



**HAL**  
open science

## La spectrométrie dans le proche infrarouge pour la caractérisation des ressources alimentaires

Denis Bastianelli, Laurent Bonnal, Philippe Barre, Serge Nabeneza, Paulo Salgado, Donato Andueza

► **To cite this version:**

Denis Bastianelli, Laurent Bonnal, Philippe Barre, Serge Nabeneza, Paulo Salgado, et al.. La spectrométrie dans le proche infrarouge pour la caractérisation des ressources alimentaires. *INRA Productions Animales*, 2018, 31 (3), pp.237-254. 10.20870/productions-animales.2018.31.2.2330 . hal-02624651

**HAL Id: hal-02624651**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02624651v1>**

Submitted on 26 May 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

# La spectrométrie dans le proche infrarouge pour la caractérisation des ressources alimentaires

Denis BASTIANELLI<sup>1,5</sup>, Laurent BONNAL<sup>1,5</sup>, Philippe BARRE<sup>2</sup>, Serge NABENEZA<sup>3,5</sup>, Paulo SALGADO<sup>4,5</sup>, Donato ANDUEZA<sup>6</sup>

<sup>1</sup> CIRAD, UMR SELMET, 34398, Montpellier, France

<sup>2</sup> INRA, UR4, Unité de Recherche Pluridisciplinaire Prairies Plantes Fourragères, 86600, Lusignan, France

<sup>3</sup> CIRAD, UMR SELMET, 97410, Saint-Pierre, Réunion, France

<sup>4</sup> CIRAD, UMR SELMET, 110 Antsirabe, Madagascar

<sup>5</sup> SELMET, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, 34398, Montpellier, France

<sup>6</sup> Université Clermont Auvergne, INRA, Vetagro Sup, UMR Herbivores, 63122, Saint-Genès-Champagnelle, France

Courriel: denis.bastianelli@cirad.fr

■ Au cours des dernières décennies la spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) a connu un développement considérable dans les laboratoires et les industries de l'alimentation animale. Aujourd'hui l'élevage doit répondre à des questions d'efficacité technique et environnementale qui nécessitent une caractérisation plus systématique et plus immédiate des aliments ; les équipements et les applications de la SPIR se diversifient pour une utilisation au plus près du terrain.

## Introduction

Le pilotage des systèmes d'élevage est de plus en plus complexe, autant pour des raisons économiques qu'environnementales et réglementaires. La demande sociétale actuelle d'une agriculture répondant aux principes de l'agroécologie nécessite également une meilleure prise en compte des processus biologiques. Ce contexte demande une gestion de plus en plus fine des activités d'élevage dans le cadre de ce qu'il est convenu d'appeler l'« agriculture de précision ».

Cette évolution s'accompagne d'un besoin croissant d'informations pour piloter l'élevage. C'est notamment le cas au niveau de l'alimentation qui doit être raisonnée très précisément en termes qualitatifs et quantitatifs. En outre, la diversification des ressources alimentaires induite par l'apparition de nouveaux sous-produits et dans le

cas des ruminants par des pratiques aboutissant à la production de ressources moins standardisées, telles que des fourrages issus de prairies multi-spécifiques (Baumont *et al.*, 2008) ou de plantes de couverture demande des moyens analytiques permettant de les caractériser au mieux.

La caractérisation de ces ressources est cruciale et doit, pour permettre la prise de décision, être d'une grande réactivité. Les méthodes classiques d'analyse au laboratoire sont assez lourdes à mettre en place et leur coût – de l'ordre d'une centaine d'euro par échantillon pour une caractérisation complète – ne permet pas une analyse fréquente des ressources. Mais elles ont surtout l'inconvénient d'être longues à mettre en œuvre, avec des résultats obtenus au mieux en quelques heures dans le cas de laboratoires de proximité, mais généralement en plusieurs jours ou semaines dans le cas d'un échantillon envoyé à un laboratoire prestataire distant.

Des moyens analytiques plus rapides et moins onéreux sont donc nécessaires. La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) est une solution particulièrement bien adaptée à cet emploi (encadré 1). Cette technique analytique n'est pas nouvelle : elle a été mise au point dans les années 60 par des précurseurs qui l'ont d'abord appliquée à la mesure de l'humidité des céréales (Norris et Hart, 1965). Assez rapidement l'application aux fourrages a été développée (Norris *et al.*, 1976), mais le coût des appareils, la limitation des outils informatiques associés, l'absence de bases d'étalonnage suffisantes ont longtemps limité l'extension de l'outil. À l'heure actuelle, la SPIR est utilisée en routine dans l'industrie de l'alimentation animale pour la qualification des lots d'aliments et de matières premières et le pilotage des unités de production. Les analyses de fourrage ont également été simplifiées dans de nombreux laboratoires qui proposent aujourd'hui des analyses par SPIR avec des coûts et des

**Encadré 1. Présentation de la SPIR.**

La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR, ou NIRS en anglais) est une technique analytique basée sur l'absorption de la lumière par la matière organique des échantillons. Les longueurs d'onde dans le proche infrarouge du spectre lumineux (800–2500 nm) interagissent avec les liaisons chimiques entre les atomes des molécules organiques (carbone, azote, hydrogène...). L'absorption de la lumière est donc liée à la quantité de liaisons chimiques dans l'échantillon et à leurs interactions – donc *in fine* à la composition chimique. Celle-ci peut donc être estimée par la simple mesure de l'absorption de lumière infrarouge. Cette mesure se réalise avec un spectromètre, soit en transmission (la lumière passe à travers l'échantillon fin ou transparent), soit en réflexion (la lumière est réfléchie par un échantillon plus épais ou opaque).

La SPIR nécessite une phase d'étalonnage qui lie le spectre infrarouge aux résultats des mesures faites au laboratoire par des méthodes de référence (composition chimique, valeur nutritive...). L'étalonnage doit être réalisé pour chacun des produits et chacune des composantes chimiques que l'on souhaite prédire par la suite.

Les avantages de la SPIR résident dans le fait qu'il s'agit d'une technique :

- Rapide : le spectre d'un échantillon peut être obtenu en quelques secondes, ce qui permet une prédiction immédiate de la composition.
- Non destructive : l'échantillon peut être récupéré après l'analyse, sans avoir subi d'altération.
- Peu onéreuse : le coût marginal d'une analyse est extrêmement faible. L'investissement initial, constitué par l'achat et surtout l'étalonnage de l'appareil, est par contre important.

La SPIR ne permet pas la détection de constituants présents à l'état de traces car leur réponse ne pourrait pas être décelée dans le spectre, sauf s'ils sont fortement corrélés à une autre propriété (composition, couleur, structure) de l'échantillon ayant une trace spectrale plus importante. En pratique, on peut considérer que la limite de quantification peut aller de 1 % à 0,1 %.

La mesure de la matière minérale n'est en principe pas possible en SPIR car les éléments minéraux n'ont généralement pas de liaisons répondant dans ce domaine spectral. L'eau par contre a une forte capacité d'absorption à certaines plages de longueurs d'onde (par exemple autour de 1450 ou 1930 nm). Cette forte capacité d'absorption avantageuse pour mesurer la teneur en eau d'un échantillon peut devenir un inconvénient avec des échantillons frais (humides) car elle risque de masquer le signal des autres constituants alors moins bien prédits.

Bien que la SPIR soit basée sur la réponse des liaisons chimiques, les spectres peuvent parfois être mis en relation avec des propriétés plus complexes des échantillons, grâce aux relations entre ces propriétés et des caractéristiques chimiques (ou physico-chimiques) des échantillons. Ce qui permet notamment de prédire parfois avec succès des valeurs nutritives agrégatives, comme des valeurs énergétiques ou de digestibilité.

délais améliorés. L'étape suivante, déjà engagée, est la mise en œuvre de la mesure directement sur l'exploitation au moyen d'appareils portables, par des techniciens d'élevage ou, quand les appareils deviendront moins onéreux, par l'éleveur lui-même.

Cet article de synthèse présente les applications de la SPIR à l'alimentation animale, en mettant un accent particulier, au-delà de la mesure de la composition des aliments, sur des utilisations innovantes de l'outil au niveau de mesures indirectes de la valeur des aliments (analyses fécales notamment), ou de l'utilisation des spectres à des fins qualitatives de discrimination ou classification des échantillons.

## 1. Mesure de la composition chimique des aliments

L'estimation de la composition chimique des aliments pour le bétail

est réalisée depuis les débuts de l'utilisation de la SPIR (Norris *et al.*, 1976). De manière générale, tous les constituants organiques ont une trace spectrale pouvant servir à la prédiction de leur teneur. Cependant, dans des matrices complexes telles que les aliments, la quantification de constituants à très faible concentration n'est pas possible, leur signal étant trop faible par rapport aux autres molécules et au bruit de fond. L'ordre de grandeur des erreurs de mesure par SPIR constatées dans nos laboratoires pour les principaux constituants est présenté dans le **tableau 1**.

La teneur en Matière Sèche (MS) ou humidité, est un des premiers paramètres à avoir été mesuré par SPIR sur des grains (Norris et Hart, 1965). La molécule d'eau a en effet une forte capacité d'absorption dans l'infrarouge, ce qui permet en théorie sa quantification précise. La limite est la constitution des bases d'étalonnage fiables car l'humidité peut varier entre la prise de spectre et la mesure de l'humidité au laboratoire. Moyennant des précau-

tions, on peut mesurer l'humidité par SPIR avec une erreur généralement inférieure à 1 % autant sur des échantillons riches en eau (par exemple les fourrages frais) que sur des échantillons plus secs (céréales, échantillons pré-séchés...). Ainsi, Cozzolino et Labandera (2002) rapportent des erreurs de prédiction (SECV) de 1,24 % sur des fourrages non conditionnés (cf. **encadré 2** pour la signification des termes statistiques utilisés dans l'article).

La teneur en Matières Minérales totales (MM (%), ou en Matière Organique MO (%) = 100 – MM) est généralement bien prédite par la SPIR. Les modèles obtenus ont des erreurs de prédiction très variables selon la nature des échantillons et la teneur en MM. Le principal risque d'erreur est la contamination par des minéraux externes à l'échantillon (sable, terre). Cette contamination assez courante dans les échantillons de fourrages et/ou de fèces modifie les résultats de composition chimique, mais aussi les valeurs d'absorption spectrale. Ces sources d'erreurs

**Tableau 1.** Plages de variations généralement observées pour les erreurs de prédiction pour les principaux paramètres prédits pour des fourrages et des matières premières (Source : Compilation des résultats obtenus dans les laboratoires des auteurs).

Paramètre	Erreur de prédiction (SEP ou SECV)	Commentaires
Matière sèche (MS, %)	0,5 – 1,2	Étalonnage difficile car la teneur en humidité peut varier dans l'échantillon.
Matières minérales (MM, % de la MS)	0,3 – 1,8	Les MM sont en fait dosées par défaut, par la trace spectrale de la matière organique.
Matières azotées totales (MAT, % de la MS)	0,4 – 1,4	Étalonnage souvent performant. Des erreurs élevées peuvent être obtenues pour des bases très hétérogènes ou certaines matières premières (par exemple farines de poissons).
NDF (% de la MS)	1,2 – 2,1	Erreur plus élevée dans des bases hétérogènes (par exemple prairies multi spécifiques et mélanges de fourrages).
ADF (% de la MS)	0,7 – 1,5	Erreur généralement plus faible que pour le NDF (- 30 % en moyenne).
ADL (% de la MS)	0,3 – 0,7	Erreur liée à la précision des analyses de référence, variable selon les aliments et les laboratoires. Prédiction difficile pour les teneurs faibles.
Cellulose brute (CB, % de la MS)	0,4 – 2,5	Erreur généralement plus faible que pour l'ADF (- 15 % en moyenne).
Sucres solubles (% de la MS)	0,3 – 1,0	Erreur plus faible dans les aliments et matières premières (0,3 – 0,6 %) que dans les fourrages (0,6 – 1,0 %)
Amidon (% de la MS)	0,8 – 1,8	Étalonnage assez précis et robuste dans les aliments et matières premières.
Matières grasses (MG, % de la MS)	0,4 – 0,8	Étalonnage assez précis dans les aliments et matières premières.
Digestibilité <i>in vitro</i> (pepsine-cellulase) de la MS (IVDMS, % de la MS)	1,6 – 2,5	Variable selon l'hétérogénéité de la base. Erreur plus élevée dans des bases hétérogènes.
Ingestion volontaire chez le ruminant (g/kg PV <sup>0.75</sup> )	4,8 – 10,0	Étalonnage par espèce animale. Dépend de la qualité des données <i>in vivo</i> (données individuelles ou moyennées) et de la stratégie d'étalonnage utilisée
Digestibilité de la MO chez le ruminant (dMO, % de la MO)	1,9 – 3,0	Étalonnage par espèce animale. Dépend de la stratégie d'étalonnage utilisée.

peuvent conduire à des modèles peu robustes pour cette détermination.

La mesure de l'azote, souvent exprimée en « matières azotées totales » (MAT = N × 6,25), est un indicateur de la teneur en protéines. C'est une des applications les plus courantes de la SPIR sur les aliments et fourrages. Selon Stuth et

*al.* (2003), la fiabilité de la SPIR pour le dosage des protéines s'explique par la forte absorption de la liaison N-H dans le segment infrarouge. En général, les erreurs d'étalonnage des modèles SPIR sont proches des erreurs de reproductibilité au laboratoire. Les prédictions de teneur en MAT ont des erreurs de prédiction (SEP) de l'ordre de 0,60 % de

la MS avec toutefois des performances moins bonnes dans des échantillons peu homogènes (par exemple les farines de poisson).

Les parois cellulaires et leur fractionnement analytique (parois cellulaire : NDF, lignocellulose : ADF, lignine : ADL) sont également analysées par SPIR en

**Encadré 2. La SPIR, un jargon statistique.**

La SPIR, lorsqu'elle est utilisée comme un outil d'analyse est une méthode indirecte, nécessitant le développement d'étalonnages (ou « calibrations » selon un anglicisme fréquent). Dans ce cas les étalonnages sont une mise en relation linéaire statistique entre les spectres et l'information à prédire (analyses, propriétés qualitatives).

Dès lors, pour juger de la fiabilité des résultats produits il est essentiel de pouvoir caractériser la précision des étalonnages utilisés. La description des méthodes est donc toujours basée sur des critères statistiques, la rendant parfois ardue pour des non spécialistes. Pour autant les principes en sont simples : décrire la qualité de la relation entre les valeurs prédites et les données de référence.

L'erreur de prédiction est généralement appelée SEC (« *standard error of calibration* ») pendant la phase d'étalonnage, et SEP (« *standard error of prediction* ») pendant la phase de validation estimée sur des échantillons nouveaux et indépendants. Ces erreurs de prédiction (SEC ou SEP) sont à comparer à l'erreur de laboratoire appelée SEL (« *standard error of laboratory* ») qui peut être estimée par des mesures de répétabilité ou de reproductibilité. C'est le SEP qui donne l'indication la plus fiable de l'erreur de prédiction à laquelle on peut s'attendre lors de l'utilisation de la SPIR en routine.

La validation permet également de mettre en évidence la présence de biais lors de la prédiction (biais systématique et pente différente de 1 dans la relation entre valeurs mesurées et prédites). Lorsque des échantillons nouveaux et indépendants ne sont pas disponibles pour la validation, on peut estimer l'erreur de prédiction par une validation « croisée » (SECV, « *standard error of cross validation* ») qui consiste à estimer l'erreur de prédiction faite sur l'ensemble des échantillons de l'étalonnage en les écartant successivement. On présente parfois les ajustements sous forme de coefficients de détermination ( $R^2$ , donc  $R^2_{cal}$  pour l'étalonnage et  $R^2_{val}$  pour la validation) car c'est une valeur plus parlante pour le public. C'est toutefois une mesure à considérer avec précaution car elle dépend de la variabilité de la variable mesurée : dans des populations très variables on peut obtenir des  $R^2$  élevés tout en commettant des erreurs de prédiction importantes !

**Cas particulier des prédictions « locales »**

En général on considère que l'étalonnage doit être fait sur un groupe homogène d'échantillons de même nature : une seule espèce végétale ou un seul type d'aliments par exemple. Dans le cas de larges bases d'échantillons comportant davantage de variabilité (en général plusieurs milliers d'échantillons), ou de mélanges (prairies multispécifiques par exemple), on peut employer des techniques de régression dites « locales » (Shenk *et al.*, 1997), qui consistent à rechercher et sélectionner dans la base d'étalonnage un sous ensemble d'échantillons dont les spectres sont proches de l'échantillon à prédire, et de bâtir un modèle d'étalonnage temporaire avec ce sous ensemble spécifique. Avec cette technique on bâtit autant de modèles d'étalonnages qu'il y a d'échantillons à prédire.

routine. L'erreur de prédiction (SEP) sur le NDF est de l'ordre de 1,50 % de la MS (Andueza *et al.*, 2016) mais peut être plus élevée dans des bases d'étalonnage très hétérogènes (plusieurs espèces végétales ou mélanges ; par exemple Thuriès *et al.*, 2005). L'erreur de prédiction sur l'ADF est généralement inférieure de 30 % à celle du NDF en valeur absolue, mais elle est plus forte en valeur relative (coefficient de variation) car les teneurs en NDF sont supérieures à l'ADF. L'erreur de prédiction de l'ADL est encore plus faible en valeur absolue, mais très variable en fonction de la nature des échantillons et de leur teneur en lignine puisque dans des échantillons à faible teneur l'erreur relative peut devenir très élevée. La prédiction de la cellulose brute, qui reste parfois utilisée, est équivalente à celle de l'ADF (voire un peu plus précise) ces deux déterminations couvrant à peu près les mêmes constituants biochimiques.

Dans les aliments complets, certains fourrages et les matières premières, d'autres paramètres analytiques peuvent être prédits : l'amidon, les

matières grasses ou les sucres totaux sont par exemple mesurés efficacement par SPIR (Aufrère *et al.*, 1996). Les composés présents en trop faible quantité peuvent plus difficilement être mesurés avec une précision suffisante pour être utile en routine. Le cas des acides aminés est particulier : au sein d'une base d'étalonnage propre à une matière première, ils peuvent être mesurés par SPIR, puisque leur teneur est fortement liée à celle des protéines qui ont une trace spectrale bien caractéristique (Fontaine *et al.*, 2001). Par contre dans les aliments complets il est très difficile de mettre au point des étalonnages d'acides aminés puisque la relation avec les protéines est mise en défaut (les divers ingrédients ayant des profils en acides aminés différents). Des stratégies d'étalonnage par ajouts d'acides aminés sont néanmoins possibles (Bastianelli *et al.*, 2007) mais elles sont plus difficiles à mettre en œuvre. Il en est de même pour les Acides Gras (AG), qui peuvent être dosés en valeur absolue si leur teneur est liée à celle de la matière grasse ce qui est souvent le cas dans les matières premières. La

quantification des AG a même été testée avec succès sur une base comprenant des fourrages variés (Foster *et al.*, 2006). La quantification dans des aliments complets est plus complexe puisqu'il n'y a *a priori* pas de lien entre AG et teneur en lipides. Plus indirectement, la mesure des AG sur les produits animaux (lait, œufs, viande) a été proposée comme indication du régime alimentaire, comme par exemple pour le porc ibérique (García-Olmo *et al.*, 2000).

La prédiction des paramètres fermentaires des ensilages peut également être obtenue par analyse SPIR (Sinneave *et al.*, 1994 ; Sørensen, 2004). Certains composés étant volatils ou fortement affectés par le séchage ( $\text{NH}_3$ , acide acétique, acides gras volatils), il est nécessaire de prendre les spectres sur le produit frais, ce qui diminue la précision de la prédiction car les échantillons soumis à l'analyse SPIR sont alors plus hétérogènes. Pour d'autres paramètres moins sensibles au séchage (par exemple l'acide lactique) la prédiction peut être faite sur les échantillons séchés (Sørensen, 2004).

La SPIR a montré son potentiel pour la prédiction de certains métabolites secondaires des plantes tels que les phénols et les tannins ou certains alcaloïdes avec des précisions satisfaisantes sur des fourrages (Landau *et al.*, 2006) ou des céréales (Dykes *et al.*, 2014).

Certains auteurs ont essayé de développer des modèles de prédiction de la teneur en éléments minéraux (Ca, P) des fourrages et des aliments. Les minéraux n'absorbent pas dans la région du proche infrarouge mais les complexes que peuvent former les minéraux avec des composés organiques peuvent être détectés par la SPIR et servir de base à la prédiction. En pratique, plusieurs études ont présenté des résultats avec des succès contrastés (Clark *et al.*, 1987; Ward *et al.*, 2011).

## 2. Valeur alimentaire des ressources pour les ruminants

### ■ 2.1. Prédiction des valeurs de digestibilité

#### a. Prédiction des valeurs *in vivo*

La valeur nutritive dépend de leur composition chimique des aliments mais aussi de la dégradation et de l'absorption de leurs constituants dans le tractus digestif de l'animal et de leur utilisation métabolique. Ainsi, l'interaction entre composants (par exemple les tannins condensés et les matières azotées, minéraux ou parois végétales) peut modifier leur utilisation par l'animal. La valeur alimentaire est déterminée par les mesures des quantités ingérées et de la valeur nutritive incluant la digestibilité mesurée par des essais de bilans *in vivo*. Cependant ces mesures très lourdes et coûteuses ne peuvent être réalisées que sur un nombre limité d'aliments. Depuis les années 1970 de nombreux travaux ont été menés pour essayer d'utiliser la SPIR comme méthode d'estimation de la digestibilité *in vivo*. Ces études ont été réalisées sur différents fourrages avec plus ou moins de succès. La difficulté d'obtention de bases de données avec un nombre de références suffisant pour cet objectif est due à la faible proportion d'études qui réalisent la digestibilité *in vivo* par rap-

port aux nombreuses études qui caractérisent plus simplement les fourrages avec d'autres mesures comme celle de la composition chimique. Parmi les articles publiés, De Boever *et al.* (1997) reportent des erreurs de prédiction (SEP) de 2 % pour la prédiction de la digestibilité de la matière organique (dMO) du maïs fourrager, tandis que Coelho *et al.* (1988) sur des foin et Barber *et al.* (1990) sur des ensilages d'herbe rapportent des étalonnages avec des SEP compris entre 2 et 4 %. La prédiction des valeurs de dMO obtenues *in vivo* par la SPIR n'est pas évidente. En effet, d'une part la dMO n'est pas une entité chimique pouvant être reliée directement à l'absorbance dans le proche infrarouge. D'autre part les aliments du bétail, et particulièrement les fourrages, montrent une variabilité importante qui pourrait influencer les caractéristiques des modèles obtenus. Plus récemment, Andueza *et al.*, (2011a), ont essayé de prédire la dMO des fourrages verts tempérés à partir d'une grande base de données (plus de 1 000 données de neuf types de fourrages) en utilisant différentes stratégies d'étalonnage : par espèces, par famille (graminées ou légumineuses), un modèle global pour la totalité des fourrages verts ou un modèle local qui prendrait en compte les possibles relations non linéaires entre l'information spectrale et les données de dMO. Ces auteurs montrent des valeurs de SEP comprises entre 2,8 % pour l'approche « famille » et 2,4 % pour l'approche « Local » correspondant à des  $R^2_{\text{val}}$  de 0,81 et 0,86 respectivement. Ces erreurs sont proches de l'erreur de la mesure de référence (1,5 % pour l'erreur type de répétabilité intra station) rapportée par Andueza *et al.* (2011b). Le gain de précision de l'utilisation du modèle Local par rapport à celle du Global est de 12,5 %. L'imprécision est attribuée aux possibles interactions entre différents composés chimiques pour chaque fourrage qui influencent la digestibilité *in vivo* (Demarquilly *et al.*, 1995) et au fait que la base de données utilisée par ces auteurs a été obtenue entre les années 1970 et les années 2010.

#### b. Prédiction des valeurs *in vitro*

Des mesures de laboratoire moins onéreuses ont été développées pour

estimer la dMO. La plupart essaient de reproduire dans le laboratoire le processus digestif chez l'animal en utilisant une incubation avec du jus de rumen (Tilley et Terry, 1963) ou à partir d'enzymes purifiés (Aufrère et Demarquilly, 1989).

Ces méthodes ont été et sont largement utilisées pour estimer la valeur nutritive des fourrages et des aliments concentrés. Cependant, ces techniques restent trop longues à mettre en œuvre pour un objectif d'estimation « immédiate » de la valeur nutritive des aliments. La prédiction par SPIR des résultats de digestibilité *in vitro* permet d'avoir des estimations beaucoup plus rapidement, et sur un plus grand nombre d'échantillons. En général, les modèles présentent des  $R^2_{\text{cal}}$  supérieurs à 0,90 (Andueza *et al.*, 2016) et des SEC compris entre 1,6 et 2,3 % pour les fourrages tempérés. Dans le cas de bases de données très hétérogènes au plan botanique, les SEP peuvent être importants (jusqu'à 4 à 5 %).

Cependant l'inconvénient d'utiliser la SPIR pour estimer la digestibilité cellulaire ou la digestibilité *in vitro* est l'addition des erreurs des différents outils de prévision car ces valeurs *in vitro* sont ensuite elles-mêmes utilisées dans des équations de prévision de la dMO *in vivo*. Ceci peut conduire au final à des estimations peu précises de la valeur nutritive. L'utilisation de la SPIR dans ce but doit être considérée par l'utilisateur selon la précision des valeurs de dMO souhaitées.

### ■ 2.2. Prédiction des valeurs de dégradabilité

En complément des valeurs de bilan digestif, l'estimation de la cinétique de la digestion est importante pour les nutritionnistes afin de mieux décrire et prévoir les processus de la digestion. La cinétique de la digestion est estimée généralement par la procédure *in situ* par l'incubation, directement dans le rumen, d'échantillons enfermés dans des sachets poreux. Cette méthode est appliquée à la cinétique de disparition de la matière sèche et des matières azotées et dans une moindre mesure des parois cellulaires. Comme pour

l'estimation de la dMO, la lourdeur de la technique *in situ* ne permet pas son application à un très grand nombre d'échantillons et la SPIR peut alors être utilisée de plusieurs manières.

Dans une première approche, la SPIR peut permettre de simplifier la partie analytique des essais en prévoyant la composition chimique des résidus de sachets (MO, MAT et/ou NDF) ce qui présente un intérêt pour les équipes de recherche (Berzaghi *et al.*, 1997).

Par ailleurs, certains auteurs ont essayé d'utiliser la SPIR pour estimer les paramètres qui caractérisent la cinétique de dégradation et en particulier le paramètre de la dégradabilité. Pour la dégradabilité de la MO, les valeurs de SEC rapportées sont comprises entre 2 et 3 %, avec des  $R^2_{cal}$  supérieurs à 0,90 (De la Roza *et al.*, 1998 ; Foskolos *et al.*, 2015) tandis que pour la dégradabilité de la MAT les  $R^2_{cal}$  sont parfois peu élevés (0,65 chez Waters et Givens, 1992), mais la plupart des auteurs reportent des valeurs de  $R^2_{cal}$  supérieures à 0,90 pour cette détermination (De Boever *et al.*, 1998 ; De la Roza *et al.*, 1998). Foskolos *et al.* (2015) proposent des modèles SPIR pour l'estimation de la dégradabilité des pailles en utilisant une large gamme de fourrages. Ils rapportent des valeurs de  $R^2_{val}$  par validation croisée de 0,90 (SECV = 4 %) et des valeurs de  $R^2_{val}$  de validation externe de 0,89 (SEP = 5 %). Ces auteurs concluent que la SPIR peut être utilisée pour une prévision de la dégradabilité (de la MS, de la MAT et des pailles).

### ■ 2.3. Prédiction des quantités ingérées par les animaux

La quantité d'aliment ingérée par des animaux est un paramètre clé dans l'étude de l'alimentation car c'est le déterminant principal de l'énergie nette ingérée et *in fine* des performances. Si la détermination des quantités ingérées est simple en station expérimentale avec des aliments distribués à l'auge, elle est néanmoins assez longue à réaliser, et devient très compliquée pour des mesures au pâturage ce qui a amené plusieurs auteurs à essayer d'utiliser la SPIR pour essayer de

l'estimer rapidement (Decruyenaere *et al.*, 2009 ; Landau *et al.*, 2006 ; Kneebone et Dryden, 2015).

Une caractéristique importante de la mesure des quantités ingérées des ruminants qui conditionne très largement la précision des résultats obtenus par la SPIR est la variabilité de la mesure entre animaux consommant le même fourrage. Selon Andueza *et al.*, (2011a) l'erreur de la mesure des quantités ingérées de la matière sèche pour un fourrage offert à six animaux peut atteindre 5,35 g/kg PV<sup>0,75</sup>. Par ailleurs, les modèles SPIR obtenus pour la prédiction des quantités ingérées donnent des valeurs de  $R^2_{val}$  comprises entre 0,05 et 0,62 et des SEP compris entre 5,44 et 10,37 indiquant que ces modèles ne sont pas utilisables pour une prédiction précise de cette détermination. Cependant Andueza *et al.* (2011a) sur des fourrages tempérés montrent que la principale source d'erreur des modèles SPIR est l'erreur de détermination *in vivo*.

## 3. Valeur alimentaire des aliments pour les monogastriques

La SPIR a également été utilisée pour évaluer la valeur alimentaire des ressources chez les monogastriques. La plupart des travaux publiés a porté sur la prédiction de la valeur énergétique des aliments, tandis que celle de la digestibilité des nutriments a été moins étudiée.

### ■ 3.1. Prédiction de la valeur énergétique

Quand des valeurs de référence *in vivo* sont disponibles sur de nombreux échantillons, un étalonnage SPIR de la valeur énergétique peut être réalisé. Cette approche a été implémentée chez de nombreux fabricants d'aliments, essentiellement pour l'Énergie Métabolisable (EM) chez la volaille, mais les résultats ne sont généralement pas publiés. Valdes et Leeson (1992a) ont obtenu un SEP de l'EM de 60 kcal/kg avec un étalonnage réalisé sur 80 échantillons d'aliments. Cependant dans ce cas les résultats doivent être

considérés avec précaution car la valeur énergétique variait essentiellement par la teneur en matière grasse des aliments, celle-ci étant très bien prédite par SPIR. Les mêmes auteurs (Valdes et Leeson, 1992b) ont également étalonné la valeur d'EM de matières premières, mais avec une base assez restreinte (49 échantillons) ce qui n'était pas assez robuste pour permettre une utilisation en routine.

Chez le porc, quelques travaux ont été publiés sur la prédiction de la valeur énergétique (Energie digestible, ED) par SPIR (Zijstra *et al.*, 2011 ; Li *et al.*, 2016). Cependant ces études ont été réalisées sur des jeux de données assez restreint et la méthode ne peut actuellement pas être considérée comme validée (Świąch, 2017). Chez le lapin, Meineri *et al.*, (2009) ont trouvé un SECV de 2,31 % dans la prédiction de la digestibilité de l'énergie, soit 66 kcal/kg d'ED.

### ■ 3.2. Digestibilité des nutriments

Il y a peu de publications relatives aux étalonnages de la digestibilité des nutriments dans des aliments complets. Sur la base de travaux menés sur la digestibilité chez la volaille (Coulibaly *et al.*, 2013), il apparaît que la digestibilité des protéines ou de l'amidon était assez mal prédite par SPIR (SECV de 2,7 et 3,4 %, respectivement) malgré des bases d'étalonnage assez conséquentes. Ceci tend à prouver que le spectre de l'aliment contient peu d'informations sur la manière dont celui-ci va être digéré.

Si la prédiction de la digestibilité des nutriments dans l'aliment complet est difficile, dans le cas d'ingrédients (céréales, sons, tourteaux...) au contraire il peut y avoir des prédictions plus précises car certains facteurs de variation particuliers (chimiques ou physiques) peuvent exister et avoir une trace spectrale importante. C'est le cas notamment quand des traitements technologiques sont appliqués. Le cas le plus emblématique est celui du tourteau de soja, dont le degré de cuisson influe directement sur la digestibilité et la valeur nutritive. D'autres matières premières comme les drêches de distillerie ont également une valeur

dépendant du traitement technologique. Dans ces cas la SPIR peut prédire la digestibilité des protéines ou des AA car celles-ci sont liées à l'intensité des traitements thermiques (couleur, propriété physico-chimiques des protéines, présence de réaction de Maillard...), comme l'ont montré Cozannet *et al.* (2010) sur les drêches.

Van Kempen (1996) a comparé plusieurs stratégies pour la prédiction de la teneur en Acides Aminés digestibles (AAd) : soit d'après une valeur fixe (table d'alimentation), soit par régression sur la teneur en azote, soit directement par SPIR. Dans la plupart des cas les performances de la SPIR sont au moins égales – et souvent supérieures – à celles des autres méthodes. La mise en œuvre est par ailleurs plus simple puisqu'elle n'implique pas l'analyse au laboratoire de l'azote ou d'autres prédicteurs.

## 4. Prédiction de la valeur des ressources à partir des fèces

### ■ 4.1. Application de la SPIR aux fèces

Comme pour l'estimation de la composition chimique des ressources, la SPIR est un outil rapide et facile à utiliser pour prédire à moindre coût la composition chimique des fèces. Cette prédiction directe de la composition des fèces peut être intéressante pour faciliter les estimations des quantités ingérées et de la digestibilité *in vivo* mais également elle a déjà montré son intérêt dans des études sur le comportement alimentaire (Maillard *et al.*, 2005) ou de dynamique des populations notamment chez des animaux sauvages (Gaidet, 2005).

Dans le cas de l'estimation indirecte des quantités ingérées, les estimations de l'excrétion totale de fèces et de la digestibilité sont nécessaires. L'utilisation de marqueurs internes ou externes est souvent mise en place pour faciliter cette estimation car leur utilisation permet d'éviter la collecte totale de fèces. Ceci permet de pouvoir estimer les quantités ingérées sur un plus grand nombre d'animaux ou de

pouvoir réaliser cette estimation sur des animaux au pâturage. De nombreuses études ont montré la capacité de la SPIR à doser directement certains de ces marqueurs dans les fèces tels que la lignine, les fibres indigestibles (I-NDF), les *n*-alcanes ou le polyéthylène glycol (Garnsworthy et Unal, 2004 ; Hellwing *et al.*, 2015 ; Hassoun *et al.*, 2016) en facilitant leur dosage chimique qui est souvent long, coûteux et laborieux.

Les fèces sont constituées de résidus d'aliments, de tissus cellulaires des plantes et de composants d'origine microbienne et animale qui sont le produit de la dégradation et de la synthèse des processus digestifs ainsi que des produits d'origine endogène (Demarquilly *et al.*, 1995). Les spectres des fèces contiennent donc des informations sur les quantités et les caractéristiques des régimes ingérés et des essais de prédiction des quantités ingérées ont été réalisés soit à partir des spectres d'échantillons de fourrages soit à partir des spectres d'échantillons de fèces.

L'estimation indirecte de la composition des régimes, des quantités ingérées ou de la digestibilité par l'analyse des spectres des fèces, appelée SPIR fécale, a été initié par les travaux de Lyons et Stuth (1992). Depuis, de nombreux travaux ont été réalisés en utilisant la SPIR fécale chez différentes espèces, essentiellement chez les ruminants domestiques et sauvages, mais également plus récemment chez les monogastriques.

### ■ 4.2. Prédiction à partir d'échantillons de fèces chez les ruminants

Chez les ruminants la SPIR sur les fèces a été testée pour estimer les quantités ingérées ou la qualité de l'ingéré (Boval *et al.*, 2004 ; Tran *et al.*, 2010 ; Landau *et al.*, 2016 chez les bovins ; Landau *et al.*, 2005, 2008 chez les caprins ; Coleman *et al.*, 1999 chez les ovins...). Aux États-Unis des laboratoires commerciaux proposent en routine l'estimation de la valeur des rations des ruminants par l'analyse de leurs fèces (« *Nutritional Balance System* », GANLAB, 2018). Les principaux paramètres à estimer par la SPIR sont la MAT et la dMO. Pour

la prédiction de la MAT, les valeurs rapportées par les différents auteurs varient respectivement pour les SEC et R<sup>2</sup>cal chez les ovins de 0,3 à 1,5 % et de 0,87 à 0,99 % et chez les bovins de 0,3 à 1,3 % et de 0,70 à 0,98 %. De même, les valeurs rapportées pour la dMO varient respectivement pour les SEC et R<sup>2</sup>cal chez les ovins de 1,5 à 3,2 % et de 0,81 à 0,92 % et chez les bovins de 1,7 à 3,4 % et de 0,71 à 0,89 %. En ce qui concerne les quantités ingérées, quand on compare les résultats obtenus à partir des spectres des fourrages (Andueza *et al.*, 2011a) et ceux obtenus à partir des spectres des fèces (Andueza *et al.*, 2017), on observe des résultats similaires avec un léger avantage pour les fèces quand les modèles SPIR sont basés sur de larges bases de données ou en appliquant la méthode « Local ».

Particulièrement intéressante dans le cas de suivi d'animaux en libre pâture, l'application de la SPIR fécale, une fois les étalonnages établis, ne nécessite que la collecte d'échantillons de fèces. Au pâturage, la collecte d'échantillon de fèces va dans la plupart des cas être réalisée directement au sol ce qui peut entraîner une contamination des échantillons par du sol et donc comme pour la prédiction de la matière organique des aliments et des fourrages être une source potentielle d'erreur lors des prédictions.

Afin d'améliorer les performances des étalonnages obtenus avec les spectres de fèces pour la prédiction de l'ingestion ou de la digestibilité, une approche qui consiste à utiliser conjointement les spectres des fèces et des aliments a été testée pour exploiter la complémentarité des informations. Cette approche ne peut évidemment être utilisée que lorsque l'on a accès à des échantillons représentatifs de l'aliment. Decruyenaere *et al.*, (2009) rapportent une amélioration respectivement de 10 et 9 % du SEC de la matière organique volontairement ingérée et de la dMO par rapport à la seule utilisation des spectres des fèces.

L'information spectrale contenue dans les fèces permet également d'identifier des constituants botaniques des régimes (Dixon et Coates, 2009 chez les bovins ;



Landau *et al.*, 2005 ; Glasser *et al.*, 2008 chez les caprins). De nombreux travaux rapportent la capacité de la SPIR fécale à prédire la composition botanique de l'ingéré. Ces différentes approches peuvent consister à prédire les proportions de différentes espèces végétales dans un mélange ou le pourcentage de concentré (Landau *et al.*, 2008 ; Núñez-Sánchez *et al.*, 2016) ou encore les proportions entre différentes classes de végétaux (Coates et Dixon, 2008). La constitution d'étalonnages pour la prédiction qualitative de l'ingéré pose toutefois un problème méthodologique, car les essais sont en général réalisés avec des animaux confinés, alimentés avec un régime ne correspondant pas forcément aux choix alimentaires qu'auraient réalisés les animaux sur parcours (Landau *et al.*, 2006). De fait, même si les précisions des modèles de prédiction sont bonnes dans la phase d'étalonnage, ils ne sont généralement pas assez robustes pour prédire la diversité des espèces végétales des parcours lorsqu'ils sont testés en validation externe (Landau *et al.*, 2006 ; Glasser *et al.*, 2008 ; Núñez-Sánchez *et al.*, 2016).

### ■ 4.3. Prédiction à partir d'échantillons de fèces chez les monogastriques

Si des étalonnages ont été réalisés pour caractériser la composition chimique des effluents de volailles (Reeves, 2001) ou de porcs (Saeys *et al.*, 2004), peu de travaux ont été publiés sur la possibilité de prédire la digestibilité d'après les fèces. L'application pratique est en effet moins évidente que chez les ruminants sur parcours, sauf à vouloir développer un outil de diagnostic en élevage (Bouvarel *et al.*, 2015). Dans le domaine de la recherche la possibilité d'une prédiction directe de la digestibilité par analyse SPIR des fèces est une perspective permettant d'alléger considérablement les expérimentations *in vivo*, notamment en s'affranchissant d'une collecte totale des fèces dans les expériences de bilan digestif. L'approche a été testée chez le lapin (Meineri *et al.*, 2009), chez la volaille (Coulibaly *et al.*, 2013) et chez le porc (Bastianelli *et al.*, 2015 ; Schiborra *et al.*, 2015).

Les rares étalonnages expérimentaux de prédiction de la valeur énergétique

des aliments à partir des spectres des fèces montrent que ceux-ci contiennent une information non négligeable, avec des SECV de l'ordre de 50 kcal ED/kg chez le porc, avec une base assez restreinte (Bastianelli *et al.*, 2015), et de l'ordre de 117 kcal EM/kg chez la volaille (Coulibaly *et al.*, 2013) dans une base assez variée. Dans ce dernier cas l'erreur de prédiction peut être comparée à celle obtenue à partir des spectres des aliments, qui était du même ordre de grandeur (SECV de 127 kcal EM/kg). Chez le lapin (Meineri *et al.*, 2009) le SECV sur l'ED était de l'ordre de 45 kcal/kg alors qu'elle était de 65 kcal/kg avec les spectres des aliments.

Concernant la digestibilité des nutriments, les résultats sont très différents selon les espèces animales et surtout les paramètres mesurés. La digestibilité des protéines est généralement prédite avec une erreur SECV de 2,5 % (Meineri *et al.*, 2009 ; Coulibaly *et al.*, 2013 ; Schiborra *et al.*, 2015). Le SECV est seulement de 1,2 % chez le porc (Bastianelli *et al.*, 2015), sur une base de données ne variant que par les animaux et non l'aliment : la SPIR fécale détecte donc apparemment mieux les variations dues à l'animal que celles dues à l'aliment. La digestibilité des fibres est plus difficile à prédire, avec des SECV de 3 % chez le lapin (Meineri *et al.*, 2009), et jusqu'à 8 à 10 % chez le porc (Schiborra *et al.*, 2015). La digestibilité de l'amidon chez la volaille était par contre prédite de façon très précise (Coulibaly *et al.*, 2013) avec un SECV de 0,74 % seulement : en effet la présence d'amidon

dans les fientes est facile à étalonner (Bastianelli *et al.*, 2010) et comme il n'y a pas de source endogène d'amidon sa digestibilité est très fortement corrélée à la teneur fécale.

Comme chez les ruminants, on peut également utiliser conjointement les spectres des aliments et des fèces pour prédire la digestibilité. Chez la volaille, la complémentarité des deux informations spectrales pour la prédiction des paramètres agrégatifs comme l'EM ou la digestibilité de la MS est particulièrement efficace avec des erreurs SECV divisées par deux (tableau 2). Par contre l'apport de cette stratégie est moins évident pour des paramètres comme la digestibilité des protéines ou de l'amidon dont l'essentiel de l'information semble contenu dans le spectre des fientes (Coulibaly *et al.*, 2013).

Chez le lapin, de la même manière, Meineri *et al.*, (2009) ont montré que les sources de données étaient complémentaires pour certains paramètres (digestibilité des lipides, des protéines) mais pas pour d'autres (digestibilité de l'énergie, des fibres). Dans les deux cas l'analyse de la prédiction à partir des deux spectres permet de réfléchir sur le contenu en information des aliments et des fèces, et par conséquent sur l'origine des facteurs de variation de la digestibilité. La relativement mauvaise prédiction des paramètres de digestibilité par le spectre des aliments montre en effet que la digestibilité réellement observée est très liée à l'interaction de l'aliment avec l'animal.

**Tableau 2. Erreur de prédiction (validation croisée) pour des valeurs nutritives chez la volaille à partir des spectres d'aliments, de fientes ou des deux pris conjointement (d'après Coulibaly *et al.*, 2013).**

Paramètre	Nombre d'échantillons	Spectres aliments	Spectres fientes	Spectres aliments + fientes
dMS (%)	937	2,82	2,26	1,35
EMA (kcal/kg MS)	916	127	117	57
dAMI (%)	270	2,76	0,74	0,68
dPROT (%)	525	3,47	2,47	2,50

dMS : digestibilité de la MS ; EMA : Énergie Métabolisable Apparente ; dAMI : Digestibilité de l'amidon ; dPROT : Digestibilité des protéines

## 5. Mise en œuvre de la SPIR

### ■ 5.1. Mise en œuvre au laboratoire

Comme toute technique analytique, la SPIR nécessite de bonnes pratiques au laboratoire, basées sur des procédures rigoureuses et un contrôle continu des résultats produits. Dans le domaine de l'alimentation animale, il existe des normes pour définir les conditions de mise en œuvre de la SPIR (NF EN ISO 12099 ; Méthode 39.00-01 ; AACC, 2009). Toutefois cela n'en fait pas une méthode de référence. La SPIR étant une mesure indirecte, le statut du résultat produit (prédiction) peut poser question car il n'est pas issu de l'application des méthodes de référence normées et faisant foi pour des relations contractuelles. Dans un certain nombre de cas précis le résultat analytique SPIR est accepté comme référence, mais ces cas sont relativement rares. L'AACC (« *American Association of Cereal Chemists* ») a approuvé des méthodes SPIR pour un nombre limité d'analyses, notamment la détermination de protéines et de lipides dans le soja (Méthode 39.20-01, AACC, 2009).

Au-delà de l'application de procédures adéquates, un certain nombre de choix méthodologiques peuvent influencer sur la mise en œuvre de la SPIR, voire sur les résultats produits :

#### a. Conditions de mesure

La plus grande précision pour la prise de spectre serait obtenue avec des modèles établis avec des échantillons extrêmement homogènes (broyage très fin), totalement secs (passage à l'étuve puis dessiccateur avant mesure SPIR), à température constante. Mais, le respect constant de ces conditions, outre leur lourdeur en termes de travail, implique que les échantillons scannés auraient subi un traitement différent de ceux qui sont analysés en référence. En outre le fait de travailler dans des conditions extrêmement standardisées diminue la robustesse des bases (pouvant être mises en défaut lors d'un changement de broyeur ou de laboratoire) et rend

beaucoup plus difficiles les échanges entre partenaires.

Pour ces raisons on préconise aujourd'hui de constituer des bases comprenant des échantillons pris dans des conditions de broyage, séchage, température un peu plus variables, ce qui permet ensuite de produire des étalonnages utilisables dans des conditions plus larges. La précision absolue des modèles d'étalonnage peut apparaître un peu diminuée, mais la robustesse est considérablement accrue, ainsi que la facilité d'échange d'information avec des partenaires n'ayant pas exactement les mêmes conditions de mesure.

#### b. Standardisation des appareils

Lorsqu'un laboratoire souhaite échanger des données spectrales avec un autre, les appareils doivent être standardisés, c'est à dire pourvus d'une correction leur permettant de produire des spectres rigoureusement comparables. Avec des appareils de même marque et plages de longueurs d'onde, si un système de correction interne n'a pas été mis en place, cette opération est assez simple à réaliser avec un échange d'échantillons standards passés sur les deux spectromètres. Avec des appareils de type différents la procédure est un peu plus délicate et il est généralement recommandé de constituer des bases mixtes comprenant des échantillons dont les spectres ont été acquis sur les deux spectromètres.

### ■ 5.2. Bases d'étalonnage

#### a. Des bases d'étalonnage spécifiques, ou plus généralistes

La recommandation générale est d'avoir des bases d'étalonnage spécifiques pour chaque type de produit analysé, par exemple : ensilage de maïs, son de riz, foin de ray-grass, etc. Cependant, en pratique, le nombre d'échantillons disponibles pour certaines catégories est parfois insuffisant pour développer un étalonnage spécifique, et certains échantillons peuvent être intermédiaires entre plusieurs catégories, comme c'est le cas pour des prairies naturelles ou multispécifiques. Dans ces cas, la constitution de bases beaucoup plus larges (au plan botanique et

spectral) est nécessaire, et on s'éloigne du dogme des bases d'étalonnages très segmentées et homogènes. Les étalonnages obtenus sont souvent moins précis que ceux des bases très ciblées, en tous cas pour des paramètres agrégatifs comme les « fibres » ou la digestibilité. En revanche ces étalonnages sont beaucoup plus aptes à prédire la composition d'échantillons un peu atypiques ou intermédiaires. Dans le cas de bases importantes (plusieurs milliers d'échantillons), les prédictions peuvent se faire par des techniques d'étalonnages « Local » (voir encadré 3) : pour un échantillon à prédire, une routine sélectionne un certain nombre d'échantillons dont les spectres sont proches et établit un étalonnage sur ces voisins : on retrouve alors une prédiction basée sur une base d'étalonnage très homogène, mais choisis sur des critères spectraux et non descriptifs. Les performances de ce type de stratégie de prédiction peuvent être supérieures à celles d'étalonnages globaux (Tran *et al.*, 2010 ; Ariza-Nieto *et al.*, 2017).

#### b. Stratégies de construction de bases pour la valeur nutritive

Une limite importante au développement d'étalonnages de la valeur nutritive des aliments est la nécessité de bases de données très importantes contenant des valeurs *in vivo*. Les données *in vivo*, outre le fait qu'elles sont longues et onéreuses à produire, ont une reproductibilité (entre laboratoires) parfois médiocre si les laboratoires n'appliquent pas exactement les mêmes protocoles. Ceci peut poser des problèmes pour l'agrégation des données et la fiabilité des bases si elles ne sont pas produites par un opérateur unique. Seuls de grands centres de recherche peuvent produire des bases cohérentes, qu'ils soient publics ou, de manière croissante, privés : les grandes firmes d'alimentation produisent dans leur fonctionnement en routine de très nombreux essais alimentaires, leur permettant le développement de bases de données pour leurs propres besoins et ceux de leurs clients.

Par exemple le service PNE (« *Precise Nutrition Evaluation* ») : <https://pne.adisseo.com/predictions>) de la société Adisseo est

### Encadré 3. Quelles bases d'étalonnage ?

La SPIR nécessite des bases d'étalonnage comportant de très nombreux échantillons (des centaines, voire des milliers d'échantillons), afin que chaque nouvel échantillon puisse être prédit à l'aide d'échantillons semblables – que ce soit dans le cadre de bases spécifiques ou de bases très larges utilisées en prédiction « Local ».

Peu d'organismes disposent de telles bases pour un panel de ressources alimentaires. En ce qui concerne les aliments complets et les matières premières majeures (blé, maïs, soja . . .) la plupart des grandes firmes d'alimentation animale ont développé des étalonnages larges et performants en capitalisant les analyses de routine qu'elles effectuent pour le contrôle qualité. Des sociétés privées (par exemple (AUNIR, 2018) avec 350 000 échantillons en 2018) commercialisent des étalonnages « clé en main » ou des services de prédiction à distance par l'envoi de spectres dans une base centralisée. Toutefois :

- la plupart des étalonnages sont mis en défaut par des échantillons atypiques qui peuvent provenir de traitements technologiques artisanaux ou d'origines hors Europe ;
- les matières premières mineures ne sont généralement pas prévues : céréales ou tourteaux secondaires, etc. ;
- les étalonnages pour les fourrages ne sont pas aussi fréquents que pour les aliments concentrés ;
- il n'existe quasiment rien pour les échantillons frais pour des mesures de terrain.

Vu la plus-value considérable de bases importantes constituées d'échantillons variés, la synergie entre divers acteurs est évidente. Si la mise en commun peut parfois être problématique pour certaines firmes privées, il ne devrait pas en être de même pour les acteurs publics de la recherche et du développement, et on peut imaginer des initiatives ambitieuses de rassemblement de données de nombreux acteurs pour la production d'outils partagés performants de caractérisation des fourrages – voire des aliments et matières premières.

Si cette synergie est relativement facile à mettre en place, au niveau technique, pour des échantillons séchés, un travail plus important d'harmonisation des collectes spectrales doit être envisagé pour des échantillons frais caractérisés sur le terrain.

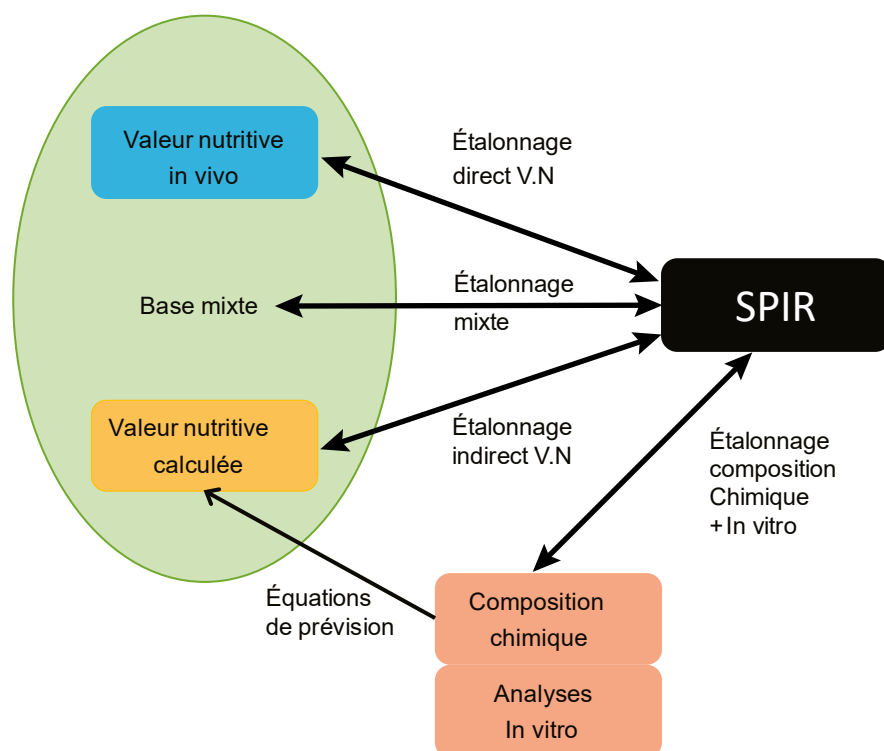
un système commercial qui permet la prédiction de la valeur énergétique, de la teneur et la digestibilité des AA dans plusieurs catégories de matières premières (céréales, soja...) pour les volailles et les porcs.

Une approche alternative peut être l'étalonnage indirect de la valeur nutritive : quand des équations fiables sont disponibles pour relier la valeur nutritive mesurée *in vivo* à des paramètres mesurés en laboratoire (composition chimique, données *in vitro*), il est possible d'établir des étalonnages SPIR de ces paramètres puis de calculer une estimation de la valeur nutritive. Les bases de données sont alors beaucoup plus simples à maintenir puisqu'elles n'impliquent pas de mesures *in vivo* pour la mise à jour. Elles peuvent également être plus facilement agrégées entre plusieurs laboratoires, leur reproductibilité étant supérieure. Elles dépendent toutefois de la disponibilité d'équations fiables de prédiction de la valeur nutritive en fonction de la composition chimique. On peut imaginer créer des bases d'étalonnage mixtes contenant d'une part des mesures *in vivo*, et d'autre part des valeurs calculées d'après des équations basées sur des méthodes analytiques classiques, comme cela a été suggéré par Yegani et Korver (2012). La figure 1 présente quelques stratégies d'étalonnage de la valeur nutritive, directement d'après des mesures *in vivo* ou *via* des valeurs calculées.

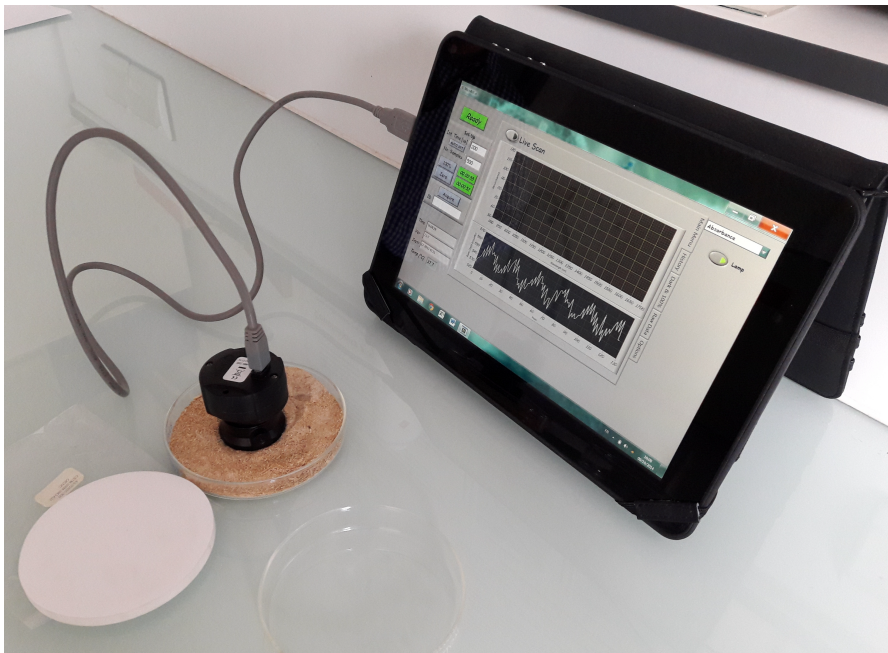
### ■ 5.3. Mise en œuvre sur le terrain

La technologie infrarouge est une technique simple et rapide pour caractériser la composition des aliments. Historiquement la présentation de l'échantillon nécessitait de travailler sur des produits secs et broyés, mais de plus en plus d'applications apparaissent sur des produits frais et non broyés : céréales, fourrages, fruits, viande, etc. (Cozzolino et Labandera, 2002 ; De Alencar Figueiredo *et al.*, 2006 ; Nicolaï *et al.*, 2007 ; Prieto *et al.*, 2009). Face à l'enthousiasme de cette technique d'analyse rapide, l'évolution technologique de ces dernières années a été plutôt tournée vers la miniaturisation des spectromètres grâce au fort

Figure 1. Différentes stratégies de constitution de bases pour l'étalonnage de la valeur nutritive.



**Figure 2.** Exemple de spectromètre miniature sur tablette, MicroNIR™ 2200 de la marque JDSU.



**Figure 3.** Illustration de la prise de spectre au champ ou sur produit frais à proximité du lieu de collecte.



développement des détecteurs à barrette de diodes InGaAs qui permettent aujourd'hui d'obtenir des appareils plus compacts voire très compacts qui peuvent se connecter directement à une tablette ou un smartphone (figure 2). Cette miniaturisation accompagne le souhait des utilisateurs de développer des applications de terrain passant d'une utilisation plutôt en recherche ou analyse de routine à une utilisation directe au champ (figure 3). Cependant, le passage d'une approche où l'on amène l'échantillon au spectromètre dans le laboratoire à une approche où l'on amène le spectromètre à l'échantillon n'est intéressante que si la réduction de la taille de l'appareil ne compromet pas la performance du spectromètre (O'Brien *et al.*, 2012).

Bien que la teneur en humidité reste un aspect important à déterminer, l'eau, de par sa forte capacité d'absorption, masque considérablement l'information recueillie par la SPIR quand des échantillons frais sont utilisés. Ces échantillons sont également très hétérogènes (feuilles, tiges, graines...). Compte tenu de ces contraintes particulières sur les échantillons bruts comme par exemple pour des fourrages frais non broyés, il est essentiel de scanner l'échantillon plusieurs fois (environ 30 scans) afin d'obtenir un spectre moyen représentatif. L'analyse SPIR, réputée rapide, se complique donc substantiellement par ces procédures.

De nombreux appareils portables sont proposés. Ils diffèrent en termes de design et de caractéristiques physiques et présentent des différences importantes dans la gamme des longueurs d'ondes utilisées. La miniaturisation s'accompagne souvent d'une réduction du nombre de longueurs d'onde mesurées ce qui a d'un côté comme avantage d'augmenter très fortement la rapidité de lecture par rapport à des systèmes par exemple à monochromateur et a d'un autre côté comme inconvénient de limiter les applications à des constituants dont le développement des modèles de prédiction ne nécessite que peu de longueurs d'onde pour les caractériser.

Actuellement, l'utilisation d'appareils portables SPIR permet d'évaluer, avec

une fiabilité raisonnable et directement sur le terrain, les principaux paramètres de qualité nutritionnelle des aliments (humidité, protéines brutes, fibres, digestibilité de la matière sèche...). La précision des étalonnages est cependant significativement plus faible qu'avec des échantillons secs sur des appareils de laboratoire, et on constate une erreur de prédiction généralement multipliée par un facteur de 1,3 à 3,0. Cependant, la rapidité d'acquisition, le côté compact et léger des spectromètres miniatures ainsi que la versatilité d'utilisation en font des outils intéressants et complémentaires des spectromètres de laboratoire. Ils représentent des outils d'aide à la décision directement sur le terrain et dans les exploitations pour améliorer la qualité du rationnement et la gestion rationnelle des pâturages en temps réel.

S'il est possible aujourd'hui d'acheter un spectromètre SPIR portable pour l'utilisation sur le terrain, le coût et la disponibilité d'instruments robustes sont encore prohibitifs (environ entre 15 et 40 k€) et restent inaccessibles sur le plan financier pour la grande majorité des éleveurs, notamment ceux des pays en développement. Cependant, l'acquisition de tels équipements par des organismes agricoles ou des Coopératives d'Utilisation de Matériel Agricole (CUMA) reste concevable. Le logiciel pour l'analyse des spectres, ainsi que d'autres outils liés au spectromètre, comme les sondes à fibre optique et les équations de prédiction prédéveloppées peuvent constituer un coût additionnel important. Avec le développement de modèles de prédiction spécifiques, on peut s'attendre à ce que les interprétations spectrales à travers des systèmes experts deviennent de plus en plus disponibles dans les prochaines années. Le transfert de modèles de prédiction SPIR développés sur un spectromètre donné à un autre appareil doit faire l'objet de travaux plus approfondis. Le partage et la mutualisation des spectres et des étalonnages entre les utilisateurs de la SPIR en sciences animales pourraient être un autre moyen de réduire les coûts associés à l'achat des spectromètres et à l'acquisition des spectres.

Outre les appareils SPIR portables, des appareils embarqués sur des machines de récolte (grains et fourrage) ont été développés depuis le début des années 2000. Ces appareils embarqués permettent d'estimer de manière instantanée différents composants dont la teneur en eau, en protéines, en huile, en glucosinolates, en fibres (Sinnaeve *et al.*, 2004 ; Montes *et al.*, 2007). Les résultats sont très satisfaisants pour la teneur en eau des grains ou fourrage mais moins précis pour les autres composés. Des recherches sont en cours pour améliorer les prédictions, en particulier en élargissant la gamme spectrale analysée. Pour ces applications, l'imagerie hyperspectrale (voir ci-dessous) sera probablement une solution adaptée.

## 6. Utilisation de la SPIR pour discriminer et classer des échantillons

Comme le spectre d'un produit est conditionné par l'ensemble des paramètres de composition chimique et des caractéristiques physiques de l'échantillon, il synthétise de manière unique celui-ci. Des échantillons semblables ont des spectres proches, tandis que des échantillons très différents ont des spectres éloignés. La SPIR peut donc être utilisée pour des applications qualitatives et servir à discriminer des échantillons.

La première approche est de transformer les catégories en variables quantitatives : le premier exemple ci-dessous concernera ainsi la prédiction des proportions de catégories de plantes dans un couvert. Mais les spectres peuvent aussi être directement utilisés pour classer ou discriminer des échantillons sans avoir à passer par la prédiction de leur composition chimique. L'affectation à une classe est alors immédiate, et peut prendre en compte des propriétés du produit qui ne seraient pas décrites par une analyse proximale classique.

### ■ 6.1. Reconnaissance floristique dans les prairies

Les prairies permanentes et temporaires contiennent généralement de nombreuses espèces. Depuis

l'autorisation de vendre des semences fourragères en mélange en 2004, les ventes de mélanges n'ont cessé d'augmenter et atteignent 23 % des ventes en 2014/2015 (Straebler, 2015). Les mélanges d'espèces (souvent graminées et légumineuses) permettent une meilleure résilience de la prairie face aux aléas environnementaux et une meilleure production sans apport d'azote. Cependant, cette diversité spécifique entraîne une hétérogénéité de la qualité des fourrages au cours du temps et entre les prairies. La connaissance de la composition botanique ou *a minima* de la composition graminées/légumineuses est essentielle pour d'une part mieux évaluer la valeur nutritive du fourrage et d'autre part mieux définir la conduite des prairies, par exemple apport d'azote, fréquence et intensité de défoliation, afin de maintenir l'ensemble des espèces ou au moins des groupes fonctionnels comme les graminées et les légumineuses.

La possibilité de prédire la composition botanique par SPIR est apparue depuis longtemps comme une solution séduisante (Shenk *et al.*, 1979). En effet, l'évaluation de la composition botanique peut classiquement être réalisée par : *i*) notation visuelle – mais cette méthode est peu précise et *ii*) pesée des différentes espèces après une séparation manuelle des espèces – mais cette méthode est très lourde à mettre en œuvre. Plusieurs auteurs ont proposé d'établir des équations de prédiction par SPIR de la composition botanique dans des mélanges plus ou moins complexes (Coleman *et al.*, 1985 ; Locher *et al.*, 2005 ; Cougnon *et al.*, 2014 ; Karayilanli *et al.*, 2016). Les principales méthodes pour l'étalonnage sont : *i*) l'utilisation de mélanges réalisés *a posteriori* à partir de fourrages issus de prairies mono-spécifiques ; *ii*) l'utilisation de mélanges réels à partir de fourrages issus de prairies multi-spécifiques dont les échantillons ont été triés manuellement pour peser chaque espèce puis mélangés à nouveau dans les proportions de la prairie ; *iii*) l'utilisation de « mélanges virtuels » créés en combinant les spectres obtenus sur des fourrages mono-spécifiques ; *iv*) l'utilisation de « mélanges artificiels-réels » à partir de fourrages issus de prairies

multi-spécifiques dont les échantillons ont été triés manuellement puis mélangés à nouveau dans des proportions variables. Il ressort que les meilleurs résultats de prédiction sont obtenus en intégrant dans la base d'étalonnage des échantillons issus de cette dernière stratégie. Ceci peut être expliqué par une composition différente des plantes selon qu'elles sont cultivées pures ou en mélange. Quelle que soit la méthode, la prédiction de la composition massique en graminées et en légumineuses dans des prairies multi-spécifiques donne de bons résultats avec des erreurs de prédiction (SECV ou SEP) de 2 à 4 % MS. Ces résultats principalement obtenus avec des mélanges ne contenant qu'une espèce de légumineuse à l'exception de Locher *et al.* (2005) doivent être confirmés sur des prairies complexes et d'origine variée. La prédiction des compositions spécifiques au sein des graminées et des légumineuses reste peu précise avec des SEP supérieures à 8 % MS. Des travaux sont en cours à l'INRA UR3P pour augmenter la portabilité des prédictions du ratio graminées/légumineuses sur une large gamme de prairies et pour améliorer la prédiction au niveau spécifique.

## ■ 6.2. Conformité de produits dans l'industrie de l'alimentation

Le spectre PIR d'une matière première ou d'un aliment peut être directement comparé à une base de référence, en calculant une « distance » statistique par rapport à la base (par exemple distance H de Mahalanobis). Un échantillon trop éloigné de la base de référence est considéré comme atypique et doit être vérifié. Cette simple vérification spectrale, réalisée en amont d'une prédiction classique de composition chimique, permet dans une usine d'aliments d'éviter des erreurs d'utilisation, de stockage, des fraudes, etc. L'opérateur qui effectue l'analyse par SPIR peut très rapidement intervenir dans le cas où un produit apparaît comme « atypique » sur la base de son spectre.

Des modèles de discrimination ou d'authentification permettent également, sur la base du spectre, d'affecter un échantillon à une catégorie. Par

exemple Cozzolino *et al.* (2005) ont classifié des farines de poisson sur la base des espèces qui avaient servi à les produire. De la même manière la SPIR peut parfois être utilisée dans la reconnaissance variétale ou dans la traçabilité des céréales (Cozzolino, 2014).

Enfin, les méthodes de discrimination spectrales peuvent servir à identifier des particules dans des images d'aliments obtenues en microscopie PIR afin de détecter des contaminants comme des farines animales ou la mélamine (cf. partie imagerie ci-dessous).

## ■ 6.3. Classification des aliments disponibles pour des animaux sur parcours

Les animaux sur parcours ont accès à des milieux parfois complexes, avec une grande variété de plantes, et pour chacune d'entre elles des prises alimentaires qui peuvent être très différentes (par exemple jeunes pousses, vieilles feuilles, fleurs...). Ainsi dans une étude dans une garrigue proche de Montpellier exploitée par des ovins, on recensait 60 espèces végétales consommées et 103 prises alimentaires (« plantes prises », ou PxP) possibles (Silu *et al.*, 2016). S'il est possible de décrire chacune de ces PxP en termes de composition chimique proximale (au laboratoire, ou par SPIR), le tableau de composition généré ne permet pas de raisonnement opérationnel direct sur la valeur du parcours. Il serait plus aisé de raisonner sur un nombre limité de catégories de PxP. Cette classification peut se faire d'après la composition chimique mais, outre l'étape supplémentaire que cela demande, la description de la composition est limitée à un nombre réduit d'analyses, alors que les plantes de parcours ont des caractéristiques (composés secondaires, structure...) qui échappent à l'analyse proximale. On a donc testé la possibilité de classer les PxP directement d'après leur spectre PIR. Les résultats sont prometteurs, dans la mesure où les catégories obtenues regroupent des PxP ayant des caractéristiques voisines, tout en étant parfois éloignées en termes de botanique ou de phénologie. On peut donc tenter de raisonner le comportement alimentaire

des animaux sur la base de complémentarités ou de substitutions entre les différentes catégories obtenues, et donc d'établir une caractérisation du milieu de manière simplifiée permettant sa gestion ou l'identification des complémentarités alimentaires à envisager.

## 7. Nouveaux développements technologiques pour l'analyse des aliments

### ■ 7.1. Autres techniques spectroscopiques et complémentarités

Les techniques spectroscopiques d'absorption moléculaire sont très répandues dans les méthodes d'analyses des ressources alimentaires. Basées sur l'excitation de l'espèce chimique par l'absorption de photons elles vont permettre d'obtenir des informations qualitatives et quantitatives sur des molécules organiques et inorganiques dans la région visible et ultraviolette du spectre électromagnétique. Ces techniques permettent par exemple le dosage de minéraux tels que le calcium ou le phosphore, ou encore le dosage des tannins dans les ressources fourragères.

Lors du retour de l'état excité à l'état fondamental des espèces chimiques, certaines d'entre elles vont être capables d'émettre des photons fluorescents. Les techniques de fluorescence sont beaucoup plus sensibles que celles d'absorption et de plus elles présentent des plages de linéarité plus importantes. Cependant, la fluorescence est moins utilisée que les méthodes d'absorption moléculaire à cause du nombre limité des systèmes chimiques qui peuvent produire de la fluorescence. Dans les aliments du bétail, la grande sensibilité de la fluorescence pourrait être mise à contribution dans les méthodes de détermination de contaminants tels que les mycotoxines ou les antibiotiques.

L'analyse dans l'infrarouge moyen (MIR) est basée sur le même principe que la SPIR, *i.e.* l'absorption de la lumière par les vibrations des liaisons chimiques à des longueurs d'onde comprises entre

2 500 et 25 000 nm. Cette technique n'a pas suivi le même développement que la SPIR à cause des fortes absorptions dans cette gamme spectrale qui obligeait initialement la dilution de l'échantillon dans du KBr afin de diminuer cette l'absorption. Grâce au développement d'approches telles que la réflexion diffuse ou la réflexion totale atténuée (ATR) qui ont permis de fortement diminuer la préparation des échantillons pour l'acquisition spectrale, l'analyse MIR a connu un très fort développement ces dernières années. L'infrarouge moyen est fréquemment utilisée pour l'analyse des sols (Reeves *et al.*, 2001) et plus particulièrement pour l'analyse du carbone du sol (Bellon-Maurel et McBratney, 2011) mais aussi pour l'analyse de produits alimentaires tels que par exemple le lait dans lequel outre la composition classique on peut effectuer le dosage des acides gras (Ferrand-Calmels *et al.*, 2014). Les spécificités du MIR en font une technique d'analyse complémentaire de la SPIR dans la caractérisation des ressources alimentaires.

La spectrométrie Raman est basée sur la modification de la fréquence des rayonnements lors de leur interaction avec l'échantillon. Elle consiste à envoyer sur l'échantillon une lumière monochromatique puissante (laser) et à recueillir le spectre de diffusion généré. Cette technique, initialement assez lourde en équipement, devient maintenant plus accessible grâce à des matériels plus légers et moins onéreux. Elle nécessite une faible quantité d'échantillon et peut être faite avec très peu de préparation. En outre la présence d'eau dans l'échantillon analysé n'est pas problématique. Utilisée de manière croissante dans des applications pharmaceutiques ou dans l'industrie des polymères, la spectroscopie Raman pourrait à l'avenir permettre l'analyse de certaines molécules organiques ou minérales dans les aliments, notamment des pigments ou des contaminants comme la mélamine (Liu *et al.*, 2009).

Ces différentes techniques spectroscopiques avec leurs avantages et leurs spécificités en font des techniques complémentaires. La combinaison de différentes techniques permettra certainement à l'avenir d'améliorer la capa-

cité de caractérisation des ressources alimentaires. De même, l'utilisation combinée à la SPIR d'autres méthodes permettant par exemple d'accéder à des informations plus physiques telle que la spectroscopie acoustique (Lomborg *et al.*, 2009) ou à des informations liées à des composés volatiles tels que les nez électroniques (Masoero *et al.*, 2007) que la SPIR seule a des difficultés à capter offrent des perspectives intéressantes pour le développement de la caractérisation des ressources alimentaires.

## ■ 7.2. Nouveaux équipements et technologies : imagerie hyperspectrale

Tandis que les spectromètres classiques prennent le spectre moyen d'un échantillon sur une surface relativement importante (de l'ordre de quelques cm<sup>2</sup>), les caméras hyperspectrales permettent de prendre une image complète d'un échantillon, chaque pixel contenant un spectre complet. Selon le système optique de la caméra, l'échantillon peut être de taille différente (du microscope à la parcelle). Ce type de dispositif peut soit permettre d'étudier la répartition spatiale d'une propriété (par exemple teneur en protéines dans un champ, ou au sein d'une feuille), soit permettre d'avoir une évaluation moyenne sur tout ou partie de l'échantillon. Les applications sont potentiellement nombreuses, depuis la recherche jusqu'à l'industrie.

En alimentation animale l'imagerie (en microscopie) a par exemple été proposée pour prédire la composition en ingrédients d'aliments complets, et y détecter la présence de farines animales (Piroux et Dardenne, 2000 ; Fernández Pierna *et al.*, 2006). Une application a été également proposée pour détecter par discrimination spectrale des particules de mélamine dans des échantillons de soja, permettant une quantification à de très faibles teneurs (Yang *et al.*, 2016). L'imagerie hyperspectrale permet également de classifier des échantillons de végétaux (prairie) selon l'origine botanique des plantes qui la composent (Dale *et al.*, 2013).

L'imagerie reste une technique assez lourde, par le poids des images générées

(une seule image de 1000 × 1000 pixels sur 256 longueurs d'onde contient 256 millions de valeurs d'absorbance), et par la complexité des traitements informatiques et statistiques nécessaires. Cependant, avec l'augmentation de la capacité de traitement des ordinateurs, le passage en routine de ces outils ne pose aujourd'hui plus de problèmes et ils sont utilisés dans des domaines tels que l'industrie pharmaceutique.

L'imagerie aérienne ou satellitaire relève du même principe, mais avec un éclairage naturel au lieu d'une source lumineuse contrôlée. En outre jusqu'à présent les images de télédétection étaient réalisées sur un nombre limité de longueurs d'onde, visible ou très proches du visible. Avec le développement de solutions d'imagerie SPIR plus légères et moins coûteuses, on peut aujourd'hui avoir des spectres complets avec des caméras embarquées par exemple sur des drones (Saari *et al.*, 2017).

## Conclusion

Méthode analytique de routine pour le contrôle de la qualité et la traçabilité dans l'industrie de l'alimentation animale, la SPIR est également utilisée de façon croissante pour l'évaluation des fourrages. Les prestations offertes par les laboratoires d'analyse sont aujourd'hui complétées par la possibilité d'analyse directe d'échantillons frais sur le terrain.

L'évolution technique des équipements, de plus en plus compacts et autonomes, et de moins en moins onéreux, laisse envisager une diffusion prochaine de la technologie jusqu'au niveau des éleveurs. La dernière limite pratique est celle de la réalisation d'un échantillonnage représentatif de la ressource, difficile dans le cas du pâturage.

Au-delà de l'analyse directe de la composition et de la valeur nutritive des aliments, la SPIR peut être utilisée de manière indirecte pour le suivi de l'alimentation au travers d'analyses fécales, qui témoignent non seulement de la qualité potentielle d'une

ressource, mais aussi de l'utilisation réelle qu'en a fait un animal donné dans des conditions données. Ce type

d'approche pourra permettre un suivi beaucoup plus fin et personnalisé de l'alimentation des animaux, mono-

gastriques comme ruminants. Il est en outre particulièrement adapté à l'étude d'animaux sur parcours.

## Références

- AACC, 2009. Approved Methods of Analysis, 11<sup>th</sup> Ed. Method 39-00.01. Near-Infrared Methods – Guidelines for model Development and Maintenance. Method 39-20.01. Near-Infrared Reflectance Method for Protein and Oil Determination in Soybeans. AACC International, St. Paul, MN, U.S.A. <https://doi.org/10.1094/AACIntMethod-39-00.01>
- Andueza D., Picard F., Jestin M., Andrieu J., Baumont R., 2011a. NIRS prediction of the feed value of temperate forages: efficacy of four calibration strategies. *Animal*, 5, 1002-1013. <https://doi.org/10.1017/S1751731110002697>
- Andueza D., Picard F., Pradel P., Egal D., Hassoun P., Peccatte J.R., Baumont R., 2011b. Reproducibility and repeatability of forage in vivo digestibility and voluntary intake of permanent grassland forages in sheep. *Livest. Sci.*, 140, 42-48. <https://doi.org/10.1016/j.livsci.2011.02.005>
- Andueza D., Picard F., Martin-Rosset W., Aufrère J., 2016. Near-infrared spectroscopy calibrations performed on oven-dried green forages for the prediction of chemical composition and nutritive value of preserved forage for ruminants. *Appl. Spectrosc.*, 70, 1321-1327. <https://doi.org/10.1177/0003702816654056>
- Andueza D., Picard F., Dozias D., Aufrère J., 2017. Fecal near-infrared reflectance spectroscopy prediction of the feed value of temperate forages for ruminants and some parameters of the chemical composition of feces: efficiency of four calibration strategies. *Appl. Spectrosc.*, 71, 2164-2176. <https://doi.org/10.1177/0003702817712740>
- Ariza-Nieto C., Mayorga O.L., Mojica B., Parra D., Afanador-Tellez G., 2017. Use of LOCAL algorithm with near infrared spectroscopy in forage resources for grazing systems in Colombia. *J. Near Infrared Spectrosc.*, Online first 8/12/2017. <https://doi.org/10.1177/0967033517746900>
- Aufrère J., Demarquilly C., 1989. Predicting organic matter digestibility of forage by two pepsin-cellulase methods. In: Proc. XVI Int. Grassl. Congress vol. 2, Jarrige R. (Ed). Association Française pour la Production Fourragère, Nice, France. 877-878.
- Aufrère J., Graviou D., Demarquilly C., Perez J.M., Andrieu J., 1996. Near infrared reflectance spectroscopy to predict energy value of compound feeds for swine and ruminants. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 62, 77-90. [https://doi.org/10.1016/S0377-8401\(96\)00995-9](https://doi.org/10.1016/S0377-8401(96)00995-9)
- AUNIR, 2018. Ingot Lab, the AUNIR calibration databases. <http://www.aunir.co.uk/products/ingot-lab/>
- Barber G.D., Givens D.I., Kridis M.S., Offer N.W., Murray I., 1990. Prediction of the organic matter digestibility of grass silage. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 28, 115-128. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(90\)90074-I](https://doi.org/10.1016/0377-8401(90)90074-I)
- Bastianelli D., Fermet-Quinet E., Davrieux F., Hervouet C., Bonnal L., 2007. Calibration strategies for prediction of amino acid content of poultry feeds. Proc. 12<sup>th</sup> Int. Conf. - Near Infrared Spectroscopy. Auckland, New Zealand, 9<sup>th</sup>-15<sup>th</sup> April 2005. G.R. Burling-Claridge, S.E. Holroyd, R.M.W. Sumner, Eds., NZ NIRS Soc. Inc., Hamilton (NZ), 314-318. <https://doi.org/10.13140/2.1.1520.5121>
- Bastianelli D., Bonnal L., Juin H., Mignon-Grasteau S., Davrieux F., Carré B., 2010. Prediction of the chemical composition of poultry excreta by near infrared spectroscopy. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 18, 69-77. <https://doi.org/10.1255/jnirs.864>
- Bastianelli D., Bonnal L., Jaguelin-Peyraud, Y., Noblet J., 2015. Predicting feed digestibility from NIRS analysis of pig faeces. *Animal*, 9, 781-786. <https://doi.org/10.1017/S1751731114003097>
- Baumont R., Aufrère J., Niderkorn V., Andueza D., Surault F., Peccatte J.R., Delaby L., Pelletier P., 2008. La diversité spécifique dans le fourrage : conséquences sur la valeur alimentaire. *Fourrages*, 194, 189-206.
- 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, 1398-1410. <https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2011.02.019>
- Berzaghi P., Cozzi G., Andrighetto I., 1997. The use of near infrared analysis for In Situ studies. *J. Dairy Sci.*, 80, 3263-3270. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(97\)76301-X](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(97)76301-X)
- Bouvarel I., Fournis Y., de Tonnac A., Mika A., Couty M., Bonnal L., Juin H., Métayer J.P., Vilariño M., Bastianelli D., 2015. Mesures de la digestibilité des aliments en élevage de poulets de chair grace au « proche infrarouge » : des premiers éléments de faisabilité. *Journ. Rech. Avicole et Palmipèdes à Foie Gras, La Rochelle, France*, 11, 808-812.
- Boval M., Coates D.B., Lecomte P., Decruyenaere V., Archimède H., 2004. Faecal near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to assess chemical composition, in vivo digestibility and intake of tropical grass by Creole cattle. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 114, 19-29. <https://doi.org/10.1016/j.anifeeds.2003.12.009>
- Clark D.H., Mayland H.F., Lamb R.C., 1987. Mineral Analysis of Forages with near Infrared Reflectance Spectroscopy. *Agron. J.*, 79, 485-490. <https://doi.org/10.2134/agronj1987.00021962007900030016x>
- Coates D.B., Dixon R.M., 2008. Development of near infrared analysis of faeces to estimate non-grass proportions in diets selected by cattle grazing tropical pastures. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 16, 471-480. <https://doi.org/10.1255/jnirs.815>
- Coelho M., Hembry F.J., Barton II F.E., Saxton A.M., 1988. A comparison of microbial, enzymatic, chemical and near-infrared reflectance spectroscopy methods in forage evaluation. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 20, 219-231. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(88\)90045-4](https://doi.org/10.1016/0377-8401(88)90045-4)
- Coleman S.W., Barton F.E., Meyer R.D., 1985. The use of near-infrared reflectance spectroscopy to predict species composition of forage mixtures. *Crop Sci.*, 25, 834-837. <https://doi.org/10.2135/cropsci1985.0011183X002500050026x>
- Coleman S.W., Lippke H., Gill M., 1999. Estimating the nutritive potential of forages. In: Jung H.J.G. and Fahey G.C.Jr (eds), *Nutritional Ecology of Herbivores*. Proc. 5<sup>th</sup> Int. Symp. Nutr. Herb., San Antonio, Texas (USA), Amer. Soc. Anim. Sci., Savoy, IL, USA, 647-694.
- Cougnon M., Van Waes C., Dardenne P., Baert J., Reheul D., 2014. Comparison of near infrared reflectance spectroscopy calibration strategies for the botanical composition of grass-clover mixtures. *Grass Forage Sci.*, 69, 167-175. <https://doi.org/10.1111/gfs.12031>
- Coulibaly I., Métayer J.P., Chartrin P., Mahaut B., Bouvarel I., Hogrel P., Bastianelli D., 2013. La combinaison des informations issues des aliments et des fientes améliore la prévision par SPIR de la digestibilité chez le poulet. *Journ. Rech. Avicole et Palmipèdes à Foie Gras*, 26-28 mars 2013. La Rochelle, France, 10, 640-644.
- Cozannet P., Lessire M., Gady C., Métayer J.P., Primot Y., Skiba F., Noblet J., 2010. Energy value of wheat dried distillers grains with solubles in roosters, broilers, layers, and turkeys. *Poult. Sci.*, 89, 2230-2241. <https://doi.org/10.3382/ps.2010-00833>
- Cozzolino D., 2014. An overview of the use of infrared spectroscopy and chemometrics in authenticity and traceability of cereals *Food Res. Int.* 60, 262-265. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.08.034>
- Cozzolino D., Labandera M., 2002. Determination of dry matter and crude protein contents of undried forages by near-infrared reflectance spectroscopy. *J. Sci. Food Agric.*, 82, 380-384. <https://doi.org/10.1002/jsfa.1050>
- Cozzolino D., Chree A., Scaife J.R., Murray I., 2005. Usefulness of Near-Infrared Reflectance (NIR) Spectroscopy and Chemometrics To Discriminate Fishmeal Batches Made with Different Fish Species. *J. Agric. Food Chem.* 2005, 53, 4459-4463. <https://doi.org/10.1021/jf050303i>
- Dale L.M., Thewis A., Boudry C., Rotar I., Păcurar F.S., Abbas O., Dardenne P., Baeten V., Pfister J., Fernández Pierna J.A., 2013. Discrimination of grassland species and their classification in botanical families by laboratory scale NIR hyperspectral imaging: Preliminary results. *Talanta*, 116, 149-154. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.05.006>



- De Alencar Figueiredo L.F., Davrieux F., Fliedel G., Rami J.F., Chantreau J., Deu M., Courtois B., Mestres C., 2006. Development of NIRS equations for food grain quality traits through exploitation of a core collection of cultivated sorghum. *J. Agric. Food Chem.*, 54, 8501-8509. <https://doi.org/10.1021/jf061054g>
- De Boever J.L., Cottyn B.G., Vanacker J.M., Boucqué Ch. V., 1997. Potential of solubility, enzymatic methods and NIRS to predict in situ rumen escape protein. *Netherl. J. Agric. Sci.*, 45, 291-306.
- De Boever J.L., Antoniewicz A.M., Boucqué Ch. V., 1998. Prediction of in situ rumen protein degradability of grass and lucerne by chemical composition or by NIRS. *J. Anim. Feed Sci.*, 7, 437-451. <https://doi.org/10.22358/jafs/69318/1998>
- Decruyenaere V., Lecomte P., Demarquilly C., Aufrère J., Dardenne P., Stilmant D., Buldgen A., 2009. Evaluation of green forage intake and digestibility in ruminants using near infrared reflectance spectroscopy (NIRS): Developing a global calibration. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 148, 138-156. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2008.03.007>
- De la Roza B., Martínez A., Santos B., González J., Gómez J., 1998. The estimation of crude protein and dry matter degradability of maize and grass silages by near infrared spectroscopy. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 6, 145-151. <https://doi.org/10.1255/jnirs.131>
- Demarquilly C., Chenost M., Giger S., 1995. Pertes fécales et digestibilité des aliments et des rations. In *Nutrition des ruminants domestiques. Ingestion et digestion*. Jarrige R., Ruckebusch Y., Demarquilly C., Farce M.H., Journet M. (Eds). 601-647. INRA Éditions, Paris, France.
- Dixon R., Coates D., 2009. Near infrared spectroscopy of faeces to evaluate the nutrition and physiology of herbivores. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 17, 1-31. <https://doi.org/10.1255/jnirs.822>
- Dykes L., Hoffmann L. Jr., Portillo-Rodriguez O., Rooney W.L., Rooney L.W., 2014. Prediction of total phenols, condensed tannins, and 3-deoxyanthocyanidins in sorghum grain using near-infrared (NIR) spectroscopy. *J. Cer. Sci.*, 60, 138-142. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2014.02.002>
- Fernández Pierna J.A., Baeten V., Dardenne P., 2006. Screening of compound feeds using NIR hyperspectral data. *Chemom. Intell. Lab. Syst.*, 84, 114-118. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2006.03.012>
- Ferrand-Calmels M., Palhière I., Brochard M., Leray O., Astruc J.M., Aurel M.R., Barbey S., Bouvier F., Brunshwig P., Caillat H., Douguet M., Faucon-Lahalle F., Gelé M., Thomas G., Trommenschlager J.M., Larroque H., 2014. Prediction of fatty acid profiles in cow, ewe, and goat milk by mid-infrared spectrometry. *J. Dairy Sci.*, 97, 17-35. <https://doi.org/10.3168/jds.2013-6648>
- Fontaine J., Hörr J., Schirmer B., 2001. Near-infrared reflectance spectroscopy enables the fast and accurate prediction of the essential amino acid contents in soy, rapeseed meal, sunflower meal, peas, fishmeal, meat meal products, and poultry meal. *J. Agric. Food Chem.*, 49, 57-66. <https://doi.org/10.1021/jf000946s>
- Foskolos A., Calsamiglia S., Chrenková M., Weisbjerg M. R., Albanell E., 2015. Prediction of rumen degradability parameters of a wide range of forages and non-forages by NIRS. *Animal*, 9, 1163-1171. <https://doi.org/10.1017/S1751731115000191>
- Foster J.G., Clapham W.C., Fedders J.M., 2006. Quantification of Fatty Acids in Forages by Near-Infrared Reflectance Spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 54, 3186-3192. <https://doi.org/10.1021/jf052398u>
- Gaidet N., 2005. Etude de la dynamique des populations d'ongulés en zone tropicale: contribution du modèle d'une population exploitée d'impalas (*Aepyceros melampus*). Thèse de doctorat, Lyon 1, Lyon, France.
- GANLAB, 2018. Grazing Animal Nutrition Laboratory, Center for Natural Resources Information Technology (CNRIT), Texas Agrilife Research, Temple, TX, USA.
- García-Olmo J., Pedro E. de Garrido-Varo A., Jiménez A., Salas J., Santolalla M., 2000. Fatty acids analysis of Iberian pig fat by near infrared spectroscopy (NIRS). In: Almeida J.A., Tirapicos Nunes J. (Eds.). *Tradition and innovation in Mediterranean pig production*. CIEAM, Zaragoza, Espagne. *Opt. Médit. Ser. A*, 41, 191-195.
- Garnsworthy P.C., Unal Y., 2004. Estimation of dry-matter intake and digestibility in group-fed dairy cows using near infrared reflectance spectroscopy. *Anim Sci.*, 79, 327-334. <https://doi.org/10.1017/S1357729800090184>
- Glasser T., Landau S., Ungar E.D., Perevolotsky A., Dvash L., Muklada H., Kababya D., Walker J.W., 2008. A fecal near-infrared reflectance spectroscopy-aided methodology to determine goat dietary composition in a Mediterranean shrubland. *J. Anim. Sci.*, 86, 1345-1356. <https://doi.org/10.2527/jas.2006-817>
- Hassoun P., Bastianelli D., Foulquié D., Bonnal L., Bocquier F., 2016. Polyethylene glycol marker measured with NIRS gives a reliable estimate of the rangeland intake of grazing sheep. *Animal*, 10, 771-778. <https://doi.org/10.1017/S1751731115002621>
- Hellwing A.L.F., Lund P., Weisbjerg M.R., Oudshoorn F.W., Munksgaard L., Kristensen T., 2015. Comparison of methods for estimating herbage intake in grazing dairy cows. *Livest. Sci.*, 176, 61-74. <https://doi.org/10.1016/j.livsci.2015.01.013>
- Karayilanli E., Cherney J.H., Sirois P., Kubinec D., Cherney D.J.R., 2016. Botanical Composition Prediction of Alfalfa-Grass Mixtures using NIRS: Developing a Robust Calibration. *Crop Sci.*, 56, 3361-3366. <https://doi.org/10.2135/cropsci2016.04.0232>
- Kneebone D.G., Dryden G.M., 2015. Prediction of diet quality for sheep from faecal characteristics: comparison of near-infrared spectroscopy and conventional chemistry predictive models. *Anim. Prod. Sci.*, 55, 1-10. <https://doi.org/10.1071/AN13252>
- Landau S., Glasser T., Muklada H., Dvash L., Perevolotsky A., Ungar E.D., Walker J.W., 2005. Fecal NIRS prediction of dietary protein percentage and in vitro dry matter digestibility in diets ingested by goats in Mediterranean scrubland. *Small Rum. Res.*, 59, 251-263. <https://doi.org/10.1016/j.smallrumres.2005.05.009>
- Landau S., Glasser T., Dvash L., 2006. Monitoring nutrition in small ruminants with the aid of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) technology: A review. *Small Rum. Res.*, 61, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.smallrumres.2004.12.012>
- Landau S., Giger-Reverdin S., Rapetti L., Dvash L., Dorléans M., Ungar E.D., 2008. Data mining old digestibility trials for nutritional monitoring in confined goats with aids of fecal near infra-red spectrometry. *Small Rum. Res.*, 77, 146-158. <https://doi.org/10.1016/j.smallrumres.2008.03.010>
- Landau S., Dvash L., Roudman M., Muklada H., Barkai D., Yehuda Y., Ungar E., 2016. Faecal near-IR spectroscopy to determine the nutritional value of diets consumed by beef cattle in east Mediterranean rangelands. *Animal*, 10, 192-202. <https://doi.org/10.1017/S175173111500169X>
- Li J., Li Q., Li D., Chen Y., Wang X., Yang W., Zhang L., 2016. Use of near-infrared reflectance spectroscopy for the rapid determination of the digestible energy and metabolizable energy content of corn fed to growing pigs. *J. Anim. Sci. Biotechnol.*, 7, 45. <https://doi.org/10.1186/s40104-016-0105-9>
- Liu Y., Chao K., Kim M.S., Tuschel D., Olkhovik O., Priore R.J., 2009. Potential of Raman Spectroscopy and Imaging Methods for Rapid and Routine Screening of the Presence of Melamine in Animal Feed and Foods. *Appl. Spectrosc.*, 63, 477-480. <https://doi.org/10.1366/000370209787944398>
- Locher F., Heuwinkel H., Gutser R., and Schmidhalter U., 2005. Development of near infrared reflectance spectroscopy calibrations to estimate legume content of multispecies legume-grass mixtures. *Agron. J.*, 97, 11-17. <https://doi.org/10.2134/agronj2005.0011>
- Lomborg C.J., Holm-Nielsen J.B., Oleskowicz-Popiel P., Esbensen K.H., 2009. Near infrared and acoustic chemometrics monitoring of volatile fatty acids and dry matter during co-digestion of manure and maize silage. *Bioresour. Technol.*, 100, 1711-1719. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.09.043>
- Lyons R.K., Stuth J.W., 1992. Fecal NIRS equations for predicting diet quality of free-ranging cattle. *J. Range Manag.*, 45, 238-244. <https://doi.org/10.2307/4002970>
- Maillard D., Bastianelli D., Tronchet M., Bonnal L., Cugnasse J.M., Marty E., Garel M., 2005. Evaluation de l'utilisation de la spectroscopie dans le proche infrarouge (SPIR) pour l'estimation de l'évolution de la qualité du régime alimentaire du mouflon. *Rapport Scientifique de l'ONCFS, Office National de la Chasse et de la Faune Sauvage*, Paris, France. 49-52.
- Masoero G., Sala G., Peiretti P.G., 2007. Development of near infrared (NIR) spectroscopy and electronic nose (EN) techniques to analyse the conservation quality of farm silages. *J. Food Agric. Environ.*, 5, 172-177.
- Meineri G., Peiretti P.G., Masoero G., 2009. Appraisal of ingestion and digestibility in growing rabbits using near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) of feeds and faeces. *Ital. J. Anim. Sci.*, 8, 75-82. <https://doi.org/10.4081/ijas.2009.75>

- Montes, J.M., Paul, C., Melchinger, A.E., 2007. Quality assessment of rapeseed accessions by means of near-infrared spectroscopy on combine harvesters. *Plant Breed.* 126, 329-330. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0523.2007.01360.x>
- Nicolai B.M., Beullens K., Bobelyn E., Peirs A., Saeyns W., Theron K.I., Lammertyn J., 2007. Nondestructive measurement of fruit and vegetable quality by means of NIR spectroscopy: A review. *Postharvest Biol Technol.*, 46, 99-118. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2007.06.024>
- Norris K.H., Hart J.R., 1965. Direct spectrometric determination of moisture content of grain and seeds, In: *Proc. Int. Symp. Humidity and Moisture (1963)*. Vol 4, Reinhold Publishing, New York, USA, 19-25.
- Norris K.H., Barnes R.F., Moore J.E., Shenk J.S., 1976. Predicting forage quality by near infrared reflectance spectroscopy. *J. Anim. Sci.*, 43, 889-897. <https://doi.org/10.2527/jas1976.434889x>
- Núñez-Sánchez N., Carrion D., Peña Blanco F., Domenech García V., Garzón Sigler A., Martínez-Marín A.L., 2016. Evaluation of botanical and chemical composition of sheep diet by using faecal near infrared spectroscopy. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 222, 1-6. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2016.09.010>
- O'Brien N.A., Hulse C.A., Friedrich D.M., Van Milligen F.J., Von Gunten M.K., Pfeifer F., Siesler H.W., 2012. Miniature near-infrared (NIR) spectrometer engine for handheld applications. *SPIE Defense, Security, and Sensing*, (International Society for Optics and Photonics), 8374, 837404-1-8374404-8.
- Piroux F., Dardenne P., 2000. Microscopie-NIR appliquée aux aliments du bétail. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 4, 226-232.
- Prieto N., Roehre R., Lavín P., Batten G., Andrés S., 2009. Application of near infrared reflectance spectroscopy to predict meat and meat products quality: A review. *Meat Sci.*, 83, 175-186. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2009.04.016>
- Reeves J.B., 2001. Near-Infrared Diffuse Reflectance Spectroscopy for the Analysis of Poultry Manures. *J. Agric. Food Chem.*, 49, 2193-2197. <https://doi.org/10.1021/jf0013961>
- Reeves J.B., McCarty G.W., Reeves V.B., 2001. Mid-infrared Diffuse Reflectance Spectroscopy for the Quantitative Analysis of Agricultural Soils. *J. Agric. Food Chem.*, 49, 766-772. <https://doi.org/10.1021/jf0011283>
- Saari H., Akujärvi A., Holmlund C., Ojanen H., Kaivosoja J., Nissinen A., Niemeläinen O., 2017. Visible, very near IR and short wave IR hyperspectral drone imaging system for agriculture and natural water applications. *Int. Arch. Photogramm. Remote Sens. Spatial Inf. Sci.*, XLII-3/W3, 165-170. <https://doi.org/10.5194/isprs-archives-XLII-3-W3-165-2017>
- Saeyns W., Darius P., Ramon H., 2004. Potential for On-Site Analysis of Hog Manure Using a Visual and near Infrared Diode Array Reflectance Spectrometer. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 12, 299-309. <https://doi.org/10.1255/jnirs.438>
- Schiborra A., Bulangb M., Berkc A., Susenbethd A., Schlecht E., 2015. Using faecal near-infrared spectroscopy (FNIRS) to estimate nutrient digestibility and chemical composition of diets and faeces of growing pigs. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 210, 234-242. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2015.10.011>
- Shenk J.S., Westerhaus M.O., Hoover M.R., 1979. Analysis of forages by infrared reflectance. *J. Dairy Sci.*, 62, 807-812. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(79\)83330-5](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(79)83330-5)
- Shenk J.S., Westerhaus M.O., Berzaghi P., 1997. Investigation of a local calibration procedure for near infrared instruments. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 5, 223-232. <https://doi.org/10.1255/jnirs.115>
- Silué N., Bastianelli D., Meuret M., Hassoun P., Jouven M., 2016. Functional classification by NIRS of plant parts selected by sheep on a shrubby rangeland. In: Kyriazopoulos A.P., López-Francos A., Porqueddu C., Sklavou P. (Eds). *Proc. 15<sup>th</sup> Meet. Mediterranean Sub-Network of the FAO-CIHEAM Int. Network Res. Dev. Pastures Fodder Crops*, 12-14/04/2016, Orestiada, Greece. *Option Méditerranéennes séries A*, n°114. 71-74.
- Sinnaeve G., Herman J.L., Baeten V., Sadaoui Y., Frankinet M., Dardenne P., 2004. Quality assessment of wheat and forage using diode array NIR instrument on the harvester. *Proceedings of the 11th International Conference on Near Infrared Spectroscopy: NIR-2003*, 6-11 April 2003, Cordoba, Spain.
- Sørensen L.K., 2004. Prediction of Fermentation Parameters in Grass and Corn Silage by Near Infrared Spectroscopy. *J. Dairy Sci.*, 87, 3826-3835. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(04\)73522-5](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(04)73522-5)
- Straebl M., 2015. Ventes de semences fourragères en mélange: quelles compositions et quelles tendances observe-t-on?, in: *Adaptation des prairies semées au changement climatique (actes colloque Climagie Metaprogramme ACCAF)*. Durand J., Enjalbert J., Hazard L., Litrico I., Picon-Cochard C., Prudhomme M.P., Volaire F. (Eds). Inra Poitiers, France.
- Stuth J., Jama A., Tolleson D., 2003. Direct and indirect means of predicting forage quality through near infrared spectroscopy. *Field Crop Res.*, 84, 45-56. [https://doi.org/10.1016/S0378-4290\(03\)00140-0](https://doi.org/10.1016/S0378-4290(03)00140-0)
- Świącz E., 2017. Alternative prediction methods of protein and energy evaluation of pig feeds. *J. Anim. Sci. Biotechnol.*, 8, 39. <https://doi.org/10.1186/s40104-017-0171-7>
- Thuriès L., Bastianelli D., Davrieux F., Bonnal L., Oliver R., Pansu M., Feller C., 2005. Prediction by Near Infrared Spectroscopy of the composition of plant raw materials from the organic fertiliser industry and of crop residues from tropical agrosystems. *J. Near Infrared Spectrosc.* 13, 187-199. <https://doi.org/10.1255/jnirs.537>
- Tilley J.M., Terry R.A., 1963. A two-stage technique for the in vitro digestion of forage crops. *J. Brit. Grassland Soc.*, 18, 104-111. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2494.1963.tb00335.x>
- Tran H., Salgado P., Tillard E., Dardenne P., Nguyen T., Lecomte P., 2010. "Global" and "Local" predictions of dairy diet nutritional quality using near infrared reflectance spectroscopy. *J. Dairy Sci.*, 93, 4961-4975. <https://doi.org/10.3168/jds.2008-1893>
- Valdes E.V., Leeson S., 1992a. Near Infrared Reflectance Analysis as a Method to Measure Metabolizable Energy in Complete Poultry Feeds. *Poult. Sci.*, 71, 1179-1187. <https://doi.org/10.3382/ps.0711179>
- Valdes E.V., Leeson S., 1992b. The use of NIRS to measure metabolizable energy in poultry feed ingredients. *Poult. Sci.*, 71, 1559-1563. <https://doi.org/10.3382/ps.0711559>
- Van Kempen, 1996. NIR technology: Can we measure amino acid digestibility and energy values? In: *Proc. 12<sup>th</sup> Ann. Carolina Swine Nutr. Conf.*, November 13<sup>th</sup> 1996.
- Ward A., Nielsen A.L., Møller H., 2011. Rapid Assessment of Mineral Concentration in Meadow Grasses by Near Infrared Reflectance Spectroscopy. *Sensors*, 11, 4830-4839. <https://doi.org/10.3390/s110504830>
- Waters C.J., Givens D.I., 1992. Nitrogen degradability of fresh herbage: Effect of maturity and growth type, and prediction from chemical composition and by near infrared reflectance spectroscopy. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 38, 335-349. [https://doi.org/10.1016/0377-8401\(92\)90023-Y](https://doi.org/10.1016/0377-8401(92)90023-Y)
- Yang Z., Han L., Wang C., Li J., Fernández Pierna J.A., Dardenne P., Baeten V., 2016. Detection of Melamine in Soybean Meal Using Near-Infrared Microscopy Imaging with Pure Component Spectra as the Evaluation Criteria. *J. Spectrosc.*, article 5868170. <https://doi.org/10.1155/2016/5868170>
- Yegani M., Korver D.R., 2012. Prediction of variation in energetic value of wheat for poultry. *Can. J. Anim. Sci.*, 92, 261-273. <https://doi.org/10.4141/cjas2011-114>
- Zijstra R.T., Swift M.L., Wang L.F., Scott T.A., Edney M.J., 2011. Near infrared reflectance spectroscopy accurately predicts the digestible energy content of barley for pigs. *Can. J. Anim. Sci.*, 91, 301-304. <https://doi.org/10.4141/cjas10063>

## Résumé

Le pilotage des systèmes d'élevage en vue d'une optimisation technique, économique et environnementale passe par une formulation des rations de plus en plus précise et nécessite donc une connaissance fine des aliments consommés par les animaux. La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR), utilisée de façon croissante depuis les années 1960, est une technique analytique permettant de caractériser

rapidement des échantillons d'aliments ou de fourrages. Les premières applications concernaient la composition chimique des fourrages, mais il est également possible de développer des étalonnages pour une estimation de la valeur nutritive et de l'ingestion. Au-delà de ces mesures directes sur l'aliment, la SPIR peut être appliquée sur les fèces afin de caractériser l'alimentation d'animaux sur parcours. Le traitement conjoint des spectres des aliments et des fèces peut donner une vision de l'utilisation réellement faite des aliments par les animaux. D'autres utilisations possibles de la SPIR comme la traçabilité ou la classification des aliments ainsi que la reconnaissance botanique des végétaux dans les prairies sont aussi décrites. Les développements techniques actuels, et notamment la miniaturisation des spectromètres, permettent d'amener les instruments sur le terrain pour produire l'information au plus près de son utilisation. D'autres techniques spectroscopiques alternatives ou complémentaires à la SPIR comme la spectroscopie dans le moyen infrarouge, la spectroscopie Raman ou l'imagerie hyperspectrale permettront d'autres conditions de mesures et d'autres applications.

## Abstract

### **Near-infrared spectrometry for the characterization of feed resources**

*The management of livestock systems for technical, economic and environmental optimization requires an increasingly accurate formulation of rations and therefore a detailed knowledge on the feeds consumed by animals. Near-infrared spectrometry (NIRS), which has been used increasingly since the 1960s, is an analytical technique that allows rapid characterization of feeds or forage samples. The first applications developed were on the chemical composition of the feeds, but it is also possible to develop calibrations for the estimation of the nutritional value and the feed intake. Beyond these direct measurements on the feed, NIRS can also be applied to faeces to characterize the feeding of animals on rangelands. Joint consideration of feed and feces spectra can give a picture of how animals actually use feeds. Other possible uses of NIRS such as traceability or feed classification and botanical recognition of plants in grasslands are also described. The current technical developments, and in particular the miniaturization of spectrometers, make it possible to bring the instruments on the field to produce information as close as possible to its use. Other spectroscopic techniques that are alternative or complementary to NIRS such as mid-infrared spectroscopy, Raman spectroscopy or hyperspectral imaging will allow other measurement conditions and other applications.*

BASTIANELLI D., BONNAL L., BARRE P., NABENEZA S., SALGADO P., ANDUEZA D., 2018. La spectrométrie dans le proche infrarouge pour la caractérisation des ressources alimentaires. In : Ressources alimentaires pour les animaux d'élevage. Baumont R. (Ed). Dossier, INRA Prod. Anim., 31, 237-254.

<https://doi.org/10.20870/productions-animales.2018.31.2.2330>