



INCA

Spectroscopie Proche Infrarouge pour la comptabilité carbone au champ

IN-FIELD NIR SPECTROSCOPY FOR CARBON ACCOUNTING

Alexia GOBRECHT
Véronique BELLON-MAUREL
Irstea, UMR ITAP
361 Rue Jean-François Breton
34196 Montpellier Cedex 5
alexia.gobrecht@irstea.fr
veronique.bellon@irstea.fr

Rapport final
24 octobre 2014



Numéro de contrat Ministère/ADEME : n° 1006C0093

Remerciements

Les partenaires du projet INCA remercient vivement l'ADEME pour son soutien financier ainsi que le Programme GESSOL, et notamment les membres du comité de pilotage et du comité de suivi.

Les coordinatrices d'INCA souhaitent vivement remercier le comité de pilotage du projet :

- Pour Irstea, UMR ITAP : Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger
- Pour l'IRD, UMR Eco&Sols : Bernard Barthès, Didier Brunet, Martial Bernoux, Michael Clairotte
- Pour l'INRA, US Infosol : Dominique Arrouays, Claudy Jolivet, Manuel Martin
- Pour l'Université de Sydney, ACPA : Alex McBratney, Budiman Minasny

Enfin, le comité de pilotage d'INCA souhaite également exprimer sa gratitude envers les personnes suivantes pour leur implication, de près ou de loin aux travaux menés dans le cadre de ce projet de recherche :

- A Irstea : Jean-François Bonicel, Gérard Leroy, Benoit Moulin, Daniel Moura
- A l'IRD : Aurélie Thébault, Manon Villeneuve, Didier Blavet
- A l'INRA : Nicolas Saby, C. Ratié, B. Ortolland
- A l'ACPA : Samuel Joalland, Laure Ferrrand, M. Short

L'ADEME EN BREF

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) participe à la mise en œuvre des politiques publiques dans les domaines de l'environnement, de l'énergie et du développement durable. Afin de leur permettre de progresser dans leur démarche environnementale, l'agence met à disposition des entreprises, des collectivités locales, des pouvoirs publics et du grand public, ses capacités d'expertise et de conseil. Elle aide en outre au financement de projets, de la recherche à la mise en œuvre et ce, dans les domaines suivants : la gestion des déchets, la préservation des sols, l'efficacité énergétique et les énergies renouvelables, la qualité de l'air et la lutte contre le bruit.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle du ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie et du ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche. www.ademe.fr

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par la caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

Résumé

Dans l'objectif de limiter le changement climatique dû à l'accroissement de la teneur de l'atmosphère en gaz à effet de serre, le protocole de Kyoto prévoit de mettre en place une bourse du carbone, permettant de rémunérer les organismes qui stockeraient le carbone. Une des principales voies de stockage est la séquestration dans le sol. Ceci suppose que l'on sache mesurer le carbone séquestré de façon précise et peu coûteuse. L'objectif ici, **est de développer un équipement et une méthode de mesure de la concentration volumique de C dans les sols, utilisant la spectrométrie proche infrarouge et directement applicable au champ.**

Bien qu'employée depuis des décennies en analyse de routine en agro-alimentaire, la spectrométrie proche infrarouge (SPIR) relève toujours de la recherche dans le domaine des sols. Si la quantification de différents constituants ou certaines fonctions (teneur pondérale en carbone organique et inorganique, en azote, capacité d'échange cationique, granulométrie...) a fait l'objet de nombreuses publications, plusieurs verrous méthodologiques et technologiques doivent être levés pour en faire une méthode d'analyse de routine pour la comptabilité des crédits C. D'une part, la spectrométrie doit être mise en œuvre au champ, pour éviter les coûts générés par l'extraction/ préparation d'échantillons et permettre de répéter les mesures. D'autre part, le point critique de la SPIR – en particulier pour les sols - est l'étalonnage. Cela génère plusieurs questions de recherche : (i) quelle architecture optique permet d'optimiser la qualité des spectres mesurés in-situ ? (ii) quelle est la sensibilité de la mesure aux différentes grandeurs d'influence en extérieur (humidité, présence d'éléments grossiers, température etc.) ? et comment rendre la mesure robuste ? (iii) comment évaluer la qualité de la mesure ?

C'est avec l'objectif d'apporter des réponses à ces questions, que s'est constitué le consortium scientifique pluridisciplinaire du projet INCA regroupant spécialistes d'instrumentation de SPIR et pédologues spécialistes du carbone.

Les travaux de recherche ont porté à la fois sur le développement d'un système optique adapté à la mesure de sols et sur l'analyse du potentiel des différentes méthodes d'étalonnages. Les différents traitements ont été faits à partir de la base de données spectrale comprenant plus de 2000 échantillons représentatifs du territoire métropolitain, associées à la teneur en carbone.

En termes de résultats, INCA livre une nouvelle méthode de mesure de l'absorbance chimique de milieux diffusants, qui peut s'appliquer aussi bien aux sols que sur d'autres milieux. Associée à cette méthode de mesure, INCA a produit un indicateur de qualité des spectres, lui aussi générique. Enfin, INCA a défini les stratégies les plus pertinentes en terme d'étalonnages, tout en insistant sur l'importance d'acquérir, en amont un signal de haute qualité.

Les résultats du projet ont été valorisés sous la forme de publications scientifiques dans des revues de rang A et de communications orales à des conférences.

Mots-clés :

Spectrométrie proche infrarouge ; Chimimétrie; Instrumentation optique ; Stock de carbone ; Séquestration ; Changement climatique ;

Abstract

In order to limit climate change due to increasing content of the atmosphere greenhouse gas emissions, the Kyoto Protocol proposes to setup trading carbon market that corresponds to verified reduction of removal of greenhouse gas from the atmosphere. One of the main options for carbon mitigation is the **sequestration of carbon in soils**. This assumes that a method for accurately and inexpensively measuring the carbon stock in soil is available. Here, the objective of the INCA project is to develop a method and a device for measuring the volumic concentration of soil carbon using Near Infrared Spectroscopy (NIRS).

Near Infrared Spectroscopy is a well-know technique used for more than 40 years for measuring the quality and composition of agricultural and food products. It has also been experimented for soil analysis purposes but has not reached the routine analysis phase yet.

If quantification of different components or certain functions (weight content of organic and inorganic carbon, nitrogen, cation exchange capacity, particle size ...) has been the subject of numerous publications, several methodological and technological issues must be addressed to make an analytical method for routine accounting credits C. First, NIRS must be implemented in field, to avoid the costs generated by the extraction and sample preparation and allowing repeated measurements. On the other hand, the critical point of the NIRS - particularly for soils - is the calibration process. Several research questions have to be addressed: (i) which optical architecture optimizes the quality of the in-situ measured spectra? (ii) What is the sensitivity of the measurement regarding different variable of influence (moisture, temperature, aggregate, particle size etc.). ? and how can be the measure robust ? (iii) How can the quality of the measurement be evaluated?

With the aim to provide answers to these questions, a partnership gathering specialists in soil science and in NIRS instrumentation has been set up in the frame of the multidisciplinary INCA project.

The research focused on both the development of a suitable optical setup to measure soils and on the assessment of the potential of different calibration methods. The different calibrations were made from spectral database build in the frame of the project and including over 2000 samples representative of the metropolitan area associated with the carbon content.

The major results of INCA are: (i) a new method for measuring the chemical absorbance of scattering materials, which can be applied to both soils than on other media ; (ii) a signal quality indicator, SQi, also generic and (iii) INCA has defined the most relevant strategies in terms of calibration , while stressing the importance of acquiring a signal of good quality.

Keywords:

Near infrared spectrometry; chemometrics ; Optical instrumentation ; Carbon stock ; Soil carbon sequestration ; Climate change;

Sommaire :

I.	Introduction.....	8
II.	Structure initiale et réorientations des objectifs du projet	10
II.1.	Objectifs initiaux du projet INCA et diagnostic de l'avancement.....	10
II.1.1	Action 1 : Développer un prototype pour la mesure au champ de carbone du sol .	10
II.1.2	Action 2 : Développer les modèles d'étalonnage pour une mesure robuste.....	11
II.1.3	Action 3 : Validation du prototype et comparaison	11
II.1.4	Action 4 : Administration et communication	11
II.2.	Réorientations des objectifs	11
III.	La SPIR appliquée à la mesure du C du sol, quelles spécificités ?	13
IV.	Vers un système optique optimisé pour la mesure du sol	14
IV.1.	Evaluation du potentiel du Spectron™ pour mesurer des sols	14
IV.1.1	Test du Spectron™	14
IV.1.2	Sélection de longueurs d'ondes pour prédire la teneur en carbone du sol	14
IV.1.3	Résultats.....	15
IV.1.4	Conclusions	17
IV.2.	PolIS : un nouveau système optique pour la mesure des milieux diffusants	17
IV.2.1	Introduction	17
IV.2.2	Principes théoriques	18
IV.2.3	Matériel et Méthode.....	19
IV.2.4	Résultats.....	20
IV.3.	Conclusions	23
V.	Vers des étalonnages robustes pour la prédiction de la teneur en carbone du sol	24
V.1.	La base de données	24
V.1.1	Acquisition des spectres.....	25
V.1.2	Mesure de la densité apparente	26
V.2.	Test et comparaison de méthodes d'étalonnage	29
V.2.1	Challenge INCA.....	29
V.2.2	Matériel et méthode.....	29
V.2.3	Résultats :	30
V.2.4	Conclusion.....	32
V.3.	Evaluation de la robustesse des modèles vis-à-vis des grandeurs d'influence	34
V.3.1	Vis-à-vis de la granulométrie	34
V.3.2	Vis-à-vis de l'humidité.....	34
V.4.	Conclusions	35
VI.	Vers un indicateur d'évaluation de la qualité métrologique de la mesure	36
VI.1.	SQi, un indicateur de qualité du signal spectroscopique	36
VI.1.1	Introduction	36
VI.1.2	Méthode.....	37
VI.1.3	Résultats.....	38
VI.2.	Conclusions	39
VII.	Animation et Communication	40
VII.1.	Animation.....	40
VII.2.	Communication vers les futurs utilisateurs.....	40
VIII.	Stratégie de partenariat et perspectives en termes de transfert	42
IX.	Vers une contribution à l'appui aux politiques publiques	43
X.	Conclusion générale.....	43
	Annexe 1 Liste des opérations de valorisation et de transfert issues du contrat	45
	Annexe 2 Texte des publications parues	47

Figures

Figure 1 Structure générale du projet INCA en actions et tâches.....	10
Figure 2 Contribution des tâches aux questions de recherche du projet INCA	12
Figure 3 Spectron™, capteur piéton pour le suivi de la maturation du raisin	14
Figure 4 Sélection par CovSel des 13 longueurs d'ondes utiles pour prédire le Carbone du sol (en rouge les 8 premières et en vert les 5 dernières)	15
Figure 5 Qualité de la prédiction du carbone du sol à partir d'une sélection de variables dans la gamme 450 - 1100 nm	15
Figure 6 Sélection par CovSel des 10 longueurs d'ondes utiles pour prédire le Carbone dans la gamme 450 – 2500 nm	16
Figure 7 Qualité de la prédiction du carbone du sol à partir d'une sélection de variables dans la gamme 450 - 2500 nm	16
Figure 8 Représentation schématique des effets additifs et multiplicatifs dus aux particules	17
Figure 9 Etat de polarisation de la lumière après une simple diffusion (gauche) et après une multiple diffusion (à droite)	18
Figure 10 Fonction de Dahm reliant la réflectance et la transmittance mesurée sur un échantillon à la fraction absorbée (a) et réémise (r) d'une couche représentative d	19
Figure 11 Schéma du dispositif de mesure PoLiS	20
Figure 12 (a) Spectres d'Absorbance classique (Abs_w) et (b) d'Absorbance par PoLiS (Abs_Po). Comparaison (c et d) de la relation entre l'absorbance à 630 nm et la concentration en E141	21
Figure 13 Moyenne par quartiles des Absorbance brute et absorbance par PoLiS sur la gamme 400 - 800 nm	22
Figure 14 Qualité des prédictions des modèles construits à partir de la réflectance Rbs, de l'absorbance brute Abs_w et de l'absorbance par PoLiS Abs_Po	22
Figure 15 Carte des sites de prélèvements d'échantillons du réseau RMQS (INRA infosol)	24
Figure 16: spectre moyen d'Absorbance d'échantillons de sols en fonction de leur granulométrie (<0.2 mm, <2mm et motteux)	26
Figure 17 Conditionnement des échantillons dans des piluliers	27
Figure 18 Distribution de la masse volumique mesurée au laboratoire et comparaison avec la masse volumique de terrain.	28
Figure 19 Comparaison Masse volumique labo et terrain	28
Figure 20 Comparaison des concentrations volumiques de carbone laboratoire et terrain	29
Figure 21 Données Challenge INCA 2012	30
Figure 22 Résultats des prédictions des valeurs de carbone massique à partir de spectres acquis à 3 granulométries différentes	31
Figure 23 Prédiction de Test_100_Cm (granulométrie 0.2mm)	31
Figure 24 Prédiction de Test_100_Cm à partir de méthodes bayésiennes et de stacked PLS .	32
Figure 25 Qualité du modèle de prédiction sans EPO (à gauche) sur des échantillons d'humidité variable et avec EPO (3 composantes) (à droite)	35

Figure 26 Indicateurs de qualité existant au cours du processus de mesure (signal et modèle) 37
Figure 27 Spectres d'absorbance Abs_BS (a) et Abs_Po (c) calculées à partir des mesures spectrales avec PoLiS sur des mélanges de sable + colorant E141 38
Figure 28 16^{ème} conférence internationale en Spectroscopie Proche Infrarouge 41
Figure 29 Flyer du workshop organisé par L'ACPA 42

Tableaux

Tableau 1 Données statistiques sur la teneur en carbone organique total du jeu d'échantillons de sols 20
Tableau 2 Liste des expérimentations pour alimenter la base de données INCA 25
Tableau 3 Jeux de données disponibles en 2014..... 26
Tableau 4 Masse volumique obtenue (exprimée en g.cm3) 27
Tableau 5 Indicateur de qualité du signal SQi en fonction du type de spectre mesuré sur des mélanges sable + Colorant 38
Tableau 6 Indicateur de qualité du signal SQi en fonction du type de spectre mesuré sur de sols 39
Tableau 7 Implication principale (en rouge) et secondaire (en noir) des différents partenaires dans les tâches du projet 40
Tableau 8 Programme des sessions dédiées aux sciences du sol à NIRS 2013..... 41

I. Introduction

L'un des défis majeurs de ce XXI^{ème} siècle est le changement climatique et ses conséquences sociales, économiques et environnementales. L'attention portée au réchauffement global et à l'augmentation des concentrations en gaz à effet de serre (GES) dans l'atmosphère (principalement le dioxyde de carbone - CO₂, le méthane - CH₄, et l'oxyde nitreux - N₂O) a conduit à s'interroger sur le rôle des sols en tant que source ou puits de carbone (C). Les sols seuls constituent le plus grand compartiment superficiel de C organique, approximativement 1500 milliards de tonnes de C, l'équivalent d'environ trois fois le stock de la biomasse continentale et deux fois celui de l'atmosphère (IPCC¹, 2007).

Le stock de C du sol étant fortement dépendant du mode d'usage des terres ou des pratiques culturales, une modification de ceux-ci peut conduire à des changements importants des stocks des horizons de surface (entre 0 et 30 cm de profondeur), dans le sens d'une diminution ou d'une augmentation [1]. La question de la comptabilisation des stocks de carbone dans les sols agricoles et forestiers fait l'objet de nombreuses discussions, à la fois dans le cadre des négociations internationales sur le climat sous l'égide des Nations-Unies (convention cadre – UNFCCC en anglais), mais aussi dans le cadre des marchés volontaires, en plein essor (la bourse « Chicago Climate exchange », par exemple).

Nécessité d'une méthode peu coûteuse à mettre en œuvre et précise

Au niveau de l'UNFCCC², dans le cadre du Protocole de Kyoto (PK), 37 pays industrialisés sont soumis aux quotas : réduction des émissions de GES entre 2008 et 2012 à hauteur de 5,2% par rapport à 1990. Le PK, en vigueur depuis 2005, est ratifié par la grande majorité des Etats, à l'exception notable des Etats-Unis. Les pays soumis aux quotas pouvaient sur une base volontaire, au titre de l'article 3.4 du PK, comptabiliser le stockage de carbone des sols pour aider à atteindre leurs quotas. Mais seuls 4 pays (Canada, Danemark, Portugal et Espagne) ont estimé pouvoir le faire sur l'ensemble des sols agricoles, du fait principalement de manque d'un système de quantification à moindre coût.

Dans le cadre des marchés volontaires, tous reconnaissent, avant de valider une « transaction carbone », la nécessité de quantifier l'état initial (ligne de base) et de mettre en place des systèmes de suivi (monitoring). **Le frein principal demeure le coût de comptabilisation des stocks de carbone** (coût des campagnes d'échantillonnage et coût analytique principalement). Mettre au point une nouvelle méthode de quantification, à la fois **précise et peu coûteuse** est donc un impératif, souligné par plusieurs auteurs [15], [18], [19].

La spectroscopie proche-infrarouge (SPIR), technique connue depuis plus de 40 ans pour mesurer la qualité et la composition des produits agricoles et alimentaires [15], peut répondre à ce cahier des charges. Cependant, alors qu'elle est depuis plusieurs décennies utilisée en **routine** dans l'industrie laitière ou céréalière, ou **en ligne** - en agro-alimentaire et plus récemment pour le tri des déchets-, elle reste, en ce qui concerne le sol, du domaine de la **recherche**. Si la quantification de différents constituants ou certaines fonctions (teneur pondérale en carbone organique et inorganique, en azote, capacité d'échange cationique, granulométrie...) a fait l'objet de nombreuses publications [2], plusieurs **verrous méthodologiques et technologiques** doivent être levés pour en faire une méthode d'analyse de routine pour la comptabilité des crédits C [3]. D'une part, **la spectrométrie doit être mise en œuvre au champ**, pour éviter les coûts générés par l'extraction/ préparation d'échantillons et permettre de répéter les mesures. D'autre part, **le point critique de la SPIR – en particulier pour les sols - est l'étalonnage**. Cela génère plusieurs questions de recherche : (i) quelle architecture optique permet d'optimiser la qualité des spectres mesurés in-situ ? (ii) quelle est la sensibilité de la mesure aux différentes grandeurs d'influence en extérieur (humidité, présence d'éléments grossiers, température etc.) ? et comment rendre la mesure robuste ? (iii) comment évaluer la qualité de la mesure ?

C'est avec l'objectif d'apporter des réponses à ces questions, que s'est constitué le consortium scientifique pluridisciplinaire du projet INCA. Du fait des verrous abordés et de son ambition

¹ IPCC : Intergovernmental panel en climate change

² UNFCCC : United Nation Framework Convention on Climate Change

d'opérationnalité, ce projet nécessite une étroite et **originale collaboration** entre **spécialistes d'instrumentation de SPIR et pédologues spécialistes du carbone** :

- L'UMR ITAP d'**Irstea**, et principalement l'équipe COMiC (Capteurs Optiques pour les Milieux Complexes) est spécialisée dans la conception de systèmes optiques basés sur la technologie SPIR, pour caractériser les milieux, au laboratoire mais également sur le terrain. L'équipe jouit également d'une forte expertise en analyse multivariée. L'UMR ITAP coordonne le projet INCA.
- L'UMR Eco&Sols, de l'**IRD** développe des recherches sur les stratégies de gestion écologique des sols assurant la durabilité des services environnementaux et agronomique des écosystèmes anthropisés méditerranéens et tropicaux. L'UMR Eco&Sols est pionnière dans l'utilisation de la SPIR pour caractériser les propriétés organiques et biologiques des sols, en particulier leur teneur en carbone. Ils ont notamment coordonné le projet GESSOL Specbio.
- L'US InfoSol, de l'**INRA**, coordonne l'acquisition des données nécessaires à la constitution d'un système d'information sur les sols de France, leur distribution spatiale, leurs propriétés et l'évolution de leurs qualités. InfoSol gère également le Conservatoire National d'Echantillons de Sols et la base de données RMQS associée.
- L'ACPA, de l'**Université de Sydney** travaille sur la mesure et la modélisation du carbone dans les sols. Depuis plus de 10 ans, l'ACPA a élaboré des étalonnages et des méthodes chimométriques pour la spectrométrie SPIR (en laboratoire ou au champ).

Le rapport final reprend, dans un premier temps, le programme de recherche décliné par les partenaires en différentes actions et tâches pour lever les différents verrous technologiques et scientifiques qui se posent encore aujourd'hui. Sont ensuite présentées et justifiées les réorientations stratégiques opérées au cours du projet par le comité de pilotage.

Enfin, le rapport présente les méthodologies développées et résultats associés des travaux de recherche menés dans le cadre du projet INCA, qui ont apporté des éléments de réponse dans un objectif de développer, à moyen terme, un appareillage bas-coût permettant la mesure directement au champ du stock du carbone.

II. Structure initiale et réorientations des objectifs du projet

II.1. Objectifs initiaux du projet INCA et diagnostic de l'avancement

Le projet INCA s'articule autour de trois actions (ou Workpackages) de recherche et une action dédiée à l'animation et à la communication.

Chaque action est découpée en tâches, contribuant chacune à lever des verrous scientifiques et technologiques pour atteindre l'objectif initial (Figure 1).

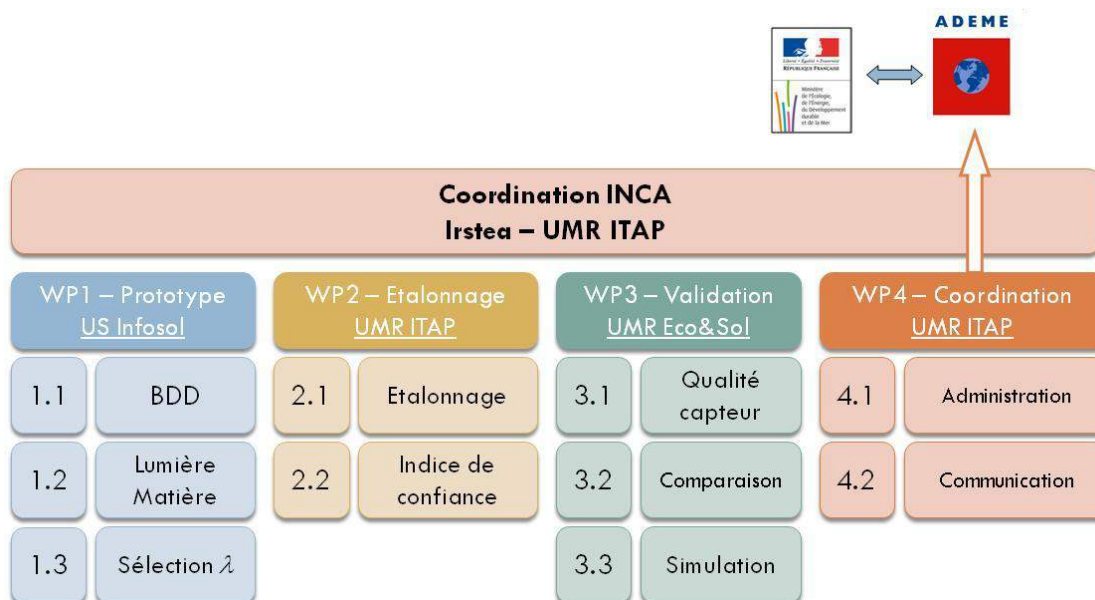


Figure 1 Structure générale du projet INCA en actions et tâches

Nous détaillons par la suite les objectifs initiaux de chaque tâche et apportons un éclairage sur les choix de réorientations qui ont été faits au cours de l'avancement du projet.

II.1.1 Action 1 : Développer un prototype pour la mesure au champ de carbone du sol

L'objectif de cette première action (WP1) est de définir le cahier des charges du futur capteur portable : quelle configuration optique est la plus adaptée à la mesure in-situ d'un sol ? et quelles sont les longueurs d'ondes pertinentes dans le visible-proche infrarouge pour estimer la teneur en carbone ?

Pour répondre à ces questions, une base de données spectrale (T1.1) a été créée, pour être le support de la sélection des longueurs d'ondes (T1.3) et des développements chimométriques prévus en T2.1.

La deuxième tâche (T1.2), qui porte sur le développement d'un dispositif optique adapté à la mesure de signatures spectrales sur les sols, fait rapidement émerger des verrous techniques et scientifiques complexes, nécessitant plus de temps pour aboutir. Etant donné le potentiel de cette question de recherche, il a été fait le choix, à mi parcours du projet, d'en faire le cœur de la thèse d'Alexia Gobrecht, qui se déroule en parallèle du projet. En conséquence, la tâche a été étendue à toute la durée du programme, entraînant des réorientations sur les autres actions, découlant initialement des résultats de cette tâche (principalement l'Action 3).

La troisième tâche (1.3), consiste à évaluer le potentiel d'un capteur existant, le Spectron™, développé à l'origine pour le suivi de la maturation du raisin par la société Pellenc SA. Les objectifs sont, d'une part de tester, dans sa configuration actuelle, la qualité et la pertinence de l'information spectrale fournie, et d'autre part de proposer des modifications, à la fois

architecturale (en lien avec les résultats de la tâche précédente) mais également en terme de choix des longueurs d'ondes, pour adapter le capteur à la mesure in-situ du carbone du sol.

II.1.2 Action 2 : Développer les modèles d'étalonnage pour une mesure robuste

L'objectif de cette action (WP2) est de proposer la meilleure stratégie d'étalonnage pour estimer par SPIR la teneur en carbone d'un échantillon de sol. L'étalonnage est le point critique de tout développement spectroscopique.

La base de données (T1.1) a permis de tester et comparer un certain nombre d'approches chimométriques. La robustesse des modèles développés vis-à-vis de grandeurs d'influence telles que l'humidité ou la granulométrie a été évaluée.

Dans le temps imparti au projet, il n'a pas été possible de mesurer une quantité suffisante d'échantillons de sols de la base de donnée INCA avec le nouveau système optique développé au cours de la tâche 1.2 afin de confirmer l'hypothèse qu'avec un signal de meilleure qualité, les modèles construits sont plus robustes. Ce point reste toutefois un objectif de la thèse d'Alexia Gobrecht, dont la fin est prévue en octobre 2014.

II.1.3 Action 3 : Validation du prototype et comparaison

Initialement, l'objectif de cette action (WP3) est de valider le prototype développé dans l'action 1 par des tests en conditions réelles et de comparer les performances avec celles obtenues par des équipements concurrents.

Cette action étant tributaire du prototype développé dans le WP1, elle n'a pas été abordée selon le programme initialement prévu.

L'objectif est alors réorienté afin de proposer un indicateur générique permettant d'évaluer la qualité métrologique d'un système optique de mesure.

L'ACPA (Université de Sydney), dont les travaux devaient être menés en partie dans cette tâche a réorienté ses actions vers le WP2 (étude des méthodes d'étalonnage).

II.1.4 Action 4 : Administration et communication

Ce WP est le support de l'administration et de la communication prévue dans le projet. Cette action s'est dans l'ensemble bien déroulée. Le Comité de Pilotage du projet s'est réuni tous les ans. Toutefois, l'éloignement géographique du Partenaire Australien a rendu les interactions plus difficiles.

II.2. Réorientations des objectifs

Suite au diagnostic sur l'avancement des actions et l'évolution des objectifs, les différents travaux menés dans les différentes actions ont contribué à apporter des éléments de réponse à trois questions scientifiques (Figure 2) :

- Quel dispositif optique optimal pour la mesure de paramètres chimiques du sol ?
- Quelles méthodes d'étalonnage robustes pour estimer la teneur en Carbone du sol ?
- Quels indicateurs pour évaluer la qualité métrologique du système de mesure ?

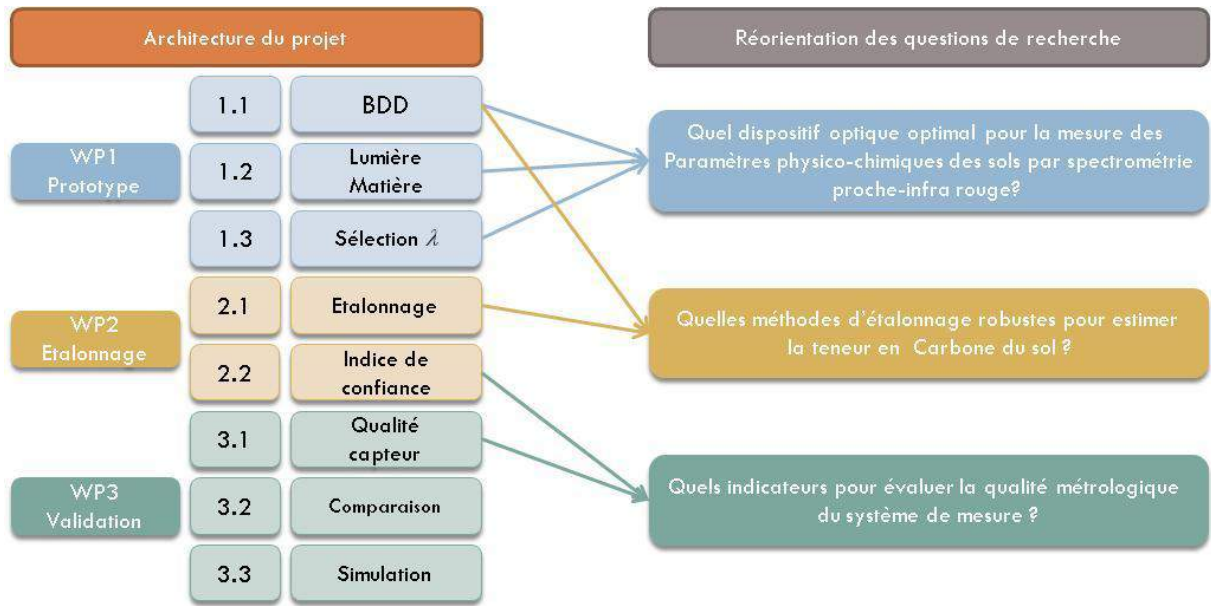


Figure 2 Contribution des tâches aux questions de recherche du projet INCA

La suite du rapport final présente les contributions scientifiques et technologiques à ces questions.

III. La SPIR appliquée à la mesure du C du sol, quelles spécificités ?

Dans l'objectif de proposer un programme de recherche répondant aux problématiques auxquelles sont confrontées la communauté des sciences du sol en matière de spectrométrie proche infrarouge, une revue bibliographique a été effectuée dès le démarrage du projet. Cette revue a fait l'objet d'une publication sous la forme d'un chapitre dans la Série *Advances in Agronomy*, éditée par Donald Sparks [11].

Alexia Gobrecht, Jean-Michel Roger, Véronique Bellon-Maurel, **Chapter Four - Major Issues of Diffuse Reflectance NIR Spectroscopy in the Specific Context of Soil Carbon Content Estimation: A Review**, In: Donald L. Sparks, Editor(s), *Advances in Agronomy*, Academic Press, 2014, Volume 123, Pages 145-175,

Dans le contexte où la spectrométrie proche infrarouge est une technologie de plus en plus utilisée par les sciences du sol, on observe que la technologie est encore loin d'être un outil analytique de routine car les modèles de prédictions n'atteignent pas encore la précision des mesures de laboratoire. L'objectif de la revue littéraire est d'identifier les causes de cet écart.

La revue montre qu'il est essentiel de reprendre à la base les lois fondamentales qui gouvernent la formation des spectres dans le but d'optimiser le processus d'étalonnage. En effet, les interactions de la lumière et la matière sont à la base de toute l'analyse multivariée qui fait suite à la mesure des spectres.

Une des principales causes qui limite la performance des modèles est que le milieu sol est structurellement complexe, et que la lumière est diffusée par les particules. Cela introduit des distorsions dans les spectres, qui rendent la relation en l'absorbance mesurée et la concentration du carbone non linéaire.

A partir de ce constat, la revue présente les solutions, principalement mathématiques, pour faire face à ce problème spécifique.

En conclusion, la revue propose une voie encore peu investie par la communauté de spectrométrie proche infrarouge : l'amélioration de la qualité du signal spectroscopique.

La partie qui suit présente les recherches menées dans le cadre de l'amélioration de la qualité du signal spectroscopique mesuré sur des milieux très diffusants (tels que les sols).

IV. Vers un système optique optimisé pour la mesure du sol

Préambule :

Cette partie détaille les travaux menés dans le cadre des T1.2 et T1.3 du projet INCA. Dans un premier temps, nous avons évalué le potentiel d'un capteur portable existant, le Spectron™, initialement dédié au suivi de la maturation du raisin. Tel quelle, l'optique du Spectron™ n'étant pas adaptée à la mesure des sols, une nouvelle méthode optique est proposée, permettant l'amélioration de la mesure du signal d'absorbance, la méthode PoLiS. Les premiers résultats confirment que l'amélioration du signal spectroscopique entraîne une meilleure qualité des modèles de prédiction.

IV.1. Evaluation du potentiel du Spectron™ pour mesurer des sols

Irstea a développé un savoir-faire pour concevoir des spectromètres proche IR portables. Avec la société Pellenc SA, il a travaillé pendant plusieurs années à la réalisation d'un équipement portable à bas coût pour mesurer la maturité du raisin : Le Spectron™ (Figure 3). Ce système comprend un système d'éclairage, un système de collecte de lumière équipé de détecteurs centrés sur les longueurs d'onde pertinentes pour l'analyse des composés chimiques présents dans le raisin. Il a été optimisé pour les raisins, à la fois sur sa géométrie et sur les longueurs d'onde utilisées. Les sols présentent évidemment des caractéristiques physiques et chimiques très différentes de celles du raisin.



Figure 3 Spectron™, capteur piéton pour le suivi de la maturation du raisin

IV.1.1 Test du Spectron™

Dans un premier temps, le Spectron™ a été testé dans sa configuration « RAISIN » sur une cinquantaine d'échantillons de sols, broyés, séchés et tamisés.

La première conclusion est que dans la configuration « RAISIN », la quantité de signal ayant interagi avec le sol et récupéré par le capteur est insuffisante. Cela s'explique du fait que les sols sont des milieux bien plus opaques et diffusant que le raisin. La lumière injectée dans le sol ne parvient pas à revenir vers le capteur. Elle est absorbée avant.

L'adaptation de la tête de mesure du Spectron™ pour une application « SOL » nécessite donc une réflexion plus approfondie, portant notamment sur une meilleure compréhension de l'interaction lumière/manière dans le cas des milieux pulvérulents fortement absorbants. Ce point précis est largement développé dans la section qui suit.

IV.1.2 Sélection de longueurs d'ondes pour prédire la teneur en carbone du sol

Dans l'objectif de développer un capteur type Spectron™, qui se base sur un jeu discret de longueurs d'ondes, nous avons, à partir de la base de données INCA, sélectionné des jeux de longueurs d'ondes permettant de prédire la teneur en carbone du sol.

L'algorithme de sélection de variables COVSEL [23] a été appliqué afin de sélectionner les longueurs d'ondes contribuant au mieux à la construction d'un modèle de prédiction.

IV.1.3 Résultats

Un jeu de 13 longueurs d'ondes dans la gamme 450 – 1100 nm (gamme du Spectron™) (Figure 4) a été sélectionné dans un premier temps. Puis un jeu de 10 variables dans la gamme 450 – 2500 nm (gamme de l'ASD) (Figure 6).

Le choix de la gamme de longueurs d'onde a un impact sur le développement du capteur. En effet, lorsque l'on reste dans la gamme 400 -1000 nm, la mise en œuvre technologique du capteur est plus facile que dans la gamme 1000 – 2500 nm, qui nécessite par exemple des systèmes de contrôle de température.

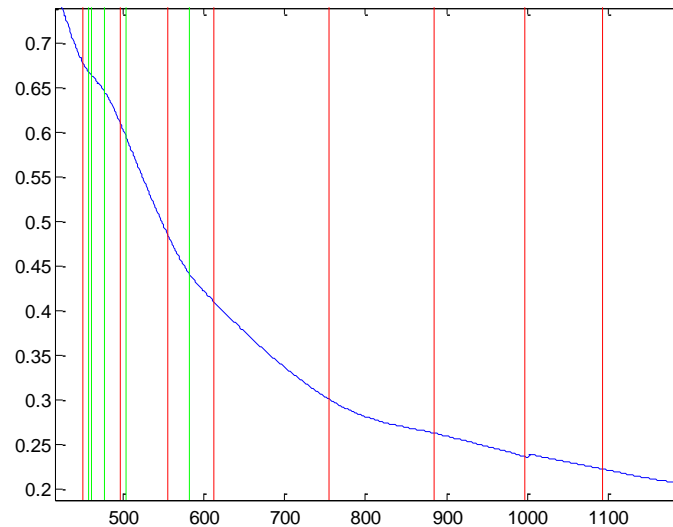


Figure 4 Sélection par CovSel des 13 longueurs d'ondes utiles pour prédire le Carbone du sol (en rouge les 8 premières et en vert les 5 dernières)

Un modèle de prédiction (PLS) [25] de la teneur en carbone du sol a été construit à partir de ces variables sélectionnées (Figure 5).

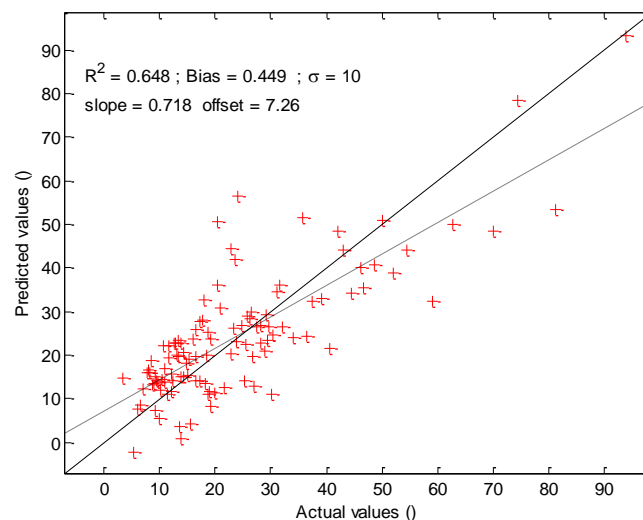


Figure 5 Qualité de la prédiction du carbone du sol à partir d'une sélection de variables dans la gamme 450 - 1100 nm

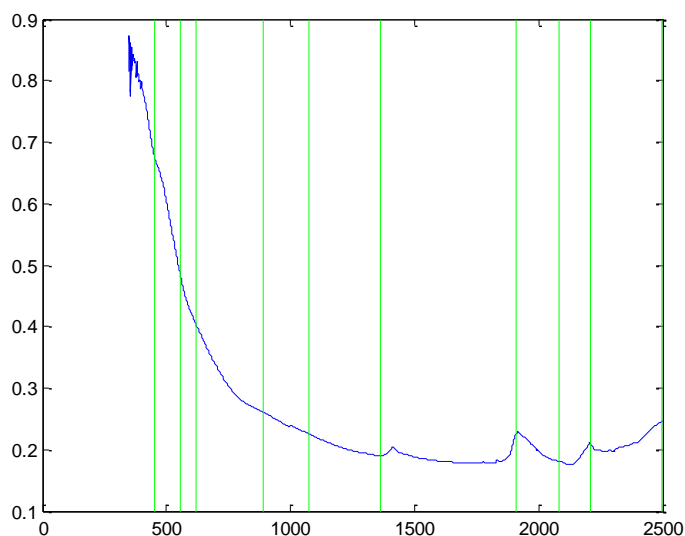


Figure 6 Sélection par CovSel des 10 longueurs d'ondes utiles pour prédire le Carbone dans la gamme 450 – 2500 nm

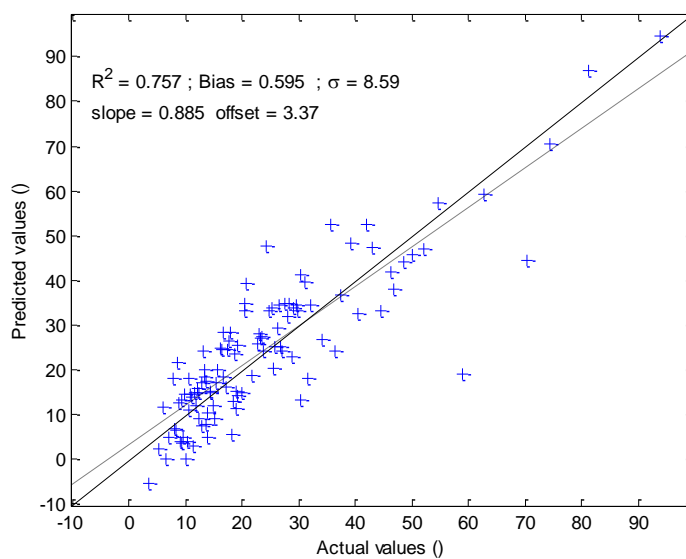


Figure 7 Qualité de la prédiction du carbone du sol à partir d'une sélection de variables dans la gamme 450 - 2500 nm

A la vue de ces résultats, nous pouvons conclure qu'il est tout à fait possible de sélectionner un jeu discret de longueurs d'ondes pour prédire le carbone du sol. La gamme 450 – 1100 nm semble toutefois un peu restreinte pour atteindre une qualité suffisante.

Cependant, la qualité des modèles n'est pas très bonne, mais équivalente aux modèles que l'on construit habituellement avec un spectre entier. Ici, nous avons sélectionné les longueurs d'ondes à partir de spectres acquis avec un ASD, dont la qualité n'est pas optimisée pour la mesure des paramètres physico-chimiques des sols.

IV.1.4 Conclusions

- Le Spectron™ nécessite des adaptations profondes de la tête de mesure pour pouvoir capter suffisamment de signal
- L'adaptation de la tête de mesure nécessite de reprendre à la base les connaissances d'interaction de la lumière avec des produits pulvérulents
- La sélection d'un jeu discret de longueurs d'ondes est possible, préférentiellement dans la gamme 450 – 1600 nm, qui est techniquement implémentable dans un capteur piéton

IV.2. PoLiS : un nouveau système optique pour la mesure des milieux diffusants

IV.2.1 Introduction

Nous avons identifié, au cours de la revue bibliographique, que la diffusion de la lumière par les particules constituant le sol impactaient négativement la qualité du signal et des modèles chimiométriques construits à partir de ces signaux.

En effet, la diffusion de la lumière introduit des non-linéarités dans la relation entre l'absorbance et la concentration de la variable que l'on cherche à prédire. Or c'est sur la base de cette linéarité (Loi de Beer-Lambert) que s'appliquent les principes de la Spectrométrie Proche Infra-rouge [11].

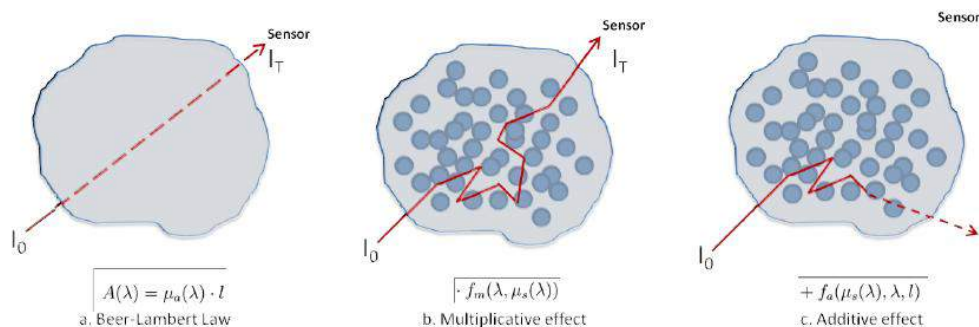


Figure 8 Représentation schématique des effets additifs et multiplicatifs dus aux particules

Ce problème est généralement traité via l'application de prétraitements mathématiques dédiés à réduire l'impact de la diffusion sur le signal, ou encore d'appliquer des méthodes d'étalonnages alternatives aux méthodes linéaires classiquement utilisées en Analyse multivariée (principalement la PLS).

Ici, nous proposons d'aborder le problème de la diffusion par l'amélioration de la qualité du signal mesuré et de répondre à la question : est-il possible de mesurer un signal qui soit peu impacté par la diffusion de la lumière ? L'hypothèse forte étant qu'un meilleur signal produira de facto des modèles plus robustes.

L'approche proposée est d'utiliser les propriétés ondulatoires de la lumière pour sélectionner la part du signal qui aura été moins diffusée par les particules du sol.

Dans la suite, nous présentons les principes théoriques qui sous-tendent cette approche ainsi que quelques résultats. Notons que ces travaux sont au cœur de la thèse d'Alexia Gobrecht (soutenance prévue en octobre 2014) et ont fait l'objet de plusieurs publications [4], [10]. Seuls les résultats sur les poudres et sur les sols sont présentés ici.

IV.2.2 Principes théoriques

La lumière est ici considérée comme une onde électromagnétique, qui, lorsqu'elle est polarisée linéairement, oscille dans un plan donné. Lorsque ce flux lumineux subit plusieurs phénomènes de diffusion, elle perd sa polarisation. Par contre, suite à une simple réflexion, l'état de polarisation est conservé (Figure 9).

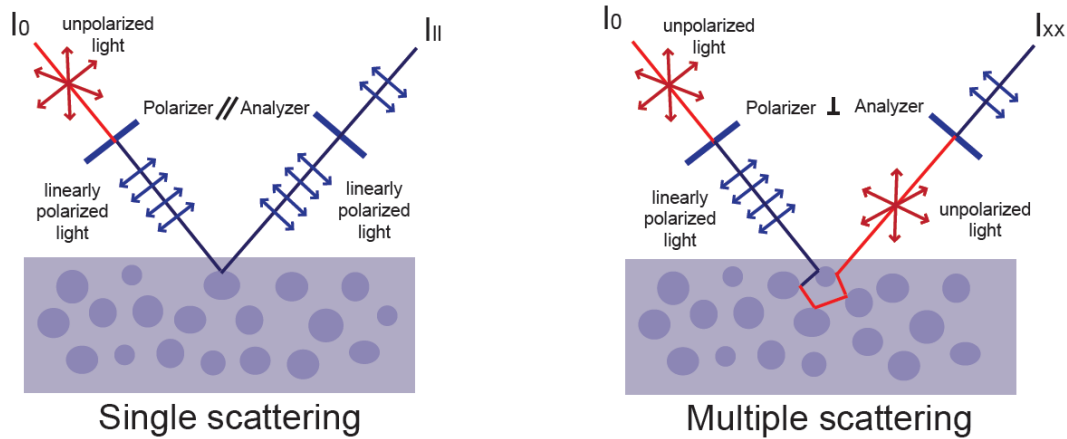


Figure 9 Etat de polarisation de la lumière après une simple diffusion (gauche) et après une multiple diffusion (à droite)

En plaçant un analyseur (dispositif qui filtre la lumière en fonction de sa polarisation), on mesure ainsi les deux composantes de la lumière : la composante qui oscille dans le même plan (I//) que la lumière incidente (I0) et la composante qui oscille perpendiculairement à ce plan (Ixx).

Ainsi, on obtient l'intensité totale réfléchie par le milieu et mesurée par le dispositif I_{BS} :

$$I_{BS,\Omega}(\lambda) = I_{\parallel,\Omega}(\lambda) + I_{\perp,\Omega}(\lambda)$$

Et la part du signal qui n'a été diffusée qu'une seule fois avant d'atteindre le détecteur I_{SS} :

$$I_{SS,\Omega}(\lambda) = I_{\parallel,\Omega}(\lambda) - I_{\perp,\Omega}(\lambda)$$

En théorie, ce signal est donc moins impacté par la diffusion de la lumière.

Ces deux signaux, convertis en réflectance (R_{BS} et R_{SS}), sont implémentés dans la fonction d'Absorption/Rémission proposée par Dahm et Dahm dans leur Théorie de la Couche Représentative [4] (Figure 10) Cette fonction relie la réflectance R et la transmittance T mesurées sur un échantillon, à la fraction absorbée (a) et réémise (r) d'une couche représentative d'épaisseur infinitésimale.

$$A(R, T) = \frac{(1 - R)^2 - T^2}{R} = \frac{a}{r} \cdot (2 - a - 2r)$$

Figure 10 Fonction de Dahm reliant la réflectance et la transmittance mesurée sur un échantillon à la fraction absorbée (a) et réémise (r) d'une couche représentative d

Dahm stipule qu'une absorbance Abs calculée à partir de a, la fraction absorbée par une couche représentative, telle que $A = -\log(1-a)$, est une bonne approximation de la vraie absorbance (selon la loi de Beer-Lambert).

Ainsi, nous proposons de résoudre la fonction A(R,T) en posant les hypothèses suivantes :

- La réflectance R totale de l'échantillon peut être approximée par R_{BS} , la réflectance calculée à partir des signaux mesurés avec le dispositif de polarisation (I// et Ixx)
- La fraction réémise (r) par la couche représentative théorique peut être approximée par R_{SS} , la part du signal n'ayant interagit qu'avec la couche superficielle du milieu étudié.

La résolution de l'équation donne comme solution pour a :

$$a = 1 - R_{SS,2\pi} - \sqrt{(R_{SS,2\pi} - 1)^2 - \frac{R_{SS,2\pi}}{R_{BS,2\pi}} (1 - R_{BS,2\pi})^2}$$

A partir de laquelle on calcule un nouveau signal d'absorbance, Abs_{Po}

$$Abs_{Po} = -\log \left(R_{SS,2\pi} + \sqrt{(R_{SS,2\pi} - 1)^2 - \frac{R_{SS,2\pi}}{R_{BS,2\pi}} (1 - R_{BS,2\pi})^2} \right)$$

IV.2.3 Matériel et Méthode

Dispositif expérimental :

Le dispositif PoLiS est présenté en Figure 11 et détaillé dans les publications présentes en annexe.

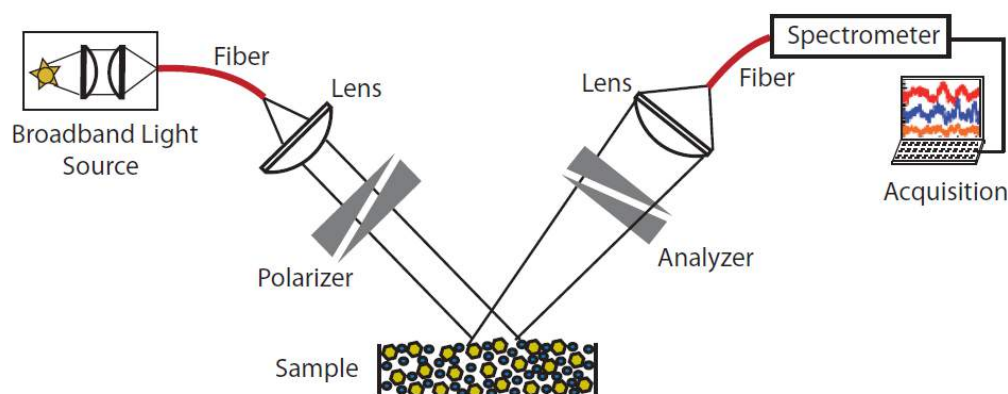


Figure 11 Schéma du dispositif de mesure PoLiS

Echantillons testés

Afin d'évaluer la méthode, elle a dans un premier temps été testée sur des milieux modèles :

- Lait + colorant alimentaire E141 à différentes concentrations
- Sable + colorant alimentaire E141 à différentes concentrations

La méthode a ensuite été testée sur un jeu de 54 échantillons de sols.

Les 54 échantillons de sols ne provenaient pas de la base de données INCA mais d'un jeu d'échantillons étudié dans le cadre d'une thèse menée au sein de l'Unité EGMR d'Irstea à Grenoble.

Tous les échantillons proviennent du Plateau du Vercors et sont des sols forestiers. Le Tableau 1 présente les données statistiques de la teneur en carbone de ces échantillons de sol.

Tableau 1 Données statistiques sur la teneur en carbone organique total du jeu d'échantillons de sols

n	Moyenne	DS	Min	Q1	Q2	Q3	Max	Skewness
54	88.6	48.08	11.4	50.20	88.75	115.0	248	0.86

IV.2.4 Résultats

Sur les milieux modèles : Sable + Colorant

La Figure 12 compare les signaux d'absorbance obtenus classiquement (a) et par le dispositif PoLiS (b). On retrouve des signatures spectrales plus nettes, les pics sont moins larges, signe d'une réduction de la diffusion, qui a tendance à élargir les pics. Par ailleurs, on observe bien deux pics à 405 nm et 630 nm pour Abs_Po, ce qui est moins visible pour Abs_w.

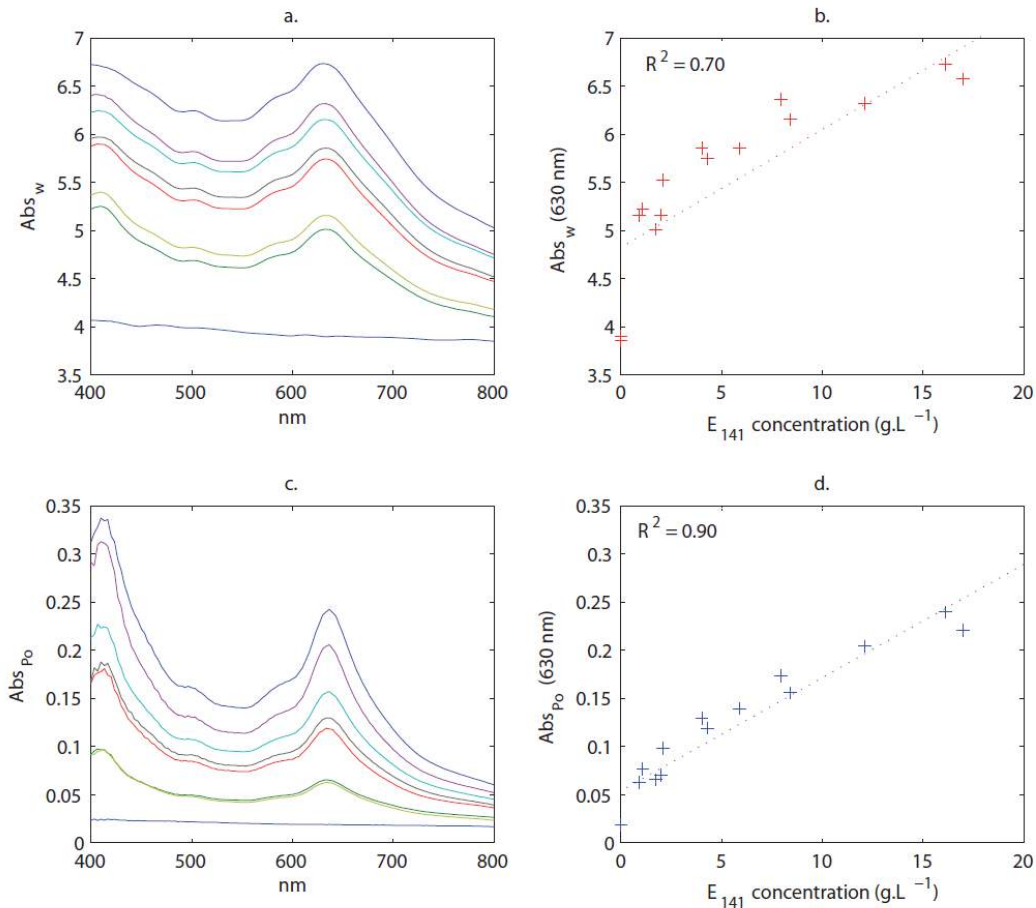


Figure 12 (a) Spectres d'Absorbance classique (Abs_w) et (b) d'Absorbance par PoLiS (Abs_Po). Comparaison (c et d) de la relation entre l'absorbance à 630 nm et la concentration en E141

La comparaison de la relation entre l'absorbance à 630 nm et la concentration en colorant E141 montre que pour l'Absorbance mesurée avec PoLiS, cette relation est plus linéaire. On se rapproche de la relation de Beer-Lambert, qui relie linéairement l'absorbance à la concentration.

Ces résultats nous permettent de valider les hypothèses que nous avons posées en amont, à savoir utiliser les signaux mesurés par PoLiS pour résoudre la fonction $A(R,T)$ de Dahm et calculer une absorbance de meilleure qualité.

Sur les sols :

Dans un premier temps nous avons comparé les signaux d'absorbance brute avec l'Absorbance calculée avec PoLiS (Figure 13).

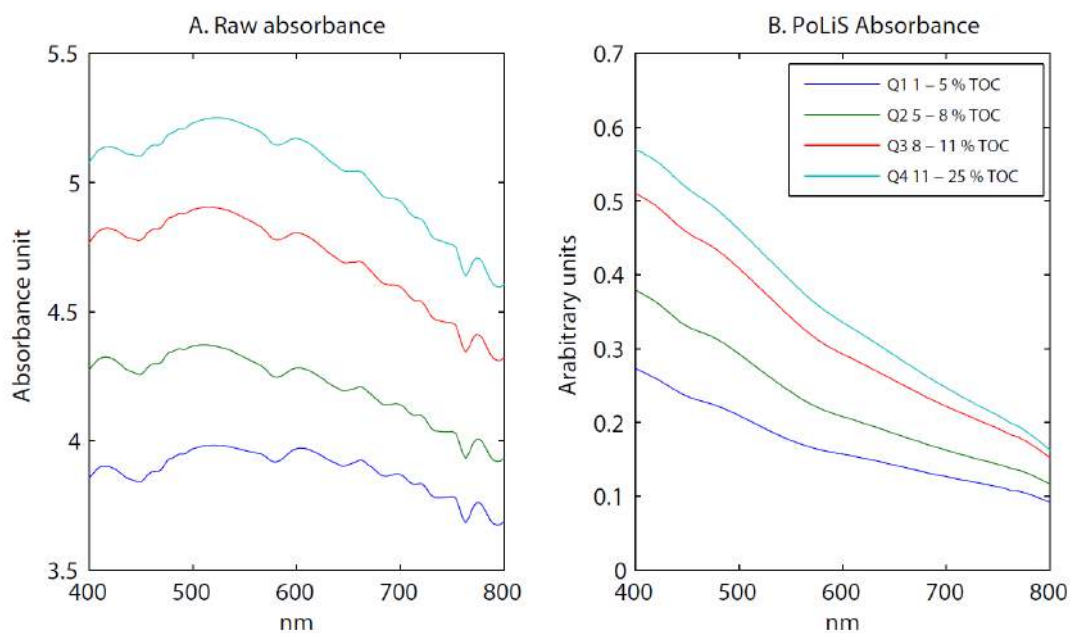


Figure 13 Moyenne par quartiles des Absorbance brute et absorbance par PoLiS sur la gamme 400 - 800 nm

La gamme 400 – 800 nm pour laquelle les expérimentations ont été menées est la gamme du visible. Aussi, il n’y a pas de signatures spectrales marquées pour le sol. Cependant, lorsque l’on compare les signatures spectrales, on constate que pour Abs_Po, les spectres sont bien plus lissés. Les pics que l’on observe pour l’absorbance brute sont des artefacts de mesure. Ces pics vont poser problème lorsqu’il s’agira de construire des modèles car ils seront considérés comme de l’information spectrale liée à la chimie du milieu.

Afin de pouvoir évaluer l’influence de la qualité spectrale sur la qualité des modèles de prédiction, nous avons comparé la qualité des prédictions des modèles PLS construits à partir de l’absorbance brute et de l’Absorbance par PoLiS. La Figure 14 présente les résultats de ces modèles en cross validation.

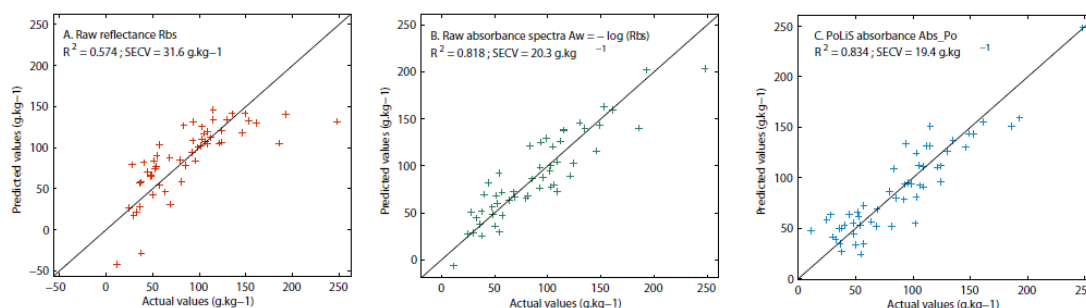


Figure 14 Qualité des prédictions des modèles construits à partir de la réflectance Rbs, de l’absorbance brute Abs_w et de l’absorbance par PoLiS Abs_Po

La qualité des prédictions du modèle construit à partir de l’absorbance PoLiS est légèrement supérieure à celle du modèle construit à partir des spectres d’absorbance classique. Cependant, le nombre de variables latentes, indicatif de la complexité des modèles, est de 8 pour l’absorbance brute et de 6 pour l’absorbance PoLiS. La réduction du nombre de variables latente est un paramètre important car il contribue directement à la robustesse des modèles.

IV.3. Conclusions

Les travaux menés dans le cadre de cette partie confirment l'intérêt de prendre en compte la qualité des spectres lorsque l'on souhaite construire des modèles de prédiction.

La méthode PoLiS, qui sélectionne la part du signal moins impactée par la multidiffusion et donc plus linéairement reliée à la concentration des paramètres chimiques, apporte une réelle plus-value aux spectres.

Les premiers résultats sur les sols sont prometteurs. Les signatures spectrales sont plus propres et les modèles construits à partir de ces derniers sont de meilleure qualité et plus parcimonieux.

Notons toutefois que la gamme de longueurs d'ondes 400 – 800 nm ne permet que d'accéder à la couleur des sols. Ici, nous avons donc clairement un lien entre la couleur des sols et la teneur en carbone. Par la suite, il conviendra de tester d'autres sols que ceux du Vercors et également de proposer le même dispositif de mesure dans le proche infra rouge, gamme plus à même d'être liée au carbone du sol. La poursuite de ces travaux est prévue dans le cadre de la thèse d'Alexia Gobrecht, au-delà de la fin de ce projet.

Le développement d'une tête de mesure intégrant la polarisation de la lumière est encore un challenge technique pour pouvoir adapter le Spectron™ à la mesure des sols. En fonction de l'intérêt que portera la Société Pellenc pour développer ce type d'outil de mesure, un projet de R&D en collaboration avec Irstea devra être envisagé.

Cette partie a fait l'objet des publications et communications suivantes :

Bendoula, R., Gobrecht, A., Moulin, B., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., **Improvement of the chemical content prediction of a model powder system by reducing multiple scattering using polarized light spectroscopy**- Applied Spectroscopy (2014), *in press*.

Alexia Gobrecht, Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger, Veronique Bellon-Maurel, **Combining linear polarization spectroscopy and the Representative Layer Theory to measure the Beer-Lambert's Law Absorbance of highly turbid media**. Analytica Chimica Acta, (2014), *in press*.

Alexia Gobrecht, Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger, Veronique Bellon-Maurel, **Improvement of soil carbon content prediction by reducing multiscattering using polarized light spectroscopy**. Soil & Tillage Research, (2014), *submitted*.

Alexia Gobrecht, Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger, Veronique Bellon-Maurel, **A new optical method coupling light polarization and Vis-NIR spectroscopy to improve the measured absorbance signal's quality of soil samples**.

EGU 2014, Vienne 01/05/2014 – SSS5.6 : Reflectance and fluorescence spectroscopy in soil science – current and future research and developments

V. Vers des étalonnages robustes pour la prédiction de la teneur en carbone du sol

Préambule :

Cette partie détaille les travaux menés dans le cadre des WP1.1 et WP2.1 du projet INCA dédié à l'étalonnage. Dans un premier temps, nous avons construit une base de données spectrale, à laquelle est associée la teneur en carbone des échantillons. Afin d'accéder à la teneur volumique de carbone, une méthode a été développée pour mesurer rapidement la densité apparente des échantillons au laboratoire. A partir de cette base de données, des méthodes d'étalonnages multivariés ont été comparées. Enfin, nous avons pu analyser l'effet de variables d'influence telles que la granulométrie ou l'humidité sur la qualité des modèles.

V.1. La base de données

Tous les échantillons de sols utilisés pour INCA sont issus du RMQS (Réseau de mesures de la qualité des sols), qui est une collection d'environ 2200 échantillons de surface (0-30cm de profondeur) prélevés sur tout le territoire français selon une grille carrée de 16 km de côté.

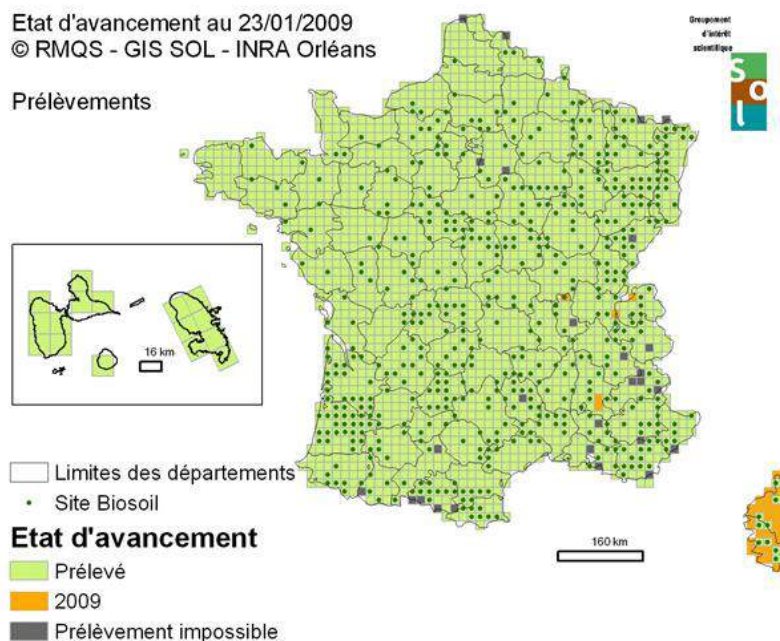


Figure 15 Carte des sites de prélèvements d'échantillons du réseau RMQS (INRA infosol)

La concentration massique en carbone organique (C_m , en gC/kg de sol) a été déterminée sur tous ces échantillons dans le cadre du programme RMQS, indépendamment du projet INCA, par combustion sèche (analyseur élémentaire), laquelle dose le carbone total ; sur les échantillons carbonatés, la concentration massique en carbonates, déterminée par calcimétrie, a été déduite du carbone total pour calculer le carbone organique.

Nous avons extrait du RMQS 545 échantillons, soit un sur quatre, constituant une sous-population représentative de l'ensemble tant en termes de répartition géographique que de distribution de la concentration massique en carbone organique.

Nous avons également utilisé une population de 78 échantillons du RMQS étudiés dans le cadre du projet GESSOL-SPECBIO, représentatifs des sols bruns acides (non calcaires) au sens large, avec 20 à 40% d'argile environ.

Une population de 100 échantillons complémentaire du jeu SPECBIO, non acide, et incluse dans le jeu de 545, a également été utilisée.

Le Tableau 2 récapitule les expérimentations dédiées à la construction de la base de données :

Tableau 2 Liste des expérimentations pour alimenter la base de données INCA

Ref. expé	Objectif	Caractéristiques échantillons	Nombre	Outils de mesure	Principe
EXP 1	Base d'étalonnage INCA	RMQS <0.2mm (0 – 30 cm)	545	ASD	Acquisition des spectres
EXP 1bis	Complément Base d'étalonnage INCA	RMQS <0.2mm (0 – 30 cm)	1600	ASD	Acquisition des spectres
EXP 2	Base d'étalonnage INCA	RMQS <2mm (0 – 30 cm)	100 Specbio + 100 INCA	ASD	Acquisition des spectres
EXP 3	Influence de l'humidité et base d'étalonnage pour s'en affranchir	RMQS <2mm (0 – 30 cm)	4 x 50 Arvalis	ASD Balance	Plan d'exp. Faisant varier l'humidité en faisant sécher les échantillons jusqu'à stabilisation de la masse
EXP 4	Base d'étalonnage INCA	RMQS brut (0 - 30 cm)	545	ASD	Acquisition des spectres
EXP 5	Estimation de la DA pour une valeur de carbone volumique	RMQS brut (0 - 30 cm)	545	Balance Rugosimètre laser	Détermination de la DA par pesée d'un certain volume de sol Détermination DA par estimation du profil de surface

N.B. L'expérimentation 1 bis a été décidée en cours de programmation pour accroître la base de données INCA.

V.1.1 Acquisition des spectres

Les spectres de réflectance ont été acquis avec le même spectromètre : un ASD dans le domaine visible et proche infrarouge entre 350-2500 nm avec une résolution spectrale de 1 nm. Ces spectres ont ensuite été convertis en absorbance ($A = -\log R$).

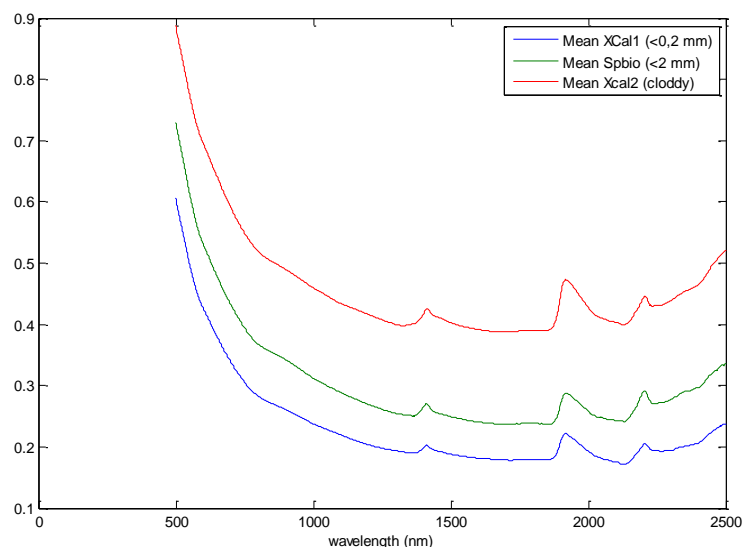


Figure 16: spectre moyen d'Absorbance d'échantillons de sols en fonction de leur granulométrie (<0.2 mm, <2mm et motteux)

Ainsi, la base de données INCA est composée des jeux suivants :

Tableau 3 Jeux de données disponibles en 2014

Nom du jeu	Nombre d'échantillons	Granulométrie	Carbone massique (Cm)	Densité apparente (DA)	Carbone Volumique
INCA_545_M	545	Motteux (~2 mm)	X	X	X
INCA_545_0.2mm	545	<0.2 mm	X		
Spbio_78_2mm	78	<2mm	X		
INCA_100_2mm	100	<2mm	X		
INCA_1600_0.2mm	1600	<0.2 mm	X		

Le principal intérêt de cette base de données, outre sa représentativité du territoire métropolitain, réside dans le fait que pour un point sur quatre de RMQS, les échantillons ont été mesurés pour différentes taille de particules.

V.1.2 Mesure de la densité apparente

Dans INCA, nous abordons un problème nouveau de SPIR appliquée au sol : la mesure de la concentration volumique d'un sol en carbone. Une nouvelle dimension se rajoute donc aux études classiques, faisant intervenir la masse volumique (ou densité apparente) du sol. La concentration volumique en carbone (TV), qui est la propriété que l'on veut prédire par SPIR, se calcule en multipliant la teneur pondérale (TP) en carbone par la masse volumique de l'échantillon (MV) ($TV = TP \cdot MV$).

La masse volumique du sol est une mesure pouvant être réalisée par différentes méthodes (méthode du cylindre, méthode au sable ou à l'eau, méthode au pétrole, etc.) mais toujours sur échantillons non remaniés afin de préserver la structure du sol. Une des spécificités du projet INCA est de travailler à partir d'échantillons de sols issus du programme RMQS (Réseau de Mesure de la Qualité du Sol) conservés par le Conservatoire des Sols à géré par l'unité InfoSol. Or ces échantillons sont issus de prélèvements réalisés à la tarière donc sans préservation de la structure. Ils sont conservés après émottage manuel et séchage à l'air. Mesurer la masse volumique sur de tels échantillons pose une difficulté méthodologique car les échantillons ont une structure « construite » par l'émottage et qui varie en fonction des propriétés du sol dont

essentiellement la texture. L'objectif de ce travail a donc été de développer une méthode de mesure de la masse volumique en laboratoire sur ces échantillons de structure perturbée.

Les échantillons INCA_545_M ont été constitués en prélevant dans les seaux de composites de surface une quantité correspondant au volume d'un pilulier de 60 ml. Les piluliers ont été remplis jusqu'à 5 mm du bord supérieur du pilulier. La mesure du volume d'échantillon contenu dans chaque pilulier a été réalisée en utilisant un profilomètre laser (par l'INRA) qui a permis une mesure précise de la hauteur de sol contenu dans chaque pilulier. Cette hauteur de sol est obtenue en scannant à l'aide d'un faisceau laser la surface des piluliers alignés sur une planche. Deux passages en sens contraire ont été réalisés afin d'éliminer les effets d'ombrage. L'image de chaque pilulier a été retravaillée à l'aide d'un logiciel de traitement d'image, afin de délimiter précisément la surface de chaque échantillon.



Figure 17 Conditionnement des échantillons dans des piluliers

Résultats

La masse volumique obtenue par cette méthode de laboratoire présente une distribution normale, avec les paramètres de position suivant :

Tableau 4 Masse volumique obtenue (exprimée en g.cm³)

Min.	1st Qu.	Median	Mean	3rd Qu.	Max.
0.480	1.030	1.130	1.129	1.230	1.710

La masse volumique de laboratoire est globalement inférieure à la masse volumique mesurée sur le terrain.

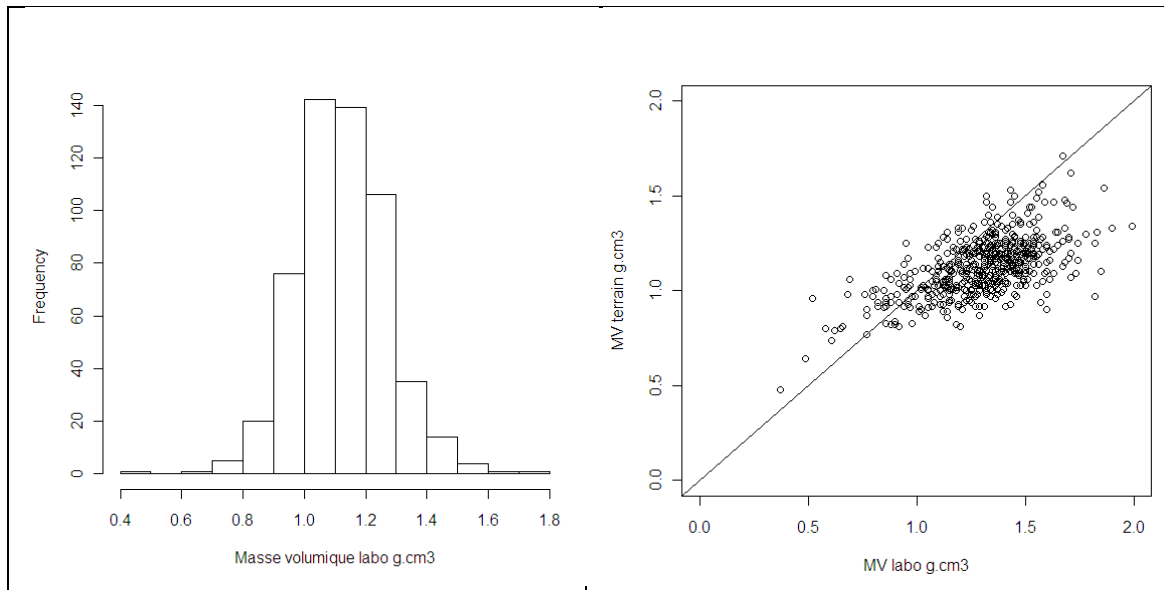


Figure 18 Distribution de la masse volumique mesurée au laboratoire et comparaison avec la masse volumique de terrain.

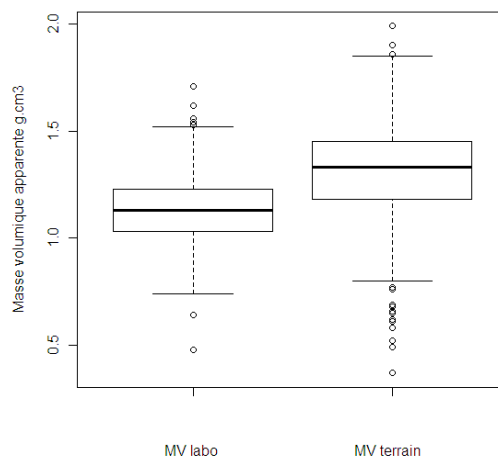


Figure 19 Comparaison Masse volumique labo et terrain

Deux remarques peuvent expliquer ces différences. D'une part, l'échantillon étant remanié, le foisonnement des particules de sol peut entraîner une diminution de la masse volumique apparente. D'autre part, la masse volumique apparente de terrain intègre les éléments grossiers contenus dans le sol, alors que l'échantillon de laboratoire, même s'il n'a pas été tamisé, contient une moindre quantité d'éléments grossiers du fait de son mode de prélèvement à la tarière, ce qui entraîne également une diminution de la masse volumique apparente. La comparaison entre les deux séries de données doit donc pour être cohérente être menée sur la base de la masse volumique de terre fine, c'est-à-dire en excluant la contribution des éléments grossiers.

A partir de ces valeurs de masses volumiques, il est possible de calculer une concentration volumique en carbone (g C/dm^3) en multipliant la masse volumique par la teneur massique en carbone du sol (g C/g sol). Ces résultats sont encore provisoires, car la sous-estimation de la masse volumique de laboratoire se répercute sur la concentration volumique en carbone.

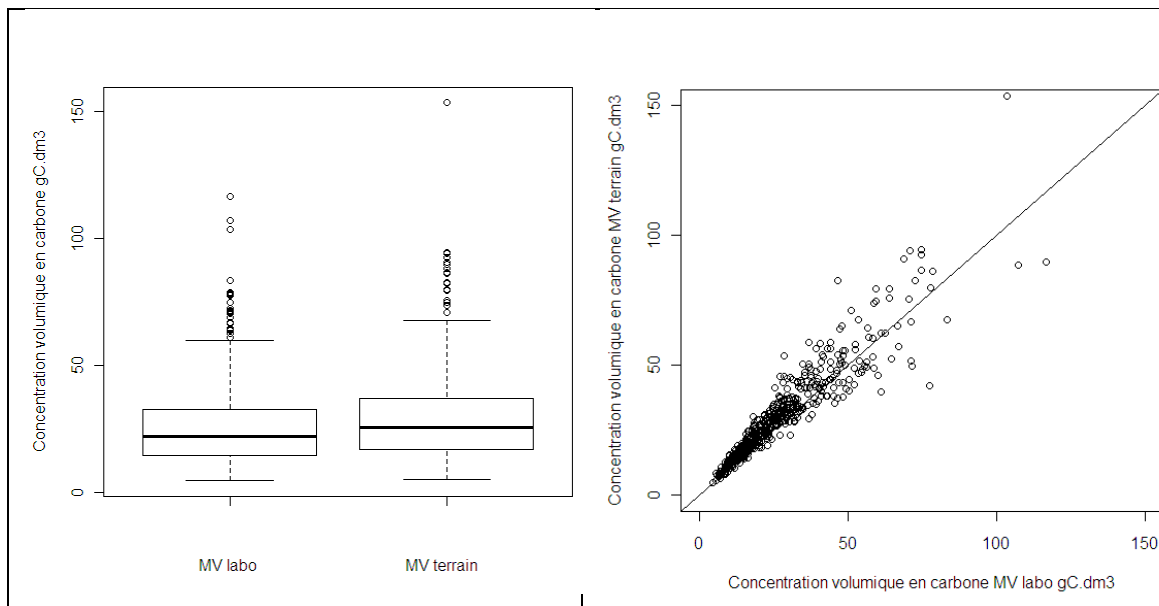


Figure 20 Comparaison des concentrations volumiques de carbone laboratoire et terrain

D'un point de vue opérationnel, cette méthode peut-être utilisée pour mesurer, sur des échantillons de laboratoire, une valeur de la densité apparente d'échantillons conditionnés. Il conviendrait toutefois d'évaluer la répétabilité de cette mesure.

V.2. Test et comparaison de méthodes d'étalonnage

V.2.1 Challenge INCA

Dans un premier temps, nous avons testé les performances de modèles construits à partir de différentes méthodes d'analyse multivariée. Afin de faire participer l'ensemble des partenaires de ce projet, Irstea a proposé d'organiser un Challenge chimiométrique sur les données de la base INCA.

Le principe d'un challenge chimiométrique est de mettre à disposition des participants des jeux de spectres avec des valeurs de références associées, leur permettant de produire des modèles. Une fois ces modèles étalonnés, ils sont testés sur un jeu de spectres indépendants pour lequel les participants ne connaissent pas les valeurs vraies.

Nous avons organisé un workshop (6 Juin 2012) où chaque participant a présenté sa méthode et ses prédictions.

Objectifs du challenge INCA :

- Utiliser la base de données INCA & SpecBio
- Tester et comparer plusieurs méthodes chimiométriques
- Evaluer les performances des différentes méthodes vis-à-vis de grandeurs d'influences

V.2.2 Matériel et méthode

Base de données :

Les données disponibles pour les participants étaient organisées de la manière suivante :

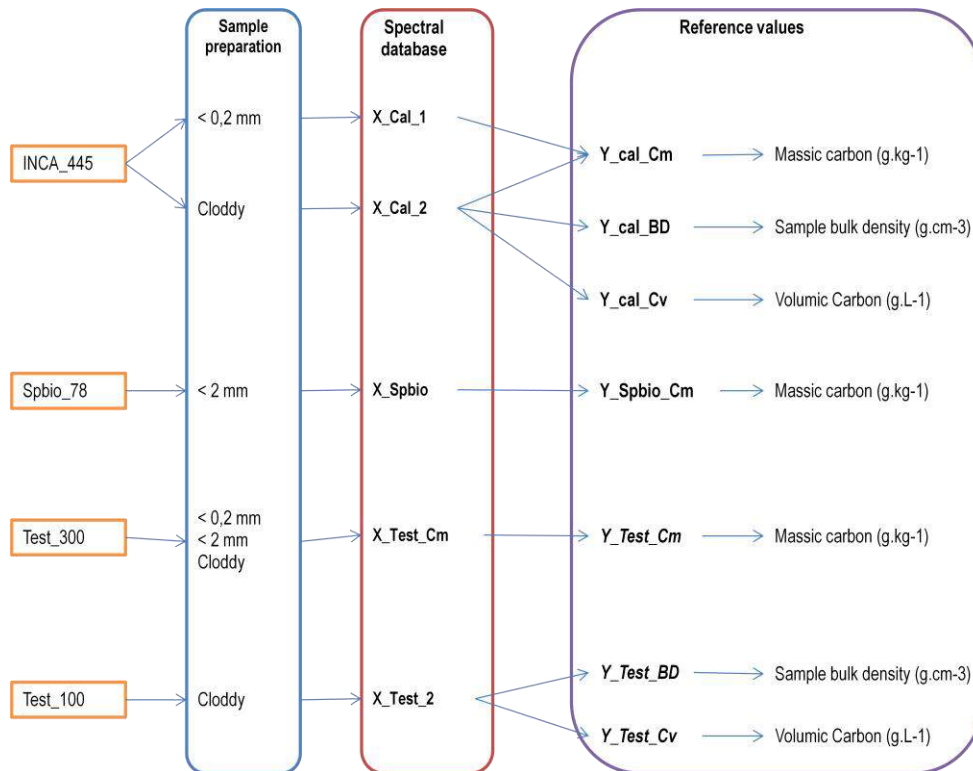


Figure 21 Données Challenge INCA 2012

Le document précisant les modalités du challenge est disponible auprès d'Irstea.

Les participants devaient fournir à Irstea trois matrices de valeurs prédites à partir de leurs modèles :

- Y_test_Cm : 300 valeurs de carbone massique prédites à partir de 300 spectres (acquis sur 100 échantillons à 3 granulométries différentes)
- Y_test_BD : 100 valeurs de densité apparente à partir de spectres acquis sur les piluliers selon le protocole défini en tâche 1.1
- Y_test_Cv : 100 valeurs de carbone volumique.

Méthodes

Les méthodes chimiométriques appliqués dans ce challenge sont les suivantes:

- PLS [25]
- Local PLS [24]
- Locally Weighted PLS [12], [5]
- Stacked PLS
- Cubist [16]
- Boosted Regression Trees [16]
- Support Vector Machine [13], [6]
- Bayes regression [21]

V.2.3 Résultats :

Les différentes méthodes ont été comparées selon les qualités des prédictions vis-à-vis des valeurs vraies. Ont donc été comparés les RMSEP (Root mean standard error of prediction), le biais et le R².

Un exemple de résultat pour la prédiction du jeu Test_300_Cm :

PLS (Irstea_Alexia)

Cal_set : X_cal_1+X_cal_2+X_Spbio
 (968 échantillons)
 500 – 2500 nm, 1 nm
 Pas de prétraitements
 14 VL

LW-PLS (IRD_Aurélie)

Cal_set : X_cal_1+X_cal_2+X_Spbio (968 échantillons)
 450 – 2500 nm, 4 nm
 Prétraitement: base d'ondelettes
 Min nb selected samples : 50
 Sélection des échantillons : $R^2 \geq 0.90$
 Agrégation des prédictions : méthode des moindres carrés

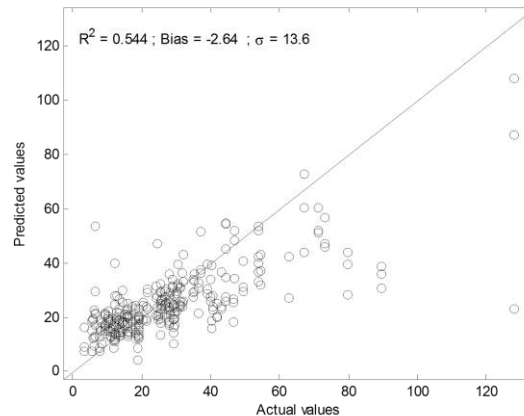
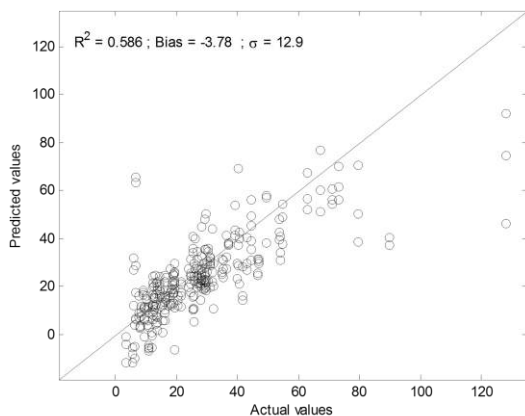


Figure 22 Résultats des prédictions des valeurs de carbone massique à partir de spectres acquis à 3 granulométries différentes

On peut noter que l'impact des granulométries est très important sur la qualité des modèles, qui ici ne donnent pas satisfaction.

Lorsque l'on applique des méthodes sur des échantillons de même granulométrie, on améliore les prédictions :

PLS (Irstea_Alexia)

Cal_set : X_cal_1 (445 échantillons)
 500 – 2500 nm, 1 nm
 Pas de prétraitements
 10 VL

SVM (Ondalys)

Cal_set : X_cal_1 (445 échantillons)

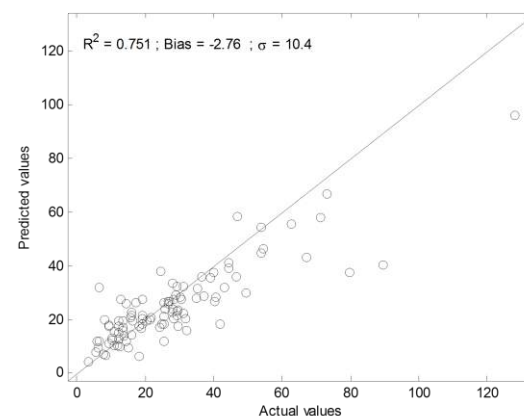
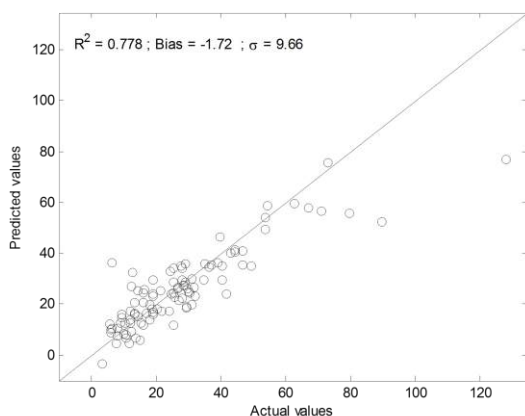


Figure 23 Prédiction de Test_100_Cm (granulométrie 0.2mm)

On note toutefois que si les échantillons de faible concentration sont bien prédits, dès que la quantité de carbone augmente, le modèle est moins précis.

Outre l'utilisation des méthodes classiquement utilisées en chimiométrie (notamment la PLS), d'autres méthodes ont été testés et semblent prometteuses :

Bayes (Irstea_Steven)

Cal_set : X_cal_1 (445 échantillons)

450 – 2500 nm, 1 nm

Bayes regression with lognormal prior

Stacked PLS (Irstea_Steven)

Cal_set : X_cal_1 (445 échantillons)

450 – 2500 nm, 1 nm

Stacking power : 4

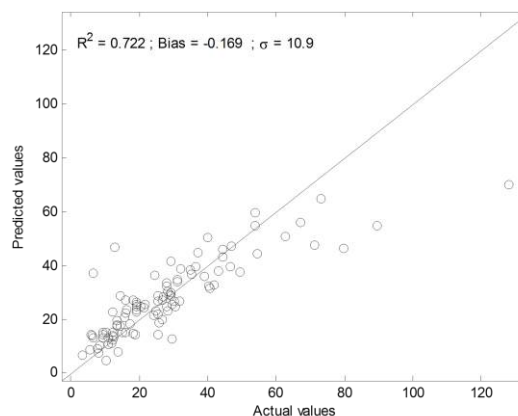
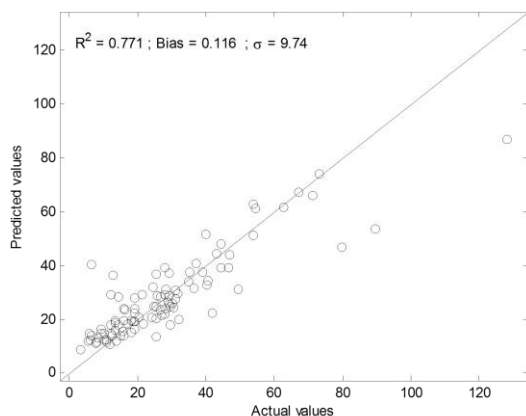


Figure 24 Prédiction de Test_100_Cm à partir de méthodes bayésiennes et de stacked PLS

V.2.4 Conclusion

Ce challenge a permis de tester beaucoup d'approches différentes, et à échanger entre tous les partenaires.

Certaines méthodes ont montré un potentiel intéressant :

- Les méthodes locales : cette catégorie de méthodes est adaptée à de grandes bases de données spectrales. Ainsi, nous avons décidé, suite aux résultats du premier challenge, d'accroître la taille des bases de données spectrales, en scannant les 1600 échantillons de RMQS restant. Cependant, des recherches doivent encore être menées pour améliorer encore les performances de ces approches, notamment sur les paramétrages inhérents à ce type de méthode.
- Méthodes bayésiennes : encore peu utilisées en analyse multivariées et notamment en science du sol. Ainsi, là encore il convient de poursuivre les investigations sur l'utilisation des méthodes bayésiennes.
- Méthodes type SVM : ces méthodes font partie des méthodes non linéaires. Elles offrent un potentiel intéressant lorsque justement, la linéarité n'est pas respectée. Mais ces méthodes restent encore complexes à mettre en œuvre et surtout à interpréter.

Nous pouvons également souligner le fait que les méthodes linéaires telles que la PLS montrent également des performances correctes et pas tellement en deçà des performances des autres méthodes. De plus, les méthodes linéaires offrent l'avantage d'être simples et dont les résultats sont interprétables. Il n'y a pas de paramétrage. Cela conforte ainsi l'approche proposée dans la section précédente, qui est d'améliorer la qualité du signal, notamment en restaurant la linéarité entre l'absorbance et la concentration. Ceci pour avoir de meilleures conditions pour appliquer des méthodes linéaires telles que la PLS.

En ce qui concerne la prédiction du carbone volumique, en utilisant la méthode de mesure de la densité apparente développée dans la section précédente, les modèles n'ont pas montré de meilleurs résultats que pour prédire le carbone massique. La spectrométrie consiste à interroger un certain volume de sol, et donc à intégrer la composition chimique de ce volume. Ainsi, en théorie il est possible de relier l'absorbance mesurée à la concentration volumique du carbone. Cependant, la principale limite réside dans la mesure de la valeur de référence. Quelle est la quantité de Carbone dans ce volume. A l'heure actuelle, la mesure de la densité

Projet INCA - Rapport final

apparente par profilomètre laser n'atteint pas encore la précision suffisante pour optimiser les modèles d'étalonnages.

La méthode de mesure PoLiS, quant à elle, ouvre des perspectives de recherche intéressantes pour améliorer la compréhension de l'interaction entre la lumière et la matière, et de mieux modéliser le volume de sol effectivement interrogé.

V.3. Evaluation de la robustesse des modèles vis-à-vis des grandeurs d'influence

V.3.1 Vis-à-vis de la granulométrie

Les résultats du challenge ont montré la forte incidence de la granulométrie sur la qualité des modèles. Notamment que les modèles construits sur la base d'une classe granulométrique et testée sur une autre classe granulométrique présente un biais et une pente, caractéristiques des effets de grandeurs d'influences.

Il existe des solutions pour essayer de maîtriser ces effets là, comme les méthodes de projection orthogonales [22] (cf. section suivante) mais elles nécessitent de mettre en œuvre des plans d'expérience dédiés.

Là encore, la méthode PoLiS proposée plus haut est, en théorie, moins sensible à l'état de surface des échantillons. Ce point devant encore être confirmé par la pratique.

V.3.2 Vis-à-vis de l'humidité

Dans un objectif de développer un capteur portable pour la mesure directe au champ, il convient d'étudier l'impact de l'humidité du sol sur la qualité des modèles de prédiction.

Ce point à fait l'objet de plusieurs travaux

- L'Université de Sydney a appliqué la méthode EPO (External Parameter Orthogonalization) [22][20], une méthode de projection orthogonale qui permet de « nettoyer » les spectres des effets liées à l'humidité des sols.

L'étude menée par L'université de Sydney a été publiée dans Geoderma :

Budiman Minasny, Alex B. McBratney, Veronique Bellon-Maurel, Jean-Michel Roger, Alexia Gobrecht, Laure Ferrand, Samuel Joalland, **Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra for the prediction of soil organic carbon**, Geoderma, Volumes 167–168, November 2011, Pages 118-124

Le potentiel de la méthode EPO est démontré, même si là encore, la qualité des modèles restent tributaires de la qualité du signal spectral.

- L'IRD et Irstea ont également appliqué la méthode EPO sur une série d'échantillons dont l'humidité a été artificiellement accrue.

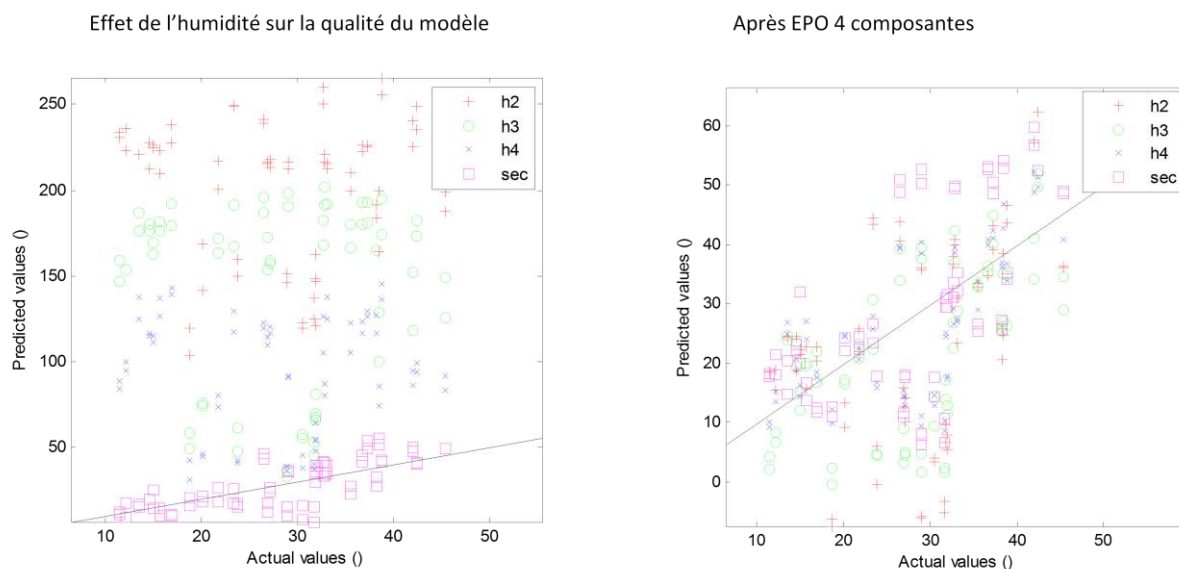


Figure 25 Qualité du modèle de prédiction sans EPO (à gauche) sur des échantillons d'humidité variable et avec EPO (3 composantes) (à droite)

On observe dans la Figure 25, que l'humidité est responsable d'un fort biais sur les prédictions lorsque le modèle a été construit à partir de spectres mesurés sur les échantillons secs. En appliquant la méthode EPO, on arrive à recentrer les prédictions, ce qui montre que la méthode arrive à corriger les spectres de la teneur en eau. Cependant, la qualité globale du modèle reste mauvaise, ce qui est principalement dû à la qualité intrinsèque des signaux utilisés.

V.4. Conclusions

La robustesse des étalonnages est un réel enjeu si l'on souhaite utiliser la spectrométrie proche infrarouge pour mesurer le carbone du sol.

La base de données INCA est une base précieuse pour tester différentes approches et étudier les effets des facteurs d'influences sur la qualité et la robustesse des modèles.

Certaines méthodes, comme les approches locales ont démontré leur potentiel. Mais elles peuvent encore être perfectionnées pour s'adapter encore mieux aux bases de spectres de sols.

Ce que nous avons pu observer de ces études, c'est que les méthodes, quelles qu'elles soient, sont tributaires de la qualité des spectres en entrée des algorithmes.

Cela nous conforte dans le choix d'optimiser la qualité du signal avant tout processus d'étalonnage, et ce quelque soit la méthode d'analyse utilisée.

VI. Vers un indicateur d'évaluation de la qualité métrologique de la mesure

Préambule :

L'approche métrologique du système *Mesure optique + Modèle* doit d'être évaluée. Notamment pour valider l'hypothèse qu'un meilleur signal produira des modèles plus robustes.

Ainsi, nous proposons un nouvel indicateur de qualité du signal, SQi, qui évalue la quantité d'information utile présente dans le signal spectroscopique pour prédire le carbone du sol.

VI.1. SQi, un indicateur de qualité du signal spectroscopique

VI.1.1 Introduction

Lors de la conception d'un nouveau système de mesure, comme le système PoLiS que nous proposons dans le projet INCA, il est important de pouvoir estimer la qualité de la mesure. L'analyse doit porter que le signal mais également sur la capacité du signal à prédire une variable, dans notre cas, le carbone.

Usuellement, la qualité du processus comprenant la mesure spectrale et le modèle est évaluée par des indicateurs de type :

- Coefficient de corrélation R^2
- Erreur standard de prédiction
- Biais

Le principe étant de comparer les résultats du système avec des mesures de références faites au laboratoire.

La littérature propose d'autres indicateurs qui portent plus spécifiquement sur la qualité du signal. Ils se rapportent tous au NAS (Net Analyte Signal) [8], qui est, le signal théorique nécessaire et suffisant pour prédire le paramètre d'intérêt. Une sorte de signal pur. Ce signal NAS, dès lors que les milieux sont complexes, n'est pas connu. Il est donc estimé, selon un processus similaire à celui d'un étalonnage. Du NAS découlent différents indicateurs tels que la sensibilité (SEN), la sélectivité (SEL) ou encore le rapport signal sur bruit (S/N) (Figure 26).

Dans tous les cas, évaluer les prédictions ou évaluer le signal avec un NAS estimé, il n'est pas possible de différencier la part d'incertitude liée au système optique de mesure et la part d'incertitude portée par le modèle.

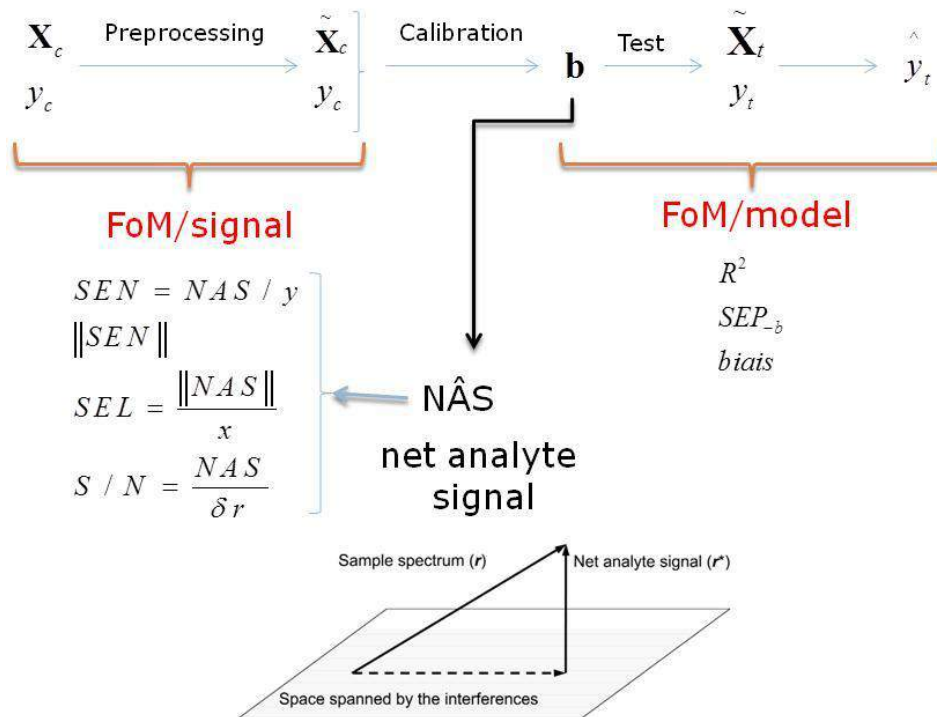


Figure 26 Indicateurs de qualité existant au cours du processus de mesure (signal et modèle)

Nous avons donc cherché à construire un indicateur de la qualité du signal, vis-à-vis de la variable à prédire ayant les propriétés suivantes :

- Il doit évaluer la capacité du signal à prédire une variable caractéristique du milieu étudié
- Il doit être adimensionnel, pour permettre la comparaison de plusieurs systèmes de mesure voire de prétraitements faits sur les spectres
- Il doit être indépendant du modèle de prédiction

VI.1.2 Méthode

Soit X une matrice de n individus (échantillons) et de p variables (les spectres de p longueurs d'ondes). Soit Y , la matrice des q paramètres que l'on cherche à prédire (il peut en avoir un ou plusieurs simultanément), pour chacun des n individus.

Nous nous plaçons dans l'espace des individus (\mathcal{R}^n). Le principe est d'identifier, une direction dans cet espace, qui soit commune à X et à Y .

Un moyen d'identifier cet espace, est de projeter X orthogonalement sur Y :

$$X^{\parallel} = P_y(X) = Y(Y^T Y)^{-1} Y^T X$$

On obtient alors un sous-espace qui comprend la part utile de X pour quantifier Y . Afin de construire une métrique à partir de ce sous espace, on calcule la covariance de X^{\parallel} :

$$Cov(\mathbf{X}^{\parallel}) = \mathbf{X}^{\parallel T} \mathbf{X}^{\parallel} = \mathbf{X}^T \mathbf{Y} (\mathbf{Y}^T \mathbf{Y})^{-1} \mathbf{Y}^T \mathbf{X}$$

En calculant la trace de cette matrice (qui est diagonalisable), on résume ainsi la part commune de X et Y par un scalaire.

Afin de construire un indicateur a dimensionnel, on normalise par la trace de la covariance de X, qui représente la variance totale de X :

$$SQ_i = \frac{tr(Cov(\mathbf{X}^{\parallel}))}{tr(Cov(\mathbf{X}))} = \frac{tr(\mathbf{X}^T \mathbf{Y} (\mathbf{Y}^T \mathbf{Y})^{-1} \mathbf{Y}^T \mathbf{X})}{tr(\mathbf{X}^T \mathbf{X})}$$

Cet indicateur quantifie la part utile de X pour prédire Y et se rapproche de l'indicateur SEL qui fait le ratio entre le NAS et le signal.

Il est entre 0 et 1 et sans dimensions. Il fonctionne pour plusieurs variables de Y et également pour faire de la discrimination de classes.

Enfin, il est construit indépendamment du modèle de prédiction.

VI.1.3 Résultats

Nous avons appliqué l'indicateur sur plusieurs jeu de données issues des travaux menés sur la méthode PoLiS.

- Sur des mélanges de sable + du colorant E141 à différentes concentrations

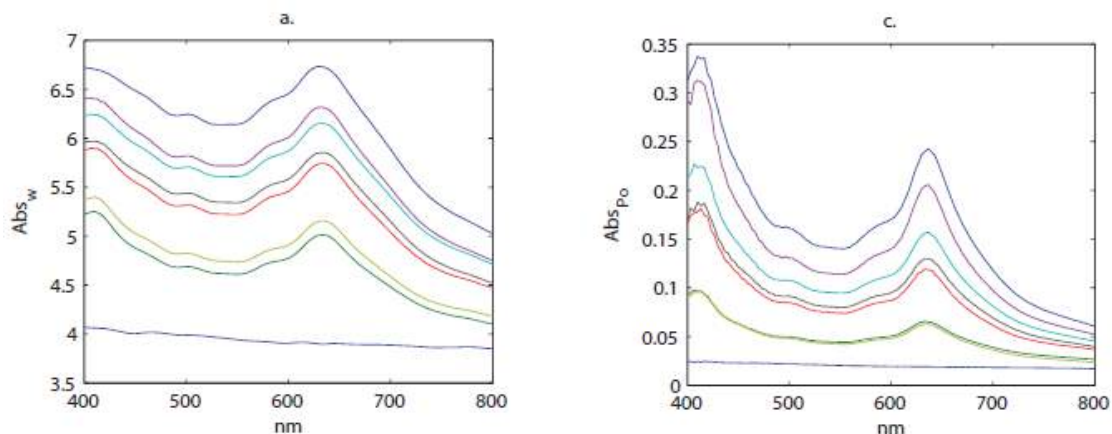


Figure 27 Spectres d'absorbance Abs_BS (a) et Abs_Po (c) calculées à partir des mesures spectrales avec PoLiS sur des mélanges de sable + colorant E141

Tableau 5 Indicateur de qualité du signal SQi en fonction du type de spectre mesuré sur des mélanges sable + Colorant

	RBS	Abs_BS (PoLiS)	Abs_Po (PoLiS)
SQi	0.48	0.75	0.91

L'indicateur appliqué sur le signal de réflectance diffuse totale (R_{BS}), n'est pas bon. Lorsque l'on calcule à partir de ce spectre de réflectance une absorbance Abs_{BS} (Figure 27, a), l'indicateur est meilleur. Le spectre brut a été prétraité en appliquant un log. Enfin, l'indicateur SQi augmente avec l'absorbance calculée avec notre dispositif PoLiS. Cela traduit le fait que dans le signal Abs_{Po} , la part d'information utile pour prédire la concentration du colorant est plus importante que dans les autres signaux. Les conditions pour construire un modèle à partir des spectres d'absorbance Abs_{Po} sont donc meilleures.

- Sur les sols

Nous avons également appliqué l'indicateur sur les spectres de sols dont nous avons déjà détaillé la provenance dans la section IV.2.3.

Tableau 6 Indicateur de qualité du signal SQi en fonction du type de spectre mesuré sur de sols

	RBS	Abs_{BS} (PoLiS)	Abs_{Po} (PoLiS)
SQi	0.54	0.61	0.75

Sur les sols, on retrouve la même hiérarchie que pour les poudres. L'indicateur est toutefois inférieur à celui appliqué sur les mélanges modèles de poudres. Cela s'explique du fait que les sols sont des milieux bien plus complexes que les milieux modèles que nous avons préparés pour cette expérimentation. Une part importante du signal est liée aux autres composants du milieu. Il est donc normal que la proportion d'information utile pour prédire le carbone soit réduite. Par contre, potentiellement, les modèles construits à partir des spectres Abs_{Po} seront meilleurs. Ce que nous avons pu montrer dans la section IV.

VI.2. Conclusions

Nous avons construit un indicateur de qualité du signal qui offre des propriétés intéressantes lorsqu'il s'agit de comparer différents systèmes de mesure ou des prétraitements mathématiques opérés sur les signaux dans le but d'améliorer leur qualité vis-à-vis des variables à prédire.

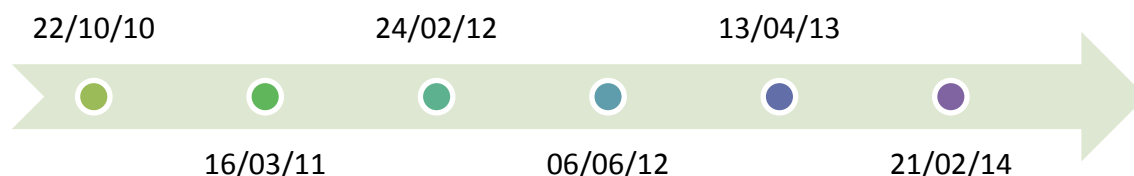
Dans le cas de la méthode PoLiS, on sélectionne la part du signal qui n'est pas multi diffusée. Nous avons, en quelques sortes, nettoyé le spectre d'informations inutiles et ainsi augmenté la part utile. L'indicateur SQi permet d'évaluer cela.

Ces travaux sont en cours de publication dans le cadre de la thèse d'Alexia Gobrecht.

VII. Animation et Communication

VII.1. Animation

Le projet a été coordonné par l'UMR ITAP d'Irstea.
6 Comités de pilotages se sont tenus au cours du projet :



Lors de ces comités de pilotage, le point était fait sur les travaux passés et la programmation future. Il a également été question des réorientations nécessaires à mi-parcours. Les comptes-rendus de ces réunions sont disponibles auprès d'Irstea.

Entre deux comités de pilotages et sur la base de la liste des tâches à réaliser par chaque partenaire, l'UMR ITAP s'assurait, en direct de l'avancée des travaux. De même, chaque partenaire, responsable d'une tâche s'assurait de son bon déroulement.

La proximité géographique de l'UMR Eco&Sols et de l'UMR ITAP, toutes deux situées à Montpellier, a facilité la collaboration, au-delà même du projet INCA puisque plusieurs projets ont émergé depuis.

A l'inverse, l'éloignement géographique de l'Australie a rendu plus tenue la participation à la vie du projet de l'ACPA. Des actions collaboratives ont toutefois eu lieu, en témoignent une publication conjointe et la participation de l'UMR ITAP à un workshop organisé par l'ACPA.

Le tableau ci-après précise les implications de chaque partenaire par tâche du projet. La plupart des tâches faisaient intervenir plusieurs partenaires conjointement.

Tableau 7 Implication principale (en rouge) et secondaire (en noir) des différents partenaires dans les tâches du projet

Tâche	Irstea	IRD	INRA	USYD
1.1 BDD	X	X	X	
1.2 Optique	X			
1.3 Spectron	X			
2.1 Etalonnage	X	X	X	X
3.1 Indicateur Qualité	X	X		
4.1 Animation	X	X	X	
4.2 Communication	X	X		X

VII.2. Communication vers les futurs utilisateurs

En termes de communication écrite, un effort particulier a été fait pour valoriser les résultats de recherche par la publication scientifique. Le fait qu'une thèse se déroule en parallèle du projet a été un levier pour la communication scientifique. L'annexe 1 présente la liste des publications parues, soumises et prévues issues du projet.

En termes de communication orale, il y a eu un point d'orgue au cours du projet : l'organisation par l'UMR ITAP de la 16^{ème} Conférence Internationale en Spectrométrie Proche Infrarouge (Figure 28), dont plusieurs chercheurs du consortium d'INCA ont fait partie du comité

d'organisation. Cette conférence s'est tenue en juin 2013 à La Grande Motte et a réuni près de 600 participants.



Figure 28 16^{ème} conférence internationale en Spectroscopie Proche Infrarouge

Deux sessions spéciales ont été dédiées à l'application de la spectrométrie proche infrarouge aux sols et ont été animée par l'IRD (<http://www.icnirs2013.org/>).

Tableau 8 Programme des sessions dédiées aux sciences du sol à NIRS 2013

14:00			
A1 Agriculture, Environment - Soil			
Chair : GUERRERO, Cesar (Spain)			
14:00	O 080	Field estimation of soil organic carbon using NIR spectroscopy	MINASNY, Budiman; MCBRATNEY, Alex; SINGH, Kanika; STOCKMANN, Uta
14:20	O 081	Prediction of soil organic carbon along soil cores using Vis-NIR reflectance spectroscopy	STEVENS, Antoine; DOETTERL, Sebastian; VAN OOST, Kristof; VAN WESEMAEL, Bas
14:40	O 082	On-line vis-NIR measurement of soil pH and clay content using artificial neural network	KUANG, Boyan; TEKIN, Yucler; MOUAZEN, Abdul Mounem
15:00	O 083	Optimization of in situ soil characterization by Near-InfraRed Spectroscopy	GRAS, Jean-Philippe; TRUPIN, Séverine; MAHAUT, Brigitte; BARTHES, Bernard
15:20	F 045	Monitoring of peatlands for carbon inventories and effects of climate warming using near-infrared spectroscopy	MALLEY, Diane F.; WILLIAMS, Phil
15:25	F 046	Using Near infrared reflectance spectroscopy for the determination of organic and biological properties in malagasy soil	RABENARIVO, Michel; LARDY, Lydie; BRUNET, Didier; CHOTTE, Jean-Luc; RABEHARISOA, Lilia; BARTHES, Bernard
15:30	F 047	Modelization of the Transformation of Added Organic materials in soil: the help of NIRS	THURIES, Laurent J.-M.; PANSU, Marc; KABORE, Théodore W.; HIEN, Edmond; BRUNET, Didier; BARTHES, Bernard G.; HOUOT, Sabine; COULIBALY, Aboubacar; ZOMBRÉ, Prosper; MASSE, Dominique
15:35	F 048	Spatial enhancement of the soil information for digital mapping of soil organic carbon using NIR spectroscopy	CAMACHO-TAMAYO, Jesus; RUBIANO, Yolanda; RAMIREZ-LOPEZ, Leonardo; VAN WESEMAEL, Bas

16:10			
A1 Agriculture, Environment - Soil			
Chair : MOUAZEN, Abdul Mounem (UK)			
16:10	O 084	Laboratory Vis-NIR spectroscopy as an alternative method for estimating the soil aggregate stability indexes of Mediterranean soils	GOMEZ, Cécile; LE BISSONNAIS, Yves; ANNABI, Mohamed; BAHRI, Haithem; RACLOT, Damien
16:30	O 085	Tales from the cold: The potential of spectroscopy to map microbial habitats in the Dry Valleys of Antarctica	ROUDIER, Pierre; PALMER, Anne; AISLABIE, Jackie; MCLEOD, Malcolm; HEDLEY, Carolyn; SNAPE, Ian
16:50	O 086	Comparison of two approaches to improve the accuracy of spiked national NIR calibrations for soil organic carbon assessment at local scale	GUERRERO, Cesar; WETTERLUND, Johanna; STENBERG, Bo; VISCARRA ROSSEL, Raphael A.; MOUAZEN, Abdul M.; KUANG, Boyan; ZORNOZA, Raúl; MAESTRE, Fernando T.; RUIZ-SINOGA, Jose Damián; NANNI, Marcos R.
17:10	O 087	Prediction of soil organic carbon content by spectroscopy at European scale using a local partial least square regression approach	NOCITA, Marco; STEVENS, Antoine; TOH, Gergely; VAN WESEMAEL, Bas; MONTANARELLA, Luca
17:30	F 049	Which strategy is best to predict soil properties of local sites from a national Vis-NIR database?	GOGÉ, Fabien; GOMEZ, Cécile; JOLIVET, Claudy; JOFFRE, Richard
17:35	F 050	NIRS for assessing the organic status of tropical soils: Réunion Island as a case study for its wide diversity of soil types	THURIES, Laurent J.-M.; MOUSSARD, Géraud D; GAUVIN, Marie-Frède; FEDER, Frédéric; DOELSCH, Emmanuel; LEGIER, Patrick
17:40	F 051	Flexible Calibration Development and Maintenance System that enables Heterogeneous Samples such as Soil or Compost	OOTAKE, Yoshisato; TAKEDA, Kei; SUZUKI, Kunihiko; OKAZAKI, Tomoya; MAEZUKA, Kenji; OOKURA, Tsutomu; PARK, Soni; SASHIDA, Kunio

La richesse de ce programme et surtout le fait que des scientifiques reconnus par la communauté des sciences du sol aient fait le déplacement a été un point très positif du projet INCA.

L'ACPA a organisé un workshop dédié à l'application de la SPIR à la mesure des paramètres du sol. Ce workshop s'est tenu les 4 et 5 avril 2013 et a réuni les acteurs de la SPIR appliquée au sol de la région Pacifique (principalement AUS et NZ)



Figure 29 Flyer du workshop organisé par L'ACPA

L'UMR ITAP a participé à ce workshop via une présentation keynote introduisant les principes de la spectroscopie proche infrarouge et les enjeux liés à leur application aux sols. Le cours est public est disponible auprès d'Irstea ou de l'ACPA. Un nouveau workshop est prévu fin 2014.

Au cours du projet, plusieurs communications orales ont eues lieu à divers congrès et colloques. La liste de ces communications se trouve en annexe 1. La présence de partenaires australiens a contribué à la communication des résultats du projet auprès de la communauté scientifique de l'hémisphère sud.

VIII. Stratégie de partenariat et perspectives en termes de transfert

En amont du projet, les partenaires avaient identifié deux partenariats possibles pour le transfert des résultats de la recherche vers le monde socio-économique :

- La société Pellenc SA pour le développement de l'appareillage portatif
- La société Ondalys pour le développement d'un service de traitement de données spectrale pour l'estimation des stocks de carbone.

Ces deux entreprises ont pu suivre les avancées du projet. Ondalys a participé au challenge chimiométrique sur les données d'INCA et la société Pellenc a fourni des prototypes Spectron™ pour tester les appareils dans leur configuration actuelle sur des échantillons de sols.

A l'heure où le projet INCA se termine, deux constats peuvent être faits :

- Les adaptations du capteur Spectron™ nécessaires pour assurer une mesure spectrale au champ sur des sols sont importantes. Mais les recherches proposées dans le cadre d'INCA sont prometteuses et transférables, à terme. Dans la mesure où il sera possible de poursuivre les recherches en optique, la société Pellenc sera, si elle est intéressée, la cible privilégiée pour le transfert.
- Proposer un service d'analyse rapide et peu coûteux à destination des professionnels ou des pouvoirs publics entre totalement dans les compétences de la société ONDALYS. Cependant, les avancées en termes d'approche globale d'étalonnage ne sont pas encore suffisantes pour proposer un transfert. Mais là encore, le partenariat entre le consortium d'INCA et la société est étroit (certains sont membres de la société savante

Heliospir) et si un transfert est possible, il se fera en collaboration avec la société Ondalys.

IX. Vers une contribution à l'appui aux politiques publiques

Le projet de recherche INCA s'inscrit dans une recherche amont. Si les ambitions initiales visaient à proposer une démarche globale pour l'estimation des stocks de carbone directement au champ (incluant le capteur, le modèle et la démarche d'échantillonnage), des orientations ont été faites, pour aboutir à des objectifs plus réalistes. Ainsi, des réelles avancées ont été faites mais contribuent plus à la connaissance scientifique qu'à l'appui aux politiques publiques. Cela dit, si des étapes de recherches sont encore nécessaires pour justement satisfaire la demande des politiques publiques et la demande sociétales, chaque partenaires à, au cours du projet gagné en expertise sur les autres champs disciplinaires que les siens et est maintenant à même de répondre, en tant qu'expert de la question de la mesure des stocks de carbone au champ par SPIR, à des demandes des pouvoirs publics.

X. Conclusion générale

Le projet INCA est un projet très innovant dans la mesure où il aborde la question de la mesure par spectrométrie proche infrarouge de la teneur en carbone des sols par le développement d'une instrumentation adaptée pour optimiser la qualité du signal. En effet, si le potentiel de la SPIR est acté par la communauté des sciences du sol, les résultats du projet INCA montrent qu'un palier peut être franchi en termes de qualité et robustesse de la mesure.

Pour la première fois, des spectroscopistes et des scientifiques des sols se sont associés pour reprendre à la base les questions scientifiques associées à la mesure du signal spectral sur des milieux très complexes. Les solutions apportées, telles que le nouveau dispositif, PoLiS, montrent des résultats prometteurs, transférables à moyen terme, sous la forme d'un capteur in-situ. Par ailleurs, le dispositif revêt un caractère suffisamment générique qu'il pourra trouver des applications au-delà de la caractérisation des paramètres physico-chimiques des sols.

Les partenaires du projet ont également abordé la question essentielle de l'étalonnage des modèles de prédictions. Là encore, le partage des cultures scientifiques a permis d'identifier les voies les plus prometteuses pour construire des modèles robustes. Cependant, un des enseignements forts du projet est que l'amélioration du signal constitue une réelle plus-value pour l'étalonnage. Ceci est un point de vue nouveau pour les deux communautés scientifiques auxquelles appartiennent les partenaires du projet.

Les perspectives, en termes de poursuite de la recherche appliquée mais également en termes de transfert industriel, sont donc nombreuses et les différents acteurs poursuivront les travaux initiés dans le projet INCA.

Références

- [1] Arrouays, D., Balesdent, J., J.C., G., Jayet, P. A., Soussana, P. F., and Stengel, P., eds. (2002). "Contribution à la lutte contre l'effet de serre: Stocker du carbone dans les sols agricoles?," pp. 1-332p. INRA, Paris, France.
- [2] Bellon-Maurel, V. (2009). NIR and soil science, a teen-age love story. *Pedometron* **28**, 27-29.
- [3] Bellon-Maurel, V., McBratney, A., 2011. Near-infrared (NIR) and mid-infrared (MIR) spectroscopic techniques for assessing the amount of carbon stock in soils—critical review and research perspectives. *Soil Biol. Biochem.* 43 (7), 1398–1410.
- [4] Bendoula, R., Gobrecht, A., Moulin, B., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., Improvement of the chemical content prediction of a model powder system by reducing multiple scattering using polarized light spectroscopy-Article soumis *Applied Spectroscopy* 02/2014
- [5] Cleveland, W.S., Devlin, S.J., 1988. Locally weighted regression: an approach to regression analysis by local fitting. *J. Am. Stat. Assoc.* 83 (403), 596–610.
- [6] Cogdill, R.P., Dardenne, P., 2004. Least-squares support vector machines for chemometrics: an introduction and evaluation. *J. Near Infrared Spectrosc.* 12 (2), 8.
- [7] D. Dahm and K. Dahm, "Representative Layer Theory for Diffuse Reflectance," *Appl. Spectrosc.* 53, 647-654 (1999)
- [8] Davies, A.M.C., Fearn, T., 2006b. Quantitative analysis via near infrared databases: comparison analysis using restructured near infrared and constituent data-deux (CARNAC-D). *J. Near Infrared Spectrosc.* 14 (6), 9.
- [9] Fidencio, P.H., Poppi, R.J., de Andrade, J.C., 2002. Determination of organic matter in soils using radial basis function networks and near infrared spectroscopy. *Anal. Chim. Acta* 453 (1), 125–134.
- [10] Gobrecht, A., Bendoula, R., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., Combining linear polarization spectroscopy and the Representative Layer Theory to measure the Beer-Lambert's Law Absorbance of highly turbid media. Article soumis à *Analytica Chimica Acta* 04/2014
- [11] Gobrecht, A., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., Chapter Four - Major Issues of Diffuse Reflectance NIR Spectroscopy in the Specific Context of Soil Carbon Content Estimation: A Review, In: Donald L. Sparks, Editor(s), *Advances in Agronomy*, Academic Press, 2014, Volume 123, Pages 145-175
- [12] Gogé, F., Joffre, R., Jolivet, C., Ross, I., Ranjard, L., 2012. Optimization criteria in sample selection step of local regression for quantitative analysis of large soil NIRS database. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 110 (1), 168–176.
- [13] Igne, B., Reeves, J.B., McCarty, G.W., Hively, W.D., Lund, E., Hurburgh Jr., C.R., 2010. Evaluation of spectral pretreatments, partial least squares, least squares support vector machines and locally weighted regression for quantitative spectroscopic analysis of soils. *J. Near Infrared Spectrosc.* 18 (3), 167–176.
- [14] Lorber, A., Faber, K., & Kowalski, B. R. (1997). Net analyte signal calculation in multivariate calibration. *Analytical Chemistry*, 69(8), 1620-1626.
- [15] Massie, D. R. N., K. H. (1965). Spectral reflectance and transmittance properties of grains in the visible and near-infrared. *Trans. Am. Soc. Agric. Eng.* **8**, 598–600.
- [16] Minasny, B., McBratney, A.B., 2008. Regression rules as a tool for predicting soil properties from infrared reflectance spectroscopy. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 94 (1), 72–79.
- [17] Minasny, B., McBratney, A.B., Bellon-Maurel, V., Roger, J.M., Gobrecht, A., Ferrand, L., Joalland, S. Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra

- for the prediction of soil organic carbon, *Geoderma*, Volumes 167–168, November 2011, Pages 118-124
- [18] Mooney, S., Gerow, K., Antle, J., Capalbo, S., and Paustian, K. (2007). Reducing standard errors by incorporating spatial autocorrelation into a measurement scheme for soil carbon credits. *Climatic Change* **80**, 55-72.
- [19] Morgan, C. L. S., Waiser, T. H., Brown, D. J., and Hallmark, C. T. (2009). Simulated in situ characterization of soil organic and inorganic carbon with visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Geoderma* **151**, 249-256.
- [20] Naes, T., Isaksson, T., Kowalski, B., 1990. Locally weighted regression and scatter correction for near-infrared reflectance data. *Anal. Chem.* 62 (7), 664–673.
- [21] Perez-Marin, D., Fearn, T., Guerrero, J.E., Garrido-Varo, A., 2012. Improving NIRS predictions of ingredient composition in compound feeding stuffs using Bayesian nonparametric calibrations. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 110 (1), 108–112.
- [22] Roger, J. M., Chauchard, F., and Bellon-Maurel, V. (2003). EPO-PLS external parameter orthogonalisation of PLS application to temperature-independent measurement of sugar content of intact fruits. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* **66**, 191-204.
- [23] Roger, J. M., B. Palagos, et al. (2011). "CovSel: Variable selection for highly multivariate and multi-response calibration: Application to IR spectroscopy." *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 106(2): 216-223.
- [24] Shenk, J.S., Westerhaus, M.O., Berzaghi, P., 1997. Investigation of a LOCAL calibration procedure for near infrared instruments. *J. Near Infrared Spectrosc.* 5 (4), 223–232.
- [25] Wold, S., Sjöström, M., Eriksson, L., 2001. PLS-regression: a basic tool of chemometrics. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 58 (2), 109–130.
- [26] Zeaiter, M., Roger, J. M., and Bellon-Maurel, V. (2006). Dynamic orthogonal projection. A new method to maintain the on-line robustness of multivariate calibrations. Application to NIR-based monitoring of wine fermentations. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* **80**, 227-235.

Annexe 1: Liste des opérations de valorisation et de transfert issues du contrat

PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES

Publications scientifiques parues

Budiman Minasny, Alex B. McBratney, Veronique Bellon-Maurel, Jean-Michel Roger, Alexia Gobrecht, Laure Ferrand, Samuel Joalland, **Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra for the prediction of soil organic carbon**, Geoderma, Volumes 167–168, November 2011, Pages 118-124

Alexia Gobrecht, Jean-Michel Roger, Véronique Bellon-Maurel, **Chapter Four - Major Issues of Diffuse Reflectance NIR Spectroscopy in the Specific Context of Soil Carbon Content Estimation: A Review**, In: Donald L. Sparks, Editor(s), *Advances in Agronomy*, Academic Press, 2014, Volume 123, Pages 145-175,

Bendoula, R., Gobrecht, A., Moulin, B., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., **Improvement of the chemical content prediction of a model powder system by reducing multiple scattering using polarized light spectroscopy**- Applied Spectroscopy, 2014, in press.

Gobrecht, A., Bendoula, R., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., **Combining linear polarization spectroscopy and the Representative Layer Theory to measure the Beer-Lambert's Law Absorbance of highly turbid media**. *Analytica Chimica Acta*; 2014, in press.

Publications scientifiques à paraître

Alexia Gobrecht, Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger, Veronique Bellon-Maurel, **Improvement of soil carbon content prediction by reducing multiscattering using polarized light spectroscopy**. *Soil & Tillage Research*, (2014), soumis.

Publications scientifiques prévues

- Un article sur l'indicateur de qualité du signal spectrométrique (En cours de rédaction)
- Un article sur les résultats du challenge INCA

COLLOQUES

Participations passées à des colloques

McBratney, A. B., Minasny, B., Bellon-Maurel, V., Gobrecht, A., Roger, J. M., Ferrand, L., & Joalland, S. (2011, May). Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra for prediction of soil carbon. In ***The 2nd Global Workshop on Proximal Soil Sensing 2011, Montreal, Canada***.

Singh, K., Minasny, B., McBratney, A. B., Short, M. G., & Namazi, F. (2012, July). Sampling for field measurement of soil carbon using Vis-NIR spectroscopy. In ***Digital Soil Assessments and Beyond: Proceedings of the 5th Global Workshop on Digital Soil Mapping 2012, Sydney, Australia*** (p. 415). CRC Press.

Minasny, B., McBratney, A. B., Stockmann, U., Hong, S.Y., Cubist, a regression rule approach for use in calibration of NIR spectra. In ***Proceedings of the 16th International Conference on Near Infrared Spectroscopy***, 2 - 7 June 2013 - La Grande-Motte (France)

Minasny, B., McBratney, A. B., Singh, K., Stockmann, U., Field estimation of soil organic carbon content using NIR spectroscopy, In ***Proceedings of the 16th International Conference on Near Infrared Spectroscopy***, 2 - 7 June 2013 - La Grande-Motte (France)

Gobrecht, A., Bellon-Maurel, V., Near Infrared Spectroscopy, Application in Soil Science. ***Soil Spectral Inference Workshop***, April 2013, Sydney

Gobrecht, A., Bendoula, R., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., A new optical method coupling light polarization and Vis-NIR spectroscopy to improve the measured absorbance signal's quality of soil

samples. **EGU General Assembly 2014**, SSS5.6 : Reflectance and fluorescence spectroscopy in soil science – current and future research and developments, Vienna 01/05/2014

Participations futures à des colloques

- Une présentation de la méthode PoLiS à NIR 2015
- Une présentation à une conférence en optique

THESES

Thèses en cours (Soutenance 1/12/2014) Alexia Gobrecht, Irstea

Une nouvelle approche optique pour améliorer la caractérisation des sols par spectrométrie visible et proche infrarouge.

Résumé:

Avec l'objectif de réduire de la quantité de gaz à effets de serre dans l'atmosphère, les pouvoirs publics encouragent les pratiques ayant vocation à séquestrer le carbone dans les sols (reforestation, changement de pratiques agricoles). Pour en évaluer les réels bénéfices, des outils analytiques rapides, précis et peu coûteux sont nécessaires pour pouvoir comptabiliser précisément les stocks de carbone et leur évolution dans le temps. La Spectroscopie proche infrarouge est une technologie analytique adaptée à ce cahier des charges mais qui relève encore du domaine de la recherche en science du sol.

Cette thèse s'est focalisée sur la première étape de cette méthode analytique: la formation du signal. Les sols étant des milieux très complexes, en termes de composition chimique et de structure physique, le signal spectroscopique est négativement impacté par les phénomènes de diffusion. Les conditions de la loi de Beer-Lambert n'étant plus remplies, les modèles chimiométriques pour prédire la teneur en carbone des sols sont moins précis et robustes. Nous proposons un système optique de mesure spectrale original et adapté aux milieux très diffusants, qui se base sur le principe de polarisation de la lumière. Il permet de sélectionner les photons ayant été moins impactés par le phénomène de diffusion. Ce signal est utilisé pour calculer un signal d'absorbance étant une bonne approximation de l'absorbance de Beer-Lambert.

Ce dispositif, appelé PoLiS, a été validé expérimentalement sur des milieux modèles liquides et particuliers. La méthode PoLiS a été testée sur des échantillons de sols pour prédire leur teneur en carbone organique. En comparaison avec les méthodes classiques d'étalonnages, les modèles de prédiction présentent de meilleurs résultats avec la méthode développée dans cette thèse.

ARTICLES DE VALORISATION-VULGARISATION

Articles de valorisation parus
Articles de valorisation à paraître
Articles de valorisation prévus

AUTRES ACTIONS VERS LES MEDIAS

Actions vers les médias (interviews...)
effectuées
Actions vers les médias prévues

ENSEIGNEMENT – FORMATION

Enseignements/formations dispensés
Enseignements/formations prévus

EXPERTISES

Expertises menées
Expertises en cours
Expertises prévues

METHODOLOGIES (GUIDES...)

méthodologies produites
méthodologies en cours d'élaboration
méthodologies prévues

AUTRES

Annexe 2 Textes des publications parues

Annexe : Textes des publications

➤ Publications scientifiques parues

Budiman Minasny, Alex B. McBratney, Veronique Bellon-Maurel, Jean-Michel Roger, Alexia Gobrecht, Laure Ferrand, Samuel Joalland, **Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra for the prediction of soil organic carbon**, Geoderma, Vol. 167–168, November 2011, pp. 118-124

Alexia Gobrecht, Jean-Michel Roger, Véronique Bellon-Maurel, **Chapter Four - Major Issues of Diffuse Reflectance NIR Spectroscopy in the Specific Context of Soil Carbon Content Estimation: A Review**, In: Donald L. Sparks, Editor(s), Advances in Agronomy, Academic Press, 2014, Vol 123, pp. 145-175,

Bendoula, R., Gobrecht, A., Moulin, B., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., **Improvement of the chemical content prediction of a model powder system by reducing multiple scattering using polarized light spectroscopy**- Applied Spectroscopy, Vol. 69 Issue 1, pp.95-102 (2015)

Gobrecht, A., Bendoula, R., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V., **Combining linear polarization spectroscopy and the Representative Layer Theory to measure the Beer-Lambert's Law Absorbance of highly turbid media**. Analytica Chimica Acta, Vol. 853, pp. 486-494

Alexia Gobrecht, Ryad Bendoula, Jean-Michel Roger, Veronique Bellon-Maurel, **Improvement of soil carbon content prediction by reducing multiscattering using polarized light spectroscopy**. Soil & Tillage Research, (2015), Accepted.

➤ Publications scientifiques à paraître

Gobrecht, A., Bendoula, R., Roger, J.-M., Bellon-Maurel, V.,, **Improvement of soil carbon content prediction by reducing multiscattering using polarized light spectroscopy**. Soil & Tillage Research, (2014), soumis.

➤ Publications scientifiques prévues

- Un article sur l'indicateur de qualité du signal spectrométrique (En cours de rédaction prévu dans la thèse d'Alexia Gobrecht)
- Un article sur les résultats du challenge INCA