

anses

agence nationale de sécurité sanitaire
alimentation, environnement, travail



Connaître, évaluer, protéger

Contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois

Avis de l'Anses
Rapport d'expertise collective

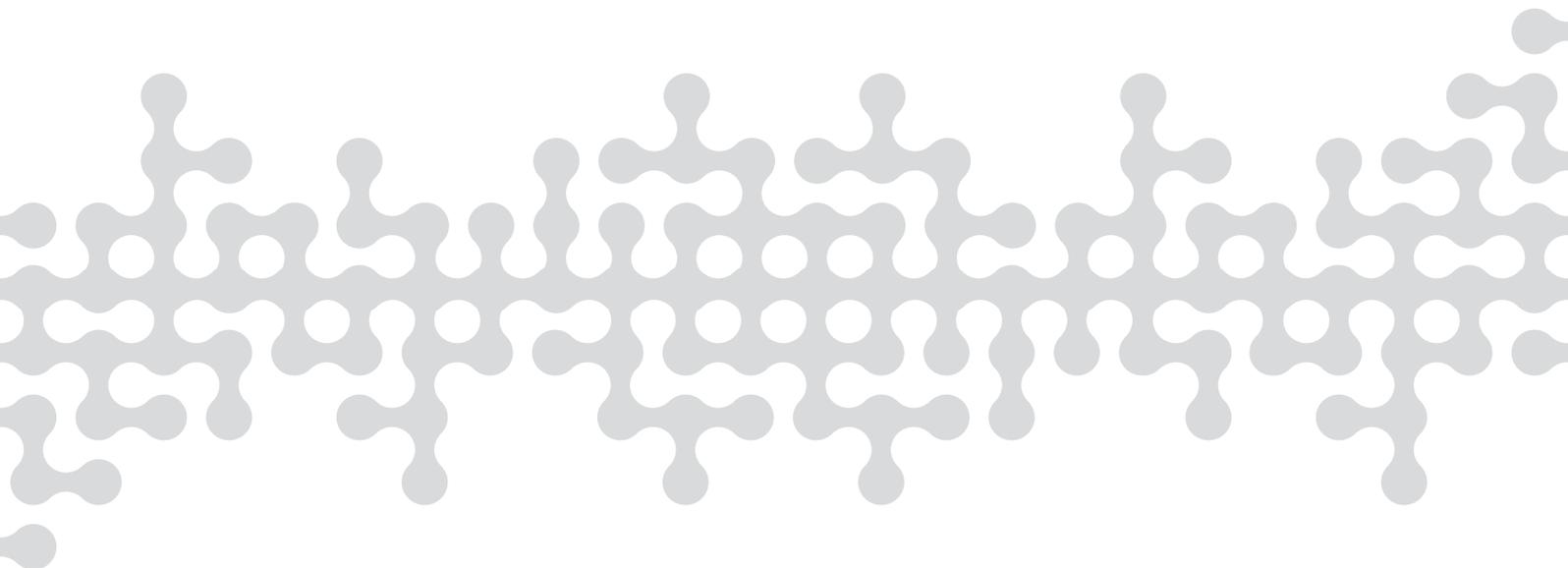
Juillet 2019 - Édition scientifique



Évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15

Avis de l'Anses
Rapport d'expertise collective

Juillet 2019 - Édition scientifique



Le directeur général

Maisons-Alfort, le 19 juillet 2019

AVIS
de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation,
de l'environnement et du travail

relatif à « l'évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15 »

L'Anses met en œuvre une expertise scientifique indépendante et pluraliste.

L'Anses contribue principalement à assurer la sécurité sanitaire dans les domaines de l'environnement, du travail et de l'alimentation et à évaluer les risques sanitaires qu'ils peuvent comporter.

Elle contribue également à assurer d'une part la protection de la santé et du bien-être des animaux et de la santé des végétaux et d'autre part à l'évaluation des propriétés nutritionnelles des aliments.

Elle fournit aux autorités compétentes toutes les informations sur ces risques ainsi que l'expertise et l'appui scientifique technique nécessaires à l'élaboration des dispositions législatives et réglementaires et à la mise en œuvre des mesures de gestion du risque (article L.1313-1 du code de la santé publique).

Ses avis sont publiés sur son site internet.

L'Anses a été saisie le 12 novembre 2018 par la Direction Générale de l'Alimentation pour la réalisation de l'expertise suivante : évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15.

1. CONTEXTE ET OBJET DE LA SAISINE

L'institut technologique Forêt, Cellulose, Bois Construction, Ameublement (FCBA) a été missionné et financé de 2014 à 2017 par le Ministère en charge de l'Agriculture pour mettre au point un outil de contrôle de conformité de l'application du traitement thermique, dans le respect de la norme de la FAO sur les matériaux d'emballages en bois utilisés dans le commerce international, ou norme internationale pour les mesures phytosanitaires n°15 (NIMP15). Ce traitement est exigé pour l'export du bois d'emballage, ainsi que pour l'import en provenance de pays extérieurs à l'Union européenne. Si la norme autorise plusieurs types de traitements (diélectrique, chimique ou thermique), le traitement à la chaleur est le plus utilisé et le seul autorisé à la mise en œuvre en France.

Pour les services de l'Etat, le développement d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur NIMP15 vise à donner aux services de contrôles les moyens de vérifier, au-delà de l'inspection visuelle de la marque ou du certificat, que les emballages en bois venant d'un autre pays ont été traités à la chaleur conformément aux exigences de la norme NIMP15, en particulier lorsqu'ils viennent d'une zone infestée.

Pour les professionnels de l'emballage, l'enjeu est tout aussi important, puisqu'il s'agit d'éviter que les consommateurs se tournent vers des matériaux autres que le bois.

L'outil développé par le FCBA utilise la spectrométrie proche infra-rouge. La mesure est effectuée en deux temps : la reconnaissance de l'essence de bois, puis le contrôle du traitement à la chaleur. Actuellement, les modèles établis ne sont valables que dans le champ d'application défini par les variables des données d'entrée du modèle :

- Essence : peupliers robusta ou Beaupré et pins maritime, sylvestre et radiata ;
- Durée de stockage : de 1 à 6 mois ;
- Conditions de traitement : cellule de séchage.

Le modèle de prédiction, dans plus de la moitié des cas, fournit une aide à la décision, grâce à une fiabilité estimée entre 70 et 80%.

Dans la perspective d'identifier les clés de succès du déploiement outil de contrôle de conformité de l'application du traitement thermique (NIMP 15), les questions suivantes seront examinées :

- Analyse des résultats obtenus,
- Analyse de l'efficacité de la méthode et des techniques mobilisées,
- Opportunités et limites du déploiement de l'outil, comme aide à la décision pour les inspecteurs phytosanitaires en particulier dans les points d'entrée communautaires, ou pour la certification des entreprises apposant le marquage,
- Recommandations méthodologiques pour une poursuite de l'étude (palettes traitées et stockées depuis plus de 6 mois, autres essences, autres types de traitements thermiques...).

2. ORGANISATION DE L'EXPERTISE

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

L'expertise relève du domaine de compétences du comité d'experts spécialisé (CES) « Risques Biologiques pour la Santé des Végétaux ». L'Anses a confié l'expertise à plusieurs rapporteurs externes. Les travaux ont été présentés au CES entre les mois de janvier et juillet 2019 et portent tant sur les aspects méthodologiques que scientifiques. Ils ont été adoptés par le CES « Risques Biologiques pour la Santé des Végétaux » réuni le 9 juillet 2019.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont publiées sur le site internet de l'Anses (www.anses.fr).

Une visite de démonstration de l'outil développé par le FCBA a été organisée par la Direction Générale de l'Alimentation (DGAI) à l'aéroport Charles-de-Gaulle à Roissy-en-France le 4 décembre 2018.

3. ANALYSE ET CONCLUSIONS DU CES

La thématique de la recherche présentée dans le rapport s'inscrit dans un contexte général de gestion durable des biens et services procurés par la forêt. Le groupe de travail tient de plus à souligner l'intérêt de l'étude menée et du rapport fourni par le FCBA. Néanmoins, pour l'ensemble des experts du groupe, la méthode de diagnostic proposée n'est à ce stade pas suffisamment robuste pour pouvoir être utilisée dans un contrôle officiel. En outre, sur base des résultats de l'étude et des connaissances scientifiques actuelles, rien ne permet d'affirmer qu'il sera un jour possible de poser des diagnostics atteignant des niveaux de fiabilité compatibles avec la possibilité d'utilisation pratique de l'outil de contrôle, que ce soit dans le cadre d'un contrôle phytosanitaire de bois entrant dans un territoire ou de la certification d'une entreprise appliquant le marquage NIMP15. Le pourcentage de spectres classés correctement à l'aide de la spectroscopie en proche infrarouge (SPIR) (actuellement entre 65 et 80 % selon les conditions expérimentales testées) risque de surcroît de diminuer avec la diversité des cas de figures tels que rencontrés dans la pratique (diversification des essences, des conditions de stockage, du matériel de mesures, etc.).

Ceci étant, si les recherches relatives à l'utilisation de la SPIR dans le cadre du contrôle du traitement NIMP15 venaient à être poursuivies, plusieurs aspects nécessiteraient d'être étudiés de manière plus approfondie en vue de tenter de réduire le pourcentage de classifications erronées. Trois objectifs pourraient notamment être visés dans une étude complémentaire :

- Objectif 1 : Fournir les éléments de réponses aux questions soulevées au point 2.5 de ce rapport (données de répétabilité et de reproductibilité; impact de la présence de copeaux et de sciure; influence des modalités de forage et de l'humidité du bois; utilité de la zone spectrale dans le visible; mesure aléatoire des échantillons) ;
- Objectif 2 : Approfondir l'exploitation des données générées dans la présente étude, notamment via l'utilisation :
 - o d'autres algorithmes d'analyse multivariée (e.g. ANN, SVM) ;
 - o d'autres schémas de validation, notamment la validation croisée en mettant dans le jeu de données de validation l'entièreté des spectres issus d'un même lot ou d'une même pièce de bois.
- Objectif 3 : Réalisation d'études complémentaires en vue de préciser le potentiel de la méthodologie proposée avec la recherche de différences de composition chimique du bois potentiellement observables en SPIR résultant du traitement à 56 °C pendant 30 minutes.

4. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS DE L'AGENCE

L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail endosse les conclusions du groupe de travail et du CES et recommande que l'outil de contrôle de vérification de la conformité à la NIMP15 de matériaux de bois développé par le FCBA ne soit pas utilisé dans le cadre de contrôle réglementaire avant que sa fiabilité et sa robustesse ne soient améliorées. En effet, en fonction des conditions expérimentales testées, le taux de réussite du diagnostic de l'existence d'un traitement thermique préalable, conforme aux requis de la norme NIMP15 se situe entre 65 et 80 %. De plus, une part importante des erreurs de diagnostic concerne des cas où le traitement n'a pas été effectué (le test indiquant qu'il l'a été), ce qui n'est pas satisfaisant compte tenu des risques associés à la diffusion du nématode du pin et de son insecte vecteur.

Par ailleurs, si les travaux d'amélioration de l'outil sont poursuivis, il serait souhaitable que les objectifs cités dans les conclusions du groupe de travail et du CES soient poursuivis.

Dr Roger Genet

MOTS-CLES

NIMP 15, traitement thermique, palette, Nématode du pin et contrôle
ISPM 15, heat treatment, pallet, pinewood nematode, control

Saisine relative à l'évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15

Saisine « n° 2018-SA-0245 Contrôle NIMP 15 »

RAPPORT d'expertise collective

« Comité d'experts spécialisé Risques Biologiques pour la Santé des Végétaux »

Juillet 2019

Mots clés

NIMP 15, traitement thermique, palette, spectroscopie proche infrarouge et contrôle

ISPM 15, heat treatment, pallet, near infrared spectroscopy, control

Présentation des intervenants

PRÉAMBULE : Les experts membres de comités d'experts spécialisés, de groupes de travail ou désignés rapporteurs sont tous nommés à titre personnel, *intuitu personae*, et ne représentent pas leur organisme d'appartenance.

RAPPORTEURS

M. Vincent BAETEN – Directeur scientifique, CRA-W (Belgique), spectrométrie proche infrarouge.
M. Jean-Marc HENIN – Attaché, Laboratoire de technologie du bois, SPW direction agriculture, ressources naturelles et environnement (Belgique), technologie du bois.
M. David MAKOWSKI – Directeur de recherche, INRA, statistique et modélisation.

.....

COMITÉ D'EXPERTS SPÉCIALISÉ

Les travaux, objets du présent rapport ont été suivis et adoptés par le CES suivant :

- CES Risques Biologiques pour la Santé des Végétaux – septembre 2018 – septembre 2021

Président

M. Thomas LE BOURGEOIS – Directeur de recherche, CIRAD, Malherbologie

Membres

Mme Marie-Hélène BALESSENT – Directrice de recherche, INRA, Mycologie
Mme Françoise BINET – Directrice de recherche, CNRS, Ecologie fonctionnelle
M. Antonio BIONDI – Chercheur, Université de Catane, Entomologiste
M. Philippe CASTAGNONE – Directeur de recherche, INRA, Nématologie
Mme Péninna DEBERDT – Chargé de recherche, CIRAD, Phytopathologie
M. Nicolas DESNEUX – Directeur de recherche, INRA, Écotoxicologie
Mme DESPREZ LOUSTAU – Directrice de recherche, INRA, Mycologie
M. Abraham ESCOBAR-GUTIERREZ – Directeur de recherche, INRA, Agronomie
M. Laurent GENTZBITTEL – Professeur, ENSAT, Génétique de l'interaction plante microorganisme
M. Hervé JACTEL – Directeur de recherche, INRA, entomologiste forestier
M. David MAKOWSKI – Directeur de recherche, INRA, Agronomie
M. Arnaud MONTY – Professeur, Université de Liège, Écologie des plantes envahissantes
Mme Maria NAVAJAS – Directrice de recherche, INRA, Acarologie

M. Xavier NESME – Ingénieur de recherche, INRA, Bactériologie

M. Stéphan STEYER – Attaché scientifique, CRA-W, Virologie

M. Éric VERDIN – Ingénieur de recherche, INRA, Virologie

M. François VERHEGGEN – Professeur, Université de Liège, Entomologie

M. Thierry WETZEL – DLR Rheinpfalz, Institute of Plant Protection, Virologie

.....

PARTICIPATION ANSES

Coordination scientifique

M. Xavier TASSUS – Coordinateur scientifique d'expertise – Anses

SOMMAIRE

Présentation des intervenants	3
Sigles et abréviations	6
Liste des figures	6
1 Contexte, objet et modalités de réalisation de l'expertise.....	7
1.1 Contexte.....	7
1.2 Objet de la saisine.....	7
1.3 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation.....	8
1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts.	8
2 Évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15	9
2.1 Objectif.....	9
2.2 Protocoles expérimentaux.....	9
2.2.1 Expérimentation sur des échantillons de bois (expérimentation 1)	9
2.2.2 Expérimentation sur palettes industrielles (expérimentation 2)	10
2.3 Analyse des données.....	11
2.4 Taux de spectres bien classés	12
2.4.1 Résultats obtenus avec l'expérimentation 1	12
2.4.2 Résultats obtenus avec l'expérimentation 2	12
2.5 Opportunité et limites du déploiement de l'outil comme aide à la décision	12
3 Conclusions du groupe de travail	15
4 Bibliographie.....	16
4.1 Publications.....	16
4.2 Normes.....	16
ANNEXES	17
Annexe 1 : Lettre de saisine.....	18
Annexe n 2: Rapport FCBA	20

Sigles et abréviations

ANN : Artificial neural network / Réseau de neurones artificiels

DGAI : Direction générale de l'alimentation

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture

FCBA : institut technologique forêt cellulose bois-construction ameublement

NIMP15 : norme internationale pour les mesures phytosanitaires 15, réglementation des matériaux d'emballage dans le commerce international

Régression PLS : Partial Least Squares / Régression des moindres carrés partiels

SPIR : spectroscopie dans le proche infrarouge

SVM : Support vector machine / machines à vecteurs de support

Liste des figures

Figure 1 : Principales caractéristiques de l'expérimentation sur des échantillons de bois _____ 10

1 Contexte, objet et modalités de réalisation de l'expertise

1.1 Contexte

L'institut technologique Forêt, Cellulose, Bois Construction, Ameublement (FCBA) a été missionné et financé de 2014 à 2017 par le Ministère en charge de l'Agriculture pour mettre au point un outil de contrôle de conformité de l'application du traitement thermique, dans le respect de la norme de la FAO sur les matériaux d'emballages en bois utilisés dans le commerce international, ou norme internationale pour les mesures phytosanitaires n°15 (NIMP15). Ce traitement est exigé pour l'export du bois d'emballage, ainsi que pour l'import en provenance de pays extérieurs à l'Union européenne. Si la norme autorise plusieurs types de traitements (diélectrique, chimique ou thermique), le traitement à la chaleur est le plus utilisé et le seul autorisé à la mise en œuvre en France.

Pour les services de l'Etat, le développement d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur NIMP15 vise à donner aux services de contrôles les moyens de vérifier, au-delà de l'inspection visuelle de la marque ou du certificat, que les emballages en bois venant d'un autre pays ont été traités à la chaleur conformément aux exigences de la norme NIMP15, en particulier lorsqu'ils viennent d'une zone infestée.

Pour les professionnels de l'emballage, l'enjeu est tout aussi important, puisqu'il s'agit d'éviter que les consommateurs se tournent vers des matériaux autres que le bois.

L'outil développé par le FCBA utilise la spectrométrie proche infra-rouge. La mesure est effectuée en deux temps : la reconnaissance de l'essence de bois, puis le contrôle du traitement à la chaleur. Actuellement, les modèles établis ne sont valables que dans le champ d'application défini par les variables des données d'entrée du modèle :

- Essence : peupliers robusta ou Beaupré et pins maritime, sylvestre et radiata ;
- Durée de stockage : de 1 à 6 mois ;
- Conditions de traitement : cellule de séchage.

Le modèle de prédiction, dans plus de la moitié des cas, fournit une aide à la décision, grâce à une fiabilité estimée entre 70 et 80 %.

1.2 Objet de la saisine

Dans la perspective d'identifier les clés de succès du déploiement d'un outil de contrôle de conformité de l'application du traitement thermique (NIMP 15), les questions suivantes seront examinées :

- Analyse des résultats obtenus,
- Analyse de l'efficacité de la méthode et des techniques mobilisées,
- Opportunités et limites du déploiement de l'outil, comme aide à la décision pour les inspecteurs phytosanitaires en particulier dans les points d'entrée communautaires, ou pour la certification des entreprises apposant le marquage,

- Recommandations méthodologiques pour une poursuite de l'étude (palettes traitées et stockées depuis plus de 6 mois, autres essences, autres types de traitements thermiques...).

1.3 Modalités de traitement : moyens mis en œuvre et organisation

L'Anses a confié au comité d'experts spécialisé (CES) « Risques Biologiques pour la Santé des Végétaux » l'instruction de cette saisine.

Les travaux d'expertise des rapporteurs ont été soumis régulièrement au CES (tant sur les aspects méthodologiques que scientifiques). Le rapport produit par les rapporteurs tient compte des observations et éléments complémentaires transmis par les membres du CES.

Ces travaux sont ainsi issus d'un collectif d'experts aux compétences complémentaires.

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – prescriptions générales de compétence pour une expertise (mai 2003) ».

Une visite de démonstration de l'outil développé par le FCBA a été organisée par la Direction Générale de l'Alimentation (DGAI) le 4 décembre 2018 à l'aéroport Charles de Gaulle à Roissy-en-France à laquelle l'Anses et un expert du groupe de travail a pu participer.

1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont publiées sur le site internet de l'agence (www.anses.fr).

2 Évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP 15

2.1 Objectif

Le rapport FCBA (Annexe 2) présente les résultats de deux expérimentations dont l'objectif est d'évaluer un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP15 (traitement à 56°C pendant 30min). La première expérimentation a été réalisée sur des chevrons de bois et la seconde sur des palettes.

L'outil proposé est basé sur un modèle statistique calculant la probabilité que l'emballage en bois ait reçu un traitement conforme à la norme NIMP15 à partir de mesures de réflectance. Ce modèle utilise en entrée un spectre de réflectance obtenu à l'aide d'un spectromètre proche infrarouge et composé de 2151 valeurs de réflectance correspondant à différentes longueurs d'onde entre 350 et 2500nm. D'un point de vue pratique, l'utilisateur de l'outil doit identifier les essences de bois des échantillons à tester, mesurer des spectres proche infrarouge sur ces chevrons, puis utiliser le modèle statistique pour évaluer la probabilité que les bois aient effectivement reçu un traitement par la chaleur conforme à la norme.

Les expérimentations conduites par le FCBA ont produit un grand nombre de spectres à la fois pour des chevrons de bois de pin et de peuplier traités selon la norme NIMP15 et pour des chevrons n'ayant pas reçu un traitement conforme (température trop faible et/ou durée trop courte). Les résultats ont permis aux auteurs de calibrer leur modèle statistique, puis d'évaluer sa capacité à discriminer les échantillons de bois ayant reçu ou non un traitement par la chaleur conforme à la norme NIMP15.

Les auteurs du rapport FCBA ayant utilisé le terme « échantillon » à la place de « chevron », nous utiliserons leur terminologie dans la suite du rapport.

2.2 Protocoles expérimentaux

2.2.1 Expérimentation sur des échantillons de bois (expérimentation 1)

La première expérimentation a été réalisée sur 33 lots « pin » et 34 lots « peuplier » (Figure 1). Chaque lot est composé de 50 échantillons de bois, chaque échantillon mesurant 6x6x60 cm. Un lot « pin » est composé de 25 échantillons de pin maritime, de 12 échantillons de pin sylvestre, et de 13 échantillons de pin radiata. Un lot « peuplier » est composé de 25 échantillons d'un clone dit « lourd » et de 25 échantillons d'un clone dit « léger ».

Les lots ont été répartis selon 33 modalités (« cycles ») de traitement par la chaleur : 18 modalités conformes à la norme NIMP15 et 15 modalités non conformes. Chaque modalité est caractérisée par une combinaison spécifique « température de consigne*vitesse de montée en température*durée » (voir tableau 3 p10 du rapport FCBA). La température a été contrôlée au cœur du bois toutes les minutes.

Après le traitement thermique, les 50 échantillons de chaque lot ont été répartis en trois sous-lots correspondant à trois modalités de stockage différents : intérieur, extérieur, extérieur sous abri. Les trois espèces de pin et les deux clones de peuplier ont chacun été alloués à ces trois types de stockage.

Un spectre proche infrarouge a été mesuré à huit dates différentes sur chaque échantillon de chaque lot (trois répétitions à chaque date sur chaque échantillon) : une fois avant le traitement par la chaleur, une fois dans les 48 heures après le traitement, puis une fois par mois pendant les 6 mois suivant le traitement.

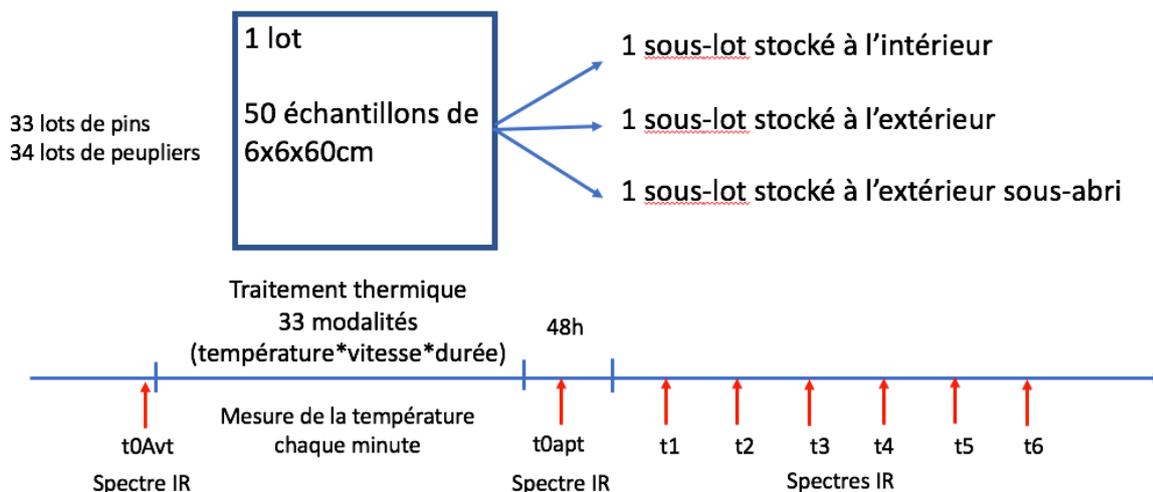


Figure 1 : Principales caractéristiques de l'expérimentation sur des échantillons de bois

2.2.2 Expérimentation sur palettes industrielles (expérimentation 2)

Des mesures de spectre ont été réalisées sur des palettes de résineux et de peuplier ayant subi soit un traitement conforme (10 palettes de résineux et 10 palettes de peuplier), soit aucun traitement (10 palettes de résineux, 5 palettes de peuplier), soit un traitement non conforme (5 palettes de résineux, 5 palettes de peuplier).

Six modalités de traitement thermique * durée de stockage ont été considérées. Deux de ces modalités correspondent à des situations non traitées. Selon la modalité, des mesures ont été réalisées soit juste après le traitement (1 semaine ou moins), soit au bout d'un mois ou plus. Chaque mesure a été répétée trois fois. L'expérimentation a été réalisée pendant deux campagnes mais il n'y a pas de précision sur les caractéristiques de ces campagnes dans le rapport (on ne sait pas en particulier si les palettes sont les mêmes ou si elles sont différentes).

Le nombre total de palettes reporté dans le tableau 4 (p13) du rapport est de 30, mais le nombre total de palettes réellement suivies n'est pas précisément indiqué car certaines données sont manquantes et les auteurs disent avoir réalisé deux campagnes de mesures.

Les auteurs ont mesuré 1287 spectres de résineux et 483 spectres de peupliers dans cette expérimentation. En comptant 3 répétitions et 2 campagnes de mesures, le nombre total de spectres est égal à seulement $30 \times 6 = 180$ pour chaque essence de bois. Comme les auteurs indiquent que certains traitements n'ont pu être réalisés, le nombre total de spectres devrait théoriquement être inférieur à 180. Mais le nombre de spectres disponibles est en fait bien plus élevé car des mesures ont été collectées sur plusieurs éléments de chaque palette.

2.3 Analyse des données

Des régressions PLS (Partial Least Square) ont été réalisées à partir des données collectées dans l'expérimentation 1 afin de calculer la probabilité de conformité du traitement en fonction des mesures de réflectance. Ce type de modèle statistique est couramment utilisé pour tenir compte des corrélations entre les variables explicatives de la régression. Il est bien adapté à l'analyse des spectres car les réflectances d'un spectre sont souvent fortement corrélées entre elles. Le principe de la PLS est de réaliser des régressions sur des combinaisons linéaires des variables initiales (ici, des mesures de réflectance) en choisissant ces combinaisons linéaires (appelées « composantes ») de manière à ce qu'elles soient orthogonales entre elles et corrélées à la variable de réponse. Cependant, peu de détails sont fournis par les auteurs concernant les méthodes statistiques utilisées, notamment sur la procédure de sélection des modèles (notamment le nombre de composantes retenues dans la régression PLS) et les logiciels/packages utilisés.

Les échantillons de l'expérimentation 1 ont été répartis en deux groupes (50 %/50 %), un groupe d'échantillons pour la calibration du modèle, un autre pour la validation du modèle. Le groupe de validation a été utilisé par les auteurs pour estimer le pourcentage de spectres bien classés en distinguant plusieurs situations (résineux vs. peuplier, dates de mesures, types de stockage, conforme vs. non-conforme).

Les spectres de l'expérimentation 2 n'ont pas été utilisés pour calibrer le modèle mais pour la validation uniquement. Des pourcentages de spectres bien classés ont ainsi été calculés pour les palettes suivies dans l'expérimentation 2 à partir du modèle calibré sur les données de l'expérimentation 1.

La démarche suivie par les auteurs est globalement pertinente mais plusieurs aspects de cette analyse pourraient être améliorés :

- Réaliser une validation croisée plutôt qu'une validation basée sur la séparation des échantillons en deux groupes. L'approche retenue par les auteurs (50% des échantillons pour la calibration et 50% pour la validation) est intéressante mais a deux inconvénients : (i) elle ne permet pas de savoir si les résultats auraient été différents si les deux groupes avaient été inversés, (ii) elle réduit considérablement le nombre de données disponibles pour la calibration ce qui peut avoir un effet sur la performance du modèle.
- Réaliser la validation en séparant les lots utilisés pour la calibration de ceux utilisés pour la validation, afin de tenir compte d'une éventuelle corrélation entre les échantillons d'un même lot. D'après la procédure décrite dans le rapport, il semble possible que des échantillons d'un même lot soient présents à la fois dans le groupe de calibration et dans celui de validation, ce qui peut conduire à une vision trop optimiste des performances du modèle s'il existe un effet « lot » sur les observations.
- Expliquer comment les composantes de la régression PLS ont été sélectionnées (ou préciser que toutes les composantes ont été utilisées le cas échéant). Combien de composantes ont été retenues ? Sur quel critère ?
- Tester d'autres méthodes que la régression (ex : machine learning).
- Clarifier les nombres de palettes utilisées pour évaluer le modèle proposé (expérimentation 2). Ces nombres ne sont pas clairement indiqués dans le rapport. Certaines informations sont présentées dans la partie décrivant la méthode et d'autres dans la partie décrivant les résultats, mais globalement le nombre de palettes suivies reste incertain.

2.4 Taux de spectres bien classés

2.4.1 Résultats obtenus avec l'expérimentation 1

Sur résineux, le test du meilleur modèle (modèle 2-3 dans le rapport du FCBA) sur l'ensemble des spectres du groupe validation conduit à un taux d'erreur de classement de 17,1 % en moyenne (15,6 % de faux conformes, et 18,6 % de faux non-conforme). Cependant ce modèle nécessite une estimation préalable de la période de mesure (pas précisément définie dans le rapport mais vraisemblablement égale à la période de temps entre la date de traitement et la date de mesure). Sans cette estimation, un modèle calibré sur toutes les périodes (modèle 1 dans le rapport) peut être utilisé mais son taux d'erreur de classement est plus élevé : 29 % en moyenne sur l'ensemble des spectres du groupe de validation (25,6 % de faux conforme et 32,4 % de faux non conforme).

Sur peuplier, le test du modèle sur l'ensemble des spectres du groupe validation conduit à un taux d'erreur de classement de 19,4 % en moyenne (18,4 % de faux conforme, et 20,4 % de faux non-conforme).

Les auteurs semblent avoir pu diminuer le taux d'erreurs de classement en ne sélectionnant qu'une partie des spectres, mais la règle de classement proposée dans ce cas n'est pas totalement claire et cette procédure réduit le champ d'application de la méthode proposée puisque seule une partie des spectres sont classés (42 % et 62 % des spectres résineux et peuplier, respectivement).

2.4.2 Résultats obtenus avec l'expérimentation 2

Sur résineux, 18 palettes sur 25 sont correctement classées (taux d'erreur de 28 %, avec notamment 5 palettes classées conformes alors qu'elles n'ont pas été traitées) et 68 % des spectres sont correctement classés (taux d'erreur de 32 %).

Sur peuplier, la procédure proposée par les auteurs (qui nécessite que les spectres collectés sur une palette soient à la fois proches de spectres de référence et concordants entre eux) ne permet de classer que 50 % des palettes. Sur ce sous-ensemble de palettes, 78 % sont correctement classées (taux d'erreur de 22 % sur 23 palettes classées, dont 3 palettes sur 14 classées conformes alors qu'elles ne le sont pas, d'après le tableau 13 P 25 du rapport du FCBA). Au niveau des spectres, 63 % des spectres collectés sur les palettes sont correctement classés (taux d'erreur de 37 %).

2.5 Opportunités et limites du déploiement de l'outil comme aide à la décision

Un problème majeur de la méthode réside dans le fait que les bases physico-chimiques du diagnostic (conforme ou pas) ne sont pas clairement identifiées. La spectroscopie dans le proche infrarouge est utilisée pour doser un composé dans un matériau (ex. : teneur en sucre dans des pommes). Pour ce faire, une courbe de calibration doit être établie afin de relier les teneurs en composé mesurées sur des échantillons et certaines caractéristiques des spectres obtenus. Lors de la présentation de l'outil le 4 décembre 2018, il a été souligné que les températures auxquelles le bois est soumis dans le cadre du traitement thermique NIMP15 (c'est-à-dire de l'ordre de 56-60°C au cœur du bois, et jusqu'à 70-80°C en périphérie) n'engendrent a priori pas de dénaturation des composants principaux du bois que sont la cellulose, la lignine et les hémicelluloses. Selon Navi & Heger (2005), ces composants représentent respectivement, en fonction des essences et des individus, de 40 à 50 %, de 20 à 30 % et de 25 à 35 % de la masse du bois. En particulier, les hémicelluloses, dont la composition chimique est très variable d'une essence à l'autre et qui sont

en outre plus sensibles à la chaleur que la cellulose et la lignine, ne commencent à se dénaturer qu'au-delà de 120°C (Navi & Heger 2005). Dans ces conditions, le renvoi d'un spectre proche infrarouge différent par des bois conformes ou non-conformes à la NIMP15 pose question. Ainsi qu'il a été mentionné par M. Robert (chef du projet examiné au FCBA) lors de la visite de démonstration de l'outil organisée par la DGAI, on peut supposer que des composants « secondaires » du bois, communément appelés « extractibles », puissent être impactés par le traitement thermique (ils présentent en effet une résistance moindre à la chaleur – Navi & Heger 2005) et que la signature spectrale du matériau s'en trouve modifiée. Cependant, si tel est bien le cas, le fait que ce(s) composé(s) ne soit (soient) pas identifié(s) est problématique, notamment parce que cela entrave les possibilités d'amélioration de l'outil. D'autre part, ainsi que mentionné ci-dessus, la composition chimique du bois en général et la teneur en un extractible en particulier est extrêmement variable, non seulement au sein d'une essence, mais a fortiori entre essences différentes. La possibilité de discriminer, avec un niveau de probabilité suffisamment élevé¹, des sciages sur la base de la conformité (ou non) du traitement NIMP15 qu'ils ont subi repose donc sur une hypothèse (teneur initiale d'un ou plusieurs composé(s) identique dans tous les bois non traités, quelle que soit l'essence) qui semble extrêmement fragile.

Ainsi qu'évoqué à divers endroits du rapport (cf. P 13 et 22 du rapport du FCBA), le fait que l'identification préalable de l'essence de bois soit un prérequis pour la réalisation de la mesure en spectroscopie dans le proche infrarouge (SPIR) constitue également une faiblesse de l'outil. De nombreuses essences de bois peuvent en effet être utilisées dans la confection des bois d'emballage (ces essences étant potentiellement issues de toutes les régions du globe) et leur identification, parfois malaisée lorsque le bois est frais, peut être rendue encore plus ardue après que le bois ait été exposé à la chaleur, aux rayons ultraviolets ou aux intempéries par exemple. Certaines palettes sont en outre peintes, ce qui compliquera davantage l'identification spécifique.

Par ailleurs et d'un point de vue méthodologique, il aurait été intéressant de répondre aux questions suivantes :

- Qu'en est-il de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode proposée ? Il serait intéressant d'avoir les résultats de la classification des spectres collectés sur une même pièce de bois mais à partir, par exemple, des différentes faces/rives ou des spectres mesurés dans plusieurs trous distincts sur une même face/rive. Dans le même ordre d'idées, il eut également été intéressant d'évaluer l'incidence des instruments de mesures spectroscopiques utilisés sur les résultats obtenus.
- Lors de la mesure du spectre infrarouge, la présence résiduelle de copeaux et de sciure peut conduire à ce que le spectre soit rejeté et, après nettoyage, à la réalisation d'une nouvelle mesure. Sur quelle base ce rejet se fait-il ? Y a-t-il des différences spectrales particulières observables ? Comment s'assurer qu'aucun spectre n'a été perturbé par la présence de copeaux ou de sciure ?
- Le perçage d'un trou pour la réalisation de la mesure spectroscopique dans le proche infrarouge (SPIR) entraîne inévitablement un échauffement du bois. Cet échauffement pourrait avoir une incidence sur la composition chimique du matériau ou éventuellement influencer le rayonnement qu'il émet dans le proche infrarouge. Afin de limiter ce risque d'échauffement, il a été expliqué lors de la présentation de la méthode le 4 décembre 2018 à l'aéroport Charles de Gaulle par le chargé de recherche que la mèche de perçage doit être affûtée et le temps de contact avec le bois réduit. À ce stade de la recherche, on ne peut toutefois exclure que des modalités de

¹ Cette notion peut varier selon le contexte. Dans le cadre d'expérimentations scientifiques, on utilise généralement un degré de confiance au moins égal à 95% (Dagnelie 1992). Dans d'autres contextes, le taux d'erreur admis est encore nettement moins élevé. Le « niveau de fiabilité » imposé (autrement dit le taux de mortalité des nuisibles) dans la NIMP15 est ainsi de 99,9968% (Haack et al. 2011).

forage différentes (vitesse de rotation et affutage de la mèche, temps de forage, opérateur, etc.) induisent des diagnostics divergents sur des bois ayant été traités de manière similaire (voire sur une même planche).

- Quelle est l'influence de l'humidité des pièces de bois sur les performances des classifications ? Peut-on considérer que l'humidité des échantillons était équivalente et stable durant toute l'étude?
- L'instrument utilisé permet de collecter l'ensemble du spectre visible et proche-infrarouge. L'information contenue dans le spectre visible est-elle d'une utilité quelconque pour la classification des pièces de bois ?
- Les mesures ont-elles été réalisées de manière aléatoire? À la lecture du rapport, on ne peut pas écarter la possibilité que des spectres d'une même pièce de bois soient pris en compte pour partie lors de l'étape de calibration et pour partie lors de l'étape de validation. Si c'est le cas, les résultats sont plus optimistes que s'ils avaient été obtenus sur un jeu de données indépendant.

3 Conclusions du groupe de travail

S'inscrivant dans un contexte général de gestion durable des biens et services procurés par la forêt, la thématique de la recherche présentée dans le rapport est extrêmement importante. Le groupe de travail tient de plus à souligner l'intérêt de l'étude menée et du rapport fourni par le FCBA. Néanmoins, pour l'ensemble des experts du groupe, la méthode de diagnostic proposée n'est à ce stade pas suffisamment robuste pour pouvoir être utilisée dans un contrôle officiel. En outre, sur base des résultats de l'étude et des connaissances scientifiques actuelles, rien ne permet d'affirmer qu'il sera un jour possible de poser des diagnostics atteignant des niveaux de fiabilité compatibles avec la possibilité d'utilisation pratique de l'outil de contrôle, que ce soit dans le cadre d'un contrôle phytosanitaire de bois entrant dans un territoire ou de la certification d'une entreprise appliquant le marquage NIMP15. Le pourcentage de spectres classés correctement à l'aide de la SPIR (actuellement entre 65 et 80 % selon les conditions expérimentales testées) risque de surcroît de diminuer avec la diversité des cas de figures tels que rencontrés dans la pratique (diversification des essences, des conditions de stockage, du matériel de mesures, etc.).

Ceci étant, si les recherches relatives à l'utilisation de la SPIR dans le cadre du contrôle du traitement NIMP15 venaient à être poursuivies, plusieurs aspects nécessiteraient d'être étudiés de manière plus approfondie en vue de tenter de réduire le pourcentage de classifications erronées. Trois objectifs pourraient notamment être visés dans une étude complémentaire :

- Objectif 1 : Fournir les éléments de réponses aux questions soulevées au point 2.5 de ce rapport (données de répétabilité et de reproductibilité; impact de la présence de copeaux et de sciure; influence des modalités de forage et de l'humidité du bois; utilité de la zone spectrale dans le visible; mesure aléatoire des échantillons) ;
- Objectif 2 : Approfondir l'exploitation des données générées dans la présente étude, notamment via l'utilisation :
 - o d'autres algorithmes d'analyse multivariée (e.g. ANN, SVM) ;
 - o d'autres schémas de validation, notamment la validation croisée en mettant dans le jeu de données de validation l'entièreté des spectres issus d'un même lot ou d'une même pièce de bois.
- Objectif 3 : Réalisation d'études complémentaires en vue de préciser le potentiel de la méthodologie proposée :
 - o recherche de différences de composition chimique du bois potentiellement observables en SPIR résultant du traitement à 56 °C pendant 30 minutes.

Date de validation du rapport d'expertise collective par le groupe de travail et par le comité d'experts spécialisé : 09 juillet 2019

4 Bibliographie

4.1 Publications

Dagnelie P. (1992) Statistique Théorique et Appliquée. Tome 1. Les Presses Agronomiques de Gembloux, Gembloux, Belgique. 492 p.

Haack RA., Uzunovic A., Hoover K. and Cook JA. (2011) Seeking alternatives to probit 9 when developing treatments for wood packaging materials under ISPM No. 15. Bulletin OEPP/EPPO Bulletin 41, 39–45.

Navi P. and Heger F. (2005) Comportement thermo-hydrromécanique du bois. Applications technologiques et dans les structures. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, Suisse. 320 p.

4.2 Normes

FAO. (2018) Normes Internationales pour les Mesures Phytosanitaires 15 (NIMP15) - Réglementation des matériaux d'emballage en bois utilisés dans le commerce international.

ANNEXES

Annexe 1 : Lettre de saisine

2018 -SA- 0 2 4 5

COURRIER ARRIVE

1 2 NOV. 2018

DIRECTION GENERALE



MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DE L'AGROALIMENTAIRE ET DE LA FORÊT

Direction générale de l'alimentation

Service des actions sanitaires en production
primaire
Sous direction de la qualité, de la santé et de la
protection des végétaux
Bureau de la santé des végétaux
251 rue de Vaugirard
75352 Paris cedex 15

Dossier suivi par : Odile Colnard
Mél : bsv.sdqspv.dgal@agriculture.gouv.fr
Tel : 01 49 55 84 57

Monsieur le Directeur Général
de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de
l'alimentation, de l'environnement et du travail

14 rue Pierre et Marie Curie
94701 Maisons-Alfort cedex

Paris, le 0 7 NOV. 2018

Réf. interne : BSV/2018- 1 1 / 0 0 4

Objet : Saisine relative à l'évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP15

Conformément à l'article L.1313-3 du code de la santé publique, j'ai l'honneur de solliciter l'avis de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation de l'environnement et du travail concernant l'évaluation d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur des emballages en bois dans le cadre de la norme NIMP15¹.

Éléments de contexte et données utiles

L'institut technologique Forêt, Cellulose, Bois Construction, Ameublement (FCBA) a été missionné et financé de 2014 à 2017 par le Ministère de l'Agriculture pour mettre au point un outil de contrôle de conformité de l'application du traitement thermique, dans le respect de la norme de la FAO sur les matériaux d'emballages en bois utilisés dans le commerce international, ou norme internationale pour les mesures phytosanitaires n°15 (NIMP15). Ce traitement est exigé pour l'export du bois d'emballage, ainsi que pour l'import en provenance de pays extérieurs à l'Union européenne. Si la norme autorise plusieurs types de traitements (diélectrique, chimique ou thermique), le traitement à la chaleur est le plus utilisé et le seul autorisé à la mise en œuvre en France.

Pour les services de l'Etat, le développement d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur NIMP15 vise à donner aux services de contrôles les moyens de vérifier, au-delà de l'inspection visuelle de la marque ou du certificat, que les emballages en bois venant d'un autre pays ont été traités à la chaleur conformément aux exigences de la norme NIMP15, en particulier lorsqu'ils viennent d'une zone infestée.

Pour les professionnels de l'emballage, l'enjeu est tout aussi important, puisqu'il s'agit d'éviter que les consommateurs se tournent vers des matériaux autres que le bois.

¹ Norme internationale pour les mesures phytosanitaires pour la réglementation des matériaux d'emballages en bois utilisés dans le commerce international - <https://www.ippc.int/en/publications/640/>

L'outil développé par le FCBA utilise la spectrométrie proche infra-rouge. La mesure est effectuée en deux temps : la reconnaissance de l'essence de bois, puis le contrôle du traitement à la chaleur. Actuellement, les modèles établis ne sont valables que dans le champ d'application défini par les variables des données d'entrée du modèle :

- Essence : peupliers robusta ou Beaupré et pins maritime, sylvestre et radiata,
- Durée de stockage : de 1 à 6 mois,
- Conditions de traitement : cellule de séchage.

Le modèle de prédiction, dans plus de la moitié des cas, fournit une aide à la décision, grâce à une fiabilité estimée entre 70 et 80%.

Questions posées

Aussi, dans la perspective d'identifier les clés de succès du déploiement d'un tel outil, je vous saurais gré de bien vouloir examiner les questions suivantes :

- Analyse des résultats obtenus,
- Analyse de l'efficacité de la méthode et des techniques mobilisées,
- Opportunités et limites du déploiement de l'outil, comme aide à la décision pour les inspecteurs phytosanitaires en particulier dans les points d'entrée communautaires, ou pour la certification des entreprises apposant le marquage,
- Recommandations méthodologiques pour une poursuite de l'étude (palettes traitées et stockées depuis plus de 6 mois, autres essences, autres types de traitements thermiques...)

Délai justifié

Je souhaiterais pouvoir disposer de votre avis dans un délai de 8 mois à compter de la date de réception de ce courrier.

Destinataires pour la réponse mail

- bsv.sdqspv.dgal@agriculture.gouv.fr
- berl.sdpal.dgal@agriculture.gouv.fr

Mes services se tiennent à votre disposition pour vous apporter toute information complémentaire.

Je vous remercie de bien vouloir m'accuser réception de la présente demande.


Le Directeur Général de l'Alimentation,
Patrick DEHAUMONT

Copie : SDPAL/BERL

PJ : Rapport final d'étude du FCBA intitulé Développement d'un outil de contrôle du traitement NIMP15

Annexe n 2: Rapport FCBA



Développement d'un outil de contrôle du traitement NIMP15

Rapport Final

Projet B01237

Chef de projet : Gabriel ROBERT
Équipe projet : Alain BOUVET
Jean-Luc BIHL
Denilson DA SILVA PEREZ

Juin 2017

Siège social
10, rue Galilée
77420 Champs-sur-Marne
Tél +33 (0)1 72 84 97 84
www.fcba.fr

Siret 775 680 903 00132
APE 7219Z
Code TVA CEE : FR 14 775 680 903

Institut technologique FCBA :
Forêt, Cellulose, Bois – Construction
Ameublement



Ce projet a été financé par :





SOMMAIRE

1. Introduction	4
1.1 Contexte et enjeux.....	4
1.2 Objectif de l'étude.....	4
2. Méthodologie	5
2.1 Matériels.....	5
2.1.1 Spectromètre proche infrarouge	5
2.1.2 Echantillons	6
2.2 Méthodes	8
2.2.1 Protocole de mesure et codification	8
2.2.2 Plan d'expérience	9
2.2.3 Traitements à la chaleur	11
2.2.4 Stockage post traitement	12
2.3 Validations industriels.....	13
3. Analyse des données	14
3.1 Analyse des données de traitement.....	14
3.2 Méthodologie pour la construction des modèles	15
3.3 Résultats pour les résineux	17
3.3.1 Construction du modèle.....	17
3.3.2 Test du modèle sur données industrielles	20
3.4 Résultats pour les peupliers	22
3.4.1 Construction du modèle.....	22
3.4.2 Test du modèle sur données industrielles	24
4. Synthèse, conclusion et perspectives	26



1. Introduction

1.1 Contexte et enjeux

Le traitement à la chaleur 56°C/30minutes des bois d'emballage et des emballages bois destinés à l'exportation, pour répondre aux exigences de la Norme Internationale de Mesure Phytosanitaire N°15 (NIMP15), est obligatoire en France depuis 2005. Il permet de garantir que les bois ne sont pas porteurs de certains organismes nuisibles qui pourraient coloniser d'autres régions du monde. Ce traitement est nécessaire à l'exportation de bois d'emballage, mais aussi pour l'importation sur le territoire national, d'emballages venant de pays extérieurs à la communauté européenne.

Le traitement au bromure de méthyle, s'il est interdit en France, est reconnu officiellement par la FAO et est encore utilisé dans certains pays comme l'Inde ou la Chine, mais pour la grande majorité, c'est aujourd'hui le traitement à la chaleur qui est utilisé pour se conformer à la NIMP15. A ce jour, seul un marquage permet la traçabilité des produits mais sans garantie que le traitement à la chaleur ait été correctement réalisé. Pour permettre aux services de contrôle de vérifier la réalité du traitement, il est nécessaire de trouver un moyen de « mesurer » le résultat d'un traitement à la chaleur sur du bois.

Les enjeux du développement d'un outil de contrôle du traitement NIMP15 sont importants tant pour les services de l'état en charge de contrôler les marchandises entrantes sur le territoire que pour les professionnels de l'emballage. Cet outil doit permettre de donner au service de contrôle les moyens de vérifier, au-delà d'un simple certificat ou d'une simple marque, que les emballages en bois venant d'un pays hors Union Européenne et du Portugal ont été correctement traités à la chaleur conformément à la NIMP15.

Pour les professionnels de l'emballage, c'est la crédibilité de la profession toute entière qui est en jeu car, si l'image de leurs produits devait être ternie par des emballages importés et propagateurs d'organismes nuisibles pour les forêts, les utilisateurs pourraient se tourner vers d'autres matériaux au détriment du bois.

1.2 Objectif de l'étude

L'objectif technique de ce projet est de développer et de mettre à disposition un outil utilisant la spectrométrie proche infrarouge (NIRS) pour contrôler qu'un emballage en bois a été traité à la chaleur conformément à la NIMP15. Le développement de cet outil passe par deux phases indissociables : d'une part la reconnaissance de l'essence de bois qui compose l'emballage, et, d'autre part le contrôle du traitement à la chaleur.



2. Méthodologie

Afin d'aboutir au développement d'un outil de contrôle du traitement à la chaleur NIMP15, la méthodologie à consister à construire une base de données « qualifiée » de spectre proche infrarouge, c'est-à-dire une base de données de spectre où pour chacun, les informations sur l'échantillon, l'essence, les conditions de traitement, les conditions de stockage et « l'âge » sont connus. Une analyse statistique approfondie de cette base de données a permis d'établir un modèle de prédiction afin d'identifier d'une part l'essence de bois et d'autre part si le bois a été traité à la chaleur conformément ou non à la NIMP15.

Pour constituer cette base de données de spectre proche infrarouge, des échantillons de bois ont fait l'objet d'une mesure avec un spectromètre proche infrarouge portable, puis ont été traités dans une cellule de séchage suivant un plan d'expérience représentatif des conditions industrielles de traitement, et ont à nouveau fait l'objet d'une mesure avec le spectromètre proche infrarouge. Durant une phase de stockage post traitement de 6 mois, de nouvelles mesures proches infrarouges ont été faites régulièrement.

2.1 Matériels

2.1.1 Spectromètre proche infrarouge

Le spectromètre proche infrarouge utilisé est un spectromètre Labspec 4 de la marque américaine ASD. Il est muni d'une rallonge en fibre optique de 1 mètre dont la terminaison est insérée dans un fourreau métallique de 7 mm de diamètre permettant une insertion dans un trou.

Les caractéristiques générales du spectromètre sont les suivantes :

- ✓ Largeur de bande spectrale : 350 – 2500 nm
- ✓ Résolution : 3 nm @ 700 nm
10 nm @ 1400 & 2100 nm
- ✓ Intervalle de mesure : 1,4 nm @ 350 - 1000 nm
2 nm @ 1000 - 2500 nm

Les caractéristiques détaillées sont jointes en annexes.



Photo 1 Spectromètre proche infrarouge LabSpec 4 de ASD



2.1.2 Echantillons

L'échantillonnage est constitué de deux groupes d'essences de bois : des pins et des peupliers.

Le groupe « pins » est composé de 825 échantillons de pin maritime, de 396 échantillons de pin sylvestre et de 429 échantillons de pin radiata.

Les échantillons ont été répartis en 33 lots identiques composés de la manière suivante :

- ✓ 25 échantillons de pin maritime
- ✓ 12 échantillons de pin sylvestre
- ✓ 13 échantillons de pin radiata

Le groupe « peupliers » est composé de deux clones de peuplier, un « lourd » et un « léger », avec 850 échantillons pour chaque clone. Les échantillons ont été répartis en 34 lots identiques.

Les échantillons sont de section carrée de 60 mm de côté et 60 cm de longueur.

Les sciages approvisionnés pour constituer les lots sont issus :

- ✓ Des Landes pour le pin maritime
- ✓ D'Espagne pour le pin radiata
- ✓ Du Sud-Ouest de la France pour le pin sylvestre
- ✓ Du Nord-Est de la France pour les peupliers.

Les sciages ont été réceptionnés en longueur de 2.5 m puis coupés en échantillons de 60 cm de longueur.

Sélection des peupliers

Les échantillons de peupliers ont fait l'objet d'une sélection sur le parc à grumes de la scierie choisie afin de s'assurer d'avoir deux clones clairement identifiés et séparés. Des prélèvements sur plusieurs billons ont été faits afin d'estimer la masse volumique et l'infra densité pour ensuite être comparés aux données existantes. En complément, des échantillons d'écorce ont été envoyés à nos laboratoires pour une identification ADN.

Le tableau ci-après présente les mesures de masse volumique et d'infra densité réalisées.



Tableau 1 masse volumique et infra densité des rondelles de peuplier prélevées

Clone supposé	N° Rondelle	Masse brute (kg)	Masse anhydre (kg)	Masse volumique brute (kg/m ³)	Siccité (%)	Infradensité
Robusta	1	12,86	5,465	836	0,42	355
Robusta	2	12,4	5,578	885	0,45	398
Robusta	3	6,8	3,409	916	0,5	459
Moyenne Robusta				879	0,46	404
Beaupré	4	3,24	1,395	733	0,43	316
Beaupré	5	3,2	1,295	806	0,4	326
Beaupré	6	3,61	1,339	800	0,37	297
Moyenne Beaupré				780	0,4	313
Référentiel cultivar de peuplier 2009	Robusta			863		367
	Beaupré			750		322



2.2 Méthodes

2.2.1 Protocole de mesure et codification

Chaque échantillon a suivi le protocole de mesure suivant :

- ✓ Identification de l'échantillon
- ✓ Mesure proche infrarouge n°1
- ✓ Traitement à la chaleur suivant le plan d'expérience
- ✓ Mesure proche infrarouge n°2 dans les 48h après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°3 → 1 mois après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°4 → 2 mois après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°5 → 3 mois après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°6 → 4 mois après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°7 → 5 mois après le traitement
- ✓ Mesure proche infrarouge n°8 → 6 mois après le traitement

Pour chaque mesure avec le spectromètre proche infrarouge, des trous de diamètre 10 mm ont été fait à cœur des échantillons, espacés de 3 cm les uns des autres comme spécifié sur la figure ci-après.

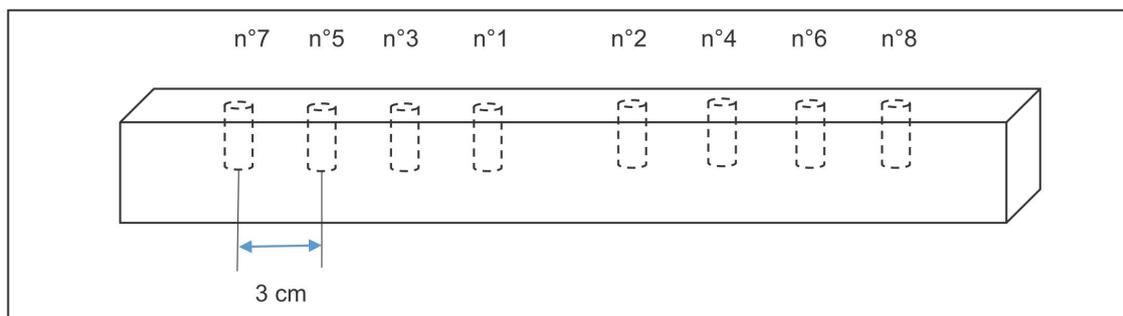


Figure 1 Plan de perçage pour les mesures proche infrarouge

Chaque mesure a été reproduite 3 fois au fond du trou (à cœur) si bien que pour chaque échantillon, 24 mesures proches infrarouges ont été faites. Entre deux répétitions, la sonde a été retirée du trou, éventuellement nettoyée si nécessaire (sciure ou copeaux) puis remise. Chaque spectre ainsi collecté est référencé suivant une codification permettant d'identifier l'essence, le lot, le traitement, les conditions de stockage post traitement et l'âge du traitement et la répétition.

Les deux groupes d'essence (pin et peuplier) ont été traités et mesurés séparément. Les codes sont identiques mais un indice supplémentaire les différencie.

La codification des spectres suit la règle suivante :

W-XX-YY-Z

Avec : W → période de la mesure (de 1 à 8)

XX → numéro de lot de traitement (1 à 33 pour les pins et 1 à 34 pour les peupliers)

YY → numéro de pièce du lot (1 à 50)

Z → numéro de répétition (1 à 3)



Le tableau ci-après présente la répartition des pièces d'un lot par rapport aux essences et aux conditions de stockage post traitement.

Tableau 2 Répartition des pièces d'un lot

Variable	Pins	Peupliers
Pin maritime	1 – 25	
Pin sylvestre	26 – 37	
Pin radiata	38 – 50	
	Peuplier lourd	1 – 25
	Peuplier léger	26 – 50
Stockage intérieur		1 – 9
		26 – 29
		38 – 42
Stockage extérieur		10 – 17
		30 – 33
		43 – 46
Stockage extérieur sous abri		18 – 25
		34 – 37
		47 – 50

Pour exemple, dans chaque lot de pièces, les pièces 1 à 9 ont été stockées en intérieur après le traitement.

2.2.2 Plan d'expérience

Afin d'avoir des spectres proches infrarouge représentatifs de traitement conforme et non conforme de bois suivant différentes configurations, 3 variables déterminantes du traitement ont été utilisées : la température de l'air, la vitesse de montée en température (pente) et le temps de traitement du bois au-dessus d'une température donnée.

- ✓ La température de traitement influe sur la température atteinte au cœur du bois et donc sur la conformité du traitement.
- ✓ La pente de montée en température est généralement fonction de la puissance thermique installée dans la cellule de traitement. Les 3 variantes choisies sont représentatives de l'éventail de puissance installée dans les cellules industrielles.
- ✓ Le temps de traitement du bois au-dessus de la température souhaitée est la variable de conformité.

Le tableau ci-après présente les modalités de traitement des 33 cycles réalisés par groupes d'essences.



Tableau 3 Modalités de traitement

Température de consigne (°C)	Pente de montée en température (°C /heure)	Temps au-dessus de :		Traitement réalisé conformément à la NIMP15	Lot de pins (n°)	Lot de peupliers (n°)
		✓ 56°C à cœur du bois	ou ✓ 50°C pour la température de consigne de 55°C (min)			
55	5	30		non	11	2
		60		non	22	3
		120		non	15	14
	7,5	30		non	25	19
		60		non	14	31
		120		non	24	27
	10	30		non	7	10
		60		non	4	21
		120		non	31	33
60	5	15		non	10	23
		30		oui	9	11
		45		oui	5	16
		60		oui	33	5
	7,5	15		non	26	32
		30		oui	32	7
		45		oui	20	28
		60		oui	3	25
	10	15		non	18	18
		30		oui	2	8
		45		oui	27	13
		60		oui	28	24
70	5	15		non	23	30
		30		oui	16	9
		45		oui	8	22
		60		oui	1	29
	7,5	15		non	29	12
		30		oui	30	1
		45		oui	17	15
		60		oui	6	26
	10	15		non	12	20
		30		oui	13	6
		45		oui	21	17
		60		oui	19	4



2.2.3 Traitements à la chaleur

Chaque lot a été traité suivant le même protocole de chargement et de contrôle.

Les 50 échantillons ont été positionnés en pile avec baguettes (5 échantillons par rang sur 10 rangs en hauteur) pour avoir un flux de chaleur réparti sur l'ensemble des échantillons de façon homogène (voir photo ci-dessous). 20 sondes de température PT100 reliées à des centrales d'acquisition ont été utilisées pour contrôler la température à cœur des échantillons. Ainsi, pour chaque lot, 20 échantillons repartis sur la hauteur de la pile ont été instrumentés en plaçant la PT100 dans un trou percé au centre (longueur et largeur) de l'échantillon, d'un diamètre correspondant au diamètre de la sonde + 0,5mm.

- ✓ Pour le groupe des pins, les sondes 1 à 10 étaient positionnées sur le pin maritime et les sondes 11 à 20 sur le pin sylvestre (sondes impaires) et le pin radiata (sondes paires).
- ✓ Pour les peupliers, les sondes 1 à 10 étaient positionnées sur le clone lourd et les sondes 11 à 20 sur le clone léger.

Les traitements ont été réalisés dans une cellule de séchage de laboratoire de marque Cathild, équipé de 2 sonde de température de l'air pour le contrôle de la régulation. Les vides dans le chargement ont été comblés par des « murs » dans le but de forcer le flux d'air à passer dans la pile d'échantillons à traiter (voir photo).



Photo 2 Chargement d'une pile dans la cellule

Une fois le chargement réalisé, le traitement est lancé via le logiciel de régulation du séchoir, programmé avec les modalités du cycle (température de consigne et pente de montée en



température). La température à cœur du bois est contrôlée et enregistrée par un système indépendant de la régulation avec une fréquence d'acquisition de 1 enregistrement par minute.

L'arrêt du cycle est fait manuellement lorsque les conditions de temps et de température dans le bois sont atteintes.

2.2.4 Stockage post traitement

Après avoir été traité, chaque lot a été scindé en trois, avec une répartition au prorata de la représentativité des essences. Un tiers de chaque essence dans chaque lot a été stocké en intérieur, en extérieur et en extérieur sous abri afin d'être représentatif des diverses conditions de stockage que peuvent subir des palettes ou des emballages en bois dans leur usage normal.



Photo 3 stockage en intérieur, en extérieur et en extérieur sous abri



2.3 Validations industriels

Afin de confronter les modèles de prédiction établis sur la base des essais et mesures faits en laboratoire, deux campagnes de mesure sur des bois traités industriellement ont été conduites. La première chez un fabricant de palettes utilisant des résineux (entre autres des pins) pour sa fabrication et l'autre utilisant du peuplier (parmi d'autres essences).

Sur la base des traitements réalisés en laboratoire, 6 modalités de traitement/vieillessement ont été présélectionnées et soumises aux fabricants de palettes pour préparation.

Tableau 4 Modalité des données de validation industriels

Modalité n°	Traitement conforme/ non conforme	Depuis combien de temps a été fait le traitement (stockage post traitement)	Nb de palettes
1	Traitement NIMP15 conforme	Environ 1 semaine	5
2	Traitement NIMP15 conforme	1 mois ou plus	5
3	Un mauvais traitement (palette prélevée au milieu d'un cycle)	Environ 1 semaine	5
4	Un mauvais traitement (palette prélevée au milieu d'un cycle)	1 mois ou plus	5
5	Pas de traitement du tout	Palette juste montée	5
6	Pas de traitement du tout	1 mois ou plus	5

Pour les palettes fabriquées en résineux, la modalité 4 n'a pu être réalisée. Pour les palettes en peuplier, les modalités 4 et 6 n'ont pas pu être réalisées.

Les palettes en résineux n'étaient pas constituées qu'avec des éléments en pin maritime, pin radiata ou pin sylvestre. Des éléments en Douglas étaient visibles (couleur orangée) mais il y avait aussi des éléments en sapin/épicéa et épicéa de sitka au dire du fabricant. Malheureusement, la distinction n'est pas aisée sur le terrain. Ainsi, tous les éléments ont été mesurés sans distinction d'essence.

Comme pour les acquisitions en laboratoire, 3 spectres ont été mesurés au cœur des bois sur chaque élément pour évaluer la reproductibilité. Au total, 1287 spectres de résineux et 483 spectres de peupliers ont été acquis durant ces deux campagnes de mesure.



3. Analyse des données

3.1 Analyse des données de traitement

Les données des sondes sont utilisées pour qualifier les 33 cycles de traitement. En effet, il se peut qu'entre la consigne visant à la conformité ou non-conformité et la réalité, il y ait un décalage. Pour chaque cycle, en distinguant les 3 essences pour les résineux et les 2 clones pour le peuplier, il est calculé le nombre moyen de minutes au-dessus de 50°C et 56°. Sur ces critères, les cycles sont déclarés conformes ou non conformes à la norme NIMP15. Dans certains cas (cycles trop proches de la valeur seuil de la norme), il n'a pas été possible de statuer car les résultats des sondes étaient contradictoires. Dans ce cas, le cycle a été écarté de toutes les analyses. Afin d'affiner l'interprétation des résultats, les cycles conformes ont été scindés en 2 groupes (basés sur le temps passé entre 50°C et 56°C) et les cycles non conformes en 4 groupes (plus ou moins éloignés de la valeur seuil de la norme). Les figures 1 et 2 représentent pour chaque essence (résineux ou peuplier) et par cycle le nombre de minutes moyen au-dessus de 50°C (axe x) et au-dessus de 56°C (axe y).

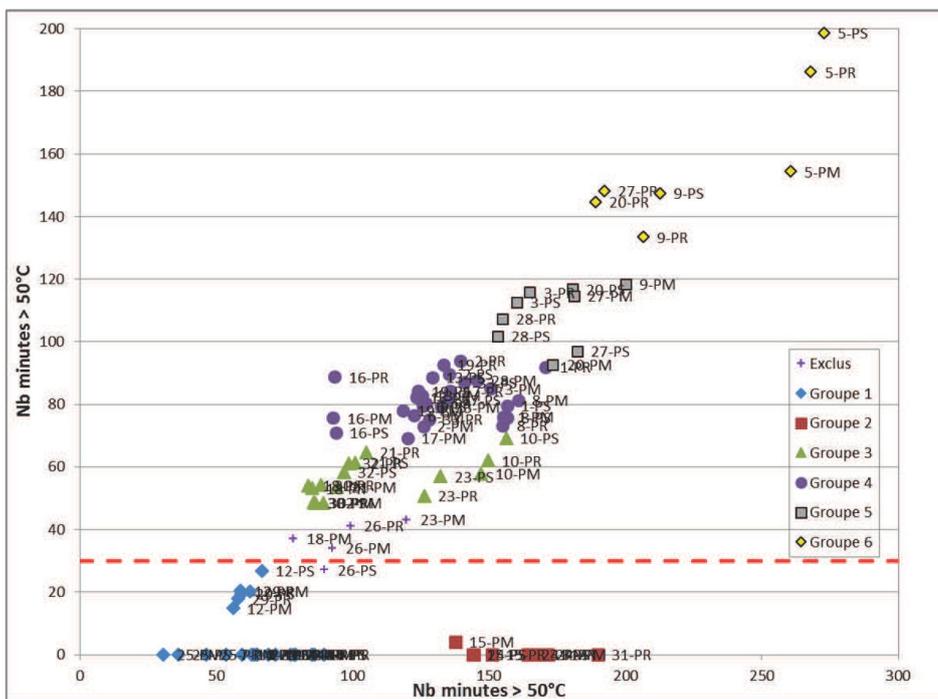


Figure 1 : moyenne des pièces instrumentées pour les résineux

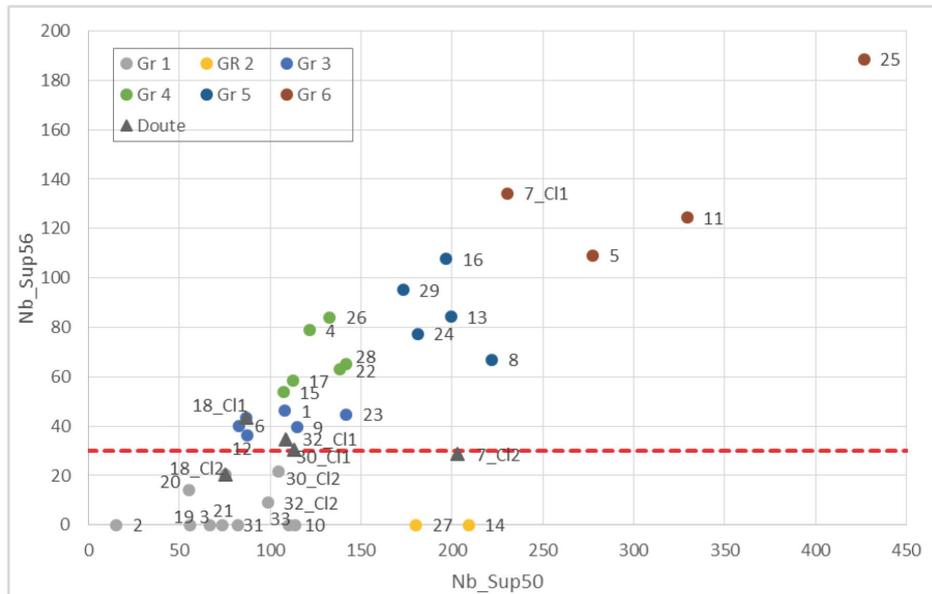


Figure 2 : moyenne des pièces instrumentées pour les peupliers

3.2 Méthodologie pour la construction des modèles

Un spectre numériquement correspond à une suite de valeurs de réflectance pour différentes longueurs d'onde. La largeur spectrale de l'appareil utilisé est 350 – 2500 nm avec un pas de 1, ce qui fait 2151 longueurs d'onde donc 2151 valeurs de réflectance pour un spectre (figure 3).

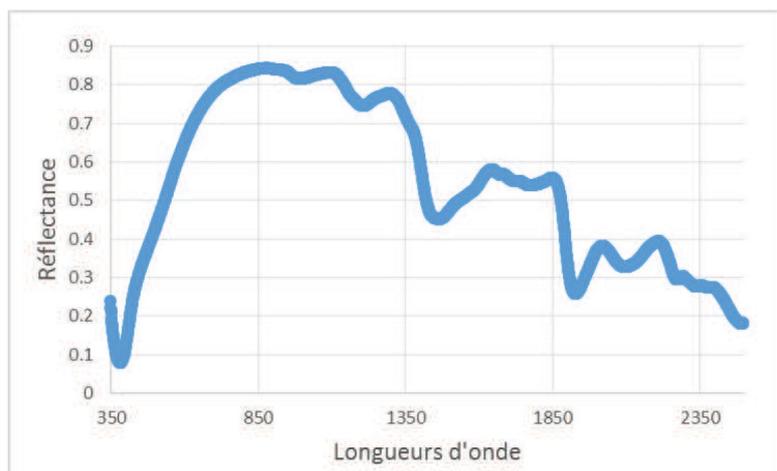


Figure 3 : exemple d'un spectre



La base de données constituée correspond donc à plus de 75 000 spectres avec pour chaque spectre outre les variables descriptives (essence, cycle, stockage, temps de stockage post-traitement, ...) 2150 valeurs de réflectance.

L'analyse classique sur ce genre de données est la régression PLS (partial Least Square ou moindres carrés partiels). L'objectif est d'établir une relation statistique entre :

- Une variable à expliquer : ici la conformité à la norme NIMP15 (oui/non)
- Des variables explicatives : ici les valeurs de réflectance aux différentes longueurs d'onde.

Dans ce type d'analyse (comme dans tout travail de modélisation), les modèles sont calculés sur une partie des données (données de calibration) et évalués sur l'autre partie (données de validation). Cette technique vise à garantir la robustesse des modèles : capacité à être utilisé sur d'autres données que celles ayant été utilisées pour sa construction.

Dans cette étude, le principe retenu a été de retenir au minimum 50% des données pour la validation (valeur habituelle dans ce type d'analyse). Le choix de fait au niveau pièce c'est-à-dire que les 3 répétitions d'une pièce sont soit en calibration, soit en validation. Un autre grand principe est d'avoir un équilibre entre les données de calibration des différentes modalités du facteur étudié. Si on étudie le facteur conformité par exemple (2 modalités : oui, non), il faut s'attacher à avoir en calibration autant de pièces conformes que de pièces non conformes. Il faut également veiller à avoir un équilibre entre les autres facteurs susceptibles d'influencer la mesure (essence ou clone, conditions de stockage dans le cas présent).

Les premières analyses ont apporté certains enseignements qui ont orienté les analyses finales :

- Les résultats sont nettement meilleurs sur les dérivées secondes que sur les spectres bruts ou les premières dérivées
- Il est inutile de ramener tous les spectres à une même ligne de base
- La variable analysée (à expliquer) est la conformité au traitement (2 modalités oui/non). Les tests réalisés sur le groupe de traitement (6 groupes) ou le nombre de minutes au-dessus de 56°C (variable quantitative) n'ont pas été concluants.
- Les résultats sont identiques entre absorbance et réflectance
- Les résultats sont identiques avec les 2 logiciels utilisés (SIMCA-P et UNSCRAMBLER)
- Les résultats sont légèrement meilleurs si on garde l'intégralité du spectre. Néanmoins, toutes les longueurs d'onde correspondant à l'eau ont été écartées de l'analyse.



3.3 Résultats pour les résineux

3.3.1 Construction du modèle

Les premiers modèles testés ont été des modèles toutes essences et toutes périodes confondues avec en variable Y (variable à expliquer) soit la durée passée au-dessus de 56°C, soit le groupe de traitement (de 1 à 6) soit la conformité (oui/non).

Pour la durée, la précision du modèle est très insuffisante.

Pour les groupes de traitement, aucun modèle n'est trouvé. Le même modèle calculé sur une seule essence (pin maritime) aboutit au même résultat. Des tests ont été réalisés en combinant 2 périodes uniquement mais ne donnent pas de meilleur résultat.

Pour la conformité, un modèle toutes périodes et toutes essences confondues est trouvé (modèle 1), mais les résultats ne sont pas à la hauteur de nos attentes. Sur les données de calibration, 70% des spectres sont bien classés, avec quelques différences entre les modalités des facteurs contrôlés, notamment pour les données avant traitement (figure 4).

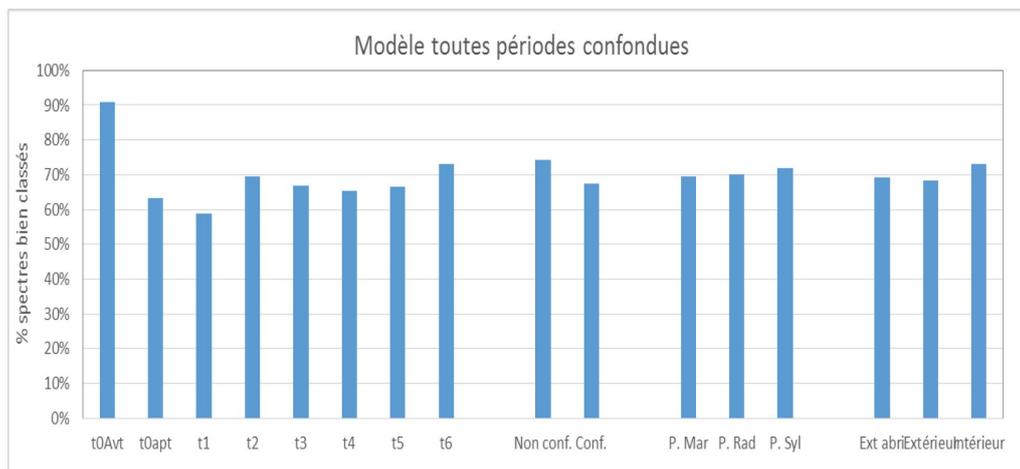


Figure 4: Résultat du modèle toutes périodes confondues sur les données de validation

La réponse fournie par le modèle est une valeur pour chaque modalité (conforme ou non conforme). Cette valeur varie théoriquement entre 0 et 1 et plus elle est élevée et plus l'observation a de chances d'appartenir à cette modalité. Concrètement l'observation est affectée à la modalité ayant la valeur la plus élevée, mais plus cette valeur est élevée et plus la réponse est fiable. Par exemple :

- si la valeur est comprise entre 0.50 et 0.52, la fiabilité est tout juste supérieure à 50%, Si on classe tous les spectres ayant une valeur supérieure à 0.50 (c'est-à-dire tous les spectres), la fiabilité globale est de 70%.
- Si la valeur est comprise entre 0.66 et 0.68, la fiabilité est 68%. Si on classe tous les spectres ayant une valeur supérieure à 0.66, on classe un peu plus de 50% des spectres et la fiabilité globale sur ces spectres classés est de 80% (modèle 1a).

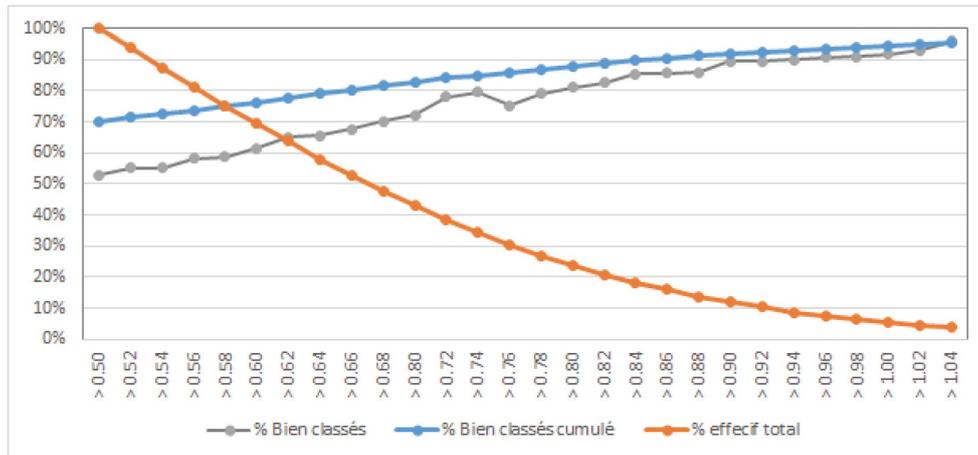


Figure 5: pourcentage bien classés selon la valeur de la réponse

Afin d'améliorer ces résultats, il a été testé un système de modèles emboîtés :

- Modèle d'estimation de la période (modèle 2)
- Modèles d'estimation de la conformité pour chaque période (modèles 3)
- Utilisation du modèle conformité sur les périodes estimées (modèle 2-3).

Pour le modèle période, 85,2% des spectres sont classés dans la bonne période. Ce taux est sensiblement le même pour toutes les modalités des facteurs étudiés (figure 6).

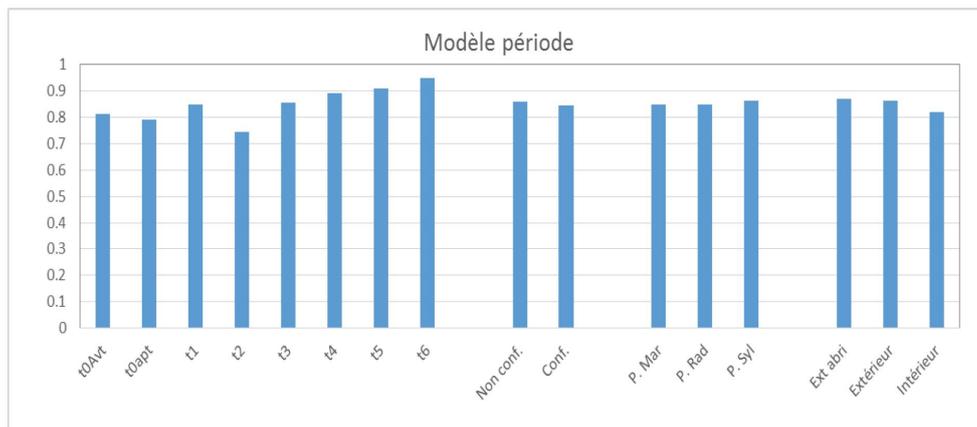


Figure 6: Résultat du modèle période sur les données de validation

Les modèles conformité par période donnent eux-aussi de bons résultats puisque l'on est globalement à 87,1% de bien classés, avec des résultats moins bons pour t1 (1 mois après traitement) et meilleurs pour t0 (immédiatement après le traitement). Ces résultats sont représentés figure 7.

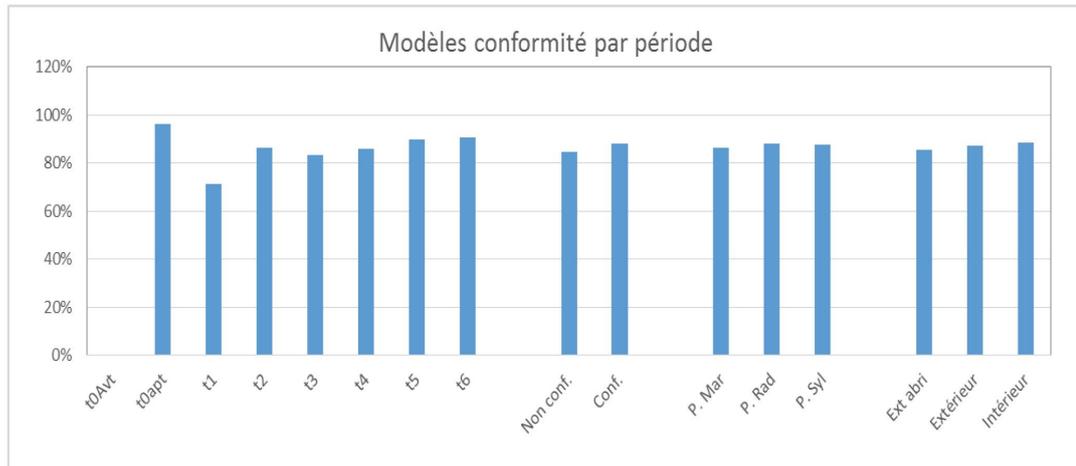


Figure 7: Résultat des modèles conformité par période sur les données de validation

Les modèles emboîtés (estimation de la période puis utilisation du modèle de cette période estimée pour estimer la conformité) donnent un résultat de 82,6% de spectres bien classés (figure 8). Là encore, cette fiabilité augmente avec la valeur de la réponse qui est donnée. Ainsi, si on ne retient que les observations ayant :

- Une valeur > 0,50 sur le modèle période et
- Une valeur > 0,70 sur le modèle conformité

Cette fiabilité est de 94%. Mais seulement 42% des observations sont concernées (modèle 2-3a).

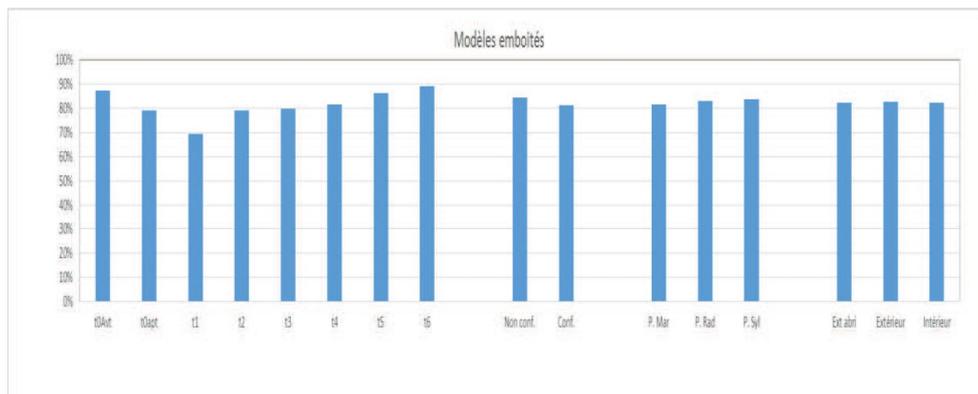


Figure 8: Résultat du modèle emboîté sur les données de validation



- Les erreurs d'estimation sont données globalement et calculées sur les données de validations. Il est intéressant de les détailler en distinguant : Faux-conforme : pièces estimées conformes alors qu'en réalité elles sont non conformes
- Faux-non conforme : pièces estimées non conformes alors qu'en réalité elles sont conformes

Cette étude plus détaillée est résumée dans le tableau 5. Le taux faux de non conformes correspond au pourcentage de pièces qui seraient estimées non conforme dans un lot ne contenant que des pièces conformes.

N° modèle			Erreur de classement		
			Faux conforme	Faux non conforme	Moyenne
1	Toutes périodes	Tous les spectres	25.6%	32.4%	29.0%
1a		52% des spectres	15.8%	22.2%	19,1%
2-3	Emboîtés	Tous les spectres	15.6%	18.6%	17.1%
2-3a		42% des spectres	7.0%	5.4%	6.2%

Tableau 5: résultats détaillés des différents modèles pins

3.3.2 Test du modèle sur données industrielles

Nous avons 6 modalités décrites dans le tableau 4 (page 13). Pour chaque modalité, 5 palettes ont fait l'objet de mesures, avec des mesures sur plusieurs éléments pour chaque palette.

Le modèle emboîté est testé dans premier temps avec pour commencer le modèle d'estimation de la période. La grande majorité des spectres (presque 90%) est classée en t6 (6 mois après traitement). Seule la modalité 5 se démarque avec quelques estimations sur d'autres périodes (essentiellement des dés):

Modal	Période estimée								Total
	T0avant	T0après	T1	T2	T3	T4	T5	T6	
1	1	3				9		254	267
2					1	13		256	270
3								210	210
5	48	1	2	37	3	26		138	255
6	2	2			2	1		278	285
Total	51	6	2	37	6	49		1136	1287

Tableau 6: résultats du modèle période

Le modèle traitement est ensuite appliqué en fonction de la période estimée.

Modal	Conformité estimée		Total	% bien classés
	Non	Oui		
1	255	12	267	4.5%
2	20	250	270	92.6%
3	121	89	210	57.6%
5	111	144	255	43.5%
6	218	67	285	76.5%
Total	725	562	1287	55.3%

Tableau 7: résultats des modèles conformité par période



Assez logiquement, les résultats sont relativement bons pour les modalités 2 et 6, modalités pour lesquelles la période est estimée correctement.

Si pour les modalités 1, 3 et 5 on force le modèle conformité de la période t1 qui doit être la période la plus proche de la période réelle, les résultats sont améliorés pour les modalités 1 et 3 :

Modal	Conformité estimée		Total	% bien classés
	Non	Oui		
1	2	265	267	99.3%
2	20	250	270	92.6%
3	193	17	210	91.9%
5	3	252	255	1.2%
6	218	67	285	76.5%
Total	436	851	1287	72.2%

Tableau 8: résultats des modèles conformité par période en forçant le modèle t1 pour certaines modalités

Le modèle conformité toutes périodes confondues est également testé. Là encore la modalité 5 (palettes non traitées mesurées juste après montage) pose problème car pratiquement toutes les mesures sont classées en conforme.

Modal	Conformité estimée		Total	% bien classés
	Non	Oui		
1	3	264	267	98.9%
2	9	261	270	96.7%
3	182	28	210	86.7%
5	6	249	255	2.4%
6	168	117	285	58.9%
Total	368	919	1287	68.5%

Tableau 9: résultats du modèle conformité toutes périodes confondues

Sur ce modèle toutes périodes confondues, il est possible de ne retenir que les estimations ayant un certain seuil de valeur de réponse Si ce seuil est fixé à 0,80, 71% des spectres sont classés, mais ce taux est quasiment identique dans toutes les modalités donc le taux de bien classés n'évolue pas beaucoup (72,8% au lieu de 68,5%). Cela signifie que dans la modalité 5, on classe par erreur en conforme avec un indice de fiabilité élevé.

Dans tous les modèles, il existe un indice mesurant la distance entre chaque spectre et la moyenne des spectres (DMODX ou Distance to MODele X). Cela permet de vérifier si le spectre que l'on étudie est proche des spectres utilisés pour construire le modèle. S'il est trop éloigné, on peut considérer que la pièce étudiée est trop différente des pièces utilisées pour construire le modèle et que donc on ne peut pas se prononcer. Si on applique ce principe sur les données industrielles, certes le taux de rejet est plus important dans la modalité 5 que dans les autres modalités, mais pas suffisamment pour améliorer significativement les résultats (si on classe 66% des spectres, 73% sont bien classés au lieu de 68,5%).

Si on raisonne au niveau palette en classant une palette en fonction des résultats des mesures sur ses différents éléments :

- Les 5 palettes des modalités 1 et 2 sont classées conforme, ce qui est correct
- Les 5 palettes de la modalité 3 sont classées non conforme, ce qui est correct



- Les 5 palettes de la modalité 5 sont classées conforme, ce qui est inexact
- 3 palettes de la modalité 6 sont classées non conforme, ce qui est exact.

Au total nous avons donc 18 palettes (sur 25) de bien classées soit 72%

Il est difficile d'améliorer ce résultat car les palettes de la modalité 5 sont toujours classées conforme. On émet l'hypothèse que ce lot présente une particularité qui n'a pas été rencontrée dans nos données sur lesquelles le modèle a été construit (bois très frais, proportion importante d'essences autres que les pins étudiés, ..).

3.4 Résultats pour les peupliers

3.4.1 Construction du modèle

Pour un modèle conformité sur l'ensemble des données (modèle 4), nous sommes en validation à 80,4% de bien classés. Ce chiffre est le même pour toutes les modalités des facteurs étudiés sauf t0 après traitement (figure 9).

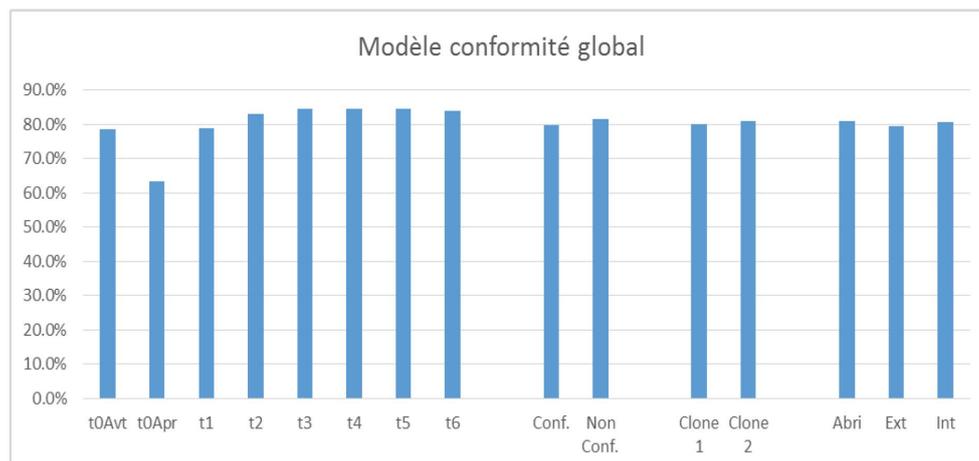


Figure 9: Résultat du modèle conformité sur les données de validation

Ce résultat est à peu près le même pour tous les cycles (figure 10) sauf pour:

- Le cycle 30 (les 56°C ont été approchés mais non dépassés donc lot jugé non conforme)
- Le cycle 23 (les 56°C ont tout juste été dépassés donc lot conforme)

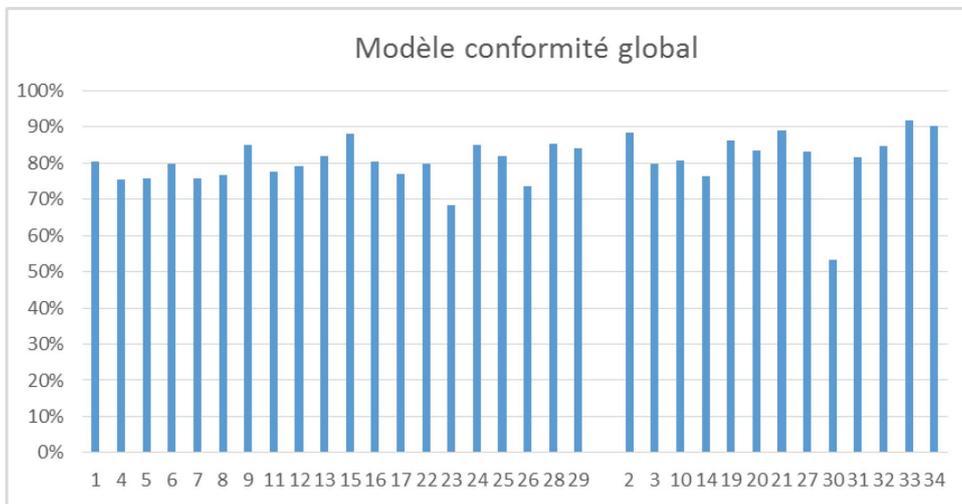


Figure 10: Résultat du modèle conformité sur les données de validation détaillé par cycle

La réponse fournie par le modèle est une valeur pour chaque modalité (conforme ou non conforme). Cette valeur varie théoriquement entre 0 et 1 et plus elle est élevée et plus l'observation a de chances d'appartenir à cette modalité. Concrètement l'observation est affectée à la modalité ayant la valeur la plus élevée, mais plus cette valeur est élevée et plus la réponse est fiable. Par exemple :

- si la valeur est comprise entre 0.50 et 0.52, la fiabilité est tout juste supérieure à 50%, Si on classe tous les spectres ayant une valeur supérieure à 0.50 (c'est-à-dire tous les spectres), la fiabilité globale est de 80%.
- Si la valeur est comprise entre 0.68 et 0.70, la fiabilité est 80%. Si on classe tous les spectres ayant une valeur supérieure à 0.68 (modèle 4a), on classe 62% des spectres et la fiabilité globale sur ces spectres classés est de 90%.

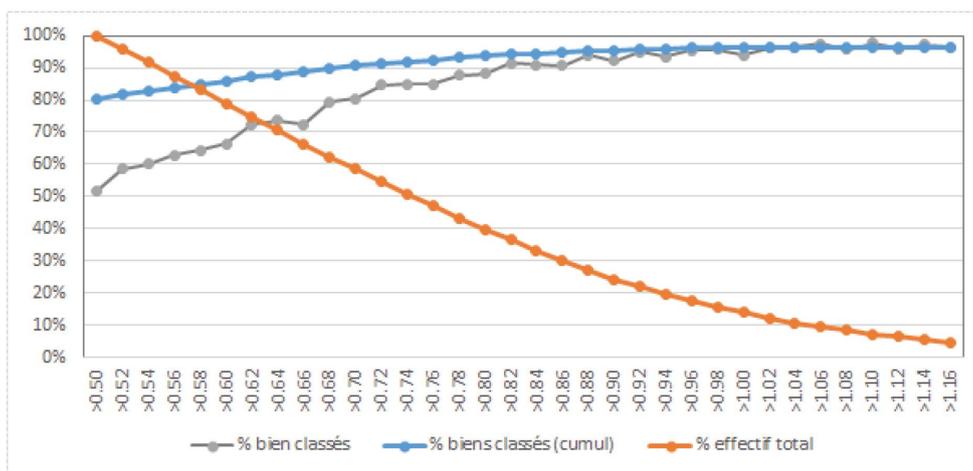


Figure 11: pourcentage bien classés selon la valeur de la réponse



Comme pour les résineux, les résultats sont présentés en détail, notamment pour quantifier les risques de faux conformes et de faux non conformes (tableau 10).

N° modèle			Erreur de classement		
			Faux conforme	Faux non conforme	Moyenne
4	Toutes	Tous les spectres	18.4%	20.4%	19.4%
4a	périodes	62% des spectres	9.4%	10.4%	9.9%

Tableau 10: résultats détaillés des modèles peuplier

3.4.2 Test du modèle sur données industrielles

Sur les 6 modalités décrites dans le tableau 4, seules les modalités 1, 2, 3 et 5 ont pu être testées avec 14 palettes par modalité sauf la 2 (5 palettes).

Le modèle conformité donne des résultats assez décevants : seulement 37,5% des spectres sont bien classés (tableau 11).

Modalité	Conformité estimée		Total	% bien classés
	Oui	Non		
1 : Conforme récent	49	77	126	38.9%
2 : Conforme vieux	5	100	105	4.8%
3 : Non conforme récent	84	42	126	33.3%
5 : Non traité récent	41	85	126	67.5%
Total	179	304	483	37.5%

Tableau 11: résultats du modèle conformité toutes périodes confondues

Plusieurs techniques permettent d'améliorer la précision et la robustesse des modèles :

- Construire les modèles en ne gardant que les zones du spectre ayant un pouvoir explicatif élevé. Ceci permet d'enlever le « bruit » lié aux zones n'apportant aucune contribution à l'explication de la variable étudiée (ici la conformité).
- Tester la proximité du spectre à évaluer avec l'ensemble des spectres utilisés dans la construction du modèle et ne pas faire d'estimation sur les spectres trop éloignés.

Ces 2 techniques ont été utilisées sur ces données industrielles et améliorent significativement les résultats :

Modalité	Nombre de spectres		Pourcentage	
	Total	Classés	Classés	Bien classés
1 : Conforme récent	126	121	96%	66%
2 : Conforme vieux	105	23	22%	26%
3 : Non conforme récent	126	87	77%	66%
5 : Non traité récent	126	122	97%	65%
Total	483	363	75%	63%

Tableau 12: résultats du modèle conformité après refonte du modèle et test de proximité

La modalité 2 pose problème. Ce sont des palettes traitées depuis probablement plus d'un an. Or, sur nos données laboratoire, les mesures ont été arrêtées après 6 mois de stockage. Nous sommes sans doute en dehors du domaine de validité de notre modèle. Le fait de rejeter 78% des spectres pour cette modalité (moins de 25% pour les autres) semble le confirmer.



Si on raisonne au niveau palette :

- Pour les modalités 1, 3 et 5 : 3 traverses ont été mesurées avec 3 répétitions par traverse soit 9 mesures par palette
- Pour la modalité 2 : 7 planchers ont été mesurés avec 3 répétitions par plancher soit 21 mesures par palette.

Si on considère que l'on peut statuer sur une palette quand au moins 75% des réponses sont similaires, il faut au moins 7 réponses concordantes pour les modalités 1, 3 et 5 et 16 réponses concordantes pour la modalité 2.

On peut appliquer cette règle après avoir éliminé les spectres trop éloignés des spectres utilisés pour la construction du modèle et ne classer que les palettes pour lesquelles le nombre de spectres est suffisant. Dans ce cas, nous avons 2 étapes pour le classement d'une palette :

- Etape 1 : nombre de spectres proches des spectres de référence :
 - o > 50% : la palette est évaluée à l'étape 2
 - o < 50% : la palette ne peut pas être évaluée
- Etape 2 : nombre de réponses concordantes
 - o > 75% : la palette est classée en conforme ou non conforme
 - o < 75% : la palette ne peut pas être évaluée

Si on applique cette évaluation aux 47 palettes du test industriel, la moitié des palettes peut être classée avec une fiabilité de 78% (tableau 13).

Modalité	Nb palettes Total	Palettes classées		Palettes bien classées	
		Nombre	%	Nombre	%
1 : Conforme récent	14	9	64%	7	78%
2 : Conforme vieux	5	0	0%		
3: Non conforme récent	14	7	50%	5	71%
5 : Non traité récent	14	7	50%	6	86%
Total	47	23	49%	18	78%

Tableau 13: résultats du modèle conformité au niveau palette



4. Synthèse, conclusion et perspectives

Les travaux menés en laboratoire avec des traitement et des conditions de stockage maîtrisées ont permis de mettre au point des modèles de prédiction de la conformité du traitement à la chaleur NIMP15 basés sur des spectres proches infrarouges. Deux groupes d'essences ont ainsi été « modélisés » ; des pins (maritime, sylvestre et radiata) et des peupliers (deux clones).

Sur les données laboratoire, les résultats sont plutôt encourageants et légèrement meilleurs sur le peuplier que sur les pins.

		Pins	Peuplier
Tous les spectres	Bien classés	70%	80%
En « filtrant » les spectres	% spectres classés	50%	62%
	Bien classés	80%	90%

Tableau 14: résultats des modèles conformité sur les données (de validation) laboratoire

Afin de valider les résultats obtenus en laboratoire, des données « industrielles », c'est-à-dire issues de palettes multi-essences, traitées dans des cellules industrielles et dont la traçabilité n'est pas égale à celle obtenue en laboratoire, ont été acquises.

Les résultats sont dégradés par rapport aux résultats issus des données laboratoire ce qui est assez logique.

		Pins	Peuplier
Niveau spectres	Bien classés	68%	63%
Niveau palette en « filtrant » les spectres	% spectres classés	100%	50%
	Bien classés	72%	78%

Tableau 15: résultats des modèles conformité sur les données industrielles

Pour les deux groupes d'essences, c'est une modalité (la 5 pour les pins et la 2 pour les peupliers) qui dégrade les résultats. Les bois pour ces modalités sont sans doute trop éloignés des bois testés dans nos essais laboratoire.

Nous avons donc un modèle de prédiction de la conformité du traitement à la chaleur qui, dans plus de la moitié des cas, en validation industrielle, donne une réponse fiable à 78% pour le peuplier et à 72% dans le cas du résineux. Autrement dit, cet outil mis à la disposition d'un agent de contrôle peut être, dans 50% des cas, une aide à la décision sur la conformité ou non d'un élément, d'une palette, d'un lot de palettes.

Les résultats sont relativement cohérents entre les différents éléments d'une palette et entre les différentes palettes d'un même lot dans les données industrielles. Il serait intéressant de continuer ces tests sur données industrielles en multipliant les lots testés et donc les conditions de traitement et les temps de stockage après traitement. Vu ces premiers résultats, le nombre de mesures par lot pourrait être réduit si cela entraîne un gain de temps significatif. Ces mesures sur d'autres lots permettraient :

- De mieux cerner le domaine de validité des modèles actuels (les lots présentant certaines caractéristiques sont-ils toujours mal évalués ?).
- D'enrichir notre base de données et éventuellement calculer de nouveaux modèles sur les données laboratoire et industrielles (dans la mesure où les caractéristiques des lots industriels sont suffisamment fiables).

La spectrométrie proche infrarouge est une technologie qui a ces limites dans l'extrapolation des résultats. Les modèles établis ne sont valables que dans le champ d'application défini par



les variables des données d'entrées du modèle (essences, conditions de traitement, période de stockage) et la généralisation d'un modèle à d'autre essence n'est pas possible sans une validation conséquente en termes de représentativité. On ne pourra pas utiliser les modèles établis dans cette étude pour contrôler le bon traitement de bois d'emballage en douglas ou en chêne. De même, si le traitement à la chaleur a été fait avec une technologie micro-onde, l'outil de contrôle n'est pas utilisable à ce jour. Des mesures spécifiques devront être faites sur des bois traités par un système micro-onde.

Notes





Agence nationale de sécurité sanitaire
de l'alimentation, de l'environnement et du travail
14 rue Pierre et Marie Curie
F94701 Maisons-Alfort cedex
www.anses.fr
[@Anses_fr](https://twitter.com/Anses_fr)