

ANALYSE DU LAIT ET DES PRODUITS LAITIERS

PROCHE OU MOYEN INFRAROUGE : AVANTAGES, INCONVENIENTS

(résumé de l'intervention de M. MAZEROLLES de l'INRA-SRTAL Poligny lors de l'Assemblée générale de CECALAIT)

La spectrophotométrie infra-rouge a pris une place considérable en analyse laitière dans les trente dernières années. Les appareils moyen infra-rouge (MIR) ont été les premiers à donner des résultats quantitatifs satisfaisants et ont alors connu un fort développement. Constamment améliorés depuis, ils restent, aujourd'hui encore, parfaitement adaptés à l'analyse de routine des composants majeurs du lait. La technologie actuelle, avec notamment l'apparition de moyens de calculs puissants et l'utilisation de fibres optiques a conduit à un développement récent de la spectroscopie proche infra-rouge (PIR). Le suivi de la bibliographie des quinze dernières années montre que ce type de spectroscopie possède un potentiel intéressant pour l'analyse du lait comme pour celle du fromage.

Depuis une trentaine d'années, la spectrophotométrie infra-rouge prend une place de plus en plus importante dans les laboratoires laitiers. Les appareils moyen infra-rouge (MIR) ont été les premiers à fournir des résultats quantitatifs fiables en analyse laitière. Améliorés au fil des années, ils restent majoritairement utilisés pour l'analyse du lait. Cependant, depuis quelques années, le développement de la micro-informatique a permis d'adapter à l'analyse courante les appareils proche infra-rouge (PIR), ainsi que les appareils infra-rouge (MIR ou PIR) à transformée de Fourier (IRTF). Il est utile, par conséquent, de faire le point sur les caractéristiques des domaines considérés, sur les différents types d'appareils et leur fonctionnement, leurs avantages et inconvénients, ainsi que sur les travaux qu'ils ont permis de mener et les perspectives de travail qu'ils ouvrent.

* CARACTERISTIQUES DES DOMAINES MIR OU PIR

Le MIR est le domaine des longueurs d'onde comprises entre 2,5 et 50 μm . Il se caractérise par de fortes bandes d'absorption des composés à doser, mais aussi de leurs solvants. L'absorption des groupements chimiques y est de plus fortement influencée par leur environnement. C'est le domaine de choix pour l'analyse structurale.

Le PIR est compris entre 0,7 et 2,5 μm . Ce sont des longueurs d'onde plus énergétiques qu'en MIR, d'où des phénomènes de pénétration et de diffusion plus importants. En outre, les absorptions y sont moins intenses qu'en MIR. Enfin, l'information spectrale y est moins bien décrite. En revanche, les éléments des systèmes optiques transparents aux PIR sont moins coûteux et moins fragiles que ceux transparents aux MIR.

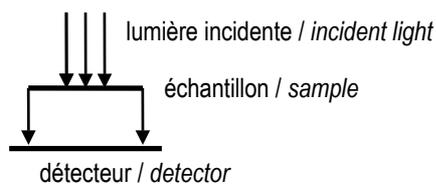
* LES SPECTROPHOTOMETRES

➤ Quel que soit le domaine d'onde considéré, un spectrophotomètre est toujours constitué d'une source de lumière infra-rouge, d'un système dispersif ou interférentiel et d'un détecteur de signal. Ils se répartissent en trois catégories :

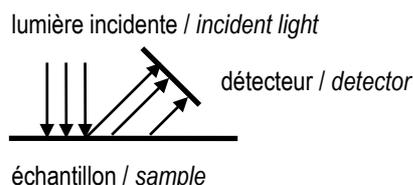
- les appareils à filtres interférentiels, très utilisés dans les années 60 et équipant les analyseurs intégrés de lait,
- Les appareils dispersifs, à prisme, pour les appareils anciens, ou à réseau avec simple ou double faisceau,
- Les appareils IRTF.

➤ Deux modes de travail sont principalement utilisés en analyse laitière : la transmission ou la réflexion, décrits schématiquement ci-dessous.

travail en / working in
TRANSMISSION



travail en / working in
REFLEXION



Transmission ou réflexion sont chacun, largement déclinés à travers les appareils, les produits à analyser etc...

➤ Pour les appareils MIR dédiés à l'analyse du lait, l'étape de calibrage du spectrophotomètre considère généralement des longueurs d'onde bien définies. De la même façon, en PIR, cette étape de calibrage peut ne faire intervenir qu'un nombre restreint de longueurs d'ondes, reliées aux concentrations en éléments à doser par régression linéaire multiple (MLR).

Toutefois les applications les plus récentes du PIR en analyse laitière considèrent un domaine de longueurs d'onde plus étendu et font appel à des prétraitement mathématiques du signal obtenu et à des outils statistiques sophistiqués (analyse en composantes principales, PCA, moindres carrés partiels, PLS). En fait, c'est l'apparition, relativement récente, d'outils informatiques permettant d'effectuer rapidement ces calculs statistiques complexes, qui est en grande partie responsable du développement actuel des analyses en PIR.

* TRAVAUX EN INDUSTRIE LAITIÈRE

Les analyses en MIR comme en PIR sont bien adaptées à l'industrie laitière. Les critères de choix entre les deux dépendent à la fois :

- de la problématique : est-elle d'ordre quantitatif ou qualitatif ?
- de l'état physique de la matrice utilisée : liquide, poudre...
- de la simplicité, la rapidité et la facilité de mise en oeuvre du dosage.

Une synthèse de la bibliographie consacrée aux analyses du lait par infra-rouge, effectuée sur la période des quinze dernières années fournit, comme il fallait s'y attendre, des résultats beaucoup plus nombreux en MIR qu'en PIR. Elle confirme que l'analyse en MIR reste la technique de choix pour l'analyse de routine des constituants majeurs du lait. Cependant, les résultats obtenus notamment à partir des années 1980 en PIR font apparaître des performances sensiblement voisines entre ces deux domaines et indiquent un potentiel intéressant pour le PIR.

De nombreux points demeurent encore flous toutefois, faute de recul suffisant. Ainsi, s'il semble que la lipolyse n'influe pas le signal PIR dans le lait, l'influence éventuelle d'un agent conservateur n'est pas encore connue. De même, en PIR, le calibrage semble possible pour le lait, mais reste très largement empirique.

En ce qui concerne le fromage, la synthèse de la bibliographie récente montre des résultats et des perspectives intéressants obtenus en PIR. Ainsi certains éléments permettraient d'envisager une calibration commune à tous les stades d'affinage. En outre, quelques essais effectués sur des fromages assez humides ont donné des résultats encourageants.

D'autres perspectives de travail en PIR s'adressent notamment à l'analyse du lait en ferme, à l'étude de la coagulation du lait ou au suivi en ligne de la fabrication, de la matière première au produit fini. Cette dernière application de la PIR est généralement couplée à l'utilisation de fibres optiques et est, d'ores et déjà, apparue dans certaines unités de production.

Enfin, le développement actuel de l'IRTF -lui-même lié au développement d'outils de calcul puissants-, où l'utilisation de plusieurs plages spectrales devrait permettre de s'affranchir de certains facteurs de variation, concerne aussi bien le MIR que le PIR.

* CONCLUSION

La pratique des laboratoires et les travaux de recherche / développement effectués au cours de ces quinze dernières années montrent que les analyses en MIR et en PIR conviennent toutes deux à l'industrie laitière.

Technique ayant donné depuis longtemps déjà des résultats fiables dans l'analyse quantitative du lait, le MIR reste l'outil le plus satisfaisant pour l'analyse de routine des composants majeurs. De développement plus récent, le PIR présente cependant un potentiel intéressant aussi bien pour l'analyse du lait que du fromage.

A noter que M. MAZEROLLES collabore à la rédaction d'un ouvrage faisant le point sur ces questions. Nous vous tiendrons bien évidemment au courant de sa parution.