

**Suisselab**  
Zollikofen

# Spectroscopie infrarouge Fonctionnement et possibilités

Martin Stierli

Ing. dipl. SA EPF

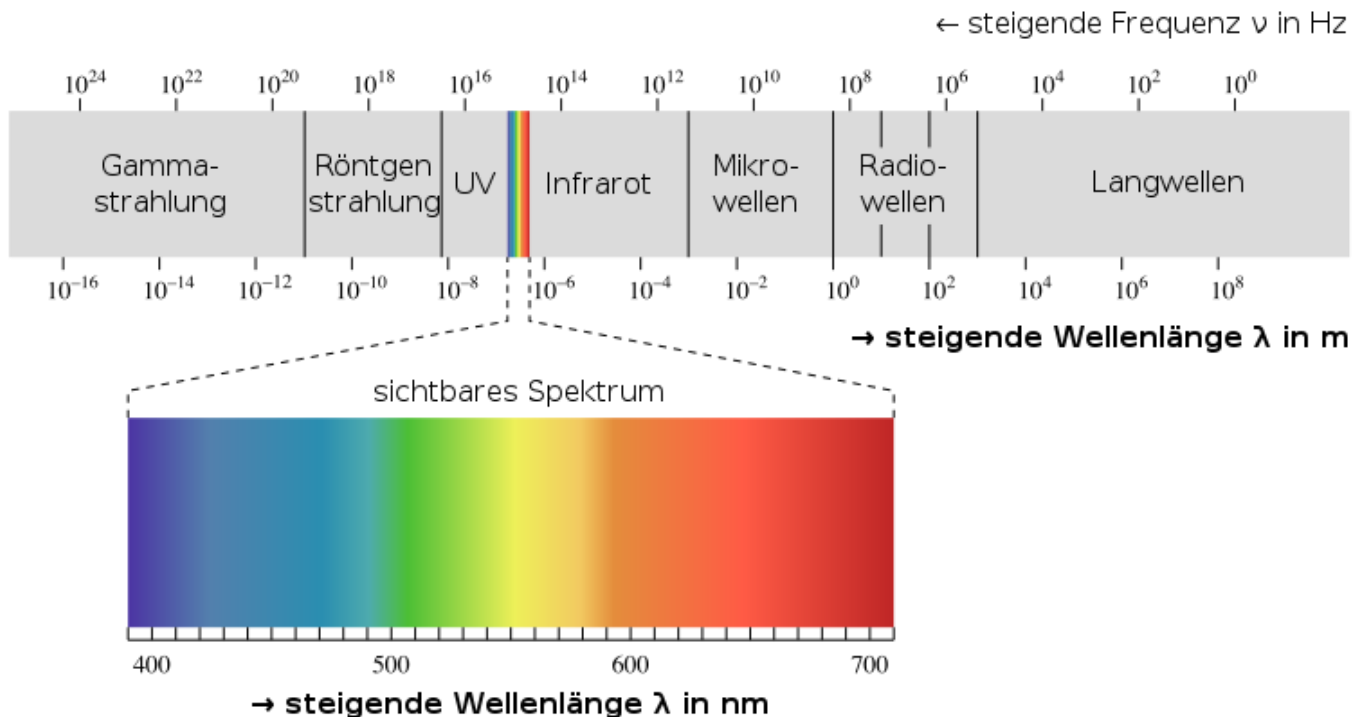
Responsable du laboratoire d'analyses laitières

10<sup>e</sup> anniversaire de Suisselab SA, 14 septembre 2017

# Principe de la spectroscopie infrarouge

1800: Découverte des rayons infrarouges par F.W. Herschel

- Analyse des différentes couleurs du spectre solaire
- Réchauffement d'une surface noircie par les rayons au-delà du domaine rouge (au-delà, au-dessous = infra: infrarouge)

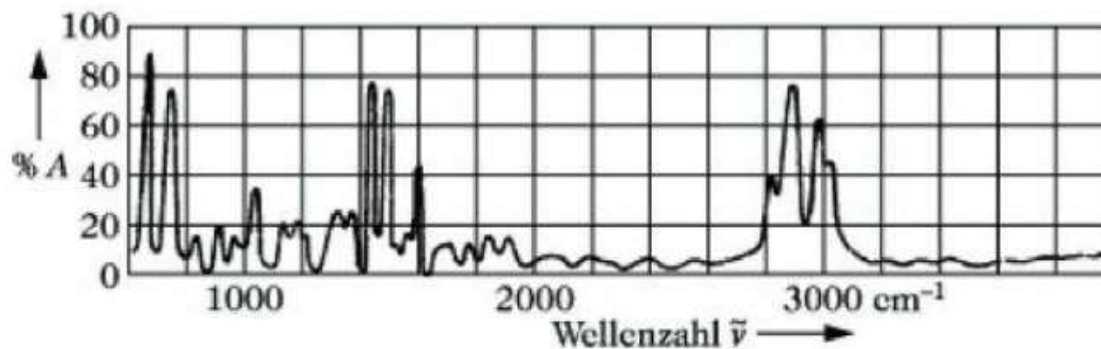


# Principe de la spectroscopie infrarouge

- Le domaine de l'infrarouge est divisé en:
  - Infrarouge proche (NIR), longueur d'ondes de 0.8 à 2.5  $\mu\text{m}$
  - Infrarouge moyen (MIR), longueur d'ondes de 2.5 à 25  $\mu\text{m}$
  - Infrarouge lointain (FIR), longueur d'ondes de 25 à 1000  $\mu\text{m}$
- Lorsqu'une matière est irradiée avec des ondes électromagnétiques, certaines bandes de fréquences sont absorbés.
- La spectroscopie décompose le rayonnement.
- La spectroscopie à infrarouge moyen utilise uniquement les rayons possédant une longueur d'onde de 2.5 à 25  $\mu\text{m}$ .
- Cela provoque une excitation de vibration des liaisons chimiques.
- Ces liaisons chimiques sont typiques pour des groupes fonctionnels et donc pour les matières considérées.

# Principe de la spectroscopie infrarouge

- L'absorption dépend du type de matière (longueur d'onde avec grande absorption) et de la quantité de matière (importance de l'absorption).
- Une absorption oscillant entre  $3.5 \mu\text{m}$  et  $5.8 \mu\text{m}$  est typique pour la graisse.
- L'excitation de vibration est irrégulière.
- Nous utilisons le principe de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).
- La transformée de Fourier est une méthode mathématique permettant de convertir des signaux irréguliers en un spectre continu.



# Principe de la spectroscopie infrarouge

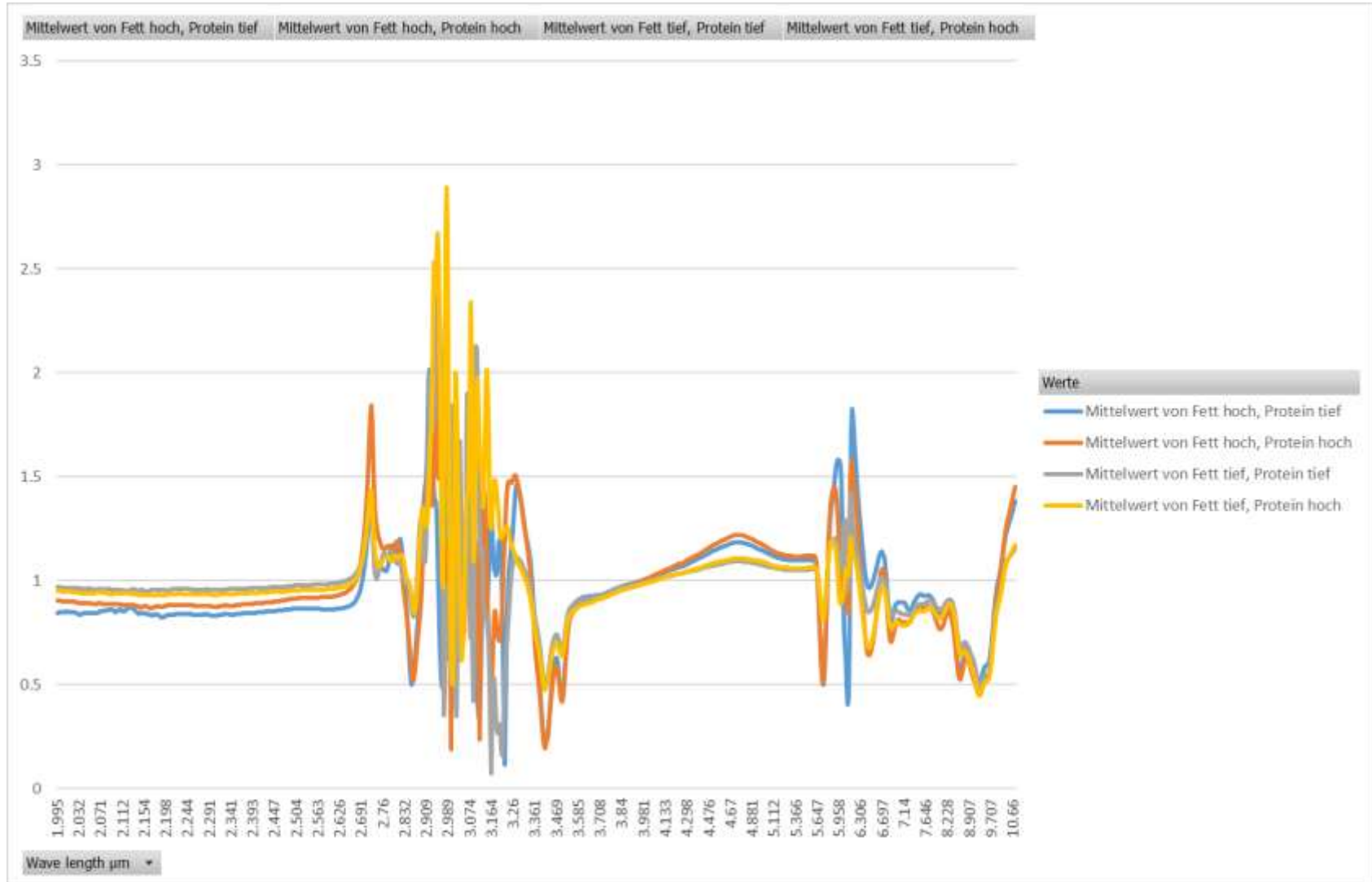
- Suisselab utilise des appareils du type MilkoScan de la firme danoise FOSS.



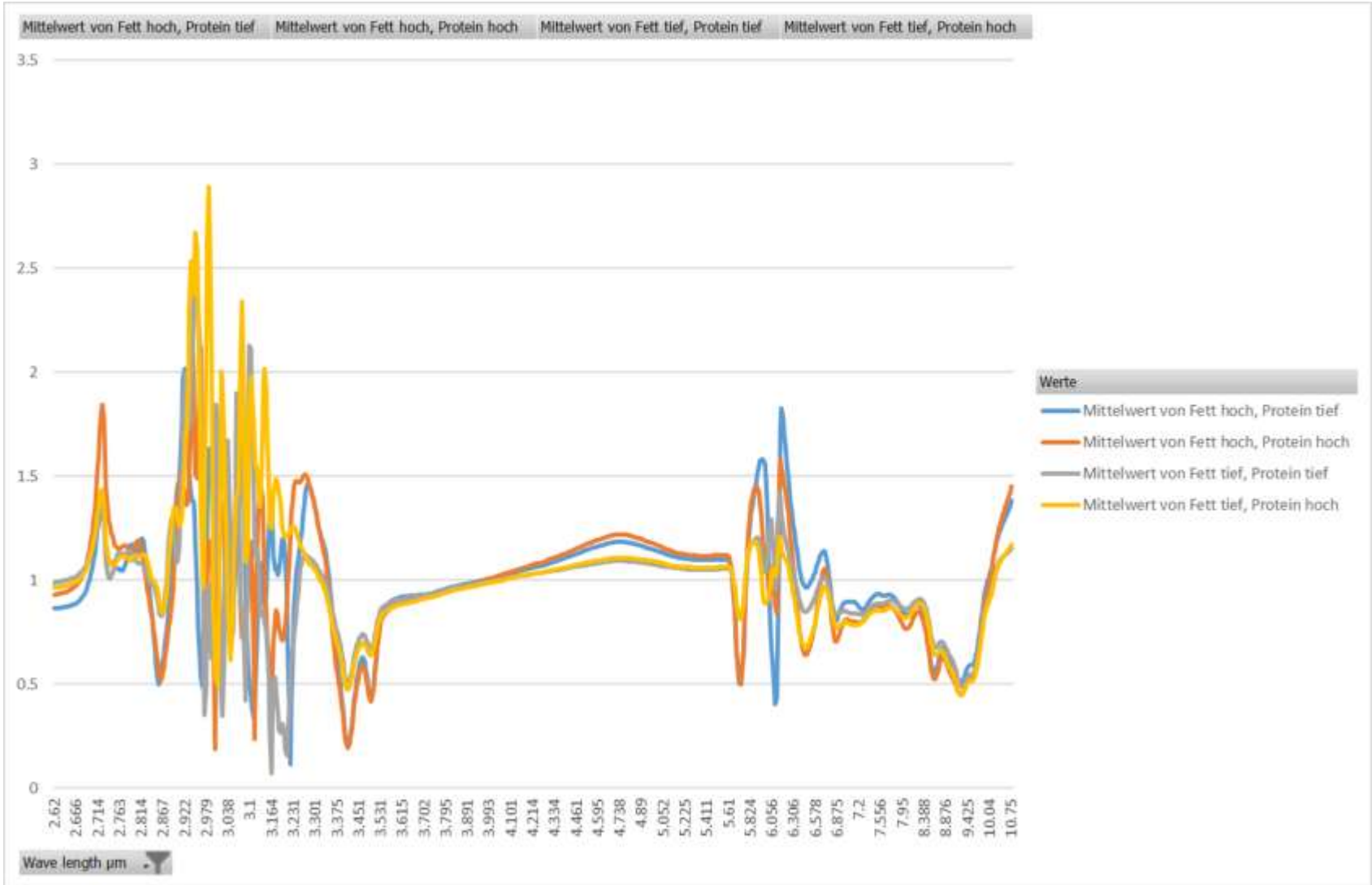
# Principe de la spectroscopie infrarouge



# Principe de la spectroscopie infrarouge

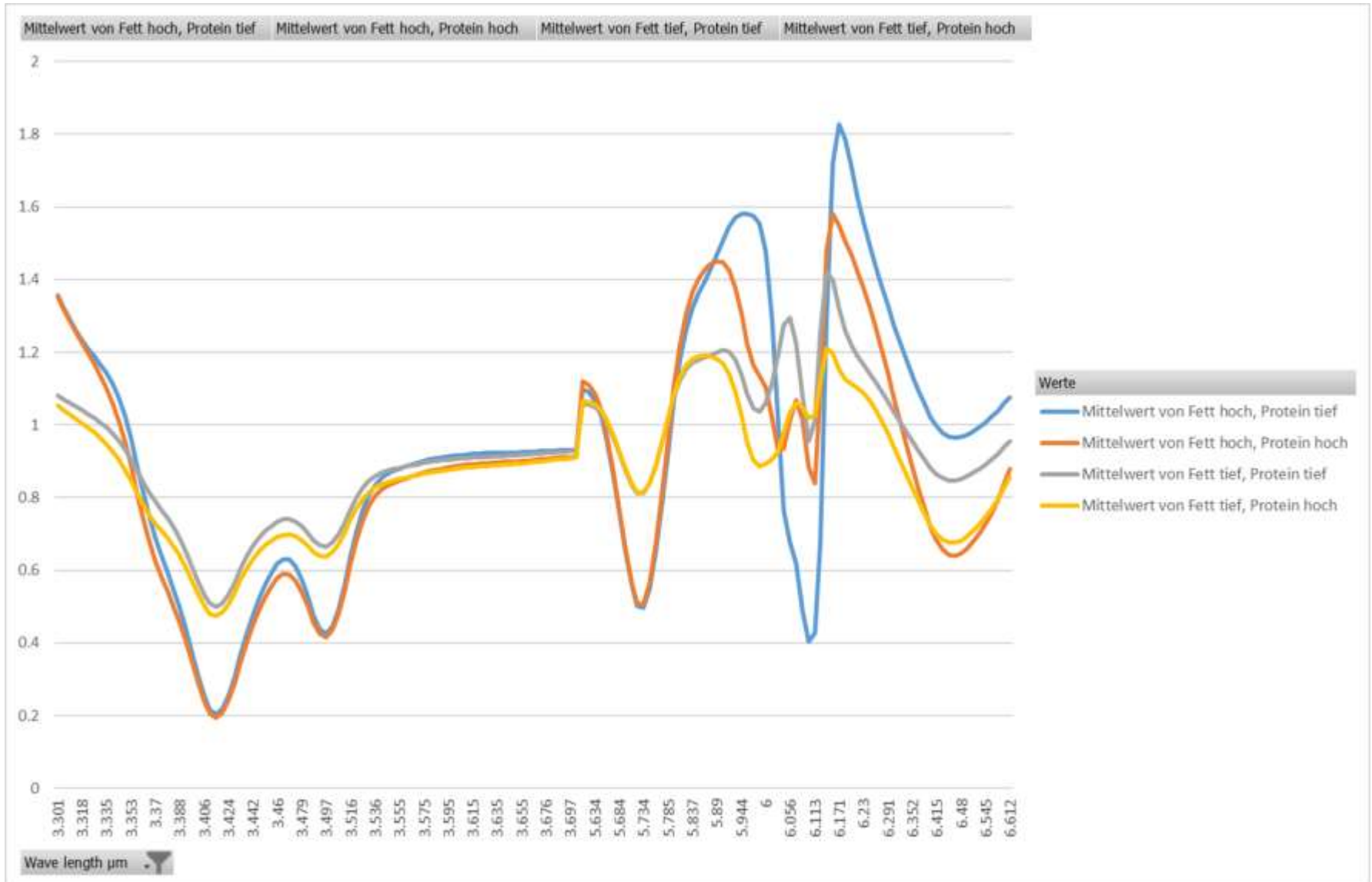


# Principe de la spectroscopie infrarouge

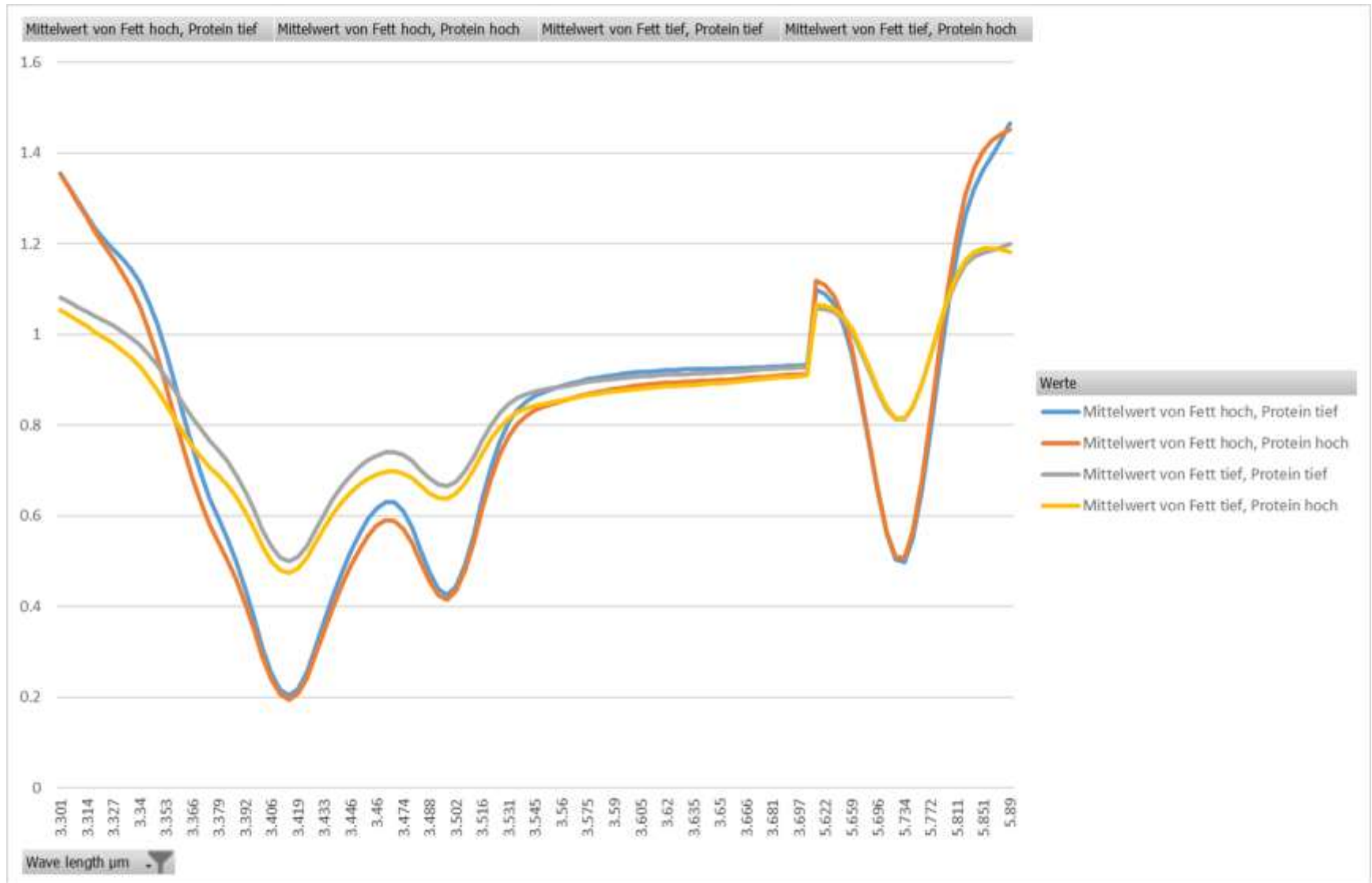




# Principe de la spectroscopie infrarouge



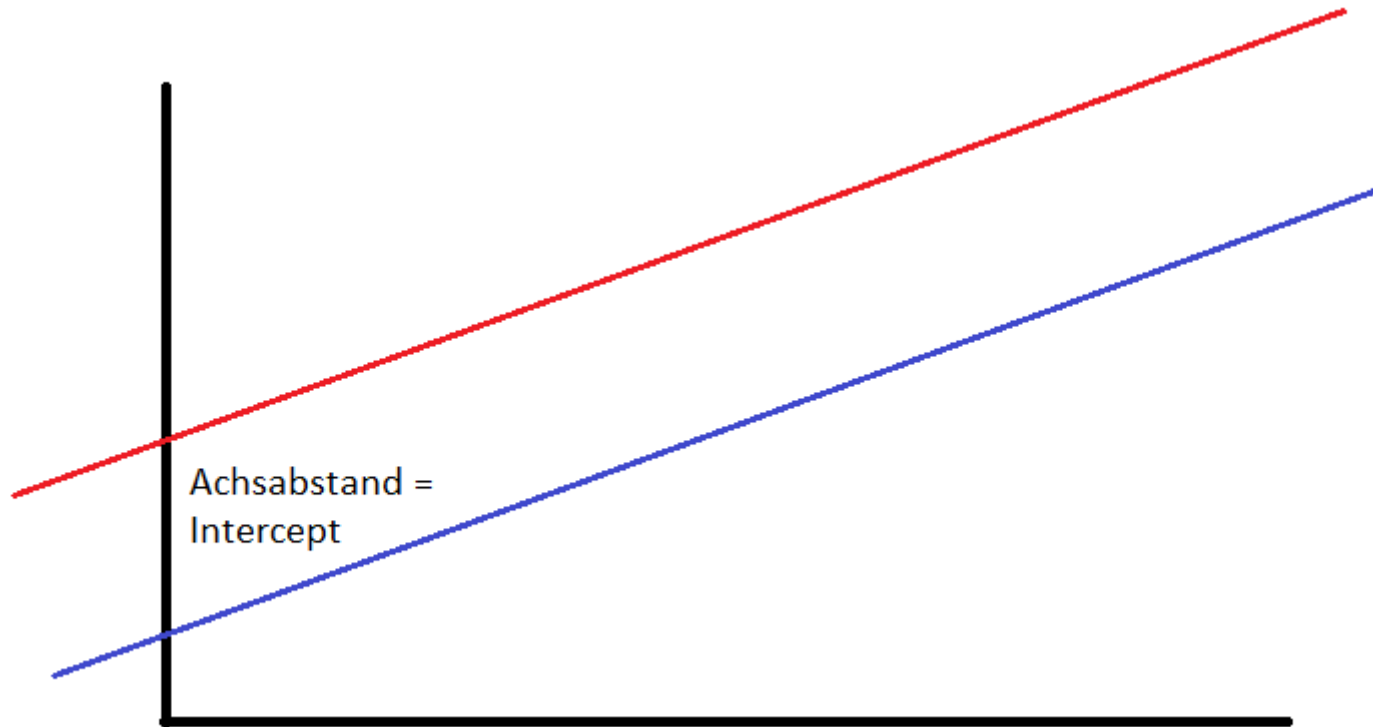
# Principe de la spectroscopie infrarouge



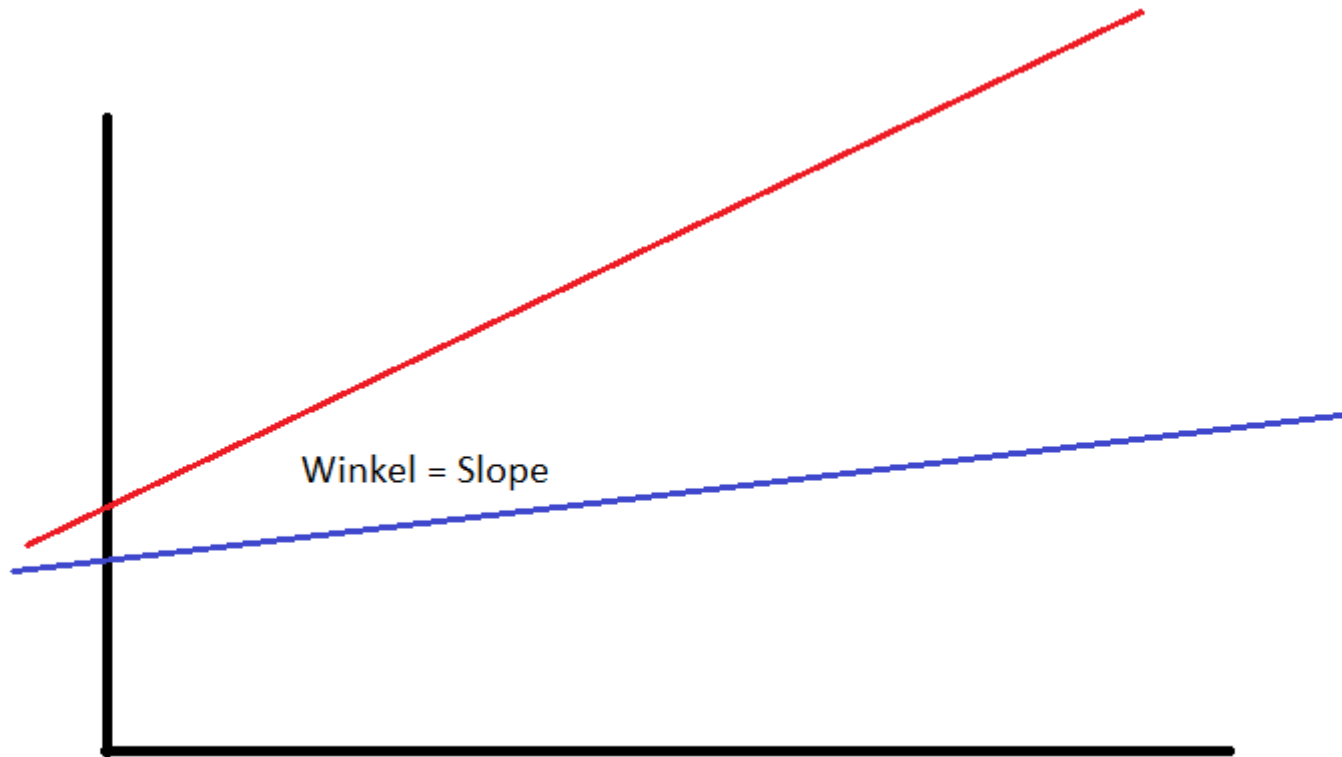
# Étalonnage des appareils

- Les mesures de la spectroscopie infrarouge doivent être calculées pour les composants spécifiques.
- Les appareils sont équipés d'un étalonnage de base.
- Cela permet de donner des indications sur le type et la quantité des ingrédients.
- Afin d'harmoniser les appareils de manière très précise avec les résultats obtenus avec la méthode de référence, ils sont étalonnés avec des échantillons de référence.
- Les composants de ces échantillons de références sont déterminés avec la méthode de référence.
- Les mesures des appareils IR sont comparées avec les spécificités de l'échantillon de référence.

# Étalonnage des appareils



# Étalonnage des appareils



# Contrôle des appareils

- Assurer que tous les appareils mesurent au même niveau:
  - Un lait est mesuré avec tous les appareils (lait pilote).
  - La valeur moyenne de toutes les mesures est formée.
  - Le lait pilote est défini avec cette valeur moyenne.
  - Des marges de tolérance sont définies pour toutes les valeurs.
  - Chaque 48<sup>e</sup> échantillon est un lait pilote.
  - Si les valeurs déterminées se situent dans la marge de tolérance, les analyses peuvent se poursuivre.
  - Des mesures sont prises en cas d'écarts:
    - Nouvelle mesure
    - Remise en état de l'appareil

# Contrôle des appareils

|                           |   | FO_866 Pilotmilch | Version: 4<br>Freigabe: 15.12.16         |                |
|---------------------------|---|-------------------|--|----------------|
| Definition Pilotmilch ab: | <b>29.08.2017</b>   |                   |  |                |
| Definition:               | Messwerte von 1 Tag / alle CF (Messwerte der Serie)         |                   |  |                |
| Gerätfreigabe:            | Bedingungen für die Freigabe der Geräte in der Startroutine |                   |  |                |
| Einzelwerte:              | $\pm 0.05 \text{ g/100g}$                                   |                   |  |                |
| Mittelwert:               | $\pm 0.03 \text{ g/100g}$                                   |                   |  |                |
| ZZ Pilotwerte             | $\leq 150/\text{ml}$ Limite abs. $\pm 15$ $> 150 \pm 10 \%$ |                   |  |                |
| Merkmal                   | Definition  | Toleranzen        |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 0.05$<br>4.14 - 4.24    |                |
| <b>Fettgehalt</b>         | <b>4.19</b>   | Mittelwert        | <b>4.16</b>                              | - <b>4.22</b>  |
| <small>g/100g</small>     |   | $\pm 0.03$        |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 0.05$<br>3.23 - 3.33    |                |
| <b>Eiweissgehalt</b>      | <b>3.28</b>   | Mittelwert        | <b>3.25</b>                              | - <b>3.31</b>  |
| <small>g/100g</small>     |   | $\pm 0.03$        |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 0.05$<br>4.49 - 4.59    |                |
| <b>Laktosegehalt</b>      | <b>4.54</b>   | Mittelwert        | <b>4.51</b>                              | - <b>4.57</b>  |
| <small>g/100g</small>     |   | $\pm 0.03$        |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 0.05$<br>2.57 - 2.67    |                |
| <b>Kaseingehalt</b>       | <b>2.62</b>   | Mittelwert        | <b>2.59</b>                              | - <b>2.65</b>  |
| <small>g/100g</small>     |   | $\pm 0.03$        |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 0.004$<br>0.024 - 0.032 |                |
| <b>Harnstoffgehalt</b>    | <b>0.028</b>  | Mittelwert        | <b>0.025</b>                             | - <b>0.031</b> |
| <small>g/dl</small>       |   | $\pm 0.003$       |  |                |
|                           | Differential $\pm 15$                                       |                   | Einzelwert $\pm 15$<br>110 - 140         |                |
| <b>Zellzahl</b>           | <b>125</b>  | Mittelwert        | <b>119</b>                               | - <b>132</b>   |
| <small>1000/ml</small>    |   | $\pm 5\%$         |  |                |
|                           |   |                   | Einzelwerte $\pm 5$<br>526 - 536         |                |
| <b>Gefrierpunkt</b>       | <b>531</b>  | Mittelwert        | <b>527</b>                               | - <b>535</b>   |
| <small>m°C</small>        |   | $\pm 4$           |  |                |

# Contrôle des appareils

- Afin d'assurer que les valeurs soient correctes, nous participons à des essais circulaires internationaux.
- Différents laboratoires analysent les mêmes échantillons.
- Les résultats sont comparés.





# Possibilités et limites de la méthode

Utilisation actuelle des spectres FTIR:

- Graisse
- Protéines, caséine
- Lactose
- Urée
- Acétone / BHB
- Point de congélation (+ cellule de conductivité)
- FFA (free fatty acids = acides gras libres)

# Possibilités et limites de la méthode

- En principe, beaucoup d'informations concernant l'animal se trouvent dans le sang et, par conséquent pour les mammifères, aussi dans le lait.
- Ces substances influent sur le spectre IR.
- Une corrélation peut être déterminée avec le spectre et les résultats de l'analyse de référence.
- Cela fonctionne p. ex. très bien pour la graisse, où une absorption définie a lieu avec peu de longueurs d'ondes.
- Cela est plus difficile avec de faibles concentrations de la matière ou en cas de superposition des absorptions.

# Développement du système

- Des systèmes qualitatifs peuvent être introduits pour de nouveaux paramètres ne permettant éventuellement pas l'obtention de valeurs exactes.
- Il peut s'agir de systèmes à feux (vert = en ordre, jaune = danger, rouge = alerte)
- Exemples:
  - Système d'alerte précoce de troubles du métabolisme énergétique (cétose)
  - Dépistage de „lait anormal“ / contaminations dans le lait livré
  - Évaluation de l'aptitude du lait à la transformation en fromage (aptitude à la coagulation, caractéristiques de coagulation)



**SuisseLab**  
Zollikofen

Merci de votre attention!