



Mise au point de modèles chimiométriques pour la caractérisation de sols à partir de mesures spectrales PIR effectuées au laboratoire et au champ

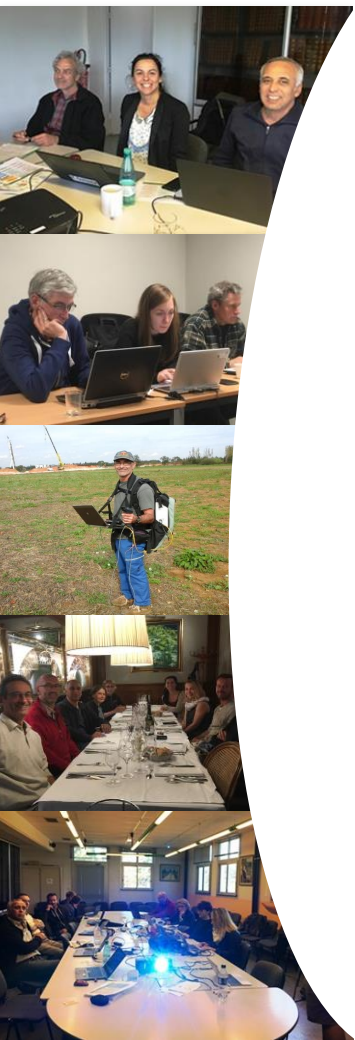
Bernard Barthès, Claude Doussan, Amandine Etayo, Youssef Fouad, Cyril Girardin, Etienne Lamy, Eric Latrille, Marie-Noelle Mistou, Brigitte Montegano, Nicolas Proix, Virginie Rossard, Pascal Sartre, Jeanne-Chantale Thoisy



CONTEXTE



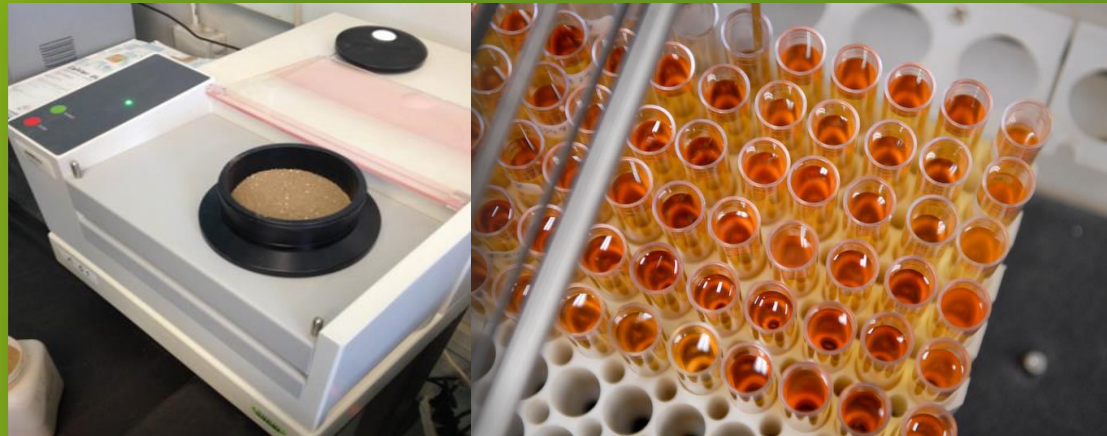
- ❖ Développer des compétences « NIRS » sur des données du sol
- ❖ Pari scientifique EA 2017-2018
- ❖ Partage de données et de modèles via ChemFlow
- ❖ Organisation d'ateliers
- ❖ **Objectif** : caractériser les types de sol présents et leur répartition spatiale pour accéder à des calculs de stocks de carbone et l'azote



PLAN

- I. Etalonnages à partir des spectres obtenus en labo
- II. Etalonnages à partir des spectres obtenus au champ
- III. Perspectives

Développement de calibrations à partir de mesures (spectres et analyses) effectuées en laboratoire (INRA – LAS)



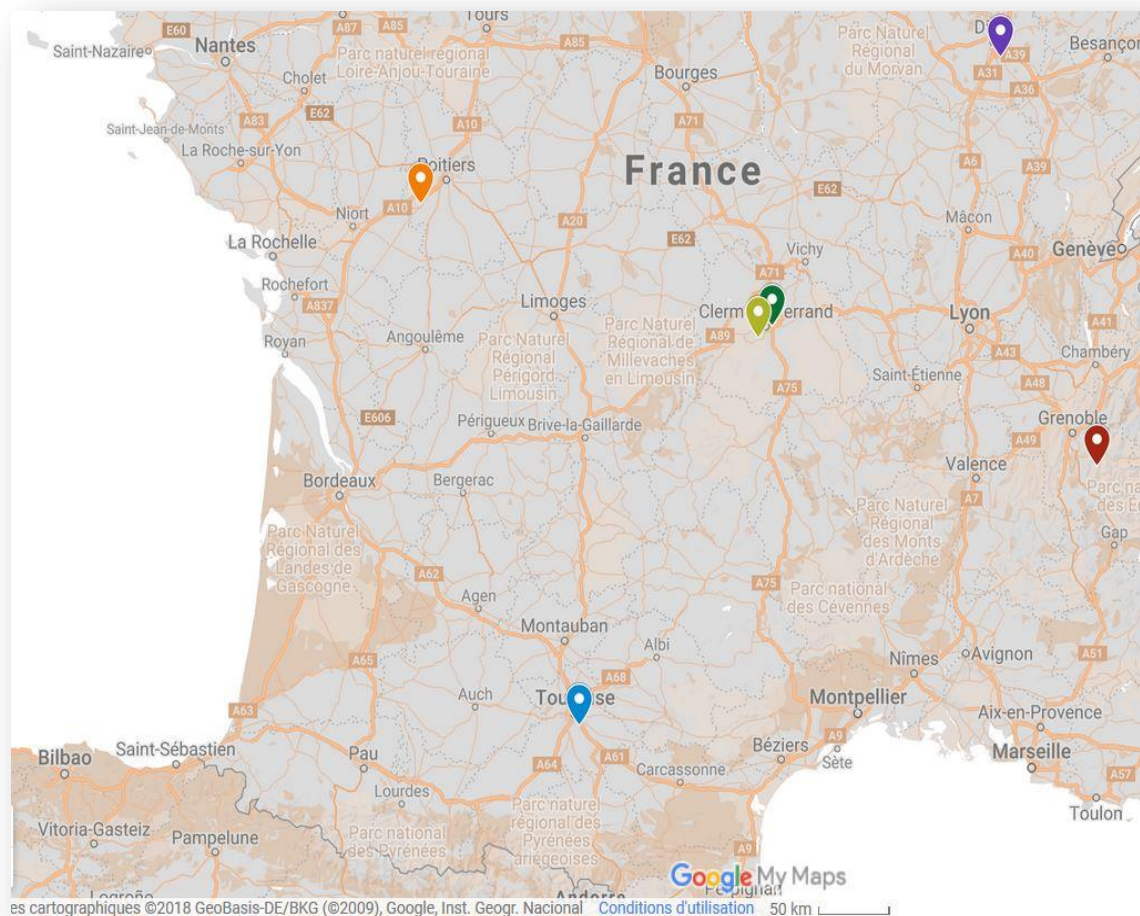
LES ECHANTILLONS

Provenance

❖ 1036 échantillons

❖ 5 sites français

Sites	Nb ech
 Auzeville-Tolosane	337
 Isère	48
 Époisses	158
 Lusignan	352
 Crouel  Theix 	Clermont -Ferrand 141



LES ECHANTILLONS

Mesures au Laboratoire d'Analyses des Sols (LAS)

❖ Unité de service de l'INRA



➔ Acquisition des spectres PIR

➔ Mesure de 16 paramètres physico-chimiques

PROTOCOLE DE MESURE SPECTRALE

Au LAS

❖ Préparation des échantillons

Selon la norme **NF ISO 11464**

- séchage à l'air (température 35°C)
- émottage et tamisage à 2mm

Avant la prise de spectre

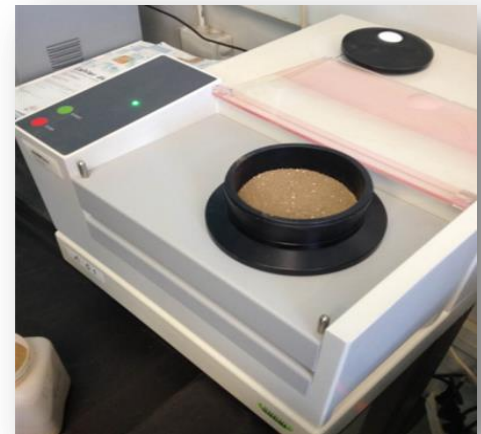
Nouveau séchage à l'air au moins 12h (température 35°C)

- Prise d'essai entre 50 et 100 g d'échantillon dans une clayette puis déposé dans une coupelle



❖ Prise de spectre

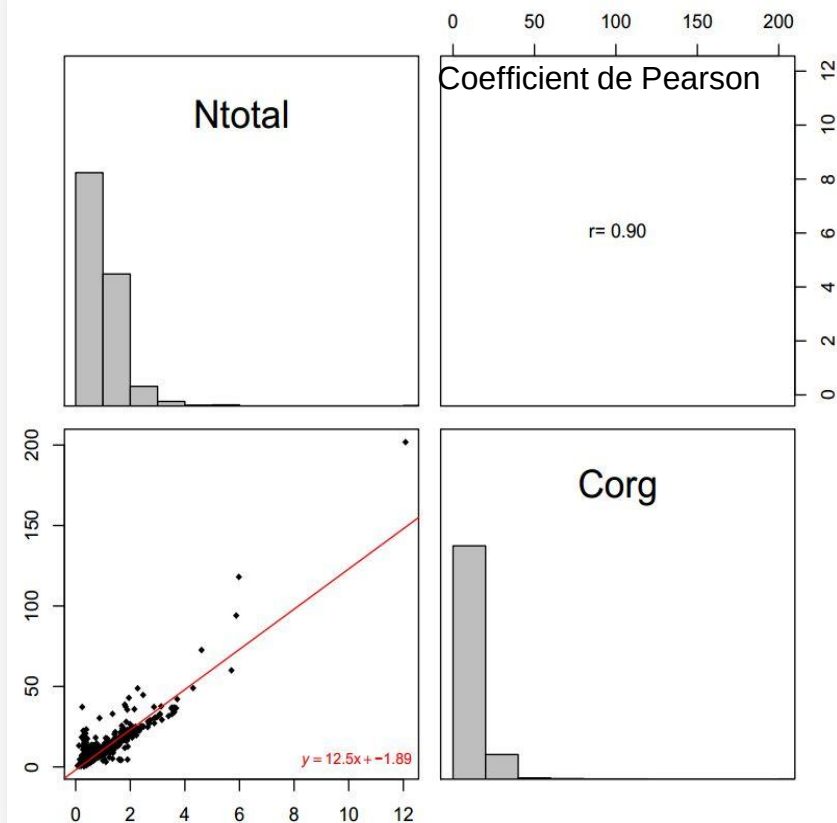
- Büchi NIRFLEX N500. Mode réflectance.
- Acquisition en 4000 et 10000 cm^{-1} (1000-2500nm)
- Résolution de 8 cm^{-1} (1501 valeurs)
- Un échantillon de référence est inséré en début et fin de séquence et tous les 10 échantillons « inconnus »



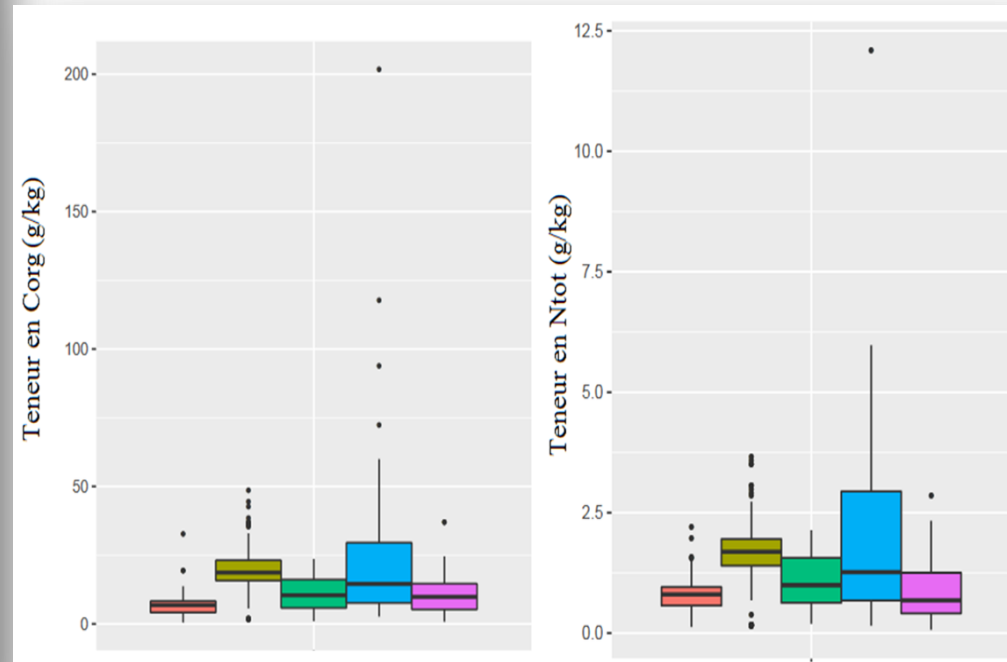
ANALYSES DE C_{org} et N_{tot} (g/Kg)

Propriétés des échantillons

Correlation plot



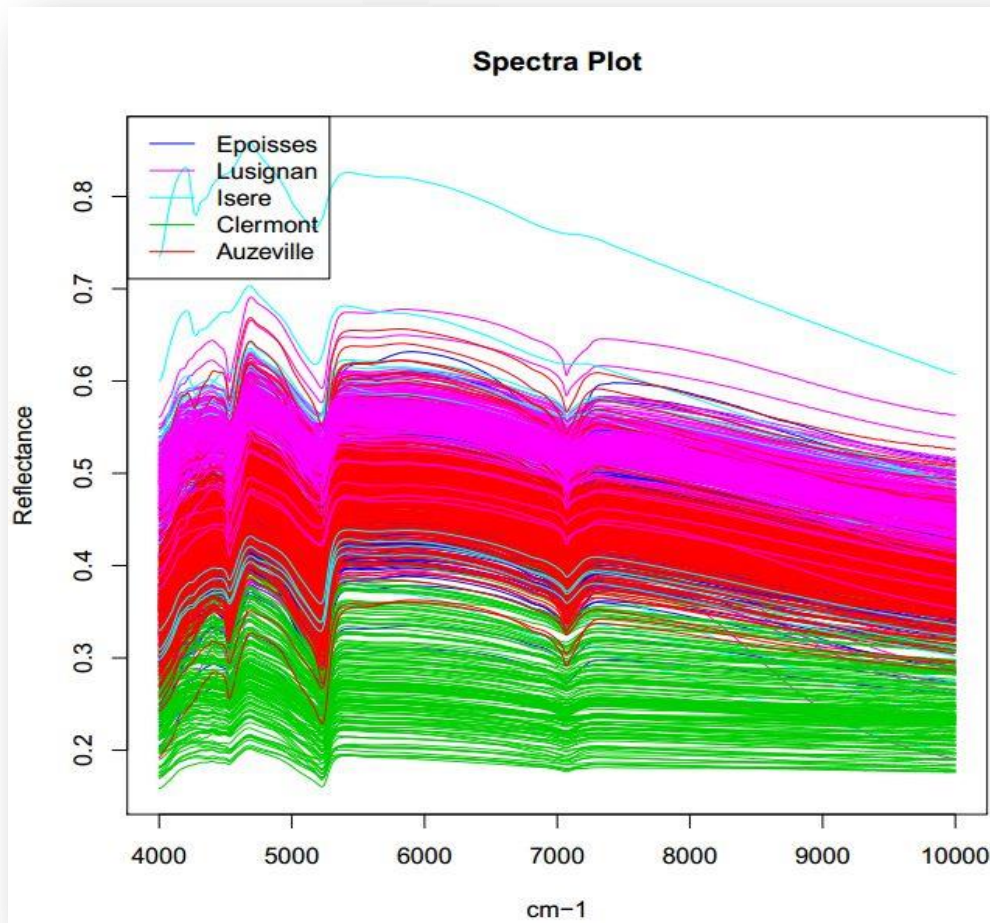
Teneurs observées en C_{org} et N_{tot} sur les différents sites étudiés



■ Auzeville
 ■ Clermont
 ■ Epoisses
 ■ Isere
 ■ Lusignan

ETUDE DES DONNEES SPECTRALES

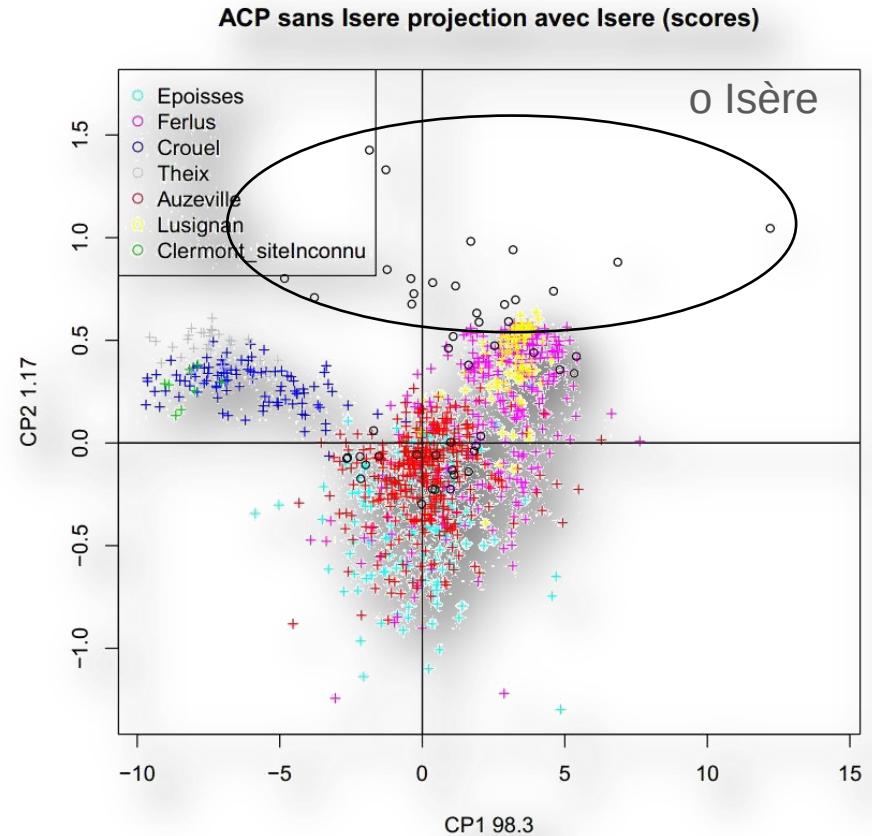
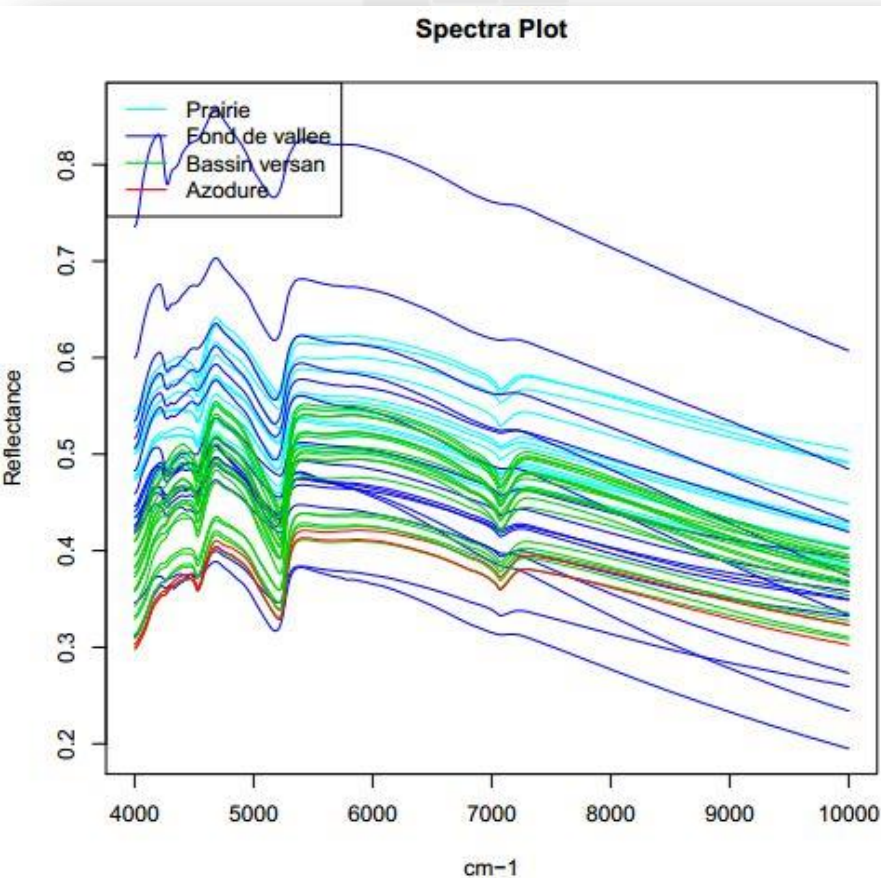
Description des 1036 spectres



- ❖ Spectres Bruts PIR
- ❖ Réflectance

ETUDE DES DONNEES SPECTRALES

Détection d'outliers - Spectres d'Isère



➔ Outliers : suppression de 20 échantillons de fond de vallée de l'Isère, hors gamme spectrale et en C_{org} . Calibration sur 4 sites sauf Isère (988 échantillons) et validation sur jeu indépendant Isère (28 ech.)

DEVELOPPEMENT DES CALIBRATIONS

Sur les données d'étalonnage pour la prédiction en Corg (g/kg) – PLS-R

Prétraitement	Type	LV	R ² -CV	RMSECV	R ²
Sans	Réflectance	8	0.64	4.21	0.91
DSG(D1,P2,S11)	Réflectance	6	0.64	4.22	0.88
Detrend2	Réflectance	5	0.63	4.29	0.94
MSC	Réflectance	12	0.69	3.90	0.93
SNV	Réflectance	9	0.68	3.97	0.94
Normalize	Réflectance	9	0.67	4.04	0.96
Baseline	Réflectance	7	0.63	4.27	0.95
Sans	Absorbance	11	0.68	4.02	0.97
SNV	Absorbance	10	0.68	4.01	0.95
Normalize	Absorbance	8	0.64	4.26	0.90
DSG(D1,P2,S11)	Absorbance	8	0.66	4.11	0.94
MSC	Absorbance	7	0.67	4.07	0.96
Detrend	Absorbance	10	0.68	4.00	0.97

DEVELOPPEMENT DES CALIBRATIONS

Sur les données d'étalonnage pour la prédiction en Ntot (g/kg) – PLS-R

Prétraitement	Type	LV	R ² -CV	RMSECV	R ²
Sans	Réflectance	14	0.83	0.25	0.90
Sans	Absorbance	10	0.82	0.25	0.96
MSC	Réflectance	10	0.89	0.19	0.94
SNV	Réflectance	11	0.88	0.21	0.95
DSG(D1,P2,S11)	Réflectance	7	0.80	0.26	0.87
DSG(D1,P1,S11)	Réflectance	7	0.79	0.27	0.87
Baseline	Réflectance	15	0.84	0.24	0.91
Normalisation	Réflectance	11	0.84	0.24	0.95
Detrend2	Réflectance	7	0.79	0.27	0.9
MSC, DSG(D1,P2,S11)	Réflectance	10	0.88	0.20	0.94
MSC	Absorbance	8	0.88	0.20	0.95
DSG(D1,P2,S11)	Absorbance	8	0.85	0.23	0.96
SNV	Absorbance	9	0.87	0.21	0.96

DEVELOPPEMENT DES CALIBRATIONS

Validation des modèles sur des données externes (Isère) et comparaison aux résultats de la littérature.

Corg en g/kg (PLS-R)

RMSEC = 3.2 ; RMSECV = 4.02 ; r^2 cal = 0.69
RMSEP = 3.07 r^2 val = 0.67
RPD = 2.87

Ntot en g/kg (PLS-R)

RMSEC = 0.23 ; RMSECV = 0.24 ; r^2 cal = 0.84
RMSEP = 0.33 r^2 val = 0.82
RPD = 2.87

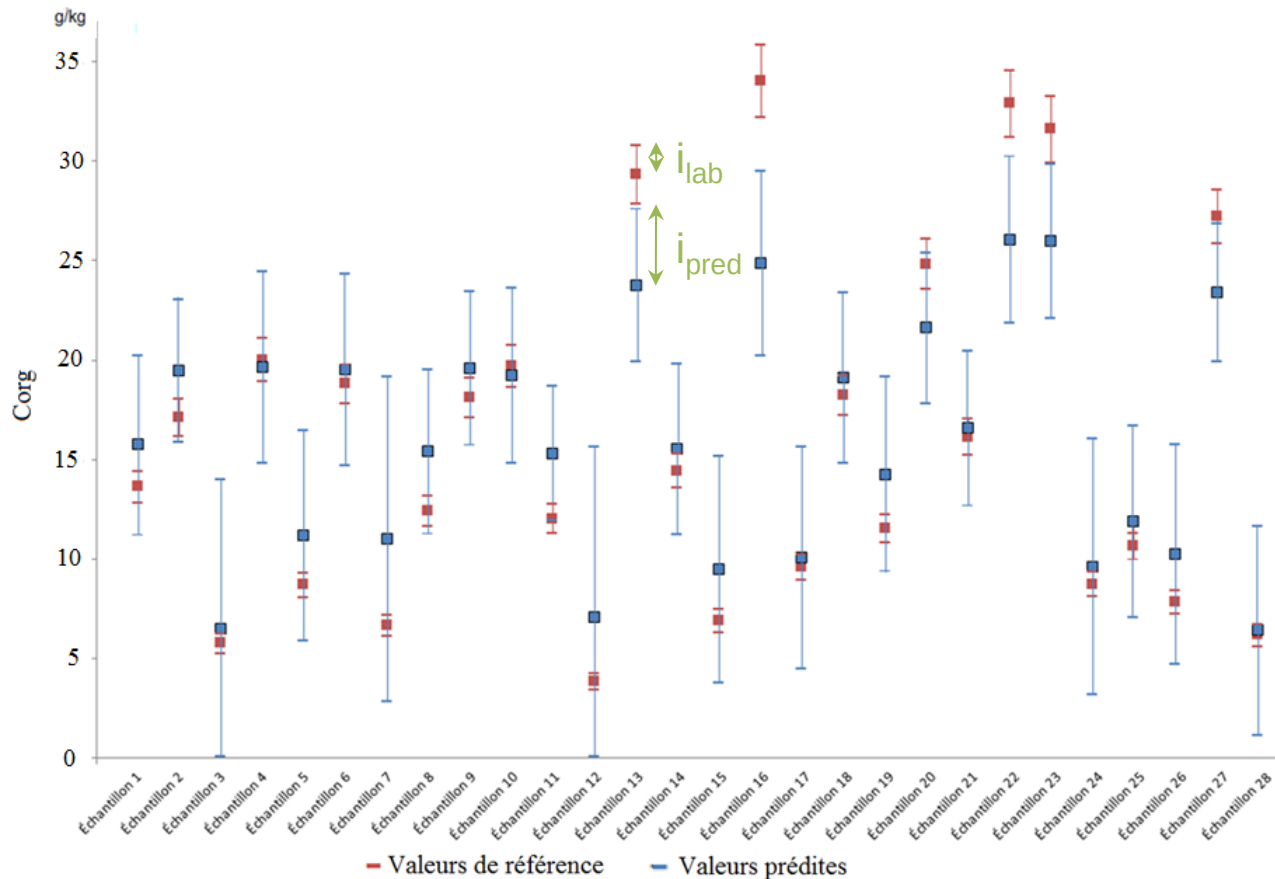
Résultats observés dans la littérature

Référence	Paramètre	RMSEP (g/kg)	RPD
Clairotte et al. (2016)	Corg	4.4	2.3
Stevens et al. (2013)	Corg	4	2.17
Gogé et al. (2012) PLS local	Corg	3,73 à 3,96	2,10 à 2,22

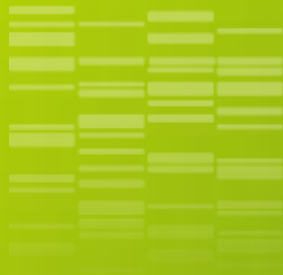
Référence	Paramètre	RMSEP (g/kg)	RPD
Brunet et al. (2007)	Ntot	0.07-0.41	1.8-3.2

DEVELOPPEMENT DES CALIBRATIONS

Validation par la détermination des incertitudes de prédiction sur les échantillons d'Isère (calcul Unscrambler)



- ❖ Incertitudes des **valeurs prédites** > Incertitudes des **valeurs de référence**
- ❖ La SPIR donne un ordre de grandeur sur les teneurs



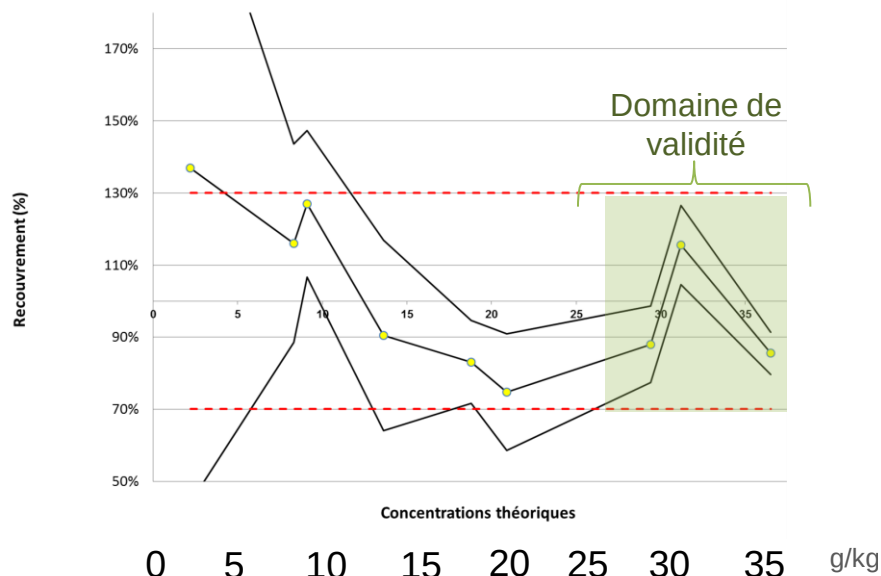
Validation par profil d'exactitude

(Approche détaillée dans CheMOOCs 2/2...)

VALIDATION

à l'aide du profil d'exactitude

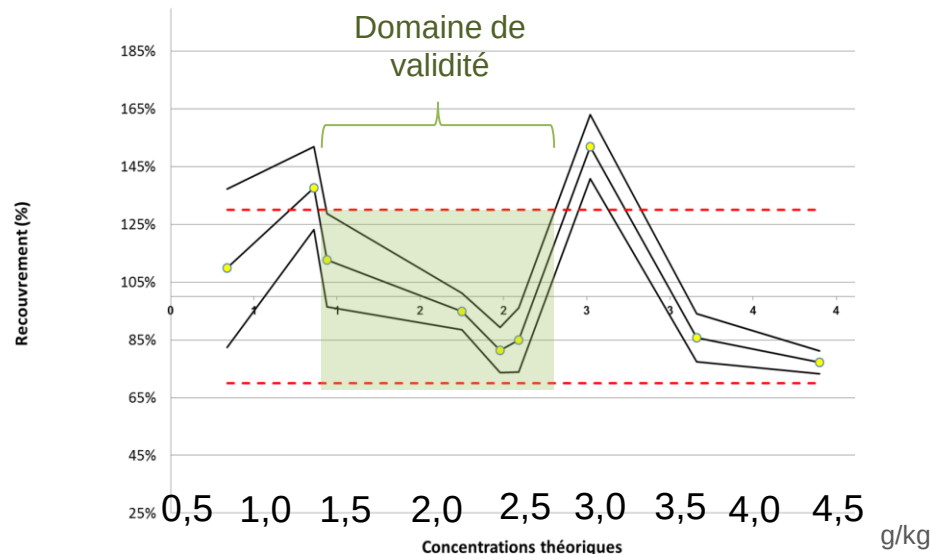
Profil d'exactitude



● Recouvrement (justesse) (%) - - Limite d'acceptabilité basse (%) - - Limite d'acceptabilité haute (%)
— Limite basse tolérance (%) — Limite haute tolérance (%)

Profil d'exactitude pour le modèle de prédiction de la teneur en C_{org}

Profil d'exactitude



Profil d'exactitude pour le modèle de prédiction de la teneur en N_{tot}

Développement de calibrations à partir de mesures spectrales acquises au champ



PROTOCOLE DE MESURE SPECTRALE

Au Champ

Spectromètre ASD LabSpec 2500

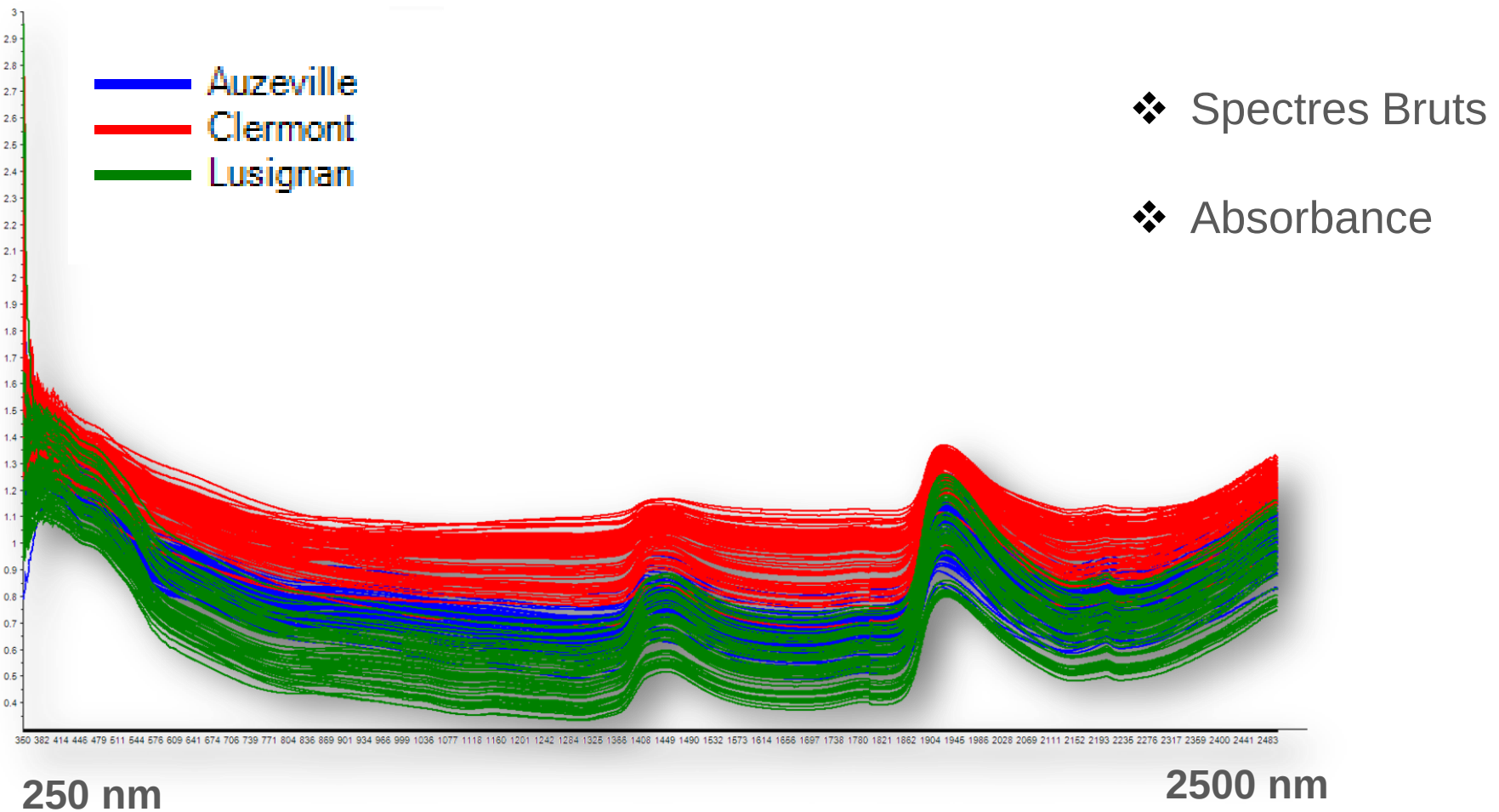
- ❖ Mode Absorbance
- ❖ Acquisition : entre 250 et 2500 nm (4000 et 40000 cm^{-1})
- ❖ Résolution : 3 nm
- ❖ Mesures sur carotte ou sur mottes



Sites	Nb ech
 Auzeville-Tolosane	96
 Lusignan	62
 Crouel	92
 Theix } Clermont-Ferrand	

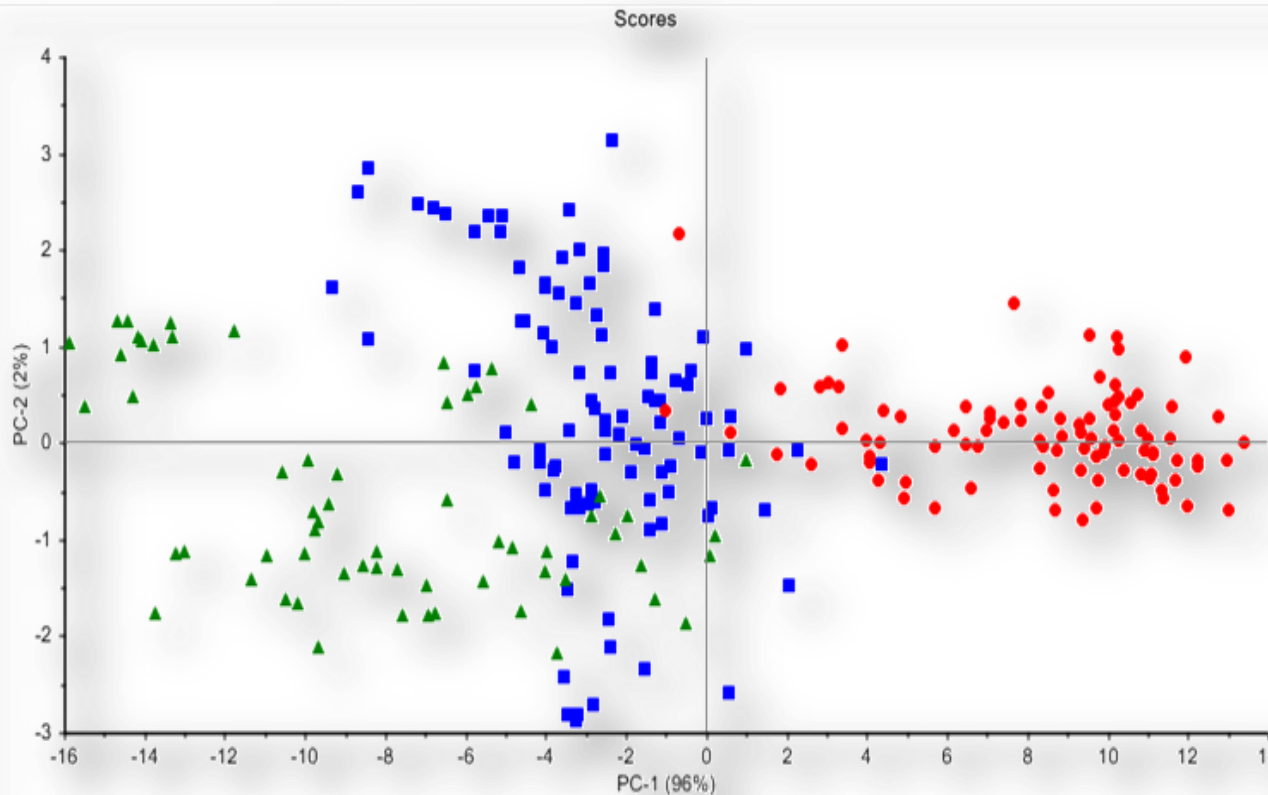
ETUDE DES DONNEES SPECTRALES

Description des 250 spectres



Développement d'étalonnages terrain

Choix du jeu de calibration et du jeu de validation



- Auzeville
- Clermont
- ▲ Lusignan

- **Calibration** sur 2 sites
Clermont et Lusignan
(158 ech.)
- **Validation** sur 1 site
Auzeville (96 ech.)

Représentation des scores de l'ACP des spectres :
PC2(2%) en fonction de PC1 (96%)

DEVELOPPEMENT DES CALIBRATIONS

Comparatif de différents prétraitements et jeux de validation

Jeu de validation d'Auzeville

Prétraitement	Type	Paramètre	LV	R ² -CV	RMSECV	RMSEP
SNV	Absorbance	Corg	11	0.68	4.54	91
SNV	Absorbance	Ntot	11	0.78	0.28	10

- Résultats de prédiction sur le jeu indépendant non satisfaisant pour C_{org} et N_{tot}
- Causes possibles :
 - différence de protocole d'acquisition des spectres sur le terrain
 - base de données terrain ne comportant que peu d'échantillons



Conclusions et perspectives



CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les performances en prédiction des modèles dépendent des jeux de données disponibles.

- Poursuivre l'élargissement de la base de données (par ex. RMQS)
- Publication des données via un data paper sur les données et un data paper sur les modèles.
- Elargissement de la communauté de SpectraSol

Merci pour votre attention



CheMoocs 1/2 méthodes non supervisées actuellement sur FUN-MOOC.fr : 1500 inscrits



- CheMoocs 2/2 méthodes supervisées début 4 février 2019 sur FUN : inscrivez-vous maintenant !
- Conférence de Chimiométrie à SupAgro-Montpellier du **30 janvier au 1er février 2019**
- ChemHouse

