

L'intérêt de la spectroscopie proche infrarouge en analyse de terre (synthèse bibliographique)

Valérie Genot ⁽¹⁾, Laurent Bock ⁽²⁾, Pierre Dardenne ⁽³⁾, Gilles Colinet ⁽²⁾

⁽¹⁾ SPAA. Route de Dinant, 110. B-4557 Tinlot (Belgique). E-mail : Valerie.Genot@provincedeliege.be

⁽²⁾ Université de Liège - Gembloux Agro-Bio Tech. Unité Systèmes Sol-Eau. Passage des Déportés, 2. B-5030 Gembloux (Belgique).

⁽³⁾ Centre wallon de Recherches agronomiques (CRA-W). Département Valorisation des Productions agricoles. Chaussée de Namur, 24. B-5030 Gembloux (Belgique).

Reçu le 19 février 2013, accepté le 10 décembre 2013.

Cet article présente une revue bibliographique relative au développement de la spectroscopie proche infrarouge appliquée à l'analyse de terre en vue de contribuer à l'évaluation de la fertilité chimique des sols. Cette technique permet d'estimer la composition chimique des échantillons de terre grâce à leurs propriétés d'absorption de la lumière. Il s'agit donc d'une méthode de mesure indirecte nécessitant une phase d'étalonnage préalable à la prédiction des propriétés étudiées. Elle présente de nombreux atouts en comparaison aux analyses réalisées selon les méthodes de référence : rapidité, facilité de mise en œuvre sans consommation d'extractifs, etc. Très courante dans certains domaines, comme l'agro-alimentaire, elle a cependant tardé à être utilisée en analyse de terre en raison de la complexité de la matrice sol. Depuis une dizaine d'années, grâce notamment au développement des techniques chimiométriques, de très nombreuses recherches ont été effectuées pour évaluer son potentiel. La majorité d'entre elles ont conclu à la faisabilité de la prédiction pour un certain nombre de propriétés de sol, mais cette technique reste toutefois peu utilisée en routine à l'heure actuelle. Après une présentation de la technique et des méthodes d'analyses statistiques s'y rapportant, les caractéristiques du sol qui peuvent être prédites par cette technique sont présentées. Enfin, quelques exemples de résultats obtenus en analyse de terre sont détaillés, principalement pour la détermination du taux d'argile, du taux de carbone organique et de la capacité d'échange cationique.

Mots-clés. Spectroscopie infrarouge, analyse de sol, fertilité du sol.

Use of near-infrared reflectance spectroscopy in soil analysis. A review. This paper presents a literature review on the development of near infrared reflectance spectroscopy for soil analysis and the contribution of this technique to the evaluation of soil fertility analysis. This technique is used to estimate the chemical composition of soil samples on the basis of their absorption properties. It is therefore an indirect method of measurement, which requires a calibration phase for the prediction of these properties. NIR spectroscopy offers many advantages compared to reference analysis: it is known to be a physical, non-destructive, rapid, reproducible and low cost method. Often employed in other analytical domains, such as agro-food, NIR spectroscopy has, however, seldom been used in soil characterization, due to the complexity of the soil matrix. Thanks to the development of chemometric methods, numerous studies have recently been conducted to evaluate the feasibility of the application of the technique in soil analysis. Most authors conclude that NIR spectroscopy is promising; however, to date, use of the technique has not spread to routine laboratories. The paper is organized as follows. Firstly, we provide an overview of the NIR spectroscopy technique and related chemometric methods. Secondly, we describe the soil characteristics that can be predicted using this technique. Finally, we detail examples of results that have been obtained through the use of the technique, mainly in the determination of clay and organic carbon content, and of cation exchange capacity.

Keywords. Infrared spectrophotometry, soil analysis, soil fertility.

1. INTRODUCTION

La fertilité d'un sol peut être définie comme son aptitude à produire de la biomasse végétale, le sol étant alors le support de la production. Il est fréquemment visualisé comme une boîte noire dans laquelle on introduit des éléments fertilisants et dont on extrait des produits. Mais le sol est le siège d'une série de processus intervenant au sein de systèmes (sol – eau – plante – atmosphère) dynamiques et dont la compréhension est indispensable pour contribuer à une gestion qui concilie objectifs de production et durabilité environnementale (Genot et al., 2009). L'évaluation de la fertilité chimique passe par la réalisation d'une analyse en laboratoire, domaine dans lequel la spectroscopie proche infrarouge (SPIR ou *NIRS* pour *Near InfraRed Spectroscopy*) offre des perspectives intéressantes d'autant que, vu sa large utilisation dans le domaine agro-alimentaire, les laboratoires d'analyse de terre disposent très souvent d'un spectromètre. En effet, cette technique ne nécessite qu'une préparation minimale de l'échantillon, un faible besoin en matériel, une formation réduite des manipulateurs et offre une grande rapidité de mesure ainsi que la détermination simultanée de plusieurs composants (Russel et al., 2002). De plus, aucun extractif chimique n'est utilisé et des mesures *in situ* de propriétés physico-chimiques des sols sont également envisageables par cette technique (Viscarra Rossel et al., 2006), ce qui ouvre des perspectives en matière d'agriculture de précision. Enfin, la mesure de certaines propriétés chimiques ou biologiques des sols qui ne se réalise pas en routine actuellement, car les méthodes sont trop coûteuses malgré leur intérêt dans l'évaluation de la fertilité du sol, pourrait être remplacée par une prédiction sur base de la spectroscopie proche infrarouge (Stenberg et al., 2010).

La SPIR s'est tout d'abord très largement diffusée dans le monde de l'agro-alimentaire. Hart et al. (1962) et Massie et al. (1965) ont été parmi les pionniers, en utilisant la technique pour des analyses sur les céréales et les fruits. En parallèle, le développement de méthodes chimiométriques et de processeurs de plus en plus performants ont également grandement contribué à son succès. Elle a cependant tardé à être utilisée en analyse de terre compte tenu du caractère complexe du sol. Islam et al. (2003) décrivent le sol comme un système non idéal chimiquement et minéralogiquement, qui est plus complexe que les systèmes purs fréquemment étudiés dans les laboratoires. Bellon Maurel et al. (2010) justifient cette complexité par le fait que les échantillons de terre, contrairement aux produits issus du domaine agro-alimentaire, n'ont pas de code génétique avec, pour conséquence, un comportement beaucoup plus variable, des distributions asymétriques, etc. Les mécanismes du sol sont ainsi malaisés à comprendre complètement et les liens fondamentaux

entre les mesures chimiques et les propriétés du sol sont complexes. Par conséquent, il est difficile de mettre directement en relation une caractéristique physique, chimique ou physico-chimique du sol avec une longueur d'onde particulière. Shepherd et al. (2002) indiquent ainsi que, dans l'objectif de réaliser un étalonnage des propriétés des sols, il est préférable d'utiliser l'information du spectre en entier, plutôt que de tenter d'interpréter les bandes d'absorption individuellement.

Les premières publications sur les potentialités de la SPIR en analyse de terre apparaissent au début des années 1990 avec les travaux de Sudduth et al. (1991) et de Ben-Dor et al. (1995). Elles ont ensuite connu une croissance exponentielle au cours des années 2000. Comme l'ont montré de nombreux auteurs (Dalal et al., 1986 ; Morra et al., 1991 ; Ben-Dor et al., 1995 ; Chang et al., 2001 ; Hummel et al., 2001 ; Chang et al., 2002 ; Fystro, 2002 ; Ludwig et al., 2002 ; Malley et al., 2002 ; Mc Carty et al., 2002 ; Reeves et al., 2002 ; Shepherd et al., 2002 ; Islam et al., 2003 ; Udelhoven et al., 2003 ; Van Groeningen et al., 2003 ; He et al., 2005 ; Brown et al., 2006 ; Nanni et al., 2006 ; Viscarra Rossel et al., 2006 ; Brunet et al., 2007 ; Terhoeven-Urselmans et al., 2008 ; Genot et al., 2011a ; etc.), la technique SPIR appliquée à l'analyse de terre présente ainsi de sérieux atouts en vue d'une utilisation en routine, en remplacement ou en parallèle aux protocoles classiques. Très présente dans le monde de la recherche, elle a cependant encore très peu émergé en routine dans les laboratoires d'analyse de terre ou en technique embarquée pour des mesures *in situ*. Actuellement, les laboratoires d'analyse de terre membres du réseau REQUASUD en Belgique (Genot et al., 2011b) utilisent cette technique pour prédire certaines propriétés de sol comme le carbone organique, la CEC, l'azote total, le taux d'humidité et le taux d'argile d'échantillons de terre en remplacement ou en complément des méthodes analytiques de référence.

L'objectif de cette revue bibliographique est de présenter un état des recherches menées sur l'application de la SPIR pour la prédiction de propriétés des sols indicatrices de leur fertilité et répondre ainsi aux exigences d'une agriculture performante et respectueuse de l'environnement. Dans un premier temps, la technique SPIR et les méthodes chimiométriques associées seront brièvement présentées. Ensuite, nous présenterons les principales propriétés du sol qui influencent le spectre infrarouge. Nous présenterons également les principaux résultats obtenus pour la prédiction du taux de carbone organique et de la CEC. Enfin, nous discuterons des paramètres importants à considérer pour évaluer les potentialités de la technique en analyses de terre et envisager une utilisation en routine.

2. FONDEMENTS DE LA SPIR ET ANALYSE STATISTIQUE MULTI-VARIÉE

2.1. SPIR et analyse spectrale

L'analyse par spectroscopie dans le proche infrarouge utilise les propriétés du rayonnement proche infrarouge et permet d'établir une relation entre la réponse de l'échantillon à ce rayonnement et les caractéristiques de l'échantillon qu'on souhaite étudier.

Le rayonnement infrarouge est une radiation de nature électromagnétique de longueur d'onde supérieure à celle de la lumière visible et plus courte que celle des micro-ondes (**Figure 1**). Ce rayonnement est un type d'énergie qui se propage à travers l'espace et la matière et dont la plupart des propriétés peuvent être décrites à l'aide d'un modèle dans lequel il est assimilé à une onde sinusoïdale. Le rayonnement infrarouge est traditionnellement subdivisé en trois régions : les domaines du proche, du moyen et du lointain infrarouge. En proche infrarouge, la gamme de longueurs d'onde retenue varie généralement entre 700 à 780 et 2500 nm, une distinction entre le très proche infrarouge et le proche infrarouge est parfois faite, la limite entre ces deux domaines se situant entre 900 et 1000 nm.

La technique consiste à soumettre un échantillon à un rayonnement situé dans le domaine du proche infrarouge, l'échantillon est ainsi scanné. Pour chaque longueur d'onde, la part du rayonnement réfléchi (réflectance, R) par l'échantillon est mesurée à l'aide de détecteurs et convertie en absorbance ($\text{Log}1/R$). L'ensemble de ces absorbances constituent le spectre qui peut être considéré comme une empreinte globale, reflétant la composition chimique de l'objet analysé.

Lorsqu'un rayonnement atteint une couche de matière, certaines de ses fréquences peuvent être sélectivement absorbées, l'énergie électromagnétique correspondante est transférée aux atomes, ions ou molécules constituant la matière. Ce transfert d'énergie s'accomplit par absorption de photons et les atomes ou molécules passent d'un état fondamental à un état énergétique supérieur qualifié d'état excité (Lachenal, 2006). Quelle que soit sa fréquence, un rayonnement proche infrarouge n'est pas suffisamment énergétique pour provoquer des modifications des états d'énergie

des électrons et des particules. Il induit uniquement des changements d'état d'énergie vibratoire ou rotatoire. Les bandes d'absorption observées dans le proche infrarouge sont ainsi des harmoniques ou des combinaisons de bandes fondamentales observées dans l'infrarouge moyen (Prévot, 2004). Elles sont plus larges et contiennent moins d'informations que les spectres obtenus dans le moyen infrarouge et peuvent donc être plus difficiles à interpréter. Néanmoins, elles contiennent des informations utiles sur les constituants organiques et inorganiques caractéristiques du sol. Comme illustré par la **figure 2**, les bandes d'absorption observées dans la région du proche infrarouge résultent des harmoniques des groupements OH, SO₄ et CO₃, ainsi que des combinaisons des bandes fondamentales de H₂O et CO₂ (Clark, 1999). Cette figure (©ASD Inc.) se base sur les recherches menées par Ellis (1928), Kaye (1954), Goddu (1960), Goddu et al. (1960), Weyer et al. (2002) et Workman (2000). Les minéraux argileux présentent également des bandes d'absorption dans la région du proche infrarouge en relation avec des liaisons OH-métal et des harmoniques des liaisons O-H (Viscarra Rossel et al., 2006). Les carbonates ont également des pics d'absorption faible dans le domaine du proche infrarouge (Hunt et al., 1970). Enfin, l'eau influence fortement le spectre avec des bandes d'absorption dominantes autour de 1450 et 1940 nm et des bandes plus faibles dans d'autres parties du domaine proche infrarouge (Liu et al., 2002).

2.2. Traitement du spectre

Compte tenu de la complexité du spectre, il est toutefois difficile de tenter d'interpréter les bandes une à une pour prédire un paramètre quantitatif. Des approches statistiques d'analyses multi-variées ou chimiométriques sont développées pour progresser dans l'exploitation des spectres SPIR. La chimiométrie peut être définie comme l'ensemble des méthodes statistiques, graphiques ou symboliques permettant de mieux comprendre les informations obtenues dans le domaine de la chimie (Bertrand et al., 2006). Les spectres sont le résultat d'une interaction de la lumière avec la matière qui ne peut être complètement décrite sur le plan théorique. Les lacunes de la connaissance théorique rendent indispensable l'approche expé-

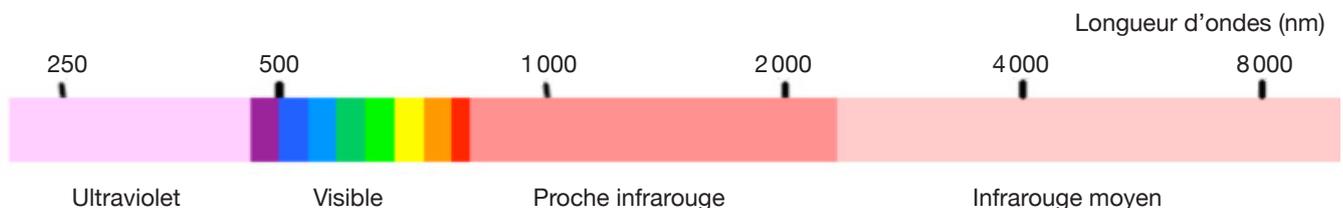


Figure 1. Les différentes zones du spectre lumineux — *Areas of light spectra* (CIRAD, 2013).

Near-IR Absorption Bands

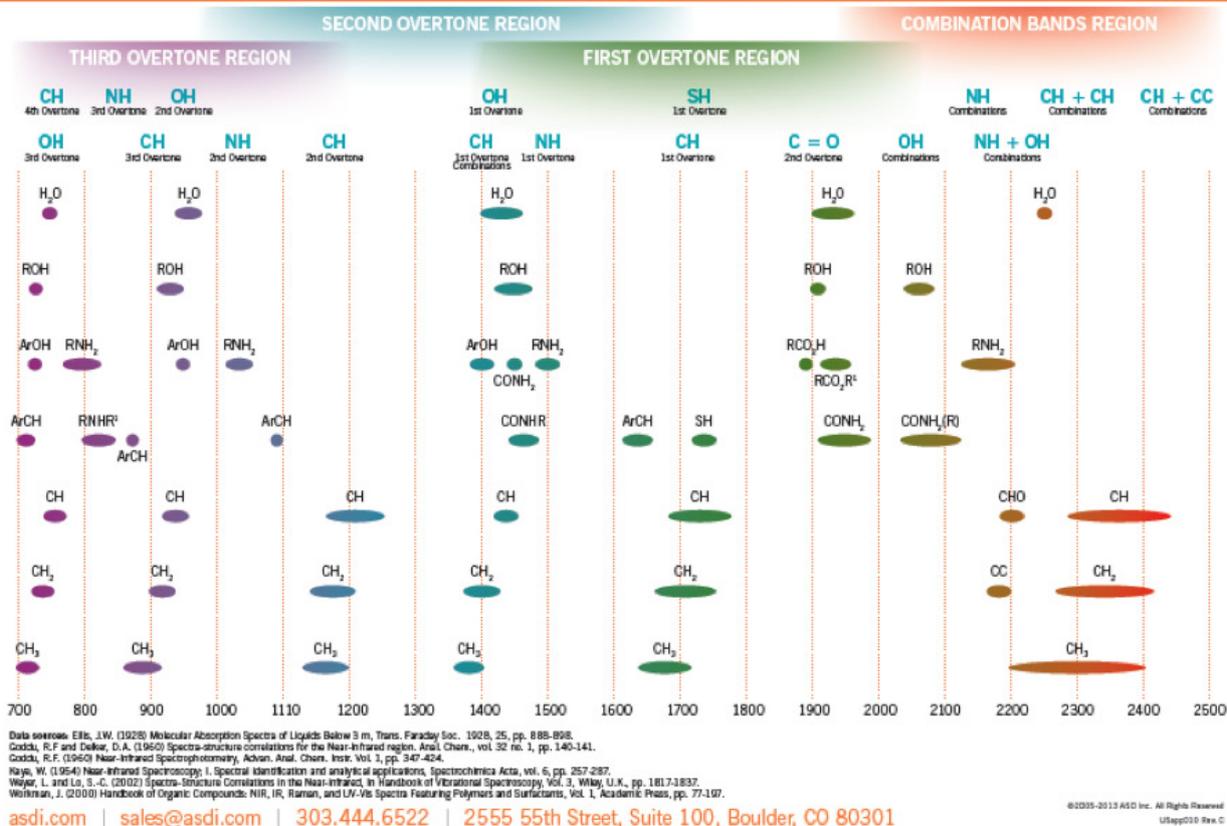


Figure 2. Bandes d'analyse majeure et positions relatives des pics pour les absorptions proche infrarouge importantes — *Graph of near-infrared overtone absorptions peaks and positions* (ASD Inc. 2005-2013).

mentale. Pour tenir compte des variations incontrôlées inhérentes à l'expérimentation, il est nécessaire d'accumuler les spectres de nombreux échantillons et de traiter la collection spectrale ainsi obtenue par des méthodes chimiométriques (Bertrand et al., 2006). C'est l'étape d'étalonnage des données qui est indispensable avant une utilisation en routine de la SPIR. Les analyses multi-variées s'appliquent à une collection homogène de spectres qui sert à l'établissement d'un modèle. La constitution, au sein de la population ou du territoire étudié, d'une collection d'échantillons représentative de la diversité de cette population ou de ce territoire est une étape clé de la réussite de la phase d'étalonnage des données. Un modèle prédictif basé sur un lot d'échantillons non représentatifs ne permettra pas de prédire de nouveaux échantillons parce qu'ils seront trop éloignés de la collection ayant servi à l'étalonnage. Au contraire, des modèles élaborés sur base d'une collection représentative de la diversité rencontrée permettront de

prédire correctement des échantillons faisant partie de la même population ou du même territoire. Un spectre est, par nature, un signal continu, mais il est transformé en une suite de nombres traitables mathématiquement et statistiquement. Cette transformation, appelée la numérisation du spectre, aboutit à la constitution d'une séquence de nombres présentée sous forme d'un vecteur. Par exemple, le spectromètre FOSS NIR-Systems 5000 peut enregistrer les absorbances d'un échantillon entre 1100 et 2498 nm avec un intervalle de mesure constant de 2 nm, le vecteur du spectre numérisé comprendra alors 700 valeurs d'absorbance (adapté de Bertrand et al., 2006). L'ensemble de ces vecteurs ou échantillons forme une matrice sur laquelle seront appliqués les traitements de statistiques multi-variées, dont les techniques de régression multiple.

Prétraitements de l'information spectrale. Avant d'être exploitées, les données spectrales brutes font l'objet de divers prétraitements dont les objectifs sont :

- une atténuation ou une élimination de la non linéarité présente entre les variables dépendantes et explicatives,
- une élimination des interférences,
- une élimination ou une atténuation du bruit aléatoire lié aux conditions expérimentales et au bruit électronique de l'appareil de mesure,
- une réduction des corrélations entre les variables explicatives pour permettre l'application des techniques de régression linéaire multiple.

La stratégie la plus courante a pour principe de soumettre les données brutes à une ou plusieurs transformation(s) mathématique(s) destinée(s) à les rendre aptes à une modélisation linéaire (Prévoit, 2004). Le choix de la transformation est fonction du type de non-linéarité affectant les données et donc de la qualité des modèles prédictifs élaborés pour chaque prétraitement.

Développement des modèles d'étalonnage. La méthode d'étalonnage la plus classique consiste à établir une relation entre la variable à prédire (y) et les variables explicatives (x_1 à x_p correspondant aux différentes longueurs d'onde) en faisant appel aux méthodes de régression linéaire multiple. La régression selon les moindres carrés partiels (PLS¹) est actuellement une méthode parmi les plus employées dans le domaine de la spectroscopie infrarouge. Cette méthode sur la régression de la variable à prédire à partir de variables t_1 à t_p qui sont des variables latentes ou des combinaisons linéaires de x_1 à x_p . À la différence de la régression par composantes principales (PCA), autre méthode utilisée, les variables latentes tiennent compte à la fois des x et de y , le vecteur des facteurs est ainsi calculé de manière à maximiser le carré de la covariance entre x , le vecteur et y (Palm et al., 1995).

Une méthode dérivée consiste à prédire les échantillons en local et en direct (Genot et al., 2011a). Dans ce cas, il n'y a pas d'équation ou de modèle à la fin de l'étape d'étalonnage, seule une base de données spectrales et les paramètres utiles à la régression PLS sont nécessaires pour prédire de nouveaux échantillons en routine, chaque spectre étant associé à une valeur du paramètre y . En prédiction, lorsqu'un nouveau spectre est saisi, il est comparé à la base spectrale et les spectres dont il est le plus proche servent à la réalisation d'une régression PLS. Cette méthode permet de prendre en compte la non-linéarité de la relation entre le paramètre étudié et la réponse spectrale. Lorsque la matrice est très hétérogène, comme c'est le cas pour les échantillons de terre, son principal inconvénient réside alors dans le nombre important de spectres et de valeurs de référence

que doit contenir la base de données pour que chaque nouvel individu soit associé à un nombre suffisant de spectres proches.

D'autres méthodes non linéaires existent également et sont de plus en plus utilisées, comme la régression localement pondérée (*LWR*, *locally weighted regression*), la régression multivariée par fonction *spline* adaptative (*MARS*, *Multivariate Adaptive Regression Splines*; Shepherd et al., 2002), les arbres de régression stimulés (*BRT*, *Boosted Regression Trees*; Brown et al., 2006) et les réseaux neuronaux (*artificial neural network*; Fidêncio et al., 2002). Viscarra Rossel et al. (2010) ont comparé plusieurs méthodes d'étalonnage pour prédire le carbone organique, le taux d'argile et le pH à l'eau : la régression selon les moindres carrés partiels, les techniques *MARS*, forêt d'arbre décisionnel (*RF*, *Random Forest*), *BRT*, machines à support de vecteurs (*SVM*, *Support Vector Machine*), la décomposition en ondelettes (*DWT*, *Discrete Wavelet Transform*) et les réseaux neuronaux. Dans leur cas, la technique combinée de *DWT* et réseaux neuronaux proposait les meilleurs résultats en termes de prédiction. Il n'y a cependant pas de méthode universelle et selon les conditions de l'expérience (population, échantillons, paramètre à prédire, etc.), des méthodes différentes peuvent s'avérer les meilleures.

Indicateurs de performance des modèles de prédiction. Il est indispensable de disposer de paramètres permettant de valider l'ajustement d'un modèle et/ou de comparer plusieurs modèles afin de choisir celui qui propose les meilleurs résultats en termes de prédiction. Chang et al. (2002) proposent ainsi trois groupes de paramètres permettant de tester l'ajustement du modèle pour le ou les paramètres étudiés. Il s'agit du r^2 , du RMSEP² ou du RMSECV³ et du RPD⁴.

Le r^2 correspond au coefficient de détermination entre la variable dépendante y et l'estimation de cette variable \hat{y} par le modèle et donc à la part de la variabilité de y expliquée par le modèle. En pratique, une valeur de r^2 supérieure à 0,9 indique une bonne réponse de la SPIR pour le paramètre. Entre 0,9 et 0,7, la réponse est moyenne et doit être améliorée par l'ajout d'échantillons ou par la modification de certains paramètres du modèle. En-dessous de 0,7, la réponse est considérée comme mauvaise. Si le nombre d'échantillons est faible, il faut être prudent

² RMSEP : *root mean square error of prediction* – racine carrée de l'erreur quadratique moyenne de prédiction.

³ RMSECV : *root mean square error of cross-validation* – racine carrée de l'erreur quadratique moyenne de validation croisée correspondant à l'écart-type de prédiction.

⁴ RPD : ratio entre la déviation standard du vecteur y et le RMSEP ou le RMSECV.

¹ PLS : *partial least square*.

quant à l'interprétation de ce coefficient qui peut être surévalué. Il est toujours préférable de considérer le r^2 et l'erreur (RMSEP ou RMSECV).

La MSE⁵ est un des paramètres de mesure de l'erreur de prédiction qui correspond à la moyenne de la différence entre la valeur mesurée et la valeur prédite élevée au carré. De manière à travailler dans les mêmes unités que la variable dépendante, on l'exprime plus souvent par sa racine carrée, la RMSE. Cette dernière n'est pas connue et doit donc être estimée par une validation externe ou une validation interne. Dans le premier cas, en plus du lot d'échantillons destiné à l'étalonnage, on dispose d'un lot pour la validation. On lui applique le modèle et on définit ainsi l'erreur quadratique de prédiction (MSEP) ou sa racine carrée, la RMSEP, qui correspond à l'erreur résiduelle de prédiction. Celle-ci permet d'estimer correctement la RMSE, mais elle est cependant rarement calculée en raison du coût élevé lié à l'obtention de ce nouveau lot de données destiné à la validation. C'est pourquoi la validation interne est plus fréquemment suivie. Elle consiste à utiliser le jeu de données d'étalonnage pour réaliser la validation. Il est possible d'estimer ainsi l'erreur quadratique moyenne d'étalonnage (MSEC⁶) qui correspond à l'erreur résiduelle de la régression linéaire multiple. Elle est un mauvais estimateur de la MSE qu'elle sous-évalue en ne prenant pas en compte les variances liées aux coefficients de régression. C'est pourquoi il est recommandé de travailler sur base de la validation croisée qui consiste à enlever successivement un échantillon ou un lot d'échantillons pour obtenir un nouveau lot de données indépendant auquel le modèle peut être appliqué. L'erreur quadratique moyenne de la validation croisée (MSECV) est alors obtenue. La racine carrée correspond au RMSECV qui est le paramètre le plus couramment utilisé pour valider un modèle. Il donne un résultat plus optimiste et donc inférieur à l'erreur résiduelle de prédiction mais comme il varie généralement dans le même sens que celle-ci, il est utile pour valider la méthode de modélisation choisie.

Le RPD est le rapport entre la déviation standard du lot de données d'étalonnage pour le paramètre (sur base de la mesure obtenue selon la méthode de référence) et le RMSEP ou le RMSECV. Un RPD élevé garantit une bonne qualité de prédiction. Chang et al. (2002) estiment qu'une valeur de RPD supérieure à 2 est synonyme d'une bonne qualité de prédiction. Entre 1,4 et 2, l'ajustement est moyen et il est considéré comme mauvais pour une valeur inférieure à 1,4. Ce paramètre complète utilement le RMSEP ou le RMSECV en intégrant la variabilité de la population pour le

paramètre prédit et en évitant ainsi une surestimation de la qualité de la prédiction pour des populations peu diversifiées ou représentant des territoires limités géographiquement (van Groenigen et al., 2003).

3. PRÉDICTION DES PROPRIÉTÉS DU SOL

3.1. Signatures spectrales

Comme explicité dans le paragraphe précédent, le sol est une matrice minérale et organique complexe et il est donc particulièrement délicat d'interpréter les bandes d'absorption qui y sont observées (Ben-Dor et al., 1995 ; Fidêncio et al., 2002). Outre cet aspect chimique, le spectre infrarouge est également influencé par les caractéristiques physiques du sol. La taille et la forme des particules, l'espace entre celles-ci et leur arrangement affectent la longueur de la transmission lumineuse atteignant l'échantillon et donc son absorbance. Il est donc délicat d'interpréter directement le spectre d'un échantillon de sol, d'autant plus que si les vibrations sont bien distinctes dans l'infrarouge moyen, ce n'est pas le cas dans le proche infrarouge où les harmoniques se superposent, rendant très délicate l'identification de pics et donc l'utilisation de bandes spécifiques, comme illustrées à la **figure 2**. Pour ces raisons, les équations d'étalonnage se basent prioritairement sur une approche multi-variée en considérant la totalité du spectre, plutôt que sur une recherche de longueurs d'onde caractéristiques pour l'élément considéré. Néanmoins, des recherches fondamentales ont été conduites en vue de définir les propriétés spectrales des sols. L'objectif sous-jacent est alors la possibilité d'éliminer l'effet de ces éléments sur le spectre de manière à augmenter la sensibilité à la détection d'autres paramètres. Bogrekcı et al. (2004) notent ainsi que la propriété photo-physique d'un échantillon de sol est très utile pour déterminer la distribution de la taille des particules et sa granulométrie, mais que ce même fait n'est pas désirable pour évaluer sa concentration en phosphore. Il est également avantageux de connaître les conditions environnementales affectant les propriétés d'absorbance du sol. Si les relations entre celle-ci et les propriétés physiques et chimiques peuvent être établies quantitativement pour des conditions environnementales données, alors ces spectres pourront être utilisés pour extraire des informations utiles sur les sols (Baumgardner et al., 1985).

3.2. Humidité

He et al. (2005), ainsi que d'autres auteurs dont Ben-Dor et al. (1995), Chang et al. (2002), Fidêncio et al. (2002), caractérisent le spectre par trois pics

⁵ MSE : *mean square error* – erreur quadratique moyenne.

⁶ MSEC : *mean square error of calibration* – erreur quadratique moyenne d'étalonnage.

d'absorption de forte intensité dans le domaine du proche infrarouge (1 400, 1 900 et 2 200 nm). Viscarra Rossel et al. (1998) placent ces mêmes pics à 1 450, 1 940 et 2 200 nm. Mouazen et al. (2007) se basent sur l'intensité du pic à 1 450 nm pour évaluer le degré d'humidité du sol. Bertrand al. (2006) identifient trois bandes à 1 190, 1 450 et 1 940 nm. Les propriétés générales d'absorbance sont également influencées par le degré d'humidité. Les sols apparaissent plus foncés lorsqu'ils sont plus frais, avec pour conséquence une augmentation de l'absorbance.

Cette propriété est un des principaux freins à l'utilisation de la SPIR pour prédire d'autres propriétés du sol par le biais de mesures *in situ*. Minasny et al. (2011) ont notamment étudié l'opportunité d'éliminer l'effet de l'humidité du sol pour améliorer la prédiction du carbone organique *in situ*.

3.3. Matières organiques

Principes. La réponse du spectre à la quantité et à la nature de la matière organique, dans le domaine du proche infrarouge, est un fait connu et une des premières et des plus courantes applications de la SPIR en analyse de terre. Néanmoins, la relation entre ce spectre et la matière organique est très complexe, en lien avec la superposition des harmoniques dans le proche infrarouge.

Il n'empêche que les perspectives liées à la SPIR sont très intéressantes :

- une quantification du taux de matière organique (par l'intermédiaire de la détermination du pourcentage de carbone organique),
- une prédiction du taux de minéralisation de l'azote et du carbone en vue d'évaluer la dynamique de la matière organique et la disponibilité des éléments pour les plantes (Fystro, 2002 ; Russel et al., 2002 ; Mutuo et al., 2006),
- une évaluation du niveau de décomposition de la matière organique dans les sols et dans diverses matières amendantes (Coûteaux et al., 2003 ; Cozzolino et al., 2006),
- une évaluation de la distribution du taux de matière organique au sein des différentes fractions du sol (Barthès et al., 2008),
- une quantification physique, chimique et biologique de la matière organique (Niemeyer et al., 1992 ; Ben Dor et al., 1995 ; Haberhauer et al., 1998 ; Hartmann et al., 2006). Certains auteurs (Ertlen et al., 2010) ont également étudié l'opportunité d'utiliser la SPIR pour identifier l'origine végétale de la matière organique.

Performances de prédiction. L'évaluation du taux de carbone organique (CO) par la SPIR a fait l'objet de nombreuses études comme détaillé dans le **tableau 1**

et dans la revue bibliographique effectuée par Stenberg et al. (2010). Lorsque le taux de CO varie dans la gamme des valeurs habituellement rencontrées pour la couche arable des sols cultivés, les modèles prédisent avec une précision de l'ordre de 0,2 à 0,5 g·100 g⁻¹, à l'exception de celui d'Udelhoven et al. (2003) qui prédit avec une erreur d'environ 1,5 g·100 g⁻¹. Les auteurs ayant travaillé sur un plus large éventail de taux de CO (entre 0 et plus de 20 g·100 g⁻¹ de CO) obtiennent de bons résultats en termes de RMSECV ou RMSEP, variant entre 0,6 et 0,8 g·100 g⁻¹ et des valeurs de RPD supérieures ou proches de 2. Ces résultats montrent l'acuité du dosage du taux de CO par SPIR. À l'exception de l'étude d'Udelhoven et al. (2003), le taux de CO peut être correctement prédit par la SPIR. Les méthodes classiques, détaillées dans le **tableau 1**, fournissent des résultats avec une variation de l'ordre de 0,2 g·100 g⁻¹ de CO. Pour le domaine des sols sous culture, avec un taux de CO variant entre 0,5 et 5 g·100 g⁻¹, les prédictions de la SPIR approchent les résultats obtenus par les méthodes de référence. Ces écarts de performances, malgré le nombre important de bandes liées à la matière organique, peuvent être dus au fait que le signal dans la région proche infrarouge est faible, particulièrement dans des sols contenant peu de matière organique et caractérisée par une matrice minérale variable (Viscarra Rossel et al., 1998). Même si nous n'avons comparé que des études portant sur un grand nombre d'échantillons, la diversité des dispositifs expérimentaux, la taille et l'homogénéité de la population d'échantillons peuvent également expliquer ces différences.

Certaines recherches, Morra et al. (1991) et Cozzolino et al. (2006), se basent sur une détermination du CO en séparant au préalable les différentes fractions granulométriques. Cozzolino et al. (2006) ont, de plus, réalisé pour chaque fraction un modèle sur base des spectres bruts et de leur dérivée seconde. Sur base de 180 échantillons, ils observent que les taux de CO varient en fonction de la fraction considérée : pour celle des sables, les taux s'échelonnent de 0,02 à 1,1 % et de 0,5 à 4,8 % pour les fractions limoneuses et argileuses. Les résultats du modèle obtenu en effectuant la dérivée seconde des spectres sont légèrement moins bons, en termes de prédiction. Les valeurs de r² sont de l'ordre de 0,90, celles du RMSECV varient aux alentours de 0,09 %, celles du RMSEP varient entre 0,09 % (fraction sableuse) et 0,25 % pour les fractions limoneuse et argileuse. En comparaison aux approches classiques menées sur l'échantillon de terre, les résultats s'ajustent mieux lorsqu'une séparation granulométrique est effectuée, chaque fraction étant irradiée par la lumière infrarouge. Il paraît néanmoins délicat de suivre cette procédure dans le cadre d'un travail de routine, le temps passé à séparer ces fractions étant trop important.

Tableau 1. Principaux résultats observés dans la littérature pour la prédiction du taux de carbone organique par SPIR — *Main results found in the literature for the prediction of organic carbon content by NIRS.*

Référence	Méthode d'analyse ⁽¹⁾	Set d'étalonnage	Set de validation	Gamme (%)	Modèle ⁽²⁾	r ²	SEC(V) ou SEP (%) ⁽³⁾
Dalal et al., 1986	WB	72	/ ⁽⁴⁾	0,3-2,5	MLR	0,93	0,22
Morra et al., 1991	CS	68	16	0,1-9,0	MLR	0,93	0,59
Ben-Dor et al., 1995	Perte feu	35	56	0,1-13,2	MLR	0,55	0,13
Chang et al., 2001	CS	743	/	0,1-28,6	PCR	0,87	0,79
Hummel et al., 2001	CS	? ⁽⁵⁾	?	0,3-9,2	MLR	0,79	0,78
Chang et al., 2002	CS	76	32	1,5-14,5	?	0,96	0,65
Fystro, 2002	CS	75	48	0,6-7,9	PLSR	0,95	0,67
Ludwig et al., 2002	CS	40	80	1,5-2,1	?	0,97	1,45
Mc Carty et al., 2002	CS	177	60	0,1-10,4	PLSR	0,86	0,54
Malley et al., 2002	WB	?	?	0,169,3	?	0,97	2,14
Reeves et al., 2002	CS	64	/	0,5-2,8	PLSR	0,93	0,12
Shepherd et al., 2002	SK	1011	/	0,2-5,6	MARS	0,91	0,22
Islam et al., 2003	WB	121	40	0,1-4,9	PCA + MLR	0,61	0,44
Udelhoven et al., 2003	?	114	/		?	0,60	0,14
van Groenigen et al., 2003	?	100	/	0,9-1,6	?	0,01	0,16
He et al., 2005	?	95	30	1,0 -1,7	PLSR	0,96	0,07
Brown et al., 2006	CS	4 184	/	0 – 53,7	BRT	0,87	0,79
Mc Carty et al., 2006	?	181	363	0,4-2,9	?	0,90	0,16
Nanni et al., 2006	?	184	/	?	MLR	0,28	1,05
Viscarra Rossel et al., 2006	SK	118	/	0,0 – 2,0	PLSR	0,60	0,18
Brunet et al., 2007	CS	87	186	0,2-4,2	PLSR	0,87	3,69
Terhoeven-Urselmans et al., 2008	CS	113	/	0,8-3,8	PLSR	0,94	0,15

⁽¹⁾ Méthodes d'analyse — *analysis methods* : WB = Walkley-Black, CS = Combustion sèche – Perte au feu — *Dry combustion – Ignition loss* ; SK = Springler-Klee ; ⁽²⁾ Modèles — *models* : BRT = arbres de régression stimulés — *boosted regression trees*, MARS = régression multivariée par fonction spline adaptative — *multivariate adaptive regression splines*, MLR = régression linéaire multiple — *multiple linear regression*, PCA = analyse par composantes principales — *principal components analysis*, PCR = régression par composantes principales — *principal components regression*, PLSR = régression selon les moindres carrés partiels — *partial least square regression* ;

⁽³⁾ SEC = erreur standard d'étalonnage — *standard error of calibration* ; SECV = erreur standard de la validation croisée — *standard error of cross validation* ; SEP = erreur standard de prédiction — *standard error of prediction* ; ⁽⁴⁾ les auteurs n'ont pas utilisé de set de validation — *authors did not use a validation set* ; ⁽⁵⁾ pas d'information disponible — *no available information*.

3.4. Taille des particules

Comme pour les matières organiques, la réponse du spectre à la taille des particules est en même temps très intéressante pour déterminer la granulométrie de l'échantillon et, au contraire, peut masquer l'effet de certains autres constituants du sol sur le spectre. Les études menées dans ce domaine ont permis d'identifier certains pics liés aux groupements OH et Al-OH en relation avec le taux et la minéralogie des argiles. Les bandes d'absorption relatives aux groupements OH sont également retenues, l'essentiel des autres pics identifiés s'observant au-delà de 2000 nm.

Selon Orlov⁷ (1966), Kojima⁸ (1958) et Zwerman⁹ (1940) cités par Baumgardner et al. (1985), l'effet de la taille des particules sur l'intensité du spectre est une fonction inverse du diamètre de la particule. Les terres les plus sableuses, présentant un diamètre plus

⁷ Orlov D.S., 1966. Quantitative patterns of light reflection by soils I. Influence of particle (aggregate) size. *Soviet Soil Sci.*, **13**, 1495-1498.

⁸ Kojima M., 1958. Relationship between size of soil particles and soil colors. (Abstr.) *Soil Plant Food*, **3**(4), 204.

⁹ Zwerman C.H. & Andrews A.I., 1940. Relation of particle size and characteristic of light reflected from porcelain enamel surfaces. *J. Am. Ceram. Soc.*, **23**, 93-102.

important, sont logiquement celles pour lesquelles les bandes d'absorption de l'eau sont les moins marquées.

Bogrekci et al. (2004) ont étudié l'effet de la taille des particules d'échantillons sableux sur la détermination spectrale de la concentration en phosphore disponible. Ils concluent :

- qu'il existe une différence spectrale significative entre les fractions sableuses fines, moyennes et larges, les particules les plus grandes absorbant davantage la lumière que les particules moyennes et fines,
- que de meilleurs résultats sont obtenus, en termes d'étalonnage, lorsque le phosphore est évalué pour chacune des fractions plutôt que sur l'échantillon complet duquel l'effet granulométrique a été ou non soustrait.

Dans le même sens, Brunet et al. (2007) ont également étudié l'importance de la préparation de l'échantillon pour prédire les taux de carbone et d'azote. Ils ont comparé la qualité de la prédiction d'échantillons émottés et tamisés à 2 mm ou broyés à 200 μm sur base d'un set d'échantillons représentatif de situations pédologiques variées. Ils ont souligné l'importance de travailler sur des échantillons broyés et de même nature.

3.5. Capacité d'échange cationique

Baumgardner et al. (1985) indiquent que la CEC présente fréquemment des corrélations plus élevées avec l'absorbance que la matière organique ou le pourcentage d'argile considéré individuellement. Ceci est à mettre en relation avec les constituants du sol en termes de quantité et de nature, ainsi qu'avec les phénomènes de complexations organo-minérales, non considérés lors des dosages individuels de l'argile et de la matière organique.

Comme le précisent Chang et al. (2001), la CEC est une propriété secondaire du spectre. La CEC est effectivement fonction des propriétés organiques, minérales et organo-minérales du sol. Ces propriétés étant des propriétés primaires du spectre, la CEC peut être prédite par la SPIR. Les résultats de cette prédiction sont plus précis que ceux obtenus *via* une équation liant les taux d'argile et de matière organique.

Chang et al. (2001), Shepherd et al. (2002), Islam et al. (2003) et van Groenigen et al. (2003) ont notamment testé l'opportunité d'appliquer la SPIR pour évaluer la CEC de l'échantillon de terre analysé (**Tableau 2**).

van Groenigen et al. (2003) obtiennent de très bonnes prédictions, avec une précision de l'ordre de

Tableau 2. Principaux résultats observés dans la littérature pour la prédiction de la capacité d'échange cationique par SPIR — *Main results found in the literature for the prediction of cation exchange capacity by NIRS.*

Référence	Méthode d'analyse ⁽¹⁾	Set d'étalonnage	Set de validation	Gamme (cmol ⁺ ·kg ⁻¹)	Modèle ⁽²⁾	r ² (cmol ⁺ ·kg ⁻¹)	SEC(V) ou SEP (cmol ⁺ ·kg ⁻¹) ⁽³⁾
Ben-Dor et al., 1995	effective	35	56	1,4-62,1	MLR	0,82	8,46
Chang et al., 2001	Metson	744	/ ⁽⁴⁾	1,9-92,2	PCR	0,81	3,82
Shepherd et al., 2002	effective	1 109	/	0,4-55,0	MARS	0,95	2,60
Islam et al., 2003	effective	121	40	2,5-31,2	PCA MLR	0,64	4,07
van Groenigen et al., 2003	effective	100	/	21,6-38,0	? ⁽⁵⁾	0,83	1,36
Islam et al., 2003	effective	291	286	41,1-92,4	?	0,76	4,88
Brown et al., 2006	Metson	4 184	/	0,2-165,5	BRT	0,83	5,50
Viscarra Rossel et al., 2006	?	49	/	24,0-72,0	PLSR	0,13	10,4

⁽¹⁾ Méthodes d'analyse — *analysis methods* : Effective = CEC effective sur base de la somme des bases — *effective – sum of bases*, Metson = méthode Metson — *Metson's method* ; ⁽²⁾ Modèles — *models* : BRT = arbres de régression stimulés — *boosted regression trees*, MARS = régression multivariée par fonction spline adaptative — *multivariate adaptive regression splines*, MLR = régression linéaire multiple — *multiple linear regression*, PCA = analyse par composantes principales — *principal components analysis*, PCR = régression par composantes principales — *principal components regression*, PLSR = régression selon les moindres carrés partiels — *partial least square regression* ; ⁽³⁾ SEC = erreur standard d'étalonnage — *standard error of calibration* ; SECV = erreur standard de la validation croisée — *standard error of cross validation* ; SEP = erreur standard de prédiction — *standard error of prediction* ; ⁽⁴⁾ les auteurs n'ont pas utilisé de set de validation — *authors did not use a validation set* ; ⁽⁵⁾ pas d'information disponible — *no available information*.

2 $\text{cmol}^+ \cdot \text{kg}^{-1}$ de TS et un RPD supérieur à 2, ceci pour une gamme de valeurs de CEC assez large, puisque variant environ entre 2 et 40 $\text{cmol}^+ \cdot \text{kg}^{-1}$ de TS. Ce fait peut être mis en relation avec la méthode utilisée qui fournit, ici, une estimation de la CEC effective du sol, obtenue après sommation des cations échangeables et de l'acidité d'échange. Il est possible que le spectre obtenu soit plus directement lié à une valeur effective de la CEC plutôt qu'à une valeur potentielle obtenue en tamponnant le sol à une valeur de pH donné (pH 7,0 ou 8,2 selon les méthodes). Les autres études montrent également une bonne réponse du sol pour l'évaluation de la CEC. La précision de la valeur prédite est d'environ 4 $\text{cmol}^+ \cdot \text{kg}^{-1}$ de TS.

3.6. Composition minéralogique

Le spectre du sol est influencé par sa composition minérale (Baumgardner et al., 1995). Ce fait rend plus difficile l'évaluation de la granulométrie du sol ou nécessite de travailler par grande famille minéralogique pour mieux évaluer la texture. Cette propriété présente, par contre, l'avantage de pouvoir envisager une première évaluation de la composition minéralogique du sol par l'étude de l'empreinte spectrale. La présence d'ions ferriques, en faible quantité dans les kaolinites par opposition aux montmorillonites, se marque également au niveau du spectre par un pic d'absorption d'intensité variable, aux alentours de 1100 nm. Les illites se distinguent également par une absorbance plus importante pour les longueurs d'onde inférieures à 1700 nm. De même, les bandes d'absorption caractéristiques de l'eau et des hydroxydes sont d'une intensité plus faible pour les illites, par comparaison aux kaolinites et aux montmorillonites (Baumgardner et al., 1995).

En ciblant les ions ferriques et les hydroxydes, il est également possible de distinguer des minéraux comme l'hématite, la limonite, la goéthite. La gibbsite, en relation avec les hydroxydes d'aluminium, est également reconnaissable sur le spectre infrarouge (Baumgardner et al., 1985).

Dematté et al. (2004) ont conclu que le quartz, la magnétite, la kaolinite et la smectite étaient les minéraux qui influençaient principalement le spectre et permettaient de discriminer les sols.

La couleur plus blanche des sols riches en carbonate de calcium influence les propriétés spectrales du sol. Chang et al. (2002) notent qu'un sol plus blanc entraîne une plus forte réflectance et donc une plus faible absorbance du sol. Ils indiquent, en outre, deux pics de forte intensité à 2340 et 2500 nm et trois plus petits respectivement à 1870, 2000 et 2160 nm, dont l'intensité permet de doser la teneur en carbonate de calcium du sol. Ils attribuent ces pics aux harmoniques et aux combinaisons des bandes fondamentales

observées dans l'infrarouge moyen en relation avec la vibration des liaisons de la molécule CO_3 . Gomez et al. (2012) ont également montré l'opportunité de prédire le taux de carbonate de calcium et le taux de fer par SPIR.

4. DISCUSSION RELATIVE AUX PRINCIPAUX RÉSULTATS EN ANALYSE DE TERRE

Les différentes études de faisabilité liées à l'application de la SPIR pour évaluer les paramètres physiques, chimiques et physico-chimiques s'inscrivent dans trois cadres principaux :

1. Des approches à l'échelle régionale. L'objectif est, alors, de tester les paramètres répondant positivement à l'analyse et de développer des équations d'étalonnage pour ceux-ci à travers le développement de bibliothèques spectrales à l'échelle d'une région, d'un ou de plusieurs pays. De nombreuses études sont réalisées dans ce sens. Leur principal point faible, à l'exception de certaines études comme celles menées par Chang et al. (2001), Shepherd et al. (2002) et Brown et al. (2006), est le nombre restreint d'échantillons utilisés. Seules les perspectives de la SPIR sont alors envisagées et une application en routine n'est pas directement possible. De plus, le risque principal est une surestimation de la valeur des résultats de la prédiction (van Groenigen et al., 2003).
2. Des approches à l'échelle de la parcelle en vue de répondre aux besoins de l'agriculture de précision (He et al., 2005). Cette voie demande de connaître précisément la variabilité spatiale des paramètres physiques et chimiques d'une parcelle. Un nombre important d'échantillons est soumis à l'analyse et la technique de la SPIR permet donc une économie considérable. Cette approche voit également se développer des appareillages permettant des mesures *in situ* (Mouazen et al., 2007 ; Maleki et al., 2008).
3. Des approches plus fines, permettant de caractériser plus précisément certains paramètres du sol et leur évolution. L'objectif n'est plus alors de remplacer des techniques existantes, mais de les compléter. Malgré leur intérêt dans le conseil de fumure, certaines propriétés de sol ne sont pas déterminées parce qu'elles font appel à des techniques trop longues ou trop coûteuses. Une approche plus fine de la composition des matières organiques (Coûteaux et al., 2003), mais aussi de la composition minérale du sol, pourraient apporter une réelle plus-value au conseil de fumure (Vendrame et al., 2012).

Les paramètres physiques, chimiques et physico-chimiques susceptibles d'être déterminés par la SPIR sont l'humidité résiduelle, le pH, la matière organique (carbone organique, azote total et autres composantes),

les fractions granulométriques (taux d'argile, de limon et de sable et caractérisation minéralogique), la capacité d'échange cationique. En outre, des recherches ont été menées pour prédire certains éléments disponibles, certains éléments totaux majeurs ou traces. C'est ainsi que Mouazen et al. (2007) ont évalué l'opportunité, notamment, de doser le phosphore disponible sur des échantillons séchés, émottés et tamisés.

Les principales sources de variation entre les études sont :

- le nombre d'échantillons et la diversité pédologique ; certaines études ne concernent que des échantillons de sols très homogènes, alors que d'autres tentent de couvrir une large diversité de situations pédologiques (Chang et al., 2001 ; Shepherd et al., 2002 ; Brown et al., 2006 ; Barthès et al., 2008 ; Viscarra Rossel, 2009 ; Genot et al., 2011a) ;
- l'application d'analyses de références variables en fonction de la région considérée, les méthodes ne sont pas toutes normalisées et comparables, cette particularité rendant parfois difficile la comparaison des résultats des modèles prédictifs (Viscarra Rossel, 2009) ;
- la gamme de longueurs d'onde ainsi que le type de spectrophotomètre ;
- le choix des méthodes statistiques qui diffère selon les objectifs de l'étude, selon l'état des connaissances en termes de puissance des ordinateurs et des techniques statistiques et mathématiques existants au moment de la réalisation des études ;
- les prétraitements réalisés sur les spectres avant la phase d'étalonnage, ainsi que les méthodes de détection des valeurs aberrantes.

La SPIR fait l'objet de nombreux travaux tant son potentiel d'utilisation est large. Cependant, pour envisager une utilisation de la technique à une échelle plus large que celle de la recherche, il apparaît important de bien tenir compte d'un certain nombre d'éléments, ceci afin d'éviter que les conclusions ne valent que pour la parcelle, le cas d'étude, etc. et qu'elles ne surestiment les capacités réelles de la technique à prédire les propriétés des échantillons. L'étude préliminaire du territoire pour lequel on souhaite établir des modèles de prédiction est une étape essentielle pour s'assurer que les modèles puissent être utilisés pour l'ensemble de celui-ci. Un modèle d'étalonnage développé sur base d'échantillons prélevés sur une même parcelle ne pourra être utilisé que pour prédire d'autres échantillons provenant de cette parcelle ou des échantillons provenant d'une parcelle présentant les mêmes propriétés. Développer des modèles à l'échelle d'une région demande d'appréhender la variabilité de cette région de manière à ce que le lot d'échantillons d'étalonnage couvre cette variabilité. En fonction de la diversité rencontrée, le nombre d'échantillons à

prélever sera plus ou moins important, de même que le nombre d'analyses de référence à réaliser. Il est également essentiel d'apporter un soin particulier aux analyses de référence qui seront réalisées sur les échantillons de cette base de données d'étalonnage, la qualité des prédictions y sera étroitement liée puisque l'incertitude liée à la méthode de référence sera cumulée à celle de la technique infrarouge. En outre, il est indispensable que les échantillons constitutifs du lot d'étalonnage soient scannés selon la même procédure et que tout nouveau spectre soit également saisi selon cette même procédure. Enfin, comme l'ont montré Hunt et al. (1973¹⁰, 1974¹¹), cités par Baumgardner et al. (1985) ou Barthès et al. (2008), il peut être préférable de grouper les échantillons de sol selon le type de matériaux parentaux, de manière à obtenir une plus grande acuité des résultats pour les autres paramètres à déterminer. D'autres études ont été réalisées dans ce sens : Léone et al. (2000) utilisent les propriétés du spectre infrarouge pour grouper les échantillons de sol et comparer ces groupements aux principaux types de sol rencontrés. Dematté et al. (2004) qui, en mettant en évidence les principaux paramètres influençant le spectre et permettant une discrimination des sols, concluent que ceux-ci sont la matière organique, le taux de fer total, de limon et de sable et la composition minéralogique du sol. Viscarra Rossel et al. (2011) ont également utilisé la spectroscopie proche infrarouge pour classer les grands types de sols australiens et les représenter cartographiquement. Si l'utilisation en routine de la spectroscopie proche infrarouge est peu onéreuse une fois le spectromètre acquis, rapide, simple d'utilisation et non consommatrice d'extractifs chimiques, la phase d'étalonnage préalable à son utilisation peut être longue et onéreuse selon les propriétés étudiées. C'est pourquoi il est tentant d'établir des bibliothèques spectrales associant les valeurs de références pour différentes propriétés de sol et les spectres proche infrarouge. Ces bibliothèques spectrales pourraient alors être utilisées par toutes les structures de recherche et les laboratoires de routine travaillant sur un même territoire. Dans le même sens, il est intéressant de pouvoir profiter de pédothèques que détiennent souvent les universités et centre de recherche. Cette mise en commun de bibliothèques spectrales a été tentée au niveau mondial par la mise en place du « *Soil Spectroscopic Group* » (Viscarra Rossel, 2009). Plusieurs universités ont collaboré pour scanner leurs échantillons sur base d'un protocole bien arrêté et mettre en commun les

¹⁰ Hunt G.R., Salisbury J.W. & Lenhoff C.J., 1973. Visible and near-infrared spectra of minerals and rocks. VI. Additional silicates. *Mod. Geol.*, **4**, 85-106.

¹¹ Hunt G.R., Salisbury J.W. & Lenhoff C.J., 1974. Visible and near-infrared spectra of minerals and rocks. IX. Basic and ultrabasic igneous rocks. *Mod. Geol.*, **5**, 15-22.

spectres, les valeurs de référence et les caractéristiques pédologiques des échantillons. La principale faiblesse de ces bibliothèques spectrales à l'échelle mondiale est l'absence de maîtrise des analyses de référence. Les laboratoires ayant contribué à l'étude ne travaillent pas tous selon les mêmes protocoles. Une part importante de l'erreur de prédiction obtenue peut être liée à cette absence d'harmonisation des protocoles analytiques. Au niveau d'un territoire plus restreint regroupant des laboratoires travaillant selon des protocoles normalisés, cette approche est certainement celle à réaliser pour envisager à court ou à moyen terme une utilisation en routine de la SPIR en analyse de terre.

5. PERSPECTIVES

Dans le cadre spécifique d'une contribution de la technique à l'évaluation de la fertilité du sol, l'interprétation du spectre est utile d'un point de vue quantitatif :

- en remplacement de méthodes existantes coûteuses en temps, matériel ou extractifs chimiques nuisibles pour l'environnement,
- en apportant des informations spatialement plus précises sur des paramètres pour lesquels des moyennes régionales sont utilisées par défaut,
- en complément du menu classique d'analyse, de manière à apporter d'autres informations utiles à l'évaluation de la fertilité du sol. Une approche qualitative peut également être intéressante pour reconnaître l'appartenance du sol à un groupe de sols pour lesquels des référentiels régionaux existent ou reconnaître la nature de la matière organique.

Les perspectives d'utilisation de la spectroscopie proche infrarouge sont nombreuses et variées, depuis une utilisation classique en remplacement ou en complément des analyses classiquement effectuées en laboratoire, jusqu'à une utilisation *in situ* ou par le biais des techniques de télédétection (Stevens et al., 2006). Son champ d'application est très large :

- Elle contribue à mieux appréhender la variabilité intraparcellaire des parcelles agricoles en vue d'une bonne gestion économique et environnementale des intrants. Par sa facilité d'utilisation et sa rapidité, cette technique utilisée au laboratoire en remplacement des techniques classiques permet d'envisager l'analyse d'un plus grand nombre d'échantillons et ainsi de mieux caractériser la parcelle et le conseil de fumure lié (Genot et al., 2011b). En l'utilisant sur du matériel embarqué (Mouazen et al., 2007), cette technique s'intègre dans les outils nécessaires à l'agriculture de précision en permettant d'adapter les intrants en fonction des caractéristiques physico-chimiques de la parcelle.

- La technique est également utilisée pour cartographier sur un territoire plus ou moins large des propriétés physico-chimiques des sols, en complément des méthodes géostatistiques. À l'échelle parcellaire, cette technique permet de cartographier la variabilité d'une parcelle pour les propriétés de sol étudiées et de l'utiliser dans le cadre de l'agriculture de précision (Cressie et al., 2008). À l'échelle d'un territoire, la technique SPIR couplée à la géostatistique permet de cartographier les différentes propriétés physico-chimiques du sol (Viscarra Rossel et al., 2011). Selon ces auteurs, il est alors possible de construire sur cette base une carte des sols utiles pour de nombreuses applications agro-environnementales sur base de leurs caractéristiques morphologiques mais aussi physiques, chimiques et physico-chimiques telles que mesurées en laboratoire.
- La technique présente également des atouts majeurs en vue du monitoring de la qualité des sols agricoles ou forestiers (Cécillon et al., 2009). L'intérêt de suivre au cours du temps la qualité environnementale ou agronomique des sols n'est plus à démontrer ; néanmoins, le coût des analyses est souvent un frein au maintien de ces projets. Dans ce cadre, la technique peut nettement permettre de diminuer ce coût, une fois l'étape d'étalonnage effectuée. Un second problème inhérent à ces projets est l'évolution des techniques et des objectifs au cours du temps. Les échantillons de terre ne sont pas toujours gardés et sont susceptibles d'évoluer dans le temps, au contraire des spectres qui peuvent être conservés à l'infini. Grâce à ceux-ci, il sera donc toujours possible de prédire de nouvelles propriétés de sol, même sans les échantillons. Vu la facilité de mise en œuvre de la technique, tout échantillon prélevé devrait donc être scanné, même si l'intérêt immédiat ne le justifie pas.

La SPIR est une technique d'avenir pour l'analyse de terre tant au laboratoire qu'*in situ*. Les nombreuses recherches montrent toutes ses atouts et son potentiel dans ce domaine. Il lui reste à s'inscrire dans la routine des laboratoires d'analyse en remplacement ou en complément des techniques analytiques actuelles.

Bibliographie

- Barthès B.G. et al., 2008. Determining the distributions of soil carbon and nitrogen in particle size fractions using near-infrared reflectance spectrum of bulk soil samples. *Soil Biol. Biochem.*, **40**, 1533-1537.
- Baumgardner M.F., Silva L.F., Biehl L.L. & Stoner E., 1985. Reflectance properties of soils. *Adv. Agron.*, **38**, 1-44.

- Bellon-Maurel V. et al., 2010. Critical review of chemometric indicators commonly used for assessing the quality of the prediction of soil attributes by NIR spectroscopy. *Trends Anal. Chem.*, **29**(9), 1073-1081.
- Ben-Dor E. & Banin A., 1995. Near-infrared analysis as a rapid method to simultaneously evaluate several soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **59**, 364-372.
- Bogrekci I. & Lee W.S., 2004. *Soil particle size effect on absorbance spectra of sandy soil in UV-VIS-NIR regions. ASAE/CSAE Meeting Paper No. 043112*. St Joseph, MI, USA: ASAE.
- Brown D.J. et al., 2006. Global soil characterization with VNIR diffuse reflectance spectroscopy. *Geoderma*, **123**, 273-290.
- Brunet D., Barthès B.G., Chotte J.L. & Feller C., 2007. Determination of carbon and nitrogen contents in Alfisols, Oxisols and Ultisols from Africa and Brazil using NIRS analysis: effects of sample grinding and set heterogeneity. *Geoderma*, **139**, 106-117.
- Cécillon L. et al., 2009. Assessment and monitoring of soil quality using indices based on near infrared reflectance (NIR) spectroscopy. *Eur. J. Soil Sci.*, **60**, 770-784.
- Chang C.W., Laird D.A., Mausbach M.J. & Hurburgh C.R., 2001. Near-infrared reflectance spectroscopy. Principal component regression analyses of soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **65**, 480-490.
- Chang C.W. & Laird D.A., 2002. Near-infrared reflectance spectroscopic analysis of soil C and N. *Soil Sci.*, **167**, 110-116.
- CIRAD, 2013. *SPiR : une technique d'analyse rapide et peu coûteuse*, http://pigtrop.cirad.fr/content/pdf/4946_08/05/14.
- Clark R.N., 1999. Spectroscopy of rocks and minerals and principles of spectroscopy. In: Rencz A.N., ed. *Remote sensing for the earth sciences*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, 3-58.
- Coûteaux M.M., Berg B. & Rovira P., 2003. Near infrared reflectance spectroscopy for determination of organic matter fractions including microbial biomass in coniferous forest soils. *Soil Biol. Biochem.*, **35**, 1587-1600.
- Cozzolino D. & Moron A., 2006. Potential of near-infrared reflectance spectroscopy and chemometrics to predict soil organic carbon fractions. *Soil Tillage Res.*, **85**, 78-85.
- Cressie N. & Kang E.L., 2008. *High-resolution digital soil mapping: kriging for very large datasets. Technical Report No. 811*. Columbus, OH, USA: Department of Statistics, Ohio State University.
- Dalal R.C. & Henry R.J., 1986. Simultaneous determination of moisture, organic carbon, and total nitrogen by near infrared reflectance spectrophotometry. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **50**, 120-123.
- Demattê J.A.M. et al., 2004. Visible-NIR reflectance: a new approach on soil evaluation. *Geoderma*, **121**, 95-112.
- Ellis J.W., 1928. Molecular absorption spectra of liquids below 3 m. *Trans. Faraday Soc.*, **25**, 888-898.
- Ertlen D. et al., 2010. Discriminating between organic matter in soil from grass and forest by near infrared (NIR) spectroscopy (NIRS). *Eur. J. Soil Sci.*, **61**(2), 207-216.
- Fidêncio P.H., Poppi R.J. & Carlos de Andrade J., 2002. Determination of organic matter in soils using radial basis function networks and near infrared spectroscopy. *Anal. Chim. Acta*, **453**, 125-134.
- Fystro G., 2002. The prediction of C and N content and their potential mineralization in heterogeneous soil samples using VIS-NIR spectroscopy and comparative methods. *Plant Soil*, **246**, 139-149.
- Genot V., Colinet G., Brahy V. & Bock L., 2009. L'état de fertilité des terres agricoles et forestières en Région wallonne (adapté du chapitre 4 – sol 1 de l' « État de l'environnement wallon 2006-2007 »). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, **13**(1), 121-138.
- Genot V. et al., 2011a. Near-infrared reflectance spectroscopy for estimating soil characteristics valuable in the diagnosis of soil fertility. *J. Near Infrared Spectrosc.*, **19**, 117-138.
- Genot V. et al., 2011b. Application de la spectrométrie proche infrarouge à l'analyse de terre. In : *Actes des 10^e rencontres de la fertilisation raisonnée et de l'analyse de terre, 23-24 novembre 2011, COMIFER-GEMAS, Reims, France*.
- Goddu R.F., 1960. Near-infrared spectrophotometry. *Adv. Anal. Chem. Instrum.*, **1**, 347-424.
- Goddu R.F. & Delker D.A., 1960. Spectra-structure correlations for the near-infrared region. *Anal. Chem.*, **32**(1), 140-141.
- Gomez C., Lagacherie P. & Coulouma G., 2012. Regional predictions of eight common soil properties and their spatial structures from hyperspectral Vis-NIR data. *Geoderma*, **189-190**, 176-185.
- Haberhauer G., Rafferty B., Strebl F. & Gerzabek M.H., 1998. Comparison of the composition of forest soil litter derived from three different sites at various decompositional stages using FTIR spectroscopy. *Geoderma*, **83**, 331-342.
- Hart J.R., Norris K.H. & Golumbic C., 1962. Determination of the moisture content of seeds by near-infrared spectrophotometry of their methanol extracts. *Cereal Chem.*, **39**(2), 94-99.
- Hartmann H.P. & Appel T., 2006. Calibration of near infrared spectra for measuring decomposing cellulose and green manure in soils. *Soil Biol. Biochem.*, **38**, 887-897.
- He Y., Song H.Y., Pereira A.G. & Gomez A.H., 2005. Measurement and analysis of soil nitrogen and organic matter content using near-infrared spectroscopy techniques. *J. Zhejiang Univ. Sci.*, **6B**, 1081-1086.
- Hummel J.W. et al., 2001. Soil moisture and organic matter prediction of surface and subsurface soils using a NIR soil sensor. *Comput. Electron. Agric.*, **32**(2), 149-165.

- Hunt G.R. & Salisbury J.W., 1970. Visible and near-infrared spectra of minerals and rocks. I. Silicate minerals. *Mod. Geol.*, **1**, 283-300.
- Islam K., Singh B. & Mc Bratney A., 2003. Simultaneous estimation of several soil properties by ultra-violet, visible, and near-infrared reflectance spectroscopy. *Aust. J. Soil Res.*, **41**, 1101-1114.
- Kaye W., 1954. Near-infrared spectroscopy. I. Spectral identification and analytical applications. *Spectrochim. Acta*, **6**, 257-287.
- Lachenal, 2006. Chapitre 2. Introduction à la spectroscopie proche infrarouge. In : Bertrand D. & Dufour E. *La spectroscopie proche infrarouge et ses applications analytiques*. 2^e éd. Paris : Lavoisier Tec & Doc, 31-79.
- Léone A.P. & Sommer S., 2000. Multivariate analysis of laboratory spectra for the assessment of soil development and soil degradation in the southern Apennines (Italy). *Remote Sens. Environ.*, **72**, 346-359.
- Liu W.D. et al., 2002. Relating soil surface moisture to reflectance. *Remote Sens. Environ.*, **81**, 238-246.
- Ludwig B., Khanna P.K., Bauhus J. & Hopmans P., 2002. Near infrared spectroscopy of forest soils to determine chemical and biological properties related to soil sustainability. *For. Ecol. Manage.*, **171**, 121-132.
- Malekia M.R. et al., 2008. On-the-go variable-rate phosphorus fertilization based on a visible and near-infrared soil sensor. *Biosystems Eng.*, **99**, 35-46.
- Malley D.F., Yesmin L. & Eilers R.G., 2002. Rapid analysis of hog manure and manure-amended soils using near-infrared spectroscopy. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **66**, 1677-1686.
- Massie D.R. & Norris K.H., 1965. Spectral reflectance and transmittance properties of grain in the visible and near-infrared. *Trans. ASAE*, **8**(4), 598-600.
- McCarthy G.W. et al., 2002. Mid-infrared and near-infrared diffuse reflectance spectroscopy for soil carbon measurement. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **66**, 640-646.
- Mc Carty G.W. & Reeves J.B., 2006. Comparison of near infrared and mid infrared diffuse reflectance spectroscopy for field-scale measurement of soil fertility parameters. *Soil Sci.*, **171**(2), 94-102.
- Minasny B. et al., 2011. Removing the effect of soil moisture from NIR diffuse reflectance spectra for the prediction of soil organic carbon. *Geoderma*, **167-168**, 118-124.
- Morra M.J., Hall M.H. & Freeborn L.L., 1991. Carbon and nitrogen analysis of soil fractions using near-infrared reflectance spectroscopy. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **55**, 288-291.
- Mouazen A.M., Malaki M.R., De Baerdemaeker J. & Ramon H., 2007. On-line measurement of some selected soil properties using a VIS-NIR sensor. *Soil Tillage Res.*, **80**, 171-183.
- Mutuo P.K., Shepherd K.D., Albrecht A. & Cadisch G., 2006. Prediction of carbon mineralization rates from different soil physical fractions using diffuse reflectance spectroscopy. *Soil Biol. Biochem.*, **38**, 1658-1664.
- Nanni M.F. & Demattê J.A., 2006. Spectral reflectance methodology in comparison to traditional soil analysis. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **70**, 393-407.
- Niemeyer J., Chen Y. & Bollag J.M., 1992. Characterization of humic acids, composts, and peat by diffuse reflectance fourier-transform infrared spectroscopy. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **56**, 135-140.
- Palm R. & Iemma A.F., 1995. Quelques alternatives à la régression linéaire classique dans le cas de la colinéarité. *Rev. Statistique Appl.*, **43**(2), 5-33.
- Prévot H., 2004. *Comparaison de méthodes statistiques et neuronales pour l'établissement d'équations de calibration en spectrométrie de réflexion diffuse dans le proche infrarouge*. Thèse de doctorat : Faculté universitaire des Sciences agronomiques de Gembloux (Belgique).
- Reeves J., Mc Carty G. & Mimmo T., 2002. The potential of diffuse reflectance spectroscopy for the determination of carbon inventories in soils. *Environ. Pollut.*, **116**, 277-284.
- Russell C.A. et al., 2002. The potential of NIR spectroscopy to predict nitrogen mineralization in rice soils. *Plant Soil*, **247**, 243-252.
- Shepherd K.D. & Walsh M.G., 2002. Development of reflectance spectral libraries for characterization of soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **66**, 988-998.
- Stenberg B., Viscarra Rossel R.A., Mouazen A.M. & Wetterlind J., 2010. Visible and near infrared spectroscopy in soil science. *Adv. Agron.*, **107**, 163-215.
- Stevens A. et al., 2006. Detection of carbon stock change in agricultural soil using spectroscopy techniques. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **70**, 844-850.
- Sudduth K.A. & Hummel J.W., 1991. Evaluation of reflectance methods for soil organic matter sensing. *Trans. Am. Soc. Agric. Eng.*, **34**(4), 1900-1909.
- Terhoeven-Urselmans T., Schmidt H., Joergensen R.G. & Ludwig B., 2008. Usefulness of near-infrared spectroscopy to determine biological and chemical soil properties: importance of sample pre-treatment. *Soil Biol. Biochem.*, **40**(5), 1178-1188.
- Udelhoven T., Emmerling C. & Jarmer T., 2003. Quantitative analysis of soil chemical properties with diffuse reflectance spectrometry and partial least-square regression: a feasibility study. *Plant Soil*, **251**, 319-329.
- van Groenigen G., Mutters C., Horwath W. & van Kessel C., 2003. NIR & DRIFT-MIR spectrometry of soils for predicting soil and crop parameters in a flooded field. *Plant Soil*, **250**, 155-165.
- Vendrame P.R.S., Marchão R.L., Brunet D. & Becquer T., 2012. The potential of NIR spectroscopy to predict soil texture and mineralogy in Cerrado Latosols. *Eur. J. Soil Sci.*, **63**(5), 743-753.
- Viscarra Rossel R.A., 2009. The soil spectroscopy group and the development of a global soil spectral library. *NIR News*, **20**(4), 14-15.

- Viscarra Rossel R.A. & Mc Bratney A.B., 1998. Laboratory evaluation of a proximal sensing technique for simultaneous measurement of soil clay and water content. *Geoderma*, **85**, 19-39.
- Viscarra Rossel R.A. et al., 2006. Visible, near infrared, mid infrared or combined diffuse reflectance spectroscopy for simultaneous assessment of various soil properties. *Geoderma*, **131**, 59-75.
- Viscarra Rossel R.A. & Behrens T., 2010. Using data mining to model and interpret soil diffuse reflectance spectra. *Geoderma*, **158**(1-2), 46-54.
- Viscarra Rossel R.A., Chappell A., de Caritat P. & McKenzie N.J., 2011. On the soil information content of visible–near infrared reflectance spectra. *Eur. J. Soil Sci.*, **62**, 442-453.
- Weyer L. & Lo S.-C., 2002. Spectra-structure correlations in the near-infrared. In: Chalmers J. & Griffiths P., eds. *Handbook of vibrational spectroscopy. Vol. 3*. Chichester, UK: Wiley, 1817-1837.
- Workman J., 2000. *Handbook of organic compounds: NIR, IR, Raman, and UV-Vis spectra, featuring polymers and surfactants. Vol. 1*. Academic Press, 77-197.

(69 réf.)