) qui génère les longueurs d'onde est maintenant fixe et les radiations diffractées sont enregistrées simultanément par une barrette de diodes. Avec 600 spectres par seconde, cet appareil permet d'obtenir des mesures répétables en des temps très courts.

Au premier janvier 1998, la restructuration du CRA est effective et la Station Laitière devient le Département Qualité des Productions agricoles. Du matériel et du personnel sont transférés de Libramont à Gembloux, le laboratoire de Libramont restant le partenaire obligé pour les déterminations analytiques de référence sur les fourrages et les aliments.

En 1998, un nouveau projet de recherche pour l'Inspection des Matières premières a permis l'acquisition d'un interféromètre couplé à un microscope. Cet appareil permet la prise d'un spectre sur des particules de 50 microns de diamètre. Sa principale application est la détection de farines d'origine animale dans les aliments du bétail. Fort de notre expérience dans ce domaine, un projet européen (STRATFEED) a été proposé et accepté.

Durant cette même année 1998, les appareils du réseau Requasud sont modifiés pour permettre l'analyse de graines entières et pour être tout à fait compatibles avec ceux du Département Qualité qui fournit les modèles.

Avec le développement de l'agriculture de précision, deux appareils de type « diode array » sont acquis en 2000, l'un pour l'analyse des fourrages et l'autre pour les céréales. Ces appareils sont destinés à être placés directement sur les machines de récolte.

Dans le cadre d'un projet du Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture visant à la détection des farines animales, une caméra proche infrarouge vient d'être installée au Département. Au lieu d'obtenir des spectres de façon séquentielle particule par particule, comme actuellement avec le microscope FT-NIR, une plage de 4 cm<sup>2</sup> est éclairée par des faisceaux de lumière polychromatique. La lumière réfléchi est séparée par un filtre LCTF (*Liquid Crystal Tuneable Filter*) et une caméra InGaAs comprenant un réseau de 240 sur 320 pixels, génère 76 800 spectres en moins de 5 minutes.

Le CRA au cours de ces 20 dernières années a beaucoup investi en matériel et en personnel dans cette technique proche infrarouge, mais en a retiré beaucoup des bénéfices. Bénéfices en terme de réduction de coût par les centaines de milliers d'analyses qui ont été réalisées et qui n'auraient pu l'être sans cette technique. Bénéfices aussi en terme de publications scientifiques et de reconnaissance au niveau régional, national et international.

## Rappel des paramètres statistiques

Afin de comprendre les termes qui résument les performances des modèles infrarouges, il est bon de rappeler deux paramètres statistiques de base. La qualité d'un modèle de régression multilinéaire s'exprime en première approximation par deux paramètres : l'écart-type résiduel (d'étalonnage ( $SEC=Standard Error of Calibration$ ) ou de prédiction ( $SEP=Standard Error of Prediction$ ) suivant que les objets sont ceux sur lesquels le modèle est calculé ou qu'ils sont indépendants du modèle) et le coefficient de détermination (carré du coefficient de corrélation).

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - p - 1}}$$

avec  $y_i$  les valeurs de référence et  $\hat{y}_i$  les valeurs estimées par le modèle multilinéaire,  $n$  le nombre d'échantillons et  $p$  le nombre de termes dans le modèle multilinéaire.

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n}}$$

$$R^2 = \frac{SDy^2 - SEC^2}{SDy^2}$$

avec  $SDy^2$  la variance des valeurs de référence de la série des échantillons utilisés soit pour l'étalonnage soit de prédiction.

## Applications

Après l'historique sur les équipements et ce bref rappel sur les termes statistiques, nous voudrions présenter les applications qui ont été développées au CRA. Dans les systèmes de qualité et de traçabilité qui se mettent en place dans les différentes filières de production, on parle souvent des produits depuis la fourche à la fourchette ou de l'étable à la table. C'est un peu selon ce schéma que seront présentées les applications, depuis les semences et la terre qui les reçoit jusqu'aux produits transformés proposés aux consommateurs.

La production agricole suit un cycle et nous entrerons dans le cycle par les amendements. Comme premier élément entrant dans la production agricole, nous pouvons citer les **engrais minéraux**. Bien que les absorbances dans l'infrarouge ne sont en principe dues qu'aux vibrations de certaines liaisons des molécules organiques, la caractérisation des engrais minéraux a été testée récemment en collaboration avec le Département Génie Rural du CRA. Les paramètres sont relatifs à la composition chimique (NPK) mais aussi à des caractéristiques physiques comme la granulométrie, la masse volumique et la pente d'écoulement. Les résultats avec des coefficients de détermination compris entre 0.80 et 0.95 montrent que la SPIR peut être utilisée pour un contrôle de la qualité des engrais minéraux. Utilisée en industrie, elle permettrait de suivre la qualité et la standardisation des fabrications simplement en comparant de manière qualitative le spectre de chaque nouvelle production par rapport aux spectres de mêmes fabrications antérieures ayant répondu aux normes de qualité requise.

Après les engrais minéraux, les **amendements organiques** et notamment les **composts** sont de plus en plus utilisés, ou recyclés, en agriculture. En collaboration avec la Section Systèmes agricoles de Libramont, une base de données spectrales a été développée pour la caractérisation des composts (fumiers et co-compostages). Les paramètres sont la matière sèche, les teneurs en azote total, carbone, azote ammoniacal et cendres totales. Les résultats sont prometteurs, mais la grande difficulté vient de l'hétérogénéité du matériel. Il est très difficile sur 100-200 grammes de produits d'obtenir une bonne représentativité d'un andain de plusieurs dizaines de tonnes. Ce problème n'est pas seulement lié à la technique infrarouge, mais est encore plus crucial pour toutes les méthodes de référence qui utilisent des prises d'essai bien plus faibles.

Le proche infrarouge est principalement destiné aux dosages de composés organiques. Aussi, pour les **terres**, les analyses des éléments minéraux et de leur disponibilité ne peuvent être réalisées par SPIR avec une précision suffisante. Par contre, l'humidité, l'azote organique et le carbone peuvent être dosés par SPIR. En collaboration avec le laboratoire de la Province de Liège à Tinlot-Scry, des étalonnages ont été réalisés pour le dosage de ces paramètres. Ayant à traiter des terres de culture aussi bien que des terres de jardin, les teneurs en matière organiques sont extrêmement variables (0.8 – 8 % C). Une segmentation de la gamme et l'utilisation d'étalonnages spécifiques permet d'améliorer la précision d'un facteur 4 pour les teneurs inférieures à 2.5%.

Dans le cadre d'essais menés par le Département Production végétale, la quantité d'azote disponible par ha est déterminée à partir des spectres des échantillons de terre avec un  $R^2$  de 0.93, la méthode de référence pour l'étalonnage étant l'extraction au KCl à chaud. Cependant, l'étalonnage ne comprend actuellement que 70 échantillons provenant de sols limoneux du même type et doit être amélioré et validé par l'ajout de nouveaux échantillons référencés.

Dans le domaine des sols, une application intéressante développée en collaboration avec le CNRS de Montpellier est le suivi de la décomposition de **litières forestières**. Des échantillons de feuilles mortes sont placés dans des sachets perforés et remis en conditions naturelles. Des prélèvements réguliers permettent de suivre la décomposition de la matière organique. Les dosages effectués et les étalonnages associés concernaient l'azote et la lignine.

Parmi les intrants de l'agriculture, un aspect extrêmement important et d'actualité concerne les **pesticides**. Le but de l'utilisation de la spectrométrie infrarouge dans ce domaine n'est

évidemment pas de déterminer la teneur en résidus. En effet, les concentrations sont trop faibles que pour être détectées par SPIR. Par contre, dans l'analyse des formulations la SPIR peut apporter une réponse pour le dosage de matières actives et des adjuvants. Une seconde application dans ce domaine concerne le contrôle des semences enrobées. La qualité du **traitement phytosanitaire** d'un lot de **semences** (blés, orges, betteraves, maïs,...) dépend de la dose moyenne appliquée ou encore présente dans le lot et de l'homogénéité de la répartition entre les graines. En collaboration avec le Département Phytopharmacie, un doctorat (Ir. O. Pigeon) est en cours pour répondre à ces deux questions par le développement d'étalonnages en SPIR pour le dosage de la téfluthrine dans les semences de blé et de l'imadachlopride dans les semences d'orge.

Le **suivi des cultures** est le thème de nombreuses recherches principalement destinées à optimiser les apports de fertilisation afin d'éviter les pertes tout en maintenant un niveau de rendement maximum. Dans cette optique la teneur en azote du feuillage en fonction du stade végétatif constitue un critère pertinent dans l'optimisation des fumures. Dans le cadre d'essais réalisés par le Département Production végétale du CRA et par l'Unité de Phytotechnie des Régions Tempérées de la FUSAGx, des étalonnages ont été réalisés dans ce but sur feuilles de blé, d'orge et de pomme de terre prélevées à différents stades. La qualité des orges de brasserie est également suivie avant la récolte par des mesures de la teneur en protéines sur des grains vert humide.

Dans ces essais, les échantillons sont encore prélevés au champ et amenés au laboratoire pour analyse. Des recherches sont en cours pour amener le capteur au champ pour y réaliser in situ les déterminations requises.

En ce qui concerne la récolte, les mesures effectuées sur les machines sont devenues une réalité. Au cours de la dernière saison, un prototype de **spectromètre embarqué** a été installé sur une récolteuse de foin. Dans les essais de variétés de ray-grass réalisés par le Département Production végétale, ce prototype a analysé 700 parcelles qui ont été échantillonnées suivant la procédure classique pour obtenir la matière sèche « étuve ». Le modèle de régression qui en est issu permet de prédire l'humidité avec un écart-type résiduel de 0.7%. La précision satisfait les expérimentateurs et bientôt il ne sera plus nécessaire de peser, sécher et repeser les échantillons pour connaître le rendement en matière sèche.

A noter que la firme Limagrain, un de nos partenaires privilégiés depuis 20 ans, a cette année analysé directement sur les ensileuses plus de 100.000 parcelles au moyen de 12 spectromètres embarqués repartis sur 10 lieux d'expérimentations.

Ce qui est réalisable sur des ensileuses, peut l'être plus facilement sur une moissonneuse-batteuse. Des simulations en laboratoire ont permis de développer des modèles sur un flux de blé et l'an prochain un spectromètre sera installé sur la machine du Département Production végétale. Associée aux systèmes de positionnement géographique (GPS) et aux capteurs de rendement, cette démarche permet d'obtenir les paramètres de qualité nécessaires au développement de l'**agriculture de précision**.

L'analyse des **productions agricoles** à la récolte est le principal domaine d'application de la SPIR depuis ces débuts. La détermination de la **valeur nutritionnelle** des fourrages pour le bétail a été un des premiers objectifs de Robert Biston et a constitué le catalyseur pour toutes les applications qui ont suivi. La qualité des productions, que leurs destinations soient pour l'industrie de transformation, l'alimentation humaine ou animale ou l'industrie non alimentaire, est de plus en plus importante dans le contexte actuel de recherche de la qualité

globale et de la traçabilité des filières. Depuis le début des années 80, les recherches se sont maintenues et les bases de données ont été enrichies chaque année par l'apport de nouveaux échantillons. A ce jour des étalonnages stables issus de bases de données de plusieurs milliers d'échantillons existent et sont opérationnels pour la plupart des productions fourragères et céréalières, mais aussi pour les protéagineux et oléagineux. Les paramètres de base déterminés par SPIR sont la matière sèche, les protéines, les cendres totales, la cellulose, les fibres (profil de Van Soest, NDF, ADF, ADL), l'amidon, les sucres solubles et totaux et la matière grasse, sans oublier le paramètre le plus important en alimentation animale, le **coefficient de digestibilité**. La méthode de référence du coefficient de digestibilité est généralement une méthode enzymatique. Des étalonnages à partir de référence *in vivo* ont cependant été réalisés avec succès sur des fourrages (herbe, foin, ensilage d'herbe, maïs, ensilage de maïs,...), mais la maintenance pratique des étalonnages les rend difficiles à utiliser en routine, car il est impossible de valider la méthode indirecte (SPIR) sans le recours à des protocoles extrêmement coûteux.

Les analyses de fourrages ne sont pas limitées aux cultures tempérées. Des collaborations avec l'Unité de Zootechnie de la FUSAGx et du Département CIRAD-EMVT de Montpellier ont contribué à construire des bases de données pour déterminer la valeur nutritive des **fourrages tropicaux**.

La nécessité pour les sélectionneurs d'appréhender rapidement la qualité de leurs lignées et hybrides est apparue très tôt et toutes les grandes firmes de **sélection** sont des utilisateurs inconditionnels de la SPIR. Nombreux sont ceux qui utilisent les étalonnages développés au CRA. Pour certains produits, comme le colza, le tournesol et le maïs, le profil en acides gras a fait l'objet d'étalonnage. Pour le colza, en particulier, des modèles de détermination des glucosinolates existent depuis 1983. Les acides aminés ont été abordés notamment sur grains de maïs, pois et féveroles. En ce qui concerne, les pois, la participation du Département à un programme européen (PEA-ECLAIR) a conduit à l'évaluation de la SPIR pour de nombreux critères. Des facteurs anti-nutritionnels ont pu être étalonnés avec succès.

Un aspect important de la qualité des récoltes est le support analytique du Département Qualité à la Section des Obtentions végétales du Département Production végétale. Les **nouvelles variétés** en inscription font l'objet de déterminations technologiques poussées : nombre de chute de Hagberg, farinographe, alvéographe, absorption d'eau, panification,... Ces déterminations font l'objet d'essais pour leur transfert en SPIR.

Pour revenir au domaine de l'alimentation animale, il faut signaler également que de nombreuses bases de données ont été développées pour déterminer la valeur nutritionnelle des ingrédients entrant dans la fabrication des aliments composés. Ce sont principalement les **sous-produits des industries** d'extraction comme les tourteaux de soja, colza, tournesol, les sons, les pulpes de betteraves, les drèches de brasserie, les farines de viande, les farines de poisson, etc....Après les ingrédients, il était logique de s'intéresser aux produits finis. Des bases de plusieurs milliers de spectres intègrent des **aliments composés** pour vache laitière, porc, poulet et même pour les animaux de compagnie (pet food). Avec notre collaboration, les laboratoires d'analyse de l'Inspection des Matières Premières (DG4) de Tervuren et de Liège utilisent la SPIR en routine pour un examen rapide (screening) des échantillons d'aliments. Quand une valeur s'écarte trop de la valeur annoncée, l'échantillon est analysé selon la méthode de référence.

Toutes ces équations de prédiction liées à la détermination de la qualité des aliments sont accessibles aux huit partenaires du **réseau Requasud** impliqués dans le « chaîne NIRS ». Les résultats de la recherche sont ainsi transférés vers des laboratoires de routine, qui peuvent offrir des services efficaces et peu coûteux aux agriculteurs et au négoce des céréales et des aliments.

En alimentation animale, la problématique de la maladie de la vache folle liée à l'utilisation des **farines animales** dans les aliments du bétail a conduit le Département comme coordinateur d'un projet européen dénommé STRATFEED (<http://stratfeed.cragx.fgov.be>). Le pouvoir discriminant d'un spectre infrarouge est très important et il n'y a aucune confusion possible entre un spectre de tourteau de soja et un spectre de farine de viande par exemple. L'inconvénient d'une mesure IR macroscopique (comme toutes les applications présentées ci-dessus) est l'incertitude autour de très faibles concentrations. Il faut rappeler que le taux maximum fixé par la commission européenne de contamination d'un aliment par des tissus d'animaux est de 0.1%. Par contre, la mesure spectrale de particules élémentaires est possible en couplant un spectromètre et un microscope. C'est ce qui est réalisé au Département Qualité. Des bibliothèques spectrales de produits purs ont été construites pour développer des modèles statistiques d'analyse discriminante (LDA, QDA, PLS, ANN). Pour un échantillon à analyser, les spectres de 600 particules élémentaires sont enregistrés. L'application des modèles d'analyse discriminante permet d'attribuer chaque particule au groupe des produits autorisés (végétaux) ou prohibés (farines animales). Le projet STRATFEED contient également des objectifs sur l'utilisation d'autres techniques, comme la microscopie classique (développement de bibliothèque d'images et système expert) et la biologie moléculaire (recherche d'ADN spécifique).

Avec le support du Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture (DG6 et DG4) et du FNRS, un nouvel équipement a pu être acquis. Une **caméra infrarouge** permet de générer en moins de 5 minutes 76 800 spectres compris dans un volume spectral de 240x320 pixels sur 128 longueurs. La mesure simultanée de plusieurs centaines sinon milliers de particules devrait permettre d'accélérer l'analyse des échantillons et rendre la technique opérationnelle pour les contrôles de routine.

Ce projet est important et fait le lien entre alimentation animale et alimentation humaine, dans un cadre global de sécurité alimentaire. Avec l'installation de la section « mesures physiques » au département Qualité des Productions agricoles, les applications se sont élargies du « feed » vers le « food ».

Des bases de données conséquentes ont été construites à partir d'échantillons (+/-700) récoltés dans différentes **malteries** belges et les valeurs technologiques du malt fournies par les industriels ont permis de développer des modèles pour leur prédiction sur malt et sur l'orge correspondant avant maltage.

Etant donné que l'infrarouge s'est développé à la Station de Haute Belgique, ex Station pour l'amélioration de la **pomme de terre**, celle-ci a fait l'objet de mesures par SPIR depuis de nombreuses années. Outre les paramètres de composition, matière sèche, azote, amidon, des paramètres technologiques et organoleptiques ont été transférés vers la SPIR. Des contacts avec des industriels, nous ont amené à tester des appareils du type « Diode Array » **on-line** pour des mesures d'humidité et de matière grasse sur des frites précuites.

Les performances de la SPIR et du MIR (moyen infrarouge) ont été comparées sur des **jus d'orange** référencés par le laboratoire de l'unité de Nutrition de UCL.

Grâce à un projet de recherche du Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture, et en collaboration avec l'Unité de Technologie de la FUSAGX, un prototype comprenant une bande transporteuse et un spectromètre à barrettes de diodes a été construit afin de mesurer jusqu'à 3 **pommes** par seconde pour leur teneur en sucre, humidité, pH, acidité et fermeté.

Les **tomates** ont également fait l'objet d'étalonnages avec les valeurs de référence produites par l'Unité de Technologie de la FUSAGX.

La technique SPIR est de plus en plus utilisée comme un outil d'authentification. Dans le cadre d'un projet européen (MEDEO ( <http://www.cica.es/aliens/igmedeo/> )), le Département a la charge de générer les spectres PIR, MIR et Raman sur des **huiles d'olive**, des huiles de noisette et des mélanges. Le but est d'étudier le potentiel de ces techniques à la reconnaissance d'huiles d'olive pures et à la détection d'adultération.

Les produits animaux sont également étudiés. Pour le **lait**, la technique la plus performante reste le MIR (moyen infrarouge). Dans le cadre du programme national de guidance des Comités du lait, le département Qualité et le DVK de Melle ont la responsabilité des étalonnages et du bon fonctionnement des appareils moyen-infrarouge (Milko-Scan) qui produisent les analyses relatives au paiement du lait. Pour les **poudres de lait** et les **produits dérivés du lait** (fromage, yaourts,...) le proche infrarouge est plus adéquat. Des séries d'échantillons ont été collectés dans le cadre d'un projet Interreg II (Réseau Qualité) et le dosage rapide des taux de matières sèches et des matières grasses permet aux artisans d'ajuster leur fabrication pour un faible coût.

Les **viandes et produits de viandes** ont leurs étalonnages. Les principaux paramètres sont l'humidité, la protéine, la matière grasse et le collagène. Les échantillons et les valeurs de références proviennent de plusieurs sources dont l'Unité de Technologie de la FUSAGX, le Laboratoire provincial de Michamps et la Section Systèmes agricoles de Libramont.

Dans le cadre d'un projet SSTC, les expérimentations faites en SPIR ont permis de différencier l'origine de **poulets de chair** entre ceux provenant d'élevage intensif de ceux à croissance lente sur la base de leur spectre d'absorption.

Une dernière application, mais pas des moindres, est le suivi on-line de processus de **biofermentation**. Georges Sinnaeve termine un doctorat sur la caractérisation des substances pectiques, l'optimisation de leurs conditions de culture et la compréhension des mécanismes d'hydrolyse des substances pectiques. Ces aspects ont nécessité l'application de la spectrométrie dans l'infrarouge proche, dont les étalonnages sont basés sur des méthodes de chimie analytique (HPLC). L'intégration de l'enzymologie, de la spectrométrie et de la chimie analytique confère au travail une originalité évidente.

## **Mise en réseaux**

Dès la réception du deuxième instrument à Libramont au début des années 80, la question s'est posée de savoir comment récupérer les informations acquises sur le premier instrument

pour les utiliser efficacement sur le second sans devoir reprendre les spectres des échantillons de référence, pour autant que ceux-ci existent encore. Effectivement, manquant d'outils et d'expérience, nous avons dû, lors de l'arrivée d'un nouvel équipement, réutiliser les échantillons en stock pour redévelopper des nouveaux modèles spécifiques au nouvel instrument. Dès 1984, une collaboration étroite avec le Pr John S. Shenk, de l'université de Pennsylvanie (USA), a abouti à l'utilisation d'une technique de **standardisation**. Un protocole strict basé sur la mesure de 30 coupelles scellées sur les deux instruments permet de calculer des coefficients correcteurs pour modifier les données spectrales d'un appareil secondaire et les rendre égales à ce qu'elles auraient été si les échantillons avaient été mesurés sur l'appareil « maître ». Après 15 ans, cette technique est toujours utilisée et nous a permis de standardiser des dizaines d'instruments à travers le monde et de fournir des modèles opérationnels.

Le premier réseau était au sein même de la Station de Haute Belgique et a été à la base de mise en route du **réseau Requasud**. Dès 1987, celui-ci comptait 8 instruments utilisant les mêmes équations de régression fournies par le laboratoire de référence de Libramont. En 1990, les instruments à filtres ont été remplacés et en 1998 ils ont été modifiés pour permettre l'analyse des grains entiers et des fourrages frais. Chaque année, se sont plusieurs dizaines de milliers d'échantillons qui passent par ces laboratoires. Connaissant le coût des analyses de référence, cette aide aux agriculteurs n'aurait pu être apportée sans la SPIR.

Les standardisations et le transfert d'étalonnages ne sont pas limités à la Wallonie. Pas moins de 250 instruments ont été standardisés depuis 15 ans et ce dans 15 pays différents.

Il faut signaler l'émergence de la technique dans les **pays en voie de développement**. C'est sans aucun doute pour ces pays que la technique offre le plus de possibilités. Un PC et un spectromètre et c'est la possibilité immédiate, sans réactif, sans technicien-chimiste de haut niveau, de caractériser les fourrages et les aliments locaux, résultats indispensables à une meilleure gestion des ressources et des troupeaux.

Le CRA avec la firme Foss-ISI (Infrasoft International Inc., PA, USA) expérimente en ce moment l'utilisation des outils Internet pour l'implantation d'un concept appelé **RINA**, pour « *Remote Internet Near Analysis* ». L'idée de base est de placer sur un serveur les équations de prédictions et les bases de données. Les utilisateurs dûment enregistrés ont accès à ces informations. Un PC éloigné, connecté à un spectromètre, envoie automatiquement les spectres des échantillons analysés vers le serveur qui traite les données et retourne en temps réel les données analytiques. Ce nouveau concept de réseau rend encore plus facile le travail des opérateurs et permet au gestionnaire du réseau d'avoir une connaissance complète de ce qui est réalisé au sein du réseau. La mise à jour des modèles est largement facilitée étant donné qu'il n'y a plus qu'une seule version des équations et/ou des bases de données.

## **Perspectives**

Le CRA a incontestablement acquis au cours de ces 20 dernières années une grande expérience dans la spectrométrie. En dehors des recherches propres à l'infrarouge (amélioration des conditions de mesures, nouvelles présentations, comparaisons et amélioration des logiciels, nouvelles techniques de chimiométrie,...), la technique doit rester un outil d'analyse. Nous ne pouvons que suggérer aux chercheurs du CRA et d'ailleurs de

penser à cet outil. Dès que des essais génèrent de grand nombre d'échantillons (>100), le développement d'un étalonnage s'avère rentable.

La contrainte de la SPIR réside dans la constitution de bases de données robustes et le développement d'étalonnages fiables. Les avantages incontestables de ce type de techniques sont le caractère non destructif, la rapidité, la simplicité et la multiplicité des analyses. Compte tenu de ses avantages et des progrès réalisés au niveau des instruments et des logiciels, on peut prévoir que l'expansion de l'utilisation de cette technique se poursuivra dans les années à venir. Déjà bien établie dans les laboratoires, la technique, par l'émergence d'instruments robustes et moins coûteux, sera de plus en plus utilisée d'une part dans les industries agroalimentaires pour les mesures en ligne et d'autre part dans le cadre de l'agriculture de précision.

## **Remerciements**

Tout ce qui vient d'être présenté est le fruit de nombreuses collaborations. Que soient donc remerciés tous les collaborateurs du CRA et d'ailleurs qui ont apporté leur contribution !

C'est aussi le résultat du travail de toute une équipe et que soient remerciés ici les membres du « Team NIRS du CRA », mais aussi ceux qui nous alimentent en données de référence et plus particulièrement le Laboratoire de la Section Systèmes agricoles de Libramont.

Le dernier des remerciements, et certainement pas le moindre, sera pour Robert Biston, qui a cru dans le potentiel de cette technique, qui lui a assuré un support constant pour aboutir à une reconnaissance incontestable au niveau régional, national et international.