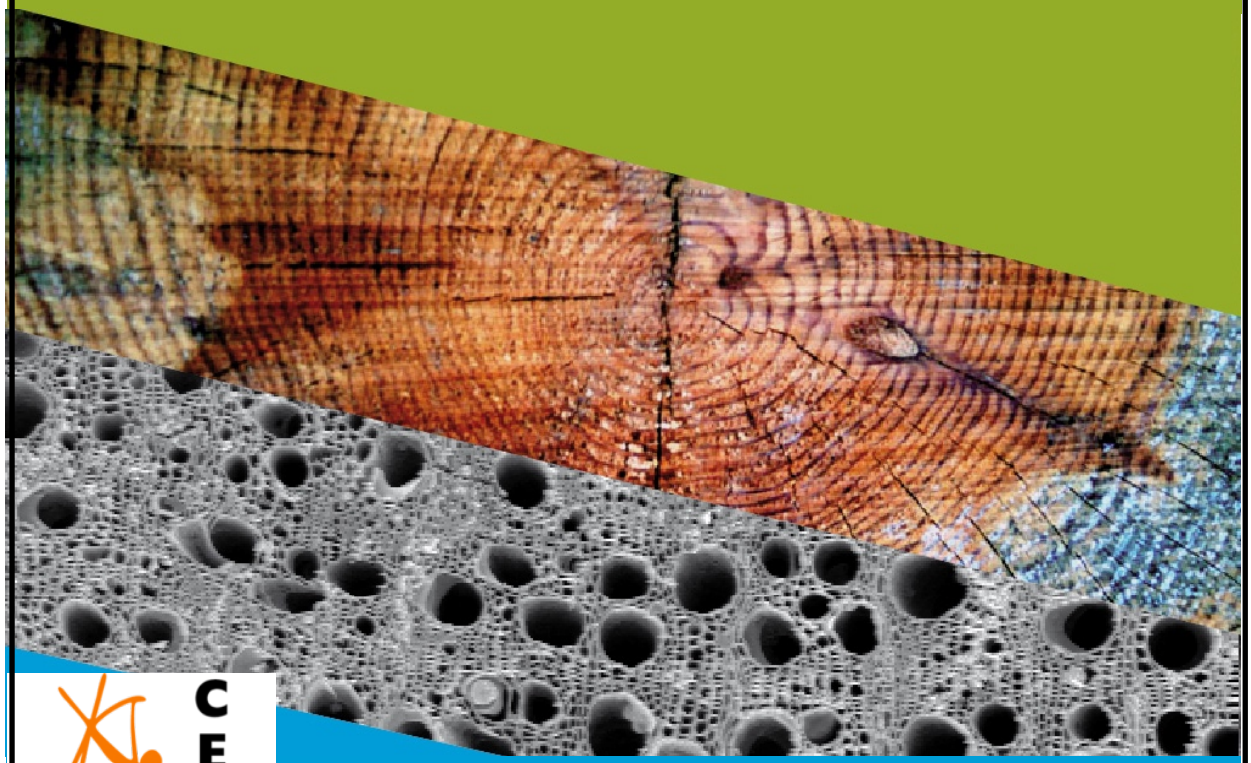
11èmes Journées Scientifiques du GDR3544 Sciences du bois

Nice 16-18 Novembre 2022



CEPAM
Cultures Environnements
Préhistoire•Antiquité•Moyen Âge

UNIVERSITÉ CÔTE D'AZUR

cnrs

GDR Groupement de recherche
Sciences du bois

Actes provisoires

version du 11 novembre 2022

Spectrométrie Proche Infrarouge : Effet de la grandeur externe « humidité du bois » sur la performance des modèles de discrimination des espèces de bois précieux (cas de 3 espèces de *Dalbergia* de Madagascar)

RASOAMANANA Lalaina Patricia[1,4,5], CHAIX Gilles[2,3,4,5], TOMAZELO Filho Mario[4], RAMANANANTOANDRO Tahiana[1]

[1] Université d'Antananarivo, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Département Eaux et Forêts, Antananarivo 101, Madagascar
[2] CIRAD - UMR AGAP Institut, Montpellier, France
[3] UMR AGAP Institut, Univ Montpellier, CIRAD, INRAE, Institut Agro, Montpellier, France
[4] ESALQ-USP, Wood Anatomy & Tree-Ring Lab, Piracicaba, Brazil
[5] ChemHouse Research Group, Montpellier, France
patriciarasoamanana@gmail.com

Mots clefs : spectrométrie proche infrarouge, humidité, discrimination, bois précieux, *Dalbergia*

Contexte et objectifs

Les bois précieux de Madagascar appartenant aux genres Dalbergia et Diospyros, constituent une catégorie de produits ligneux très appréciés et fortement demandés en raison de leurs qualités dont principalement la densité, la non-porosité, la durabilité et la couleur (Schuurman and Lowry 2009, Randriamalala et al. 2010 ; Barret et al. 2010, Ramananantoandro et al. 2013 ; Degen et al. 2013). Une recrudescence importante de leur exploitation illicite est observée ces dernières années malgré maintes balises réglementaires mises en place. En effet, le commerce illégal de ces bois se poursuit sans relâche, car les permis d'exploitation sont fréquemment falsifiés au niveau de l'origine ou l'identification afin de passer les points de contrôle dans les ports de transfert sans difficultés (Hassold et al. 2016). Les moyens de contrôle des agents se basent sur des connaissances très basiques sur les bois voire inexistantes. La fourniture d'outils d'identification fiables, rapides et surtout simples, ne nécessitant pas d'expertise particulière auprès de ces agents de contrôle pourrait pallier à ces problèmes.

La preuve de concept sur l'utilisation de la spectrométrie proche infrarouge (SPIR) a été démontrée depuis plusieurs années comme une méthode rapide et peu coûteuse pouvant répondre à ces attentes (Tsuchikawa and Schwanninger 2013). Elle rentre dans la catégorie de la spectroscopie vibrationnelle et elle est spécifique de la région du proche infrarouge. Néanmoins, la plupart des études effectuées sur la SPIR ont été effectuées dans des conditions parfaitement contrôlées en laboratoire. Cependant plusieurs facteurs peuvent altérer la qualité des modèles basés sur la SPIR limitant l'utilisation de cette méthode directement sur le terrain. Par exemple, dans le secteur agroalimentaire, certains auteurs ont mis en évidence que les variations de température dégradent la qualité du modèle d'évaluation (Hansen et al. 2000, Kawano et al. 1995). Büning-Pfaue (2003) a analysé les effets néfastes de l'humidité dans divers aliments sur les étalonnages utilisés dans l'industrie agroalimentaire. Pour le bois, Thygesen et Lundqvist (2000a, 2000b) ont rapporté leurs résultats sur l'impact de la température sur l'absorption du proche infrarouge dans le bois. Par ailleurs, selon encore Thygesen et Lundqvist (2000a) et Adedipe and Dawson-Andoh (2008), l'augmentation de la teneur en humidité entraîne une augmentation de l'absorbance SPIR. Les facteurs susceptibles de perturber l'étalonnage proche infrarouge dans le bois ne sont pas nécessairement les mêmes que celles affectant l'analyse SPIR dans l'industrie agroalimentaire. Le bois est un matériau

hygroscopique dont les propriétés peuvent varier en fonction de la teneur en humidité. Bien que les conditions d'analyse puissent être étroitement surveillées, la teneur en humidité du matériau utilisé peut varier considérablement, induisant ainsi des effets négatifs sur l'étalonnage proche infrarouge. L'humidité est un composant chimique du bois, mais elle peut aussi être considérée comme un paramètre physique puisqu'elle influence leurs caractéristiques (Giordanengo et al. 2008).

Cette étude tente ainsi de démontrer les effets de cette grandeur externe « humidité » sur la performance des modèles de discrimination réalisés sur des échantillons de bois dans l'optique de pouvoir utiliser cette méthode directement sur terrain. Trois espèces de Dalbergia de Madagascar ont été considérées pour la discrimination afin aussi de montrer la capacité de cette méthode à discriminer les espèces de bois précieux de Madagascar entre elles.

Matériels et méthodes

Appareil de mesure. Pour cette étude, et pour une future utilisation sur terrain, un appareil portatif a été utilisé : le DLP® NIRscan™ Nano (Texas instruments Inc.,Texas, USA). Sa gamme spectrale va de 900 à 1700 nm avec une résolution spectrale de 10nm.

Fig. 1 : DLP® NIRscan™ Nano(Texas instruments Inc.,Texas, USA)

Echantillons d'étude. L'étude s'est focalisée sur des micro-carottes de 3 espèces de *Dalbergia* de Madagascar : *Dalbergia chermezonii, Dalbergia greveana,* et *Dalbergia lemurica.* Le choix de ces espèces se justifie par leur appartenance aux deux zones d'intervention du projet FID2D (Identification sur terrain des *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar) qui est financé par le WRI (World Resources Institute) dans le cadre du projet USAID Hay Tao, et par la disponibilité des échantillons de bois au sein du laboratoire. La répartition des échantillons est présentée dans le Tab. 1.

Tab. 1 : Répartition des échantillons par espèces

ESPECES	**TOTAL ECHANTILLONS**
D. chermezonii	8
D. greveana	26
D. lemurica	14
TOTAL	48

Méthodologie. Afin de considérer et pouvoir traiter les facteurs de l'humidité du bois, les micro-carottes ont été conditionnées sous différents états d'humidité : d'abord à 12% puis à 20% dans une enceinte climatique (réglée avec les paramètres résumés dans le Tab. 2).

Tab. 2 : Conditionnement du taux d'humidité de micro-carottes de bois

Etat d'humidité théorique des échantillons	**Humidité relative de l'air**	**Température**
12%	65%	20°C
20%	90%	30°C

Par la suite, comme l'enceinte climatique dont nous disposons au laboratoire ne permet pas d'amener l'humidité des échantillons de bois au-delà de 20% d'humidité, nous avons opté pour l'immersion des échantillons dans de l'eau distillée pendant un certain nombre de jours. Deux états d'humidité ont été considérés : un état directement après l'immersion donc le plus humide (HMJ1) et un autre 7 heures après séchage de l'échantillon à l'air libre (HMJ2).

Un modèle a d'abord été étalonné avec les échantillons à 12% d'humidité sur le logiciel RStudio en utilisant l'algorithme PLS-DA du package rchemo (Lesnoff 2021). Cette base d'étalonnage a été effectuée avec 75% des échantillons à stabilisés à 12% d'humidité et testée en validation indépendante avec les 25% d'échantillons restants. Différents prétraitements ont été effectués sur les spectres : Standard Normal Variate (SNV), Detrend et Dérivation de Savitsky-Golay de premier et de second ordre. Chaque prétraitement a été appliqué un par un, puis ces prétraitements ont été combinés entre eux. Le modèle issu du meilleur prétraitement, donnant l'erreur de prédiction la plus faible a été retenu. Le meilleur modèle à 12% donné par la validation indépendante a été ensuite utilisé pour prédire les échantillons à d'autres états d'humidité afin de voir les effets de ce paramètre sur la prédiction des échantillons.

Résultats et discussion

Exploration des données. Les spectres mesurés sur les mêmes échantillons de bois mais à différents états d'humidité montrent clairement qu'il y a une différence entre les spectres des mêmes échantillons à des humidités différentes (Fig. 2). Plus les échantillons contiennent d'eau, plus l'absorbance est élevée, notamment dans la région entre 1400 et 1500 nm. Les spectres correspondant à l'état HMJ1 ont les valeurs d'absorbance les plus élevées. Cette valeur de l'absorbance diminue au fur et à mesure que l'on sèche les échantillons : à l'état HMJ2, puis à 20% d'humidité et à 12% d'humidité. Cette différence des spectres mesurés à des états d'humidités différentes a été confirmée par l'analyse en composantes principales (Fig. 3). Les échantillons ayant la plus forte teneur en eau par rapport aux autres états des échantillons sont séparés par rapport aux autres états de spectres.

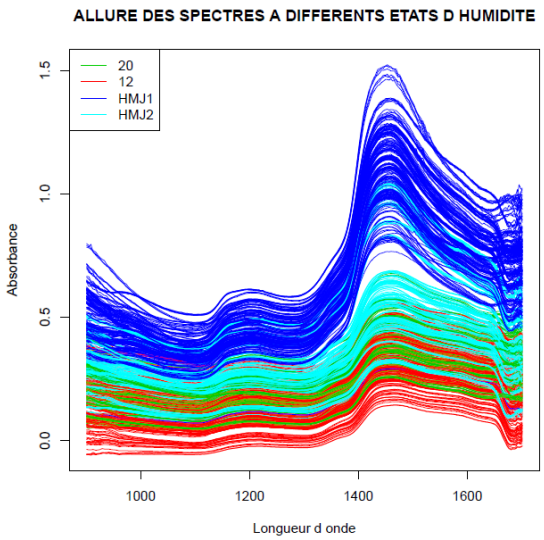


Fig. 2 : Allure des spectres des mêmes échantillons à différents états d'humidité

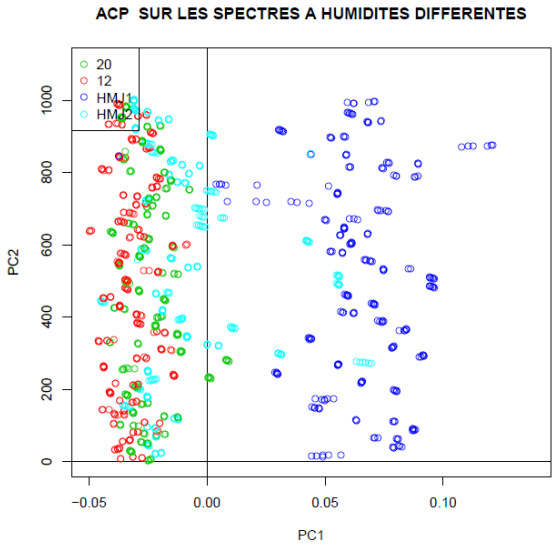


Fig. 3 : Analyse en composantes principales sur les spectres pris sous différentes conditions d'humidité avec prétraitement Savitzky-Golay de premier ordre 1 (SG1)

Performance du modèle de discrimination selon le niveau d'humidité des échantillons à prédire.

Le prétraitement des spectres donnant le meilleur modèle est la combinaison des **prétraitements SG1 (Savitsky-Golay d'ordre 1)** et **SNV (Standard Normal Variate)**. Ce modèle a donné un pourcentage de **75%** de spectres bien classés en validation indépendante sur des spectres stabilisés dans les mêmes conditions que la base d'étalonnage, c'est-à-dire à 12% d'humidité. La matrice de confusion présentant les spectres bien classés est présentée dans la Fig. 4.

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	7	0	1
D. greveana	1	33	9
D. lemurica	4	3	14

Pourcentage de spectres bien classés : 75%

Fig. 4 : Matrice de confusion des spectres prédits à 12% d'humidité

Par la suite, ce modèle a été appliqué sur les échantillons placés aux autres conditions d'humidité. Le pourcentage de spectres bien classés est passé de **69%** sur les échantillons stabilisés à 20% d'humidité, à **41%** pour les échantillons les plus humides HMJ1. Ce pourcentage atteint les **79%** pour les spectres des échantillons à l'état HJM2. Les matrices de confusion présentant les spectres bien classés par espèce pour les spectres aux différents états d'humidité sont présentées dans la Fig. 5.

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	1	0	0
D. greveana	12	72	10
D. lemurica	11	6	14

%bien classés : **69%**

A

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezonii	20	48	18
D. greveana	0	23	0
D. lemurica	4	1	6

%bien classés : **41%**

B

	D. chermezonii	D. greveana	D. lemurica
D. chermezor	10	3	1
D. greveana	0	72	6
D. lemurica	14	3	17

%bien classés : **79%**

C

Fig. 5 : Matrices de confusion de la prédiction des spectres à différents états d'humidité (A : 20% / B : après immersion dans de l'eau distillée (HMJ1) / C : après séchage à l'air libre des échantillons immergés (HMJ2))

D'après les matrices de confusion, plus on s'éloigne de la condition du laboratoire à 12%, avec laquelle on a constitué le modèle, plus l'erreur de prédiction augmente. A 20%, les spectres bien classés diminuent à 69% (Fig. 5A), après immersion, l'erreur augmente de plus en plus et on a ainsi 40% de spectres bien classés (Fig. 5B). Etant donné, que ce pourcentage atteint 79% pour les échantillons placés dans les conditions HJM2, la teneur en eau, au moins en surface, est probablement proche des 12% d'humidité de la base d'étalonnage après séchage à l'air libre (Fig. 5C).

Cet effet de la teneur en humidité sur les caractéristiques du bois est confirmé par plusieurs auteurs. A l'exemple de Thygesen et Lundqvist (2000a)et Adedipe et Dawson-Andoh (2008), qui ont démontré que l'augmentation de la teneur en humidité entraîne une augmentation de l'absorbance en proche infrarouge et donc une altération sur les prédictions obtenues. Une revue

de Brigitte Leblon et al. (2013) présente les facteurs environnementaux (température) et ceux liés au bois comme la teneur en humidité influençant généralement les performances du modèle d'étalonnage et d'estimation par la spectrométrie proche infrarouge.

Ce paramètre est ainsi toujours à prendre en compte pour l'utilisation du modèle quand on s'éloigne des conditions de laboratoire.

Conclusion et perspectives

Il a donc été démontré que plus on s'éloigne des conditions idéales de laboratoire, plus il est difficile de faire la discrimination des espèces de bois car plusieurs paramètres y interfèrent, notamment l'humidité des échantillons de bois. Comme le but principal de l'étude est de pouvoir directement utiliser la méthode de discrimination des espèces sur terrain, l'influence de la grandeur externe telle que l'humidité sur le modèle de discrimination sera considérée et les méthodes de correction seront appliquées sur les bases de données.

Remerciements

Vifs remerciements aux 3 équipes de recherche au sein desquelles se déroulent cette étude : Laboratoire des Sciences du bois (Département des Eaux et Forêts, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Université d'Antananarivo-Madagascar) ; Plateforme d'histocytologie et d'imagerie cellulaire végétale PHIV (UMR Agap et BPMP), Plateau de phénotypage biochimique PPB (UMR Agap), Montpellier, France. La thèse de doctorat de L.P. Rasoamanana est financée par le projet FID2D (Fied Identification of *Diospyros* and *Dalbergia*) qui est financé l'USAID (United States Agency for International Development) à travers le WRI (World resources Institute) et le projet Hay Tao, et par l'OWSD (Organization for Women in Science for the Developing World). Cette étude est rendue possible grâce au soutien du peuple américain par l'intermédiaire de l'USAID et ne reflètent pas nécessairement les vues de l'USAID ou du gouvernement des États-Unis.

Références

Adedipe, E.O., Dawson-Andoh, B. (2008) Predicting moisture con-tent of yellow-poplar (Liriodendron tulipiferaL.) veneer usingnear infrared spectroscopy. Forest Prod. J. 56:28–33.

Barrett M.A., Brown J.L., Morikawa M.K., Labat J.-N., Yoder A.D. (2010) CITES designation for endangered rosewood in Madagascar. Science, 28: 1109–1110. pmid:20508116

Büning-Pfaue H. (2003). Analysis of water in food by near infrared spectroscopy. Food chemistry. Volume 82, Issue 1, July 2003, Pages 107-115.

Degen B., Ward S.E., Lemes M.R., Navarro C., Cavers S., Sebbenn A.M. (2013) Verifying the geographic origin of mahogany (*Swietenia macrophylla* King) with DNA-fingerprints. Forensic Sci Int Genet, 7: 55–62. pmid:22770645

Giordanengo T., Charpentier J.P., Roger J.M., Roussel S., Brancheriau L., Chaix G., Baillères H. (2008) Correction of moisture effects on near infrared calibration of the analysis of phenol content in eucalyptus wood extracts. Annals of forest science, 65 (8): 803-807.

Hassold S, Lowry PP II, Bauert MR, Razafintsalama A, Ramamonjisoa L, Widmer A (2016) DNA Barcoding of Malagasy Rosewoods: Towards a Molecular Identification of CITES-Listed Dalbergia Species. PLoS ONE 11(6): e0157881. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0157881

Kawano S., Hideyuiki A., Mutsuo I. (1995) Development of a Calibration Equation with Temperature Compensation for Determining the Brix Value in Intact Peaches. Journal of Near Infrared Spectroscopy. Vol. 3,Issue 4, pp. 211-218

Leblon B., Adedipe O., Hans G., Haddadi A., Tsuchikawa S., Burger J., Stirling R., Pirouz Z., Groves K., Nader J., LaRocque A., (2013). "A review of near-infrared spectroscopy for monitoring moisture content and density of solid wood". The Forestry Chronicle, vol. 89, nº 5, 12p

Lesnoff M. (2021) R package rchemo: Dimension reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. https://github.com/mlesnoff/rchemo. CIRAD, UMR SELMET, Montpellier, France.

Lesnoff M.R Package Rchemo: Dimension Reduction, Regression and Discrimination for Chemometrics. Montpellier, France: CIRAD,UMR SELMET; 2021. https://github.com/mlesnoff/rchem

Ramananantoandro T., Ramanakoto M.F., Rajemison A.H., Eyma F. (2013) Relationship between density and aesthetic attributes of wood and preference of Malagasy consumers. Annals of Forest Science 70:649–658.

Randriamalala HF, Liu Z (2010) Rosewood of Madagascar: Between democracy and conservation. Madag Conserv Dev., 5: 11–22.

Schuurman D, Lowry PP (2009) The Madagascar rosewood massacre. Madag Conserv Dev 4:98–102.

Thygesen L.G. and Lundqvist S.O. 2000*a*. NIR measurement of moisture content in wood under unstable temperature conditions. Part 1. Thermal effects in near infrared spectra of wood. J. Near Infrared Spectrosc. **8**(1): 183–189.

Thygesen L.G., Lundqvist S.O. (2000b) NIR measurement of moisture content in wood under unstable temperature conditions (Part 2). Handling temperature change. Journal of Near Infrared Spectroscopy 8: 183–189.

Tsuchikawa, Schwanninger M. (2013). A Review of Recent Near-Infrared Research for Wood and Paper. Applied Spectroscopy reviews. Volume 48, 2013 - Issue 7