

---

---

**Aliments des animaux, céréales et  
produits de mouture des céréales —  
Lignes directrices pour l'application  
de la spectrométrie dans le proche  
infrarouge**

*Animal feeding stuffs, cereals and milled cereal products — Guidelines  
for the application of near infrared spectrometry*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 12099:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 12099:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Étalonnage et validation initiale</b> .....	<b>2</b>
6.1 Généralités.....	2
6.2 Méthodes de référence.....	3
6.3 Valeurs aberrantes.....	3
6.4 Validation des modèles d'étalonnage.....	4
6.4.1 Généralités.....	4
6.4.2 Correction du biais.....	4
6.4.3 Ajustement de la pente.....	4
6.4.4 Élargissement de l'ensemble d'étalonnage.....	4
6.5 Changements des conditions de mesurage et d'utilisation des appareils.....	5
<b>7</b> <b>Statistiques pour le mesurage des performances</b> .....	<b>5</b>
7.1 Généralités.....	5
7.2 Représentation graphique des résultats.....	5
7.3 Biais.....	7
7.4 Erreur quadratique moyenne de prédiction (SRMSEP).....	8
7.5 Erreur-type de prédiction (SSEP).....	9
7.6 Pente.....	10
<b>8</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>12</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>12</b>
9.1 Préparation de l'échantillon pour essai.....	12
9.2 Mesurage.....	12
9.3 Évaluation des résultats.....	12
<b>10</b> <b>Vérification de la stabilité de l'appareil</b> .....	<b>13</b>
10.1 Échantillon de contrôle.....	13
10.2 Diagnostic des appareils.....	13
10.3 Appareils en réseau.....	13
<b>11</b> <b>Contrôle de performance de l'étalonnage</b> .....	<b>13</b>
11.1 Généralités.....	13
11.2 Cartes de contrôle utilisant la différence entre résultats de référence et résultats NIR.....	14
<b>12</b> <b>Fidélité et exactitude</b> .....	<b>15</b>
12.1 Répétabilité.....	15
12.2 Reproductibilité.....	15
12.3 Exactitude.....	15
12.4 Incertitude.....	15
<b>13</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe A (informative) Lignes directrices pour des normes NIR spécifiques</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe B (informative) Exemple de valeurs aberrantes et de cartes de contrôle</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe C (informative) Termes et définitions supplémentaires</b> .....	<b>24</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>29</b>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12099:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique.

## Introduction

Le présent document a été rédigé en se basant sur l'ISO 21543 | FIL 201, qui a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et par la Fédération internationale de laiterie (FIL).

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12099:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 12099:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>

# Aliments des animaux, céréales et produits de mouture des céréales — Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le proche infrarouge

## 1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices pour la détermination par spectrométrie dans le proche infrarouge de constituants tels que l'eau, les matières grasses, les protéines, l'amidon et la cellulose brute, et des paramètres tels que la digestibilité des aliments pour animaux, des céréales et des produits de mouture des céréales.

Les déterminations sont basées sur des mesurages spectrométriques dans le domaine spectral du proche infrarouge.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

### 3.1

#### appareil d'analyse dans le proche infrarouge appareil NIR

appareillage qui, lorsqu'il est utilisé dans les conditions définies dans le présent document, permet de prédire les *teneurs en constituants* (3.3) et les *paramètres technologiques* (3.4) dans les *aliments des animaux* (3.2), les céréales et les produits de mouture des céréales, par le biais de relations avec les absorptions dans le domaine du proche infrarouge

### 3.2

#### aliments des animaux

produit ou substance, y compris les additifs, traité, traité en partie ou non traité, destiné à être utilisé pour l'alimentation des animaux par ingestion

EXEMPLE Matières premières, fourrage, farine de viandes et d'os, aliments mélangés pour bétail et autres produits finaux, aliments pour animaux domestiques, etc.

### 3.3

#### teneur en constituants

fraction massique des substances déterminée à l'aide de la méthode chimique appropriée, normalisée ou validée

Note 1 à l'article: La fraction massique est souvent exprimée en pourcentage.

Note 2 à l'article: Pour des exemples de méthodes appropriées, voir les Références [1] à [12].

EXEMPLE Eau, matières grasses, protéines, cellulose brute, fibres au détergent neutre (NDF) et fibres au détergent acide (ADF).

### 3.4 paramètre technologique

propriété ou fonctionnalité d'*aliments pour animaux* (3.2), de céréales et de produits de mouture des céréales, qui peut être déterminée à l'aide de la (des) méthode(s) appropriée(s), normalisée(s) ou validée(s)

Note 1 à l'article: Il est possible de développer et de valider des méthodes NIR pour des paramètres et des types d'échantillons autres que ceux énumérés ci-dessus, sous réserve que le mode opératoire spécifié dans le présent document soit respecté. Les unités de mesure des paramètres déterminés suivent les unités utilisées dans les méthodes de référence.

EXEMPLE Digestibilité.

## 4 Principe

Les données spectrales dans le proche infrarouge sont collectées et transformées en concentrations de constituants ou de paramètres par des modèles d'étalonnage développés à partir d'échantillons représentatifs des produits concernés.

## 5 Appareillage

### 5.1 Appareils d'analyse dans le proche infrarouge.

Appareils basés sur les mesurages en réflexion diffuse ou en transmission couvrant le domaine de longueurs d'onde du proche infrarouge de 770 nm à 2 500 nm ( $12\ 900\ \text{cm}^{-1}$  à  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ), ou des segments de ce dernier ou à des longueurs d'onde ou des nombres d'onde sélectionnés. Le principe optique peut être dispersif (monochromateurs à réseau par exemple), interférométrique ou non thermique (par exemple diodes électroluminescentes, diodes laser et lasers). Il convient que l'appareil soit doté d'un système effectuant des tests diagnostiques pour évaluer le bruit photométrique et la reproductibilité, ainsi que l'exactitude et la fidélité des longueurs d'onde/des nombres d'onde (pour les spectrophotomètres à balayage).

Il convient que l'appareil mesure un volume ou une surface d'échantillon suffisamment important(e) pour éliminer toute influence significative d'un manque d'homogénéité découlant de la composition chimique ou des propriétés physiques de l'échantillon pour essai. Dans les mesurages en transmission, pour obtenir la linéarité et un rapport signal/bruit maximal, il convient d'optimiser l'intensité du signal en adaptant le chemin optique à chaque type d'échantillon (épaisseur des échantillons) conformément aux recommandations du fabricant.

### 5.2 Dispositif de mouture ou de broyage approprié, pour la préparation de l'échantillon (si nécessaire).

NOTE Des changements des conditions de mouture ou de broyage peuvent influencer les mesurages NIR en raison, par exemple, d'un réchauffement qui peut entraîner une perte des constituants volatils tels que l'eau.

## 6 Étalonnage et validation initiale

### 6.1 Généralités

L'appareil doit être étalonné avant d'être utilisé. L'étalonnage implique une comparaison avec une référence et des procédés de réglage de l'appareil. Dans la mesure où un grand nombre de systèmes différents peut être utilisé pour l'étalonnage des appareils NIR, aucun mode opératoire spécifique ne peut être indiqué pour l'étalonnage.



Pour une explication des méthodes de développement de l'étalonnage, voir la Référence [16] et le manuel d'instruction du fabricant respectif. Pour la validation, il est important de disposer d'un nombre suffisant d'échantillons représentatifs, couvrant des variations telles que les suivantes:

- a) les combinaisons et les gammes de concentration des constituants principaux et secondaires de l'échantillon;
- b) les effets saisonniers, géographiques et génétiques sur les fourrages, les matières premières pour animaux et les céréales;
- c) les techniques et les conditions de transformation;
- d) les conditions de stockage;
- e) la température de l'échantillon et de l'appareil;
- f) les variations des appareils (c'est-à-dire les différences entre appareils).

NOTE Pour garantir une validation robuste, au moins 20 échantillons sont nécessaires.

## 6.2 Méthodes de référence

Il convient d'utiliser des méthodes de référence reconnues à l'échelle internationale pour déterminer la teneur en eau, en matières grasses, en protéines et autres constituants et paramètres. Voir les Références [1] à [12] pour des exemples.

Pour l'étalonnage, il convient d'utiliser la méthode de référence en contrôle statistique. Il est indispensable de connaître la fidélité de la méthode de référence.

Quand cela est possible, il convient d'utiliser des références assurant la traçabilité des mesurages au système SI (Système international d'unités), telles des matériaux de référence certifiés.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>

## 6.3 Valeurs aberrantes

Dans de nombreuses situations, des valeurs statistiques aberrantes sont observées au cours de l'étalonnage et de la validation. Les valeurs aberrantes peuvent porter sur des données NIR (valeurs aberrantes spectrales, désignées ci-après «valeurs aberrantes x») ou des erreurs dans les données de référence ou des échantillons avec une relation différente entre les données de référence et les données NIR (désignées ci-après «valeurs aberrantes y»); voir les exemples aux [Figures B.1](#) à [B.5](#).

Pour les besoins de la validation, les échantillons ne sont pas considérés comme des valeurs aberrantes s'ils respectent les conditions suivantes:

- a) s'ils se situent dans la plage de travail des constituants/paramètres de l'étalonnage ou des étalonnages;
- b) s'ils se situent dans les limites de la variation spectrale des échantillons d'étalonnage, telles qu'estimées, par exemple, par la distance de Mahalanobis;
- c) le résidu spectral se situe en dessous d'une limite définie par le procédé d'étalonnage;
- d) si le résidu de prédiction se situe en dessous d'une limite définie par le procédé d'étalonnage.

S'il apparaît qu'un échantillon est une valeur aberrante, il convient alors de vérifier en premier lieu s'il s'agit d'une valeur aberrante x. Si cette valeur dépasse les limites des valeurs aberrantes x définies pour l'étalonnage, il convient de l'éliminer. S'il ne s'agit pas d'une valeur aberrante x, il convient alors de vérifier la valeur de référence et la valeur NIR prédite, par exemple par des mesurages répétés. Si cette vérification confirme les valeurs initiales, il convient alors de ne pas supprimer l'échantillon et de l'inclure dans les valeurs statistiques de validation. Si les nouvelles valeurs indiquent que les valeurs de référence initiales ou les valeurs NIR prédites sont erronées, il convient alors d'utiliser ces nouvelles valeurs.

## 6.4 Validation des modèles d'étalonnage

### 6.4.1 Généralités

Avant d'être utilisées, les équations d'étalonnage doivent être validées localement sur un ensemble d'essais indépendant représentatif de la population d'échantillons à analyser. Au moins 20 échantillons sont nécessaires pour déterminer le biais, la pente et l'erreur-type de prédiction (SEP, voir 7.5). La validation doit être effectuée pour chaque type d'échantillon, constituant/paramètre et autres facteurs connus pour affecter ou pouvant avoir un effet sur le mesurage. L'étalonnage n'est valable que pour les variations, c'est-à-dire les types d'échantillons, la gamme et la température utilisés lors de la validation.

NOTE 1 Les modèles d'étalonnage ne peuvent être utilisés que sur la gamme pour laquelle ils ont été validés.

Les résultats obtenus sur l'ensemble d'essais indépendant sont reportés sur un graphique, référence en fonction de NIR et résidus en fonction des résultats de référence, pour illustrer les performances de l'étalonnage. La SEP est calculée (voir 7.5) et les valeurs aberrantes, telles que des échantillons avec un résidu dépassant  $\pm 3 s_{SEP}$ , sont recherchées sur le graphique des résidus des données corrigées de l'erreur systématique moyenne (biais).

Si le processus de validation montre que le modèle ne peut pas produire de valeurs statistiques acceptables, il convient alors de ne pas l'utiliser.

NOTE 2 Ce qui sera acceptable dépendra par exemple des performances de la méthode de référence, de la plage couverte, du but de l'analyse, etc. et il appartient aux parties concernées d'en décider.

Lorsqu'ils sont disponibles et adaptés, les matériaux de référence ou matériaux de référence certifiés peuvent être utilisés dans le cadre de la validation des modèles d'étalonnage.

L'étape suivante consiste à ajuster les données NIR,  $y_{NIRS}$ , et les données de référence,  $y_{ref}$ , par régression linéaire ( $y_{ref} = a + b \times y_{NIRS}$ ) pour produire des valeurs statistiques qui décrivent les résultats de validation.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29cdf272-389a-456a-a22b-628754be4485/iso-12099-2017>

### 6.4.2 Correction du biais

Un biais entre les méthodes est également recherché dans les données. Si la différence entre les moyennes des valeurs NIR prédites et des valeurs de référence est significativement différente de zéro, cela indique que l'étalonnage est biaisé. Il est possible de supprimer un biais en ajustant la constante (voir 7.3) de l'équation d'étalonnage.

### 6.4.3 Ajustement de la pente

Si la pente,  $b$ , est significativement différente de 1, l'étalonnage est faussé.

L'ajustement de la pente/l'ordonnée à l'origine de l'étalonnage n'est généralement pas recommandé, sauf si l'étalonnage est appliqué à de nouveaux types d'échantillons ou d'appareils. Si une nouvelle étude de l'étalonnage ne permet pas de détecter de valeurs aberrantes, notamment des valeurs aberrantes «de levier élevé», il est préférable d'élargir l'ensemble d'étalonnage pour inclure davantage d'échantillons. Cependant, si la pente est ajustée, il convient alors de tester l'étalonnage sur un nouvel ensemble d'essais indépendant.

### 6.4.4 Élargissement de l'ensemble d'étalonnage

Si l'exactitude de l'étalonnage ne répond pas aux attentes, il convient d'élargir l'ensemble d'étalonnage pour inclure un plus grand nombre d'échantillons ou de réaliser un nouvel étalonnage. Dans tous les cas, lorsqu'un nouvel étalonnage est développé sur un ensemble d'étalonnage élargi, il convient de répéter le processus de validation sur un nouvel ensemble de validation. Si nécessaire, il convient de répéter l'élargissement de l'ensemble d'étalonnage jusqu'à ce que des résultats acceptables soient obtenus sur un ensemble de validation.

## 6.5 Changements des conditions de mesurage et d'utilisation des appareils

Sauf si un étalonnage supplémentaire est effectué, une validation locale d'une méthode NIR indiquant l'exactitude de la méthode ne peut généralement pas être considérée comme valide si les conditions d'essai ont changé.

Par exemple, les étalonnages développés pour une certaine population d'échantillons ne peuvent pas être valides pour des échantillons en dehors de cette population, même si la gamme de concentration de l'analyte n'a pas changé. Il est possible que l'étalonnage développé sur des ensilages provenant d'une zone ne donne pas la même exactitude sur des ensilages provenant d'une autre zone si les paramètres génétiques, de croissance et de traitement sont différents.

Des changements de technique de présentation des échantillons ou de conditions de mesurage, par exemple la température, non compris dans l'ensemble d'étalonnage peuvent également influencer les résultats analytiques.

Les étalonnages développés sur un appareil spécifique ne peuvent pas toujours être transférés directement vers un appareil identique fonctionnant selon le même principe. Des ajustements du biais ou de la pente/l'ordonnée à l'origine dans les équations d'étalonnage peuvent s'avérer nécessaires. Dans de nombreux cas, il sera nécessaire de standardiser les deux appareils l'un par rapport à l'autre avant de pouvoir transférer les équations d'étalonnage.<sup>[16]</sup> Les modes opératoires de standardisation peuvent être utilisés pour transférer les étalonnages entre des appareils de types différents à condition que les échantillons soient analysés de la même manière (réflexion, transmission) et que le domaine spectral soit commun.

Si les conditions ont changé, il convient de réaliser une validation supplémentaire.

Il convient de vérifier les étalonnages dès qu'une pièce importante de l'appareil (système optique, détecteur) a été remplacée ou réparée.

ISO 12099:2017

## 7 Statistiques pour le mesurage des performances

### 7.1 Généralités

Les performances d'un modèle de prédiction doivent être déterminées par un ensemble d'échantillons de validation. Cet ensemble est composé d'échantillons indépendants de l'ensemble d'étalonnage. Dans une usine, il s'agira de nouveaux lots; en agriculture, il s'agira d'une nouvelle récolte ou d'un nouveau lieu d'expérimentation.

Cet ensemble d'échantillons doit être soigneusement analysé suivant les méthodes de référence. Il est indispensable d'apporter le plus grand soin à l'analyse des échantillons de validation et la fidélité des résultats est plus importante pour l'ensemble de validation que pour les échantillons utilisés lors de la phase d'étalonnage.

Le nombre d'échantillons de validation doit être au moins égal à 20 pour calculer les valeurs statistiques avec une certaine confiance.

Le protocole NIR utilisé pour la détermination des performances du modèle de prédiction doit être le même que celui utilisé en routine (un mesurage ou deux mesurages).

### 7.2 Représentation graphique des résultats

Il est important de visualiser les résultats sous forme de graphiques, c'est-à-dire de valeurs de référence en fonction de valeurs prédites ou de résidus en fonction de valeurs prédites.

Les résidus sont définis par la [Formule \(1\)](#):

$$e_i = y_i - \hat{y}_i \tag{1}$$

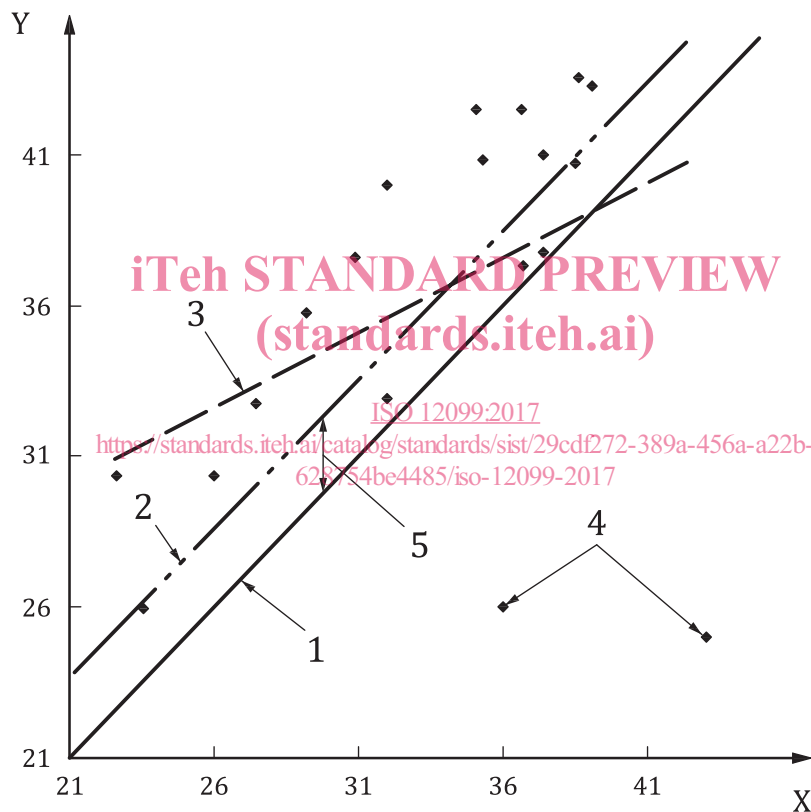
où

$y_i$  est la  $i^{\text{ème}}$  valeur de référence ( $y_{\text{ref}}$ );

$\hat{y}_i$  est la  $i^{\text{ème}}$  valeur prédite ( $y_{\text{NIRS}}$ ) obtenue en utilisant le modèle NIR à plusieurs variables.

La manière dont les différences sont calculées donnera un biais négatif lorsque les prédictions sont trop élevées et un biais positif lorsque les prédictions sont trop faibles par rapport aux valeurs de référence.

Une représentation graphique des données fournit immédiatement un aperçu de la corrélation, du biais, de la pente et de la présence de valeurs aberrantes évidentes (voir [Figure 1](#)).



**Légende**

- 1 droite à 45° (droite idéale avec un biais = 1 et une pente = 0)    X     $y_{\text{NIRS}}$
- 2 droite (à 45° - biais)    Y     $y_{\text{ref}}$
- 3 droite de régression linéaire
- 4 valeurs aberrantes
- 5 biais

NOTE Étant donné que les valeurs aberrantes (Légende 4) ont une forte influence sur le calcul de la pente, il convient de les éliminer si les résultats sont destinés à être utilisés pour des ajustements

**Figure 1 — Diagramme de dispersion pour un ensemble de validation,  $y_{\text{ref}} = f(a + b \times y_{\text{NIRS}})$**