

# Caractérisation de mélanges de produits agricoles broyés par Direct Calibration d'images multispectrales (UV, Fluorescence, Visible, NIR)

Benoît Jaillais, INRA BIA-BIBS  
Dominique Bertrand, data\_frame  
Eloïse Lancelot, INRA BIA-BIBS  
Philippe Courcoux, ONIRIS

# INRA - BIBS

Unité de recherches  
Biopolymers, Interactions,  
Assemblages

Centre ANGERS-NANTES  
(France)

[www.bibs.inra.fr](http://www.bibs.inra.fr)



Microscopies  
Spectrometrie de masse  
RMN

Phenotypage/chemotypage



ANALYSES MULTI-ECHELLES DE BIOPOLYMERES



# Contexte

Dans les industries agro-alimentaires et de nutrition animale, il existe différentes sortes de mélanges :

- Nutrition animale: mélange de produits agricoles (céréales, soja, lipides, protéines...)
- Agro : mélange d'espèces de plantes (céréales et légumineuse)



**Produit final = mélange de produits purs en différentes proportions.**



Dans certains cas, les autorités imposent que les produits finaux contiennent un niveau minimum de constituants  $\Rightarrow$  contrôle qualité des proportions des composants du mélange est essentiel. Difficulté d'assurer la qualité et les bonnes proportions de ce mélange.

# Broyage, mélange...



Comment déterminer les proportions de produits purs broyés dans un mélange intermédiaire ou dans un produit final ?



Evolution industrielle  $\Rightarrow$  2 étapes:

- Matières premières  $\Rightarrow$  pré-mélange
- Pré-mélanges  $\Rightarrow$  produit fini

# imagerie & chimiométrie

En recherche et en contrôle qualité, la vision est de plus en plus utilisée avec plusieurs régions spectrales distinctes: UV, Visible, Proche infrarouge... ou en combinaison : imagerie multispectrale.

Calibration des images avec des valeurs biochimiques  $y$  se fait par calibration dite « indirecte ».

Cependant, la calibration multidimensionnelle d'images n'est pas applicable car l'assignation d'une concentration à un pixel donné est très difficile (hétérogénéité de surface, pixel non représentatif d'un seul composant) .

La Direct Calibration (DC), basée sur le modèle linéaire de mélange, peut permettre de résoudre ce problème : pas besoin de vecteur  $y$  de contribution.

# Objectifs

- Développer une méthode efficace pour identifier et quantifier des produits agricoles broyés dans un mélange, basée sur l'analyse d'images multivariées.
  - *Difficulté : hétérogénéité de poudres à un point spécifique*
    - *Impossibilité de mesurer les concentrations d'un composant*
  - *Utilisation de la Direct Calibration:*
    - *Pas besoin de vecteur  $y$*
    - *Matrice de données représentant les spectres perturbateurs ( $H$ ) & vecteur donnant le spectre pur ( $p$ ) requis*
  - *Utilisation d'un plan factoriel de type simplex-lattice : « plan d'expérience de mélange »*
  - *Estimation des proportions de produits agricoles dans des mélanges complexes*

# Matériel et méthodes

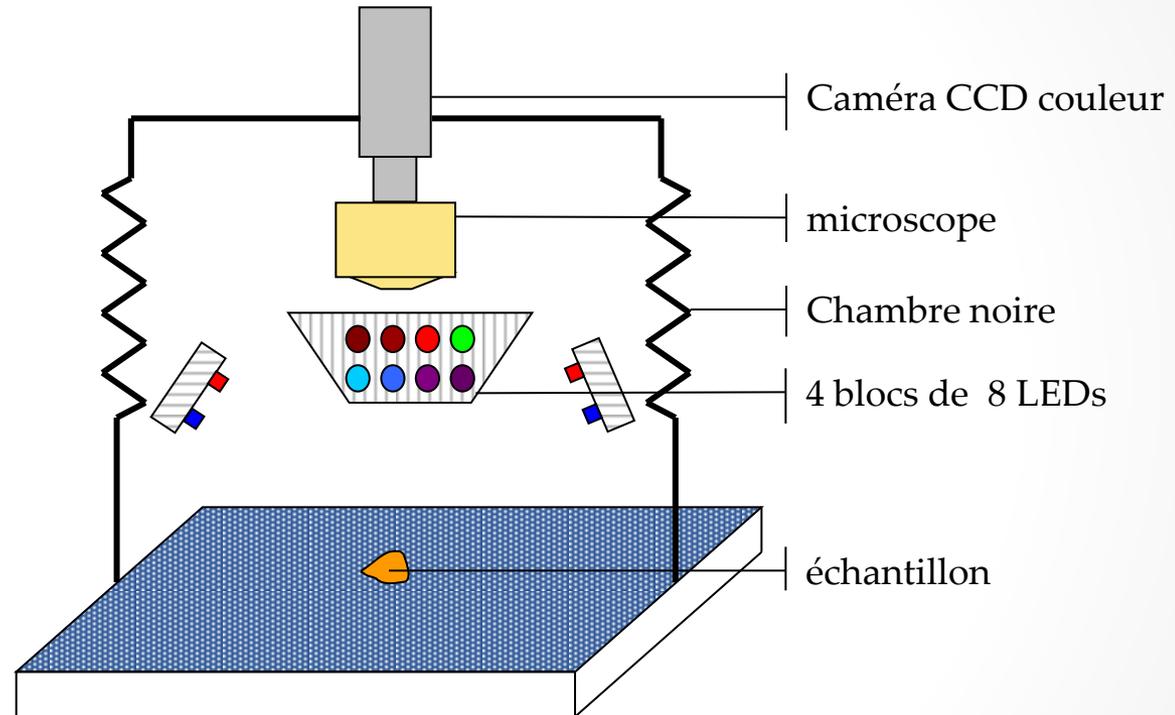
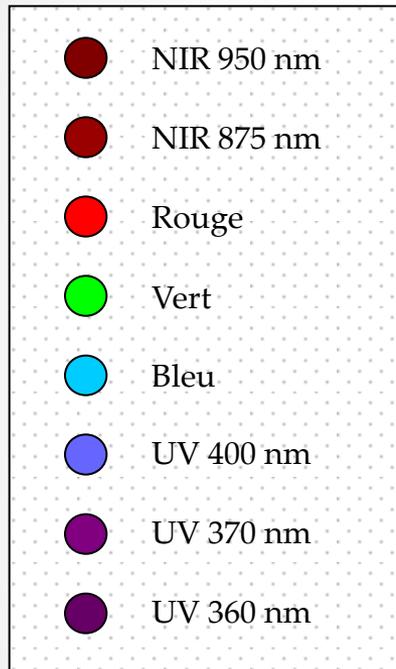
• • •

- 4 produits agricoles purs broyés : blé, maïs, pois, soja **en double**
- 3 étapes de broyages successives : 1<sup>ère</sup> avec une grille de 4 mm, 2<sup>nde</sup> avec une de 1 mm, et la 3<sup>ème</sup> avec une de **0.2 mm**.
- Mélange de ces produits dans des proportions selon le plan de mélange experimental :

Blé	Maïs	Pois	soja
0.5	0.5	0	0
0.5	0	0.5	0
0.5	0	0	0.5
0	0.5	0.5	0
0	0.5	0	0.5
0	0	0.5	0.5
0.25	0.25	0.25	0.25

⇒ Pas de préparation spécifique des échantillons avant analyse

## (Multiway Imager)

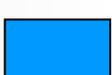


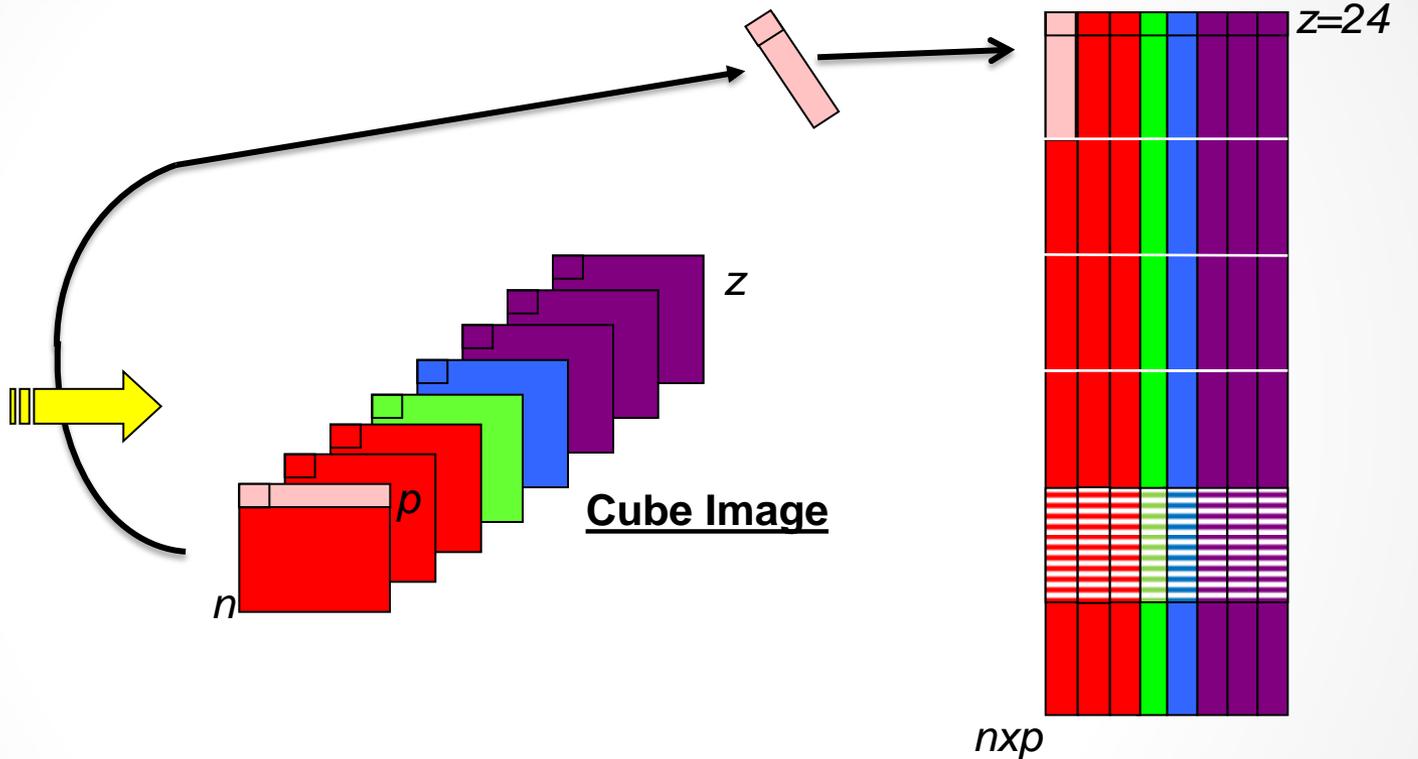
**8 conditions d'éclairage x 3 canaux RVB = 24 plans-images pour chaque échantillon**

S. Chevallier, D. Bertrand, A. Kohler, P. Courcoux (2006) Application of PLS-DA in multivariate image analysis. *J. Chemometrics* 20, 221–229

# Dépliage de l'image

Image  $\lambda$

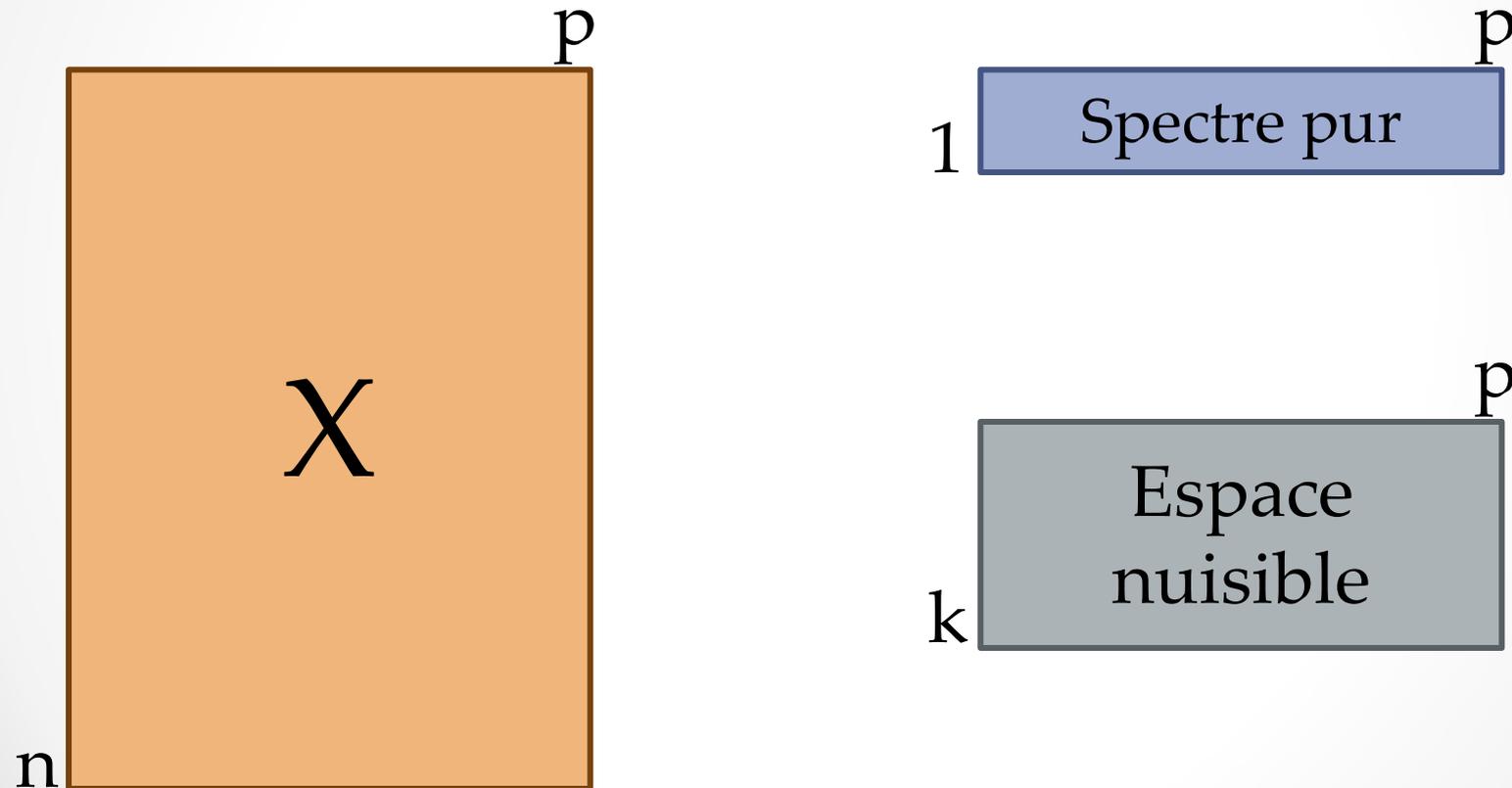
IR 950		$p$
IR 875		
Rouge		
Vert		
Bleu		
UV 360		
UV 370		
UV 400		



**1<sup>ère</sup> étape : Dépliage de l'image multivariée :** chaque pixel est un individu caractérisé par un vecteur  $y$  de 24 intensités (i.e. réponses spectrales)

**2<sup>nde</sup> étape : standardisation** des cubes-images (i.e. images multispectrales) en divisant l'intensité de chaque canal par la somme des 3 canaux pour une illumination donnée.

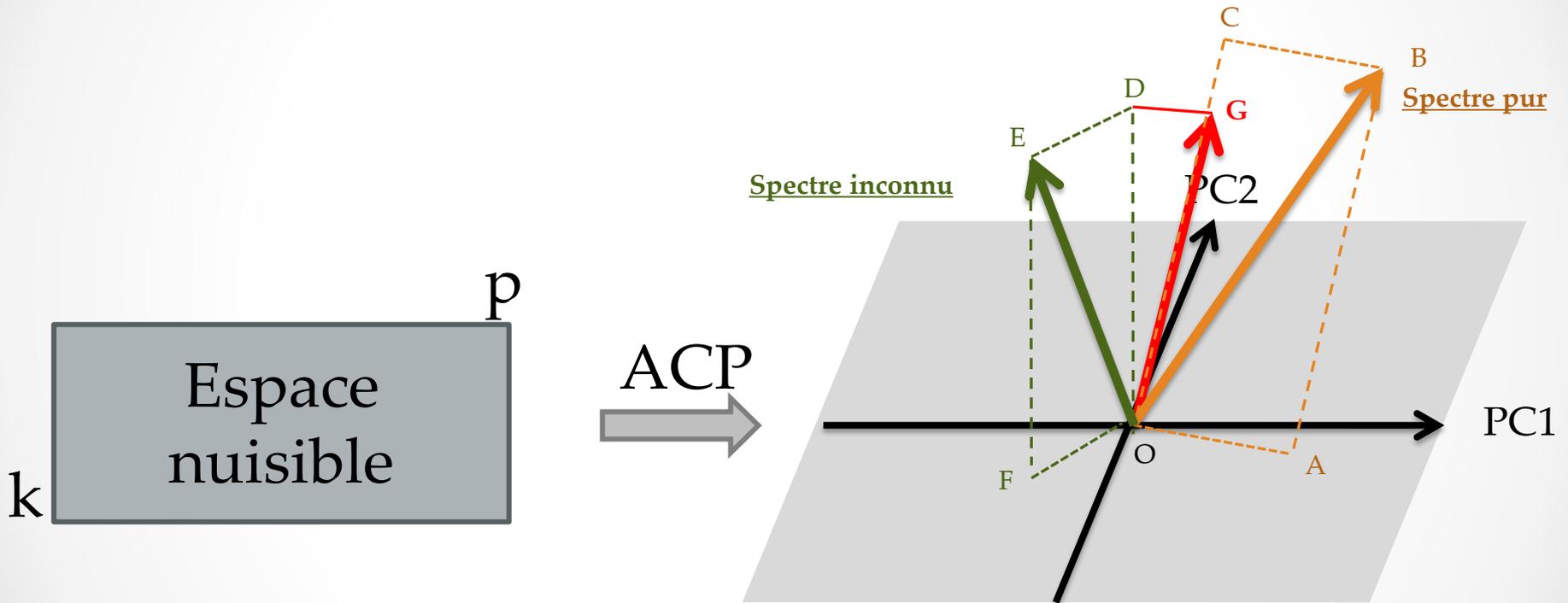
# Comment trouver l'information utile et s'en servir?



J.C. Boulet, J.M. Roger (2010) Improvement of direct calibration in spectroscopy. *Analytica Chimica Acta* 668, 130-136.

• HelioSPIR 2014, Montpellier

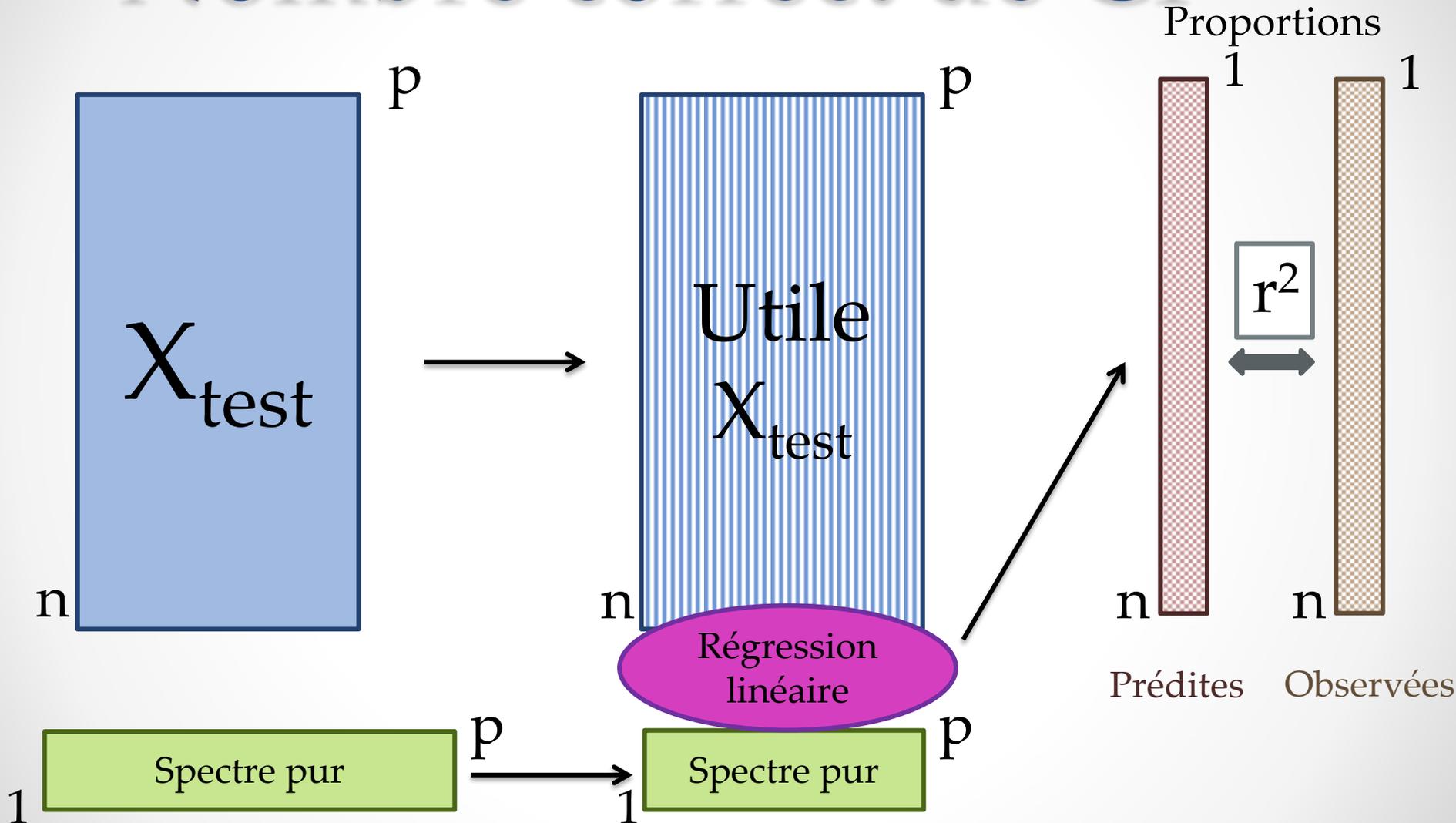
# ACP sur l'espace nuisible



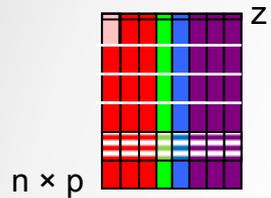
**Orthogonalement à l'espace nuisible**

B. Jaillais *et al.* (2012b) Application of direct calibration in multivariate image analysis of heterogeneous materials. *Analytica Chimica Acta* 734, 45-53.

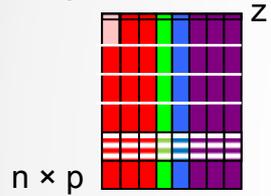
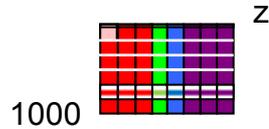
# Nombre correct de CP



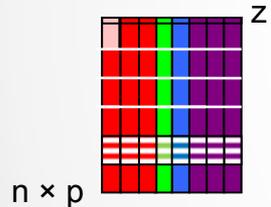
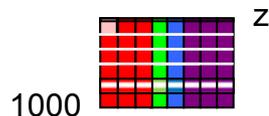
# Composants purs / DC



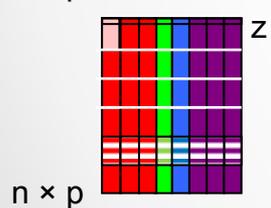
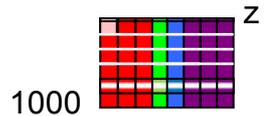
Blé



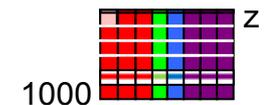
Maïs



Pois



Soja



Cubes-images  
des 4 produits purs

Echantillonnage:  
1000 pixels/image



Blé utile



Blé nuisible

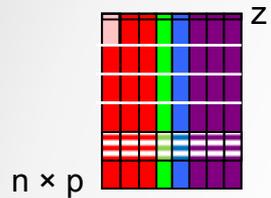


Modèle  
DC  
Blé

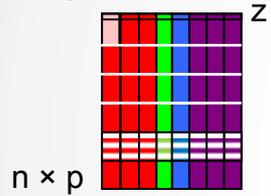
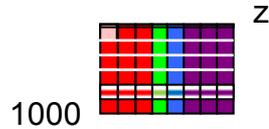


Histogramme des  
proportions prédites  
pour le blé

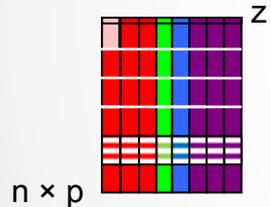
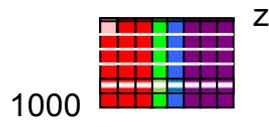
# Composants purs / DC



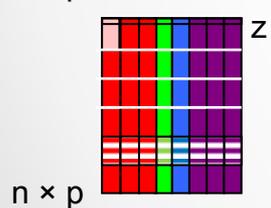
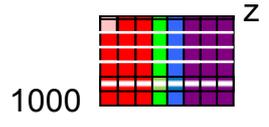
Blé



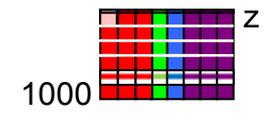
Maïs



Pois



Soja



Cubes-images  
des 4 produits purs

Echantillonnage:  
1000 pixels/image



Maïs nuisible



Maïs utile



Maïs nuisible

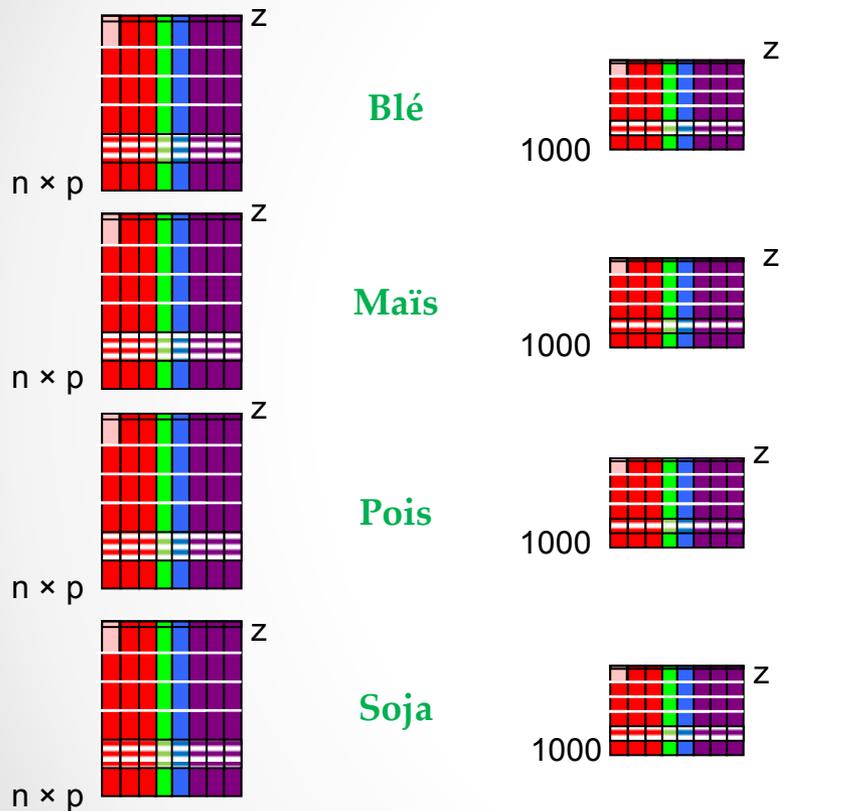


Modèle  
DC  
maïs



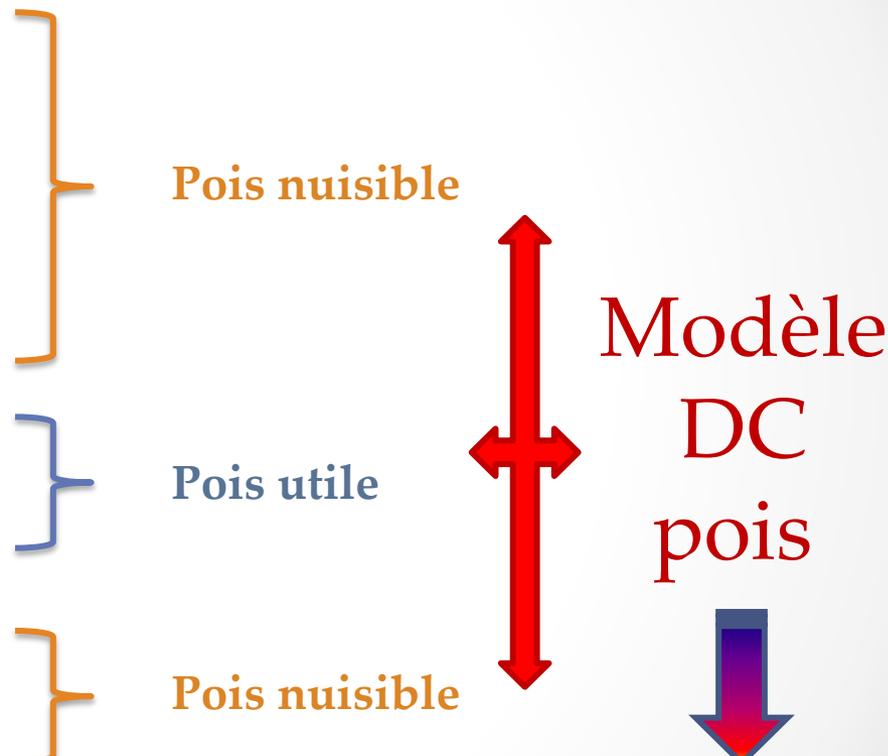
Histogramme des  
proportions prédites  
pour le maïs

# Composants purs / DC



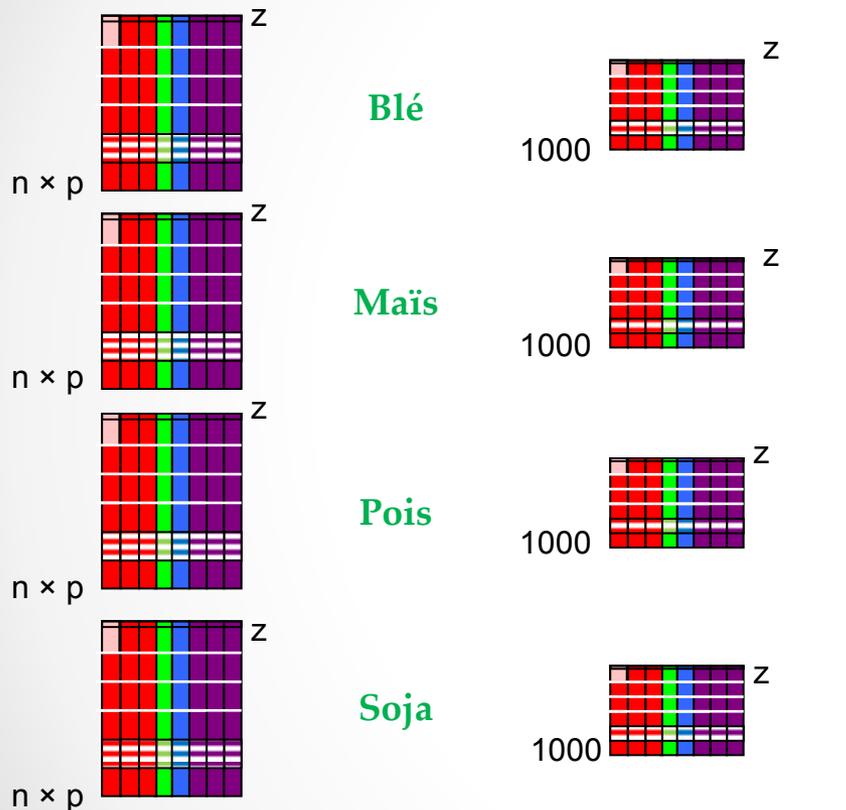
Cubes-images  
des 4 produits purs

Echantillonnage:  
1000 pixels/image



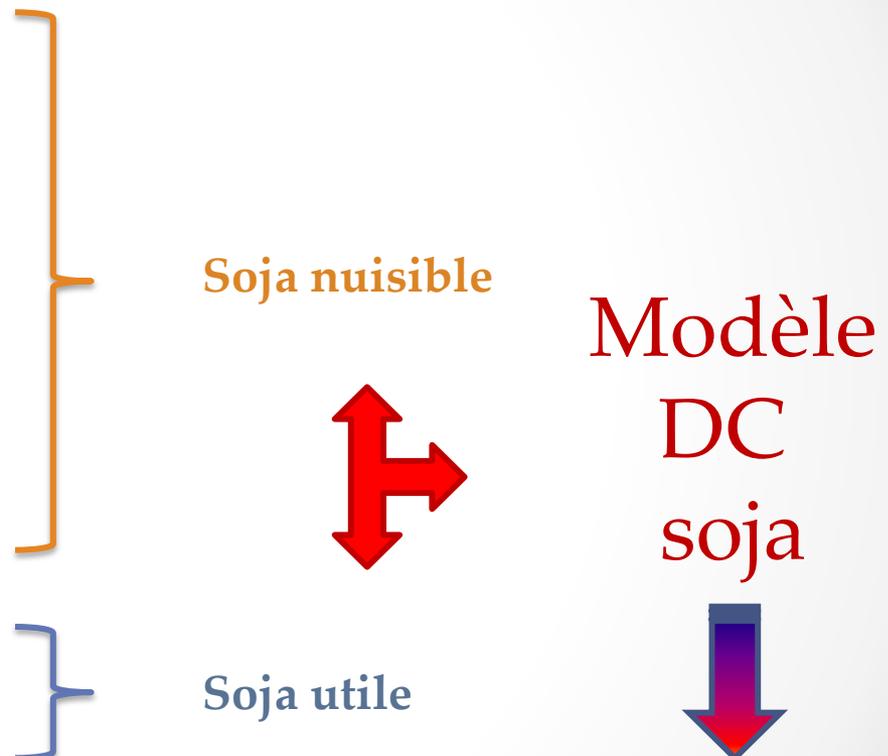
Histogramme des  
proportions prédites  
pour le pois

# Composants purs / DC



Cubes-images des 4 produits purs

Echantillonnage: 1000 pixels/image



Histogramme des proportions prédites pour le soja

# Mélanges « inconnus »

Chaque mélange (= ligne) de plan d'expérience a été analysé avec l'imager MUWI, et tous les pixels ont été projetés sur les 4 modèles obtenus pour chaque composant pur.

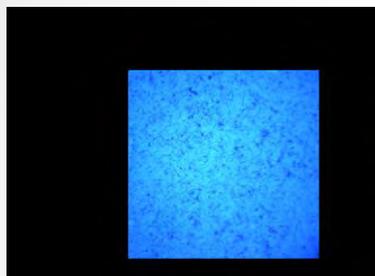
Une image des proportions de chaque produit broyé a été créée pour chaque mélange et ces 4 images sont « mixées » en une seule image synthétique. Tous les pixels ont été assignés à un des 4 composants purs.

# Résultats

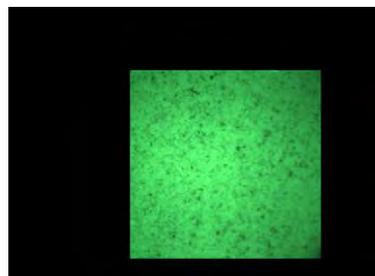


# Images brutes

Bleu



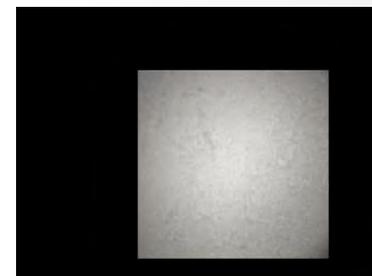
Vert



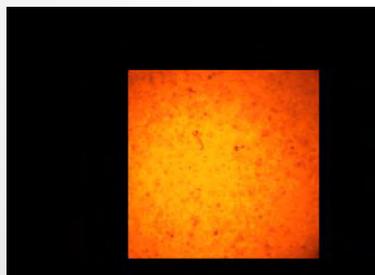
IR875



IR950



Rouge



UV360



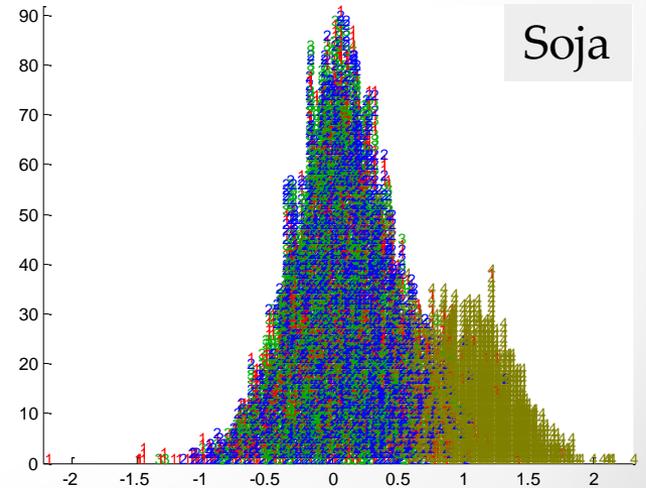
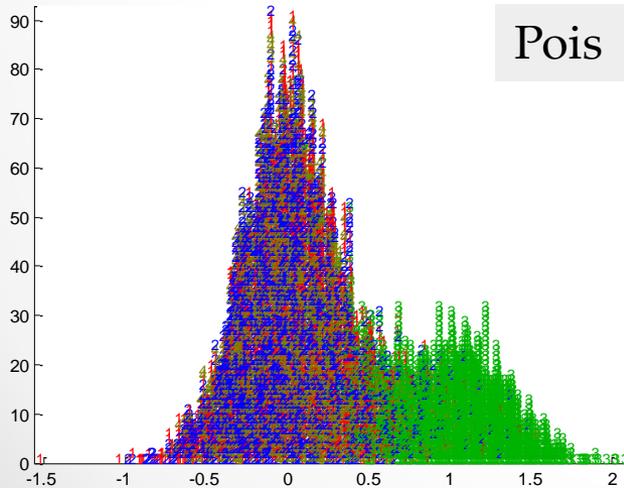
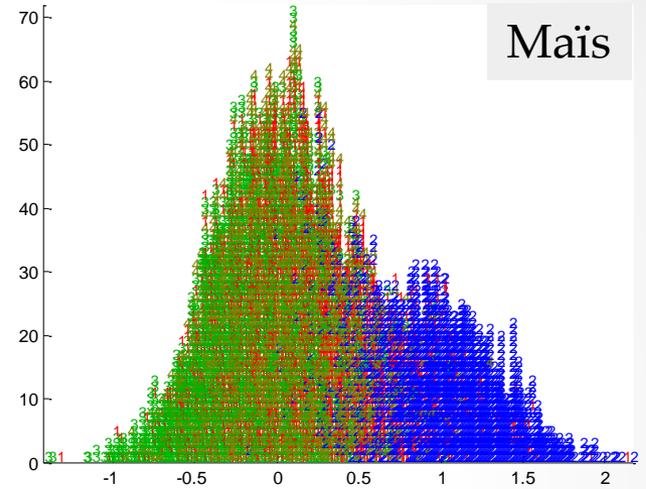
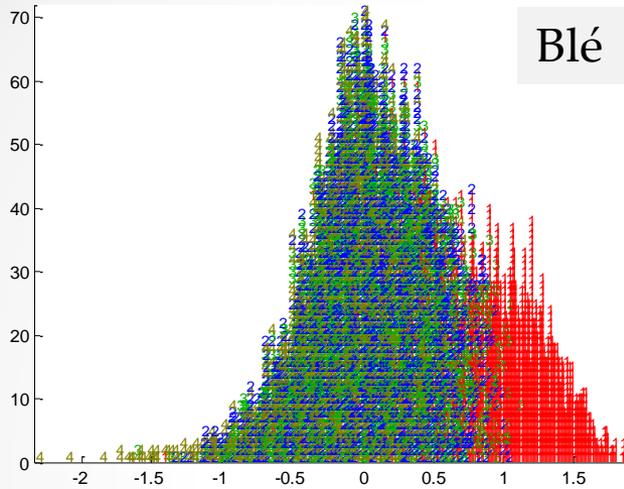
UV370



UV400

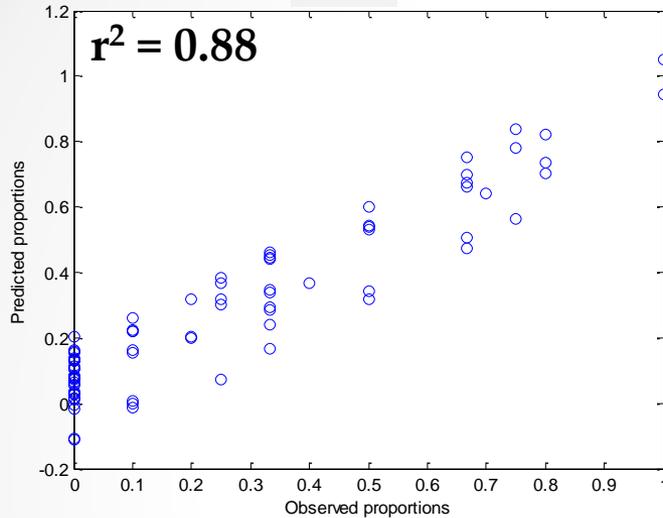


autofluorescence

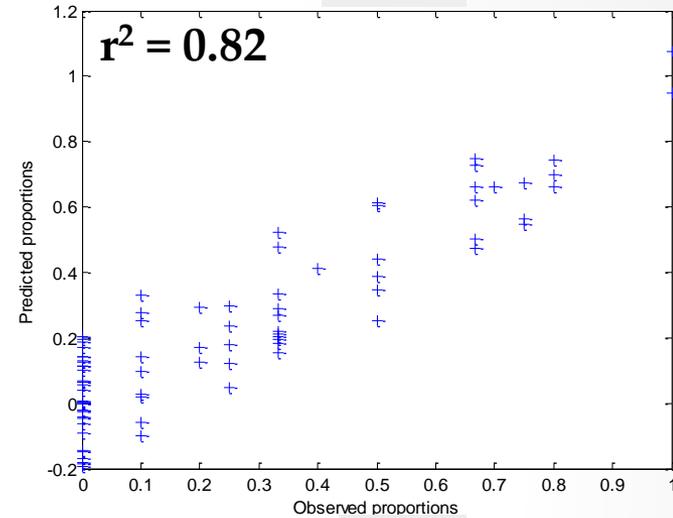


# R<sup>2</sup> prédite/observée

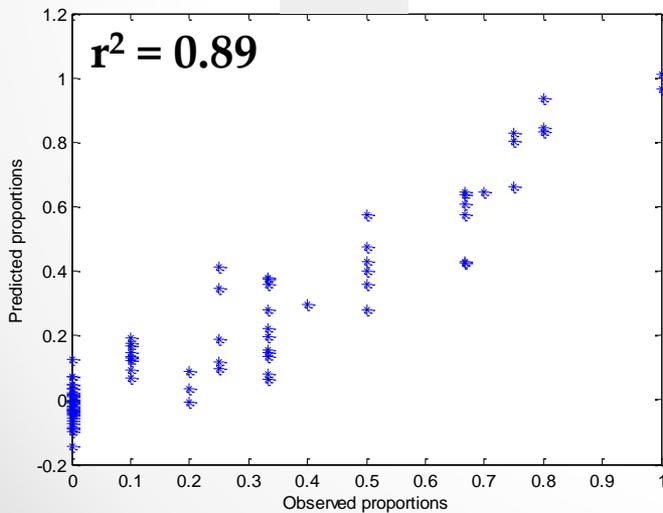
Blé



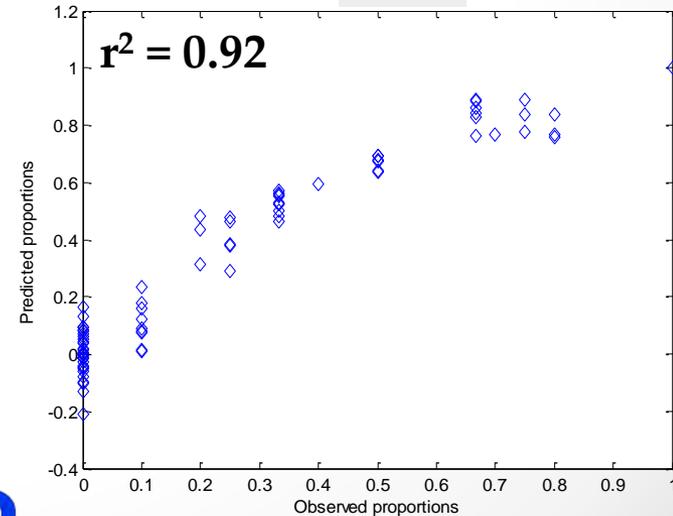
Maïs



Pois

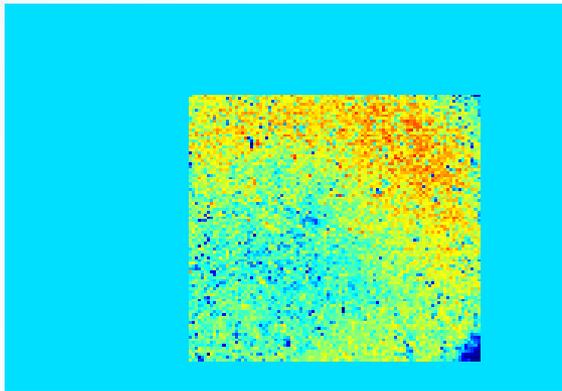


Soja

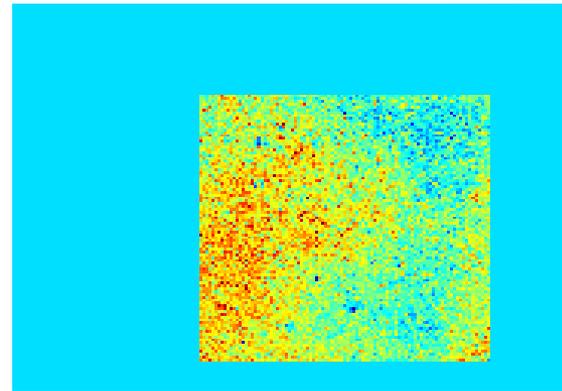


# Images de proportions

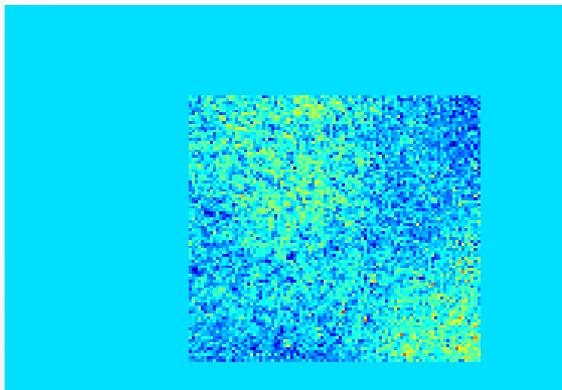
Assignation des pixels au blé



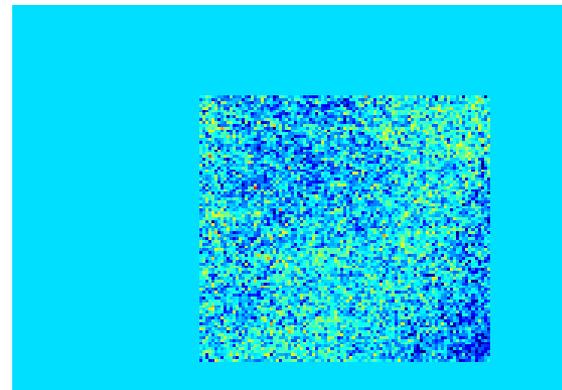
Assignation des pixels au maïs



Assignation des pixels au pois



Assignation des pixels au soja



Images d'un mélange de 50% de blé et de 50% de maïs

# Conclusions

- Le système MUWI permet d'acquérir des images multivariées pertinentes de poudres de produits agricoles.
- Discrimination de produits différents - blé, maïs, pois et soja - facile et rapide.
- Utilisation de la chimiométrie permet de prédire les proportions de chaque composant pur dans un mélange avec de bons résultats.
- Pour mesurer une concentration à un pixel donné, la DC semble être une technique fiable pour estimer les proportions des composants purs dans une image de mélange.
- L'identification des espaces "utiles" et "nuisibles" par ACP est rapide et efficace.
- Même si nous avons obtenus des contributions et non de vraies concentrations, il est souvent très utile d'avoir des images d'intensité en fausses couleurs qui font ressortir l'organisation spatiale des échantillons étudiés.

# Merci pour votre attention

...