

Les applications NIR et MIR dans le domaine laitier

Quelques applications développées au CRAW-DQPA

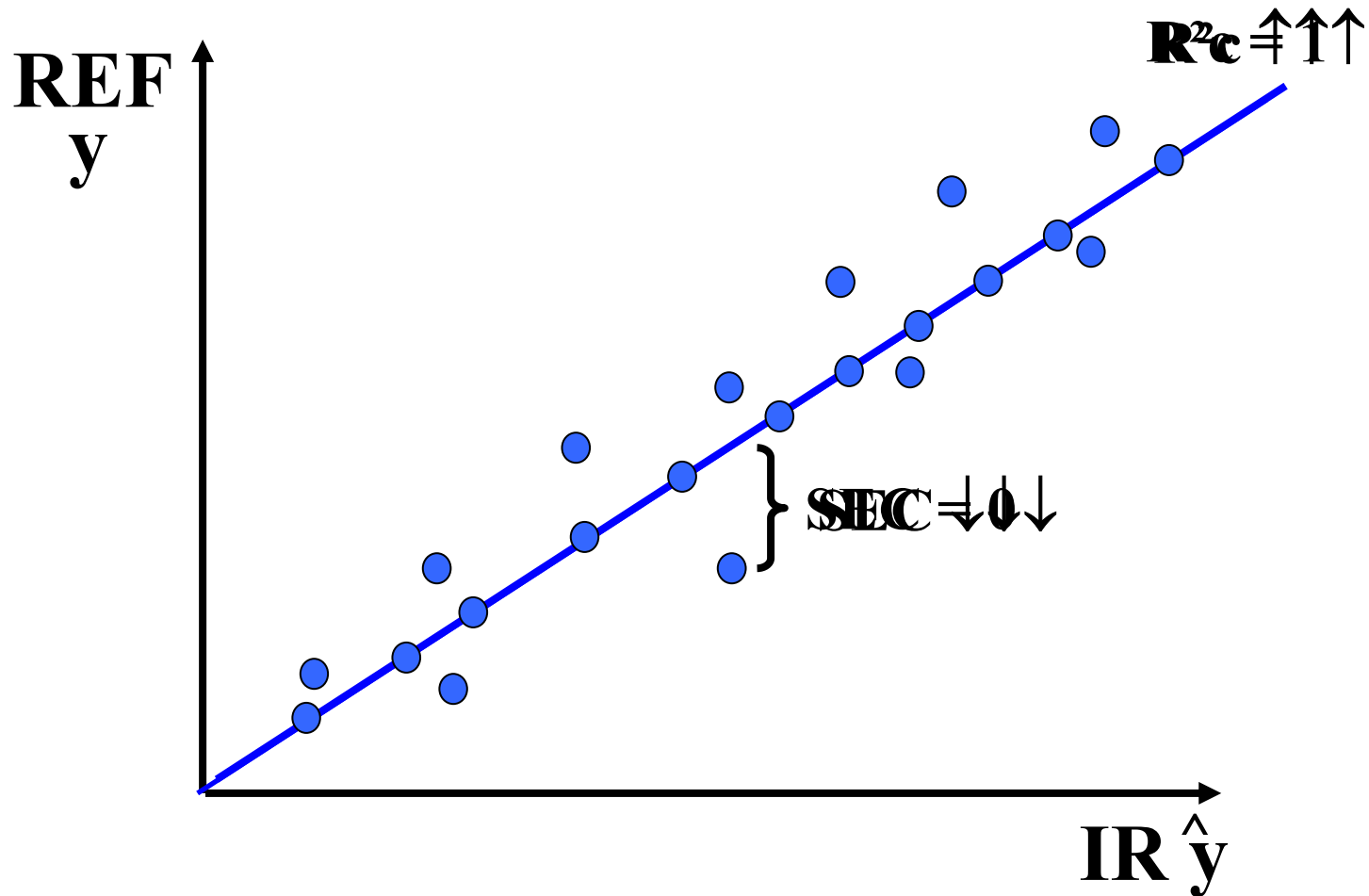
Dr Ir G. Sinnaeve, Ir F. Dehareng



*«Les solutions NIR et MIR
dans le domaine laitier »*
Gembloux, le 05 octobre 2006



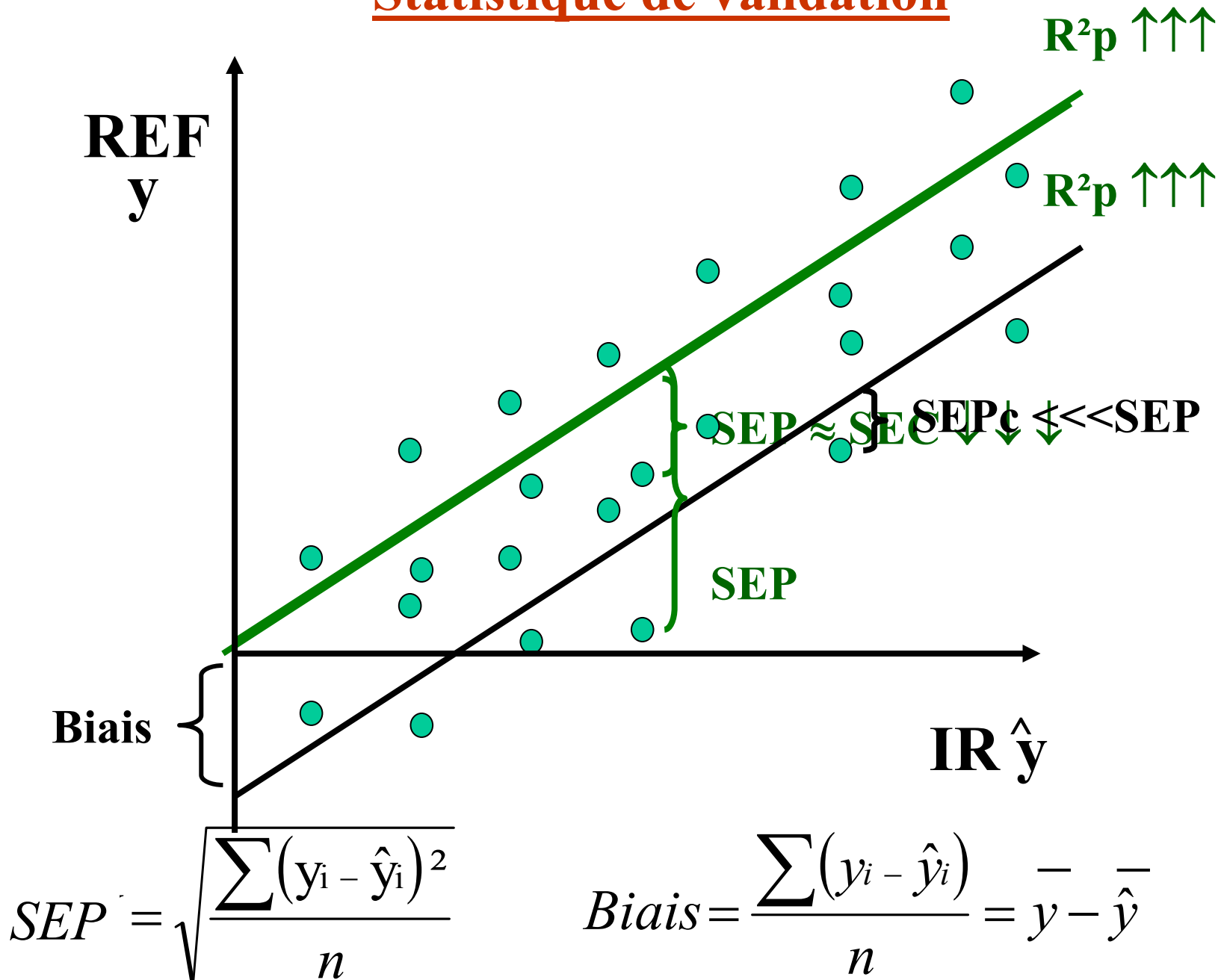
Statistiques de calibrage



$$R^2 = \frac{SDy^2 - SEC^2}{SDy^2}$$

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - q - 1}}$$

Statistique de validation

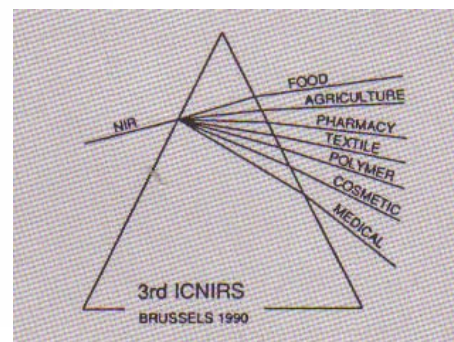
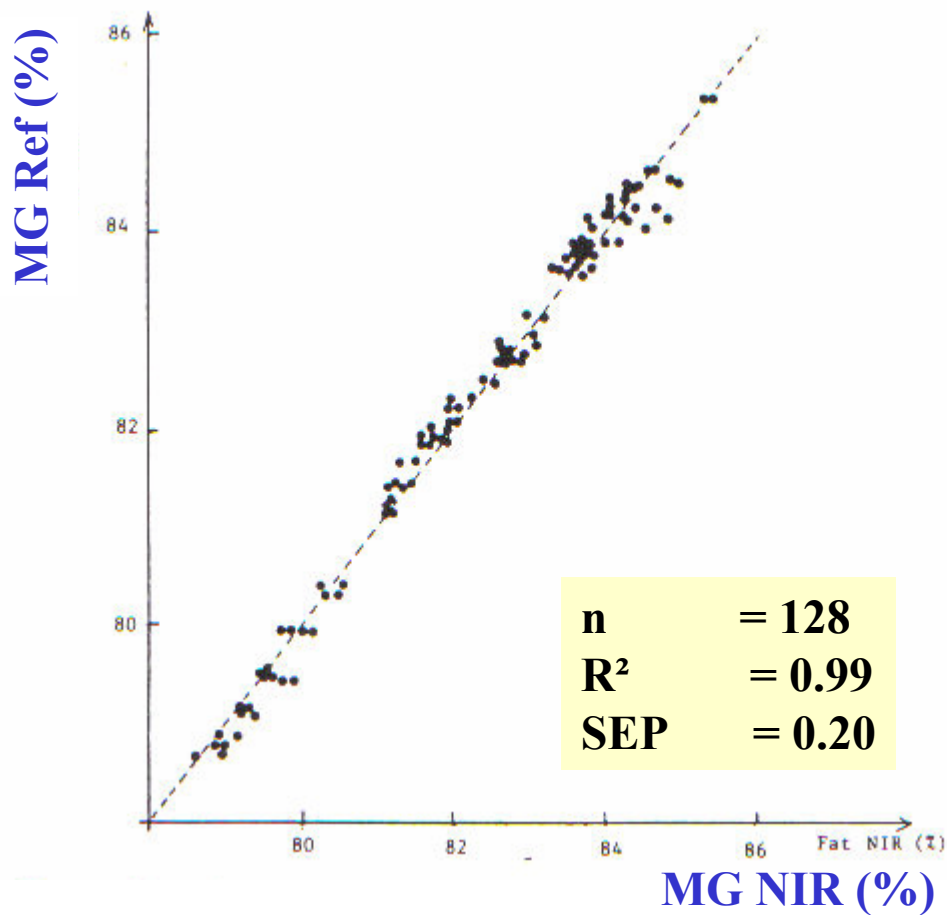


Applications NIR



Centre wallon de Recherches agronomiques - **Département Qualité des productions agricoles**
Chaussée de Namur, 24- B – 5030 GEMBLOUX - Tél : ++ 32 (0)81 620 350 - Fax : ++ 32 (0)81 620 388
dptqual@cra.wallonie.be - <http://cra.wallonie.be>

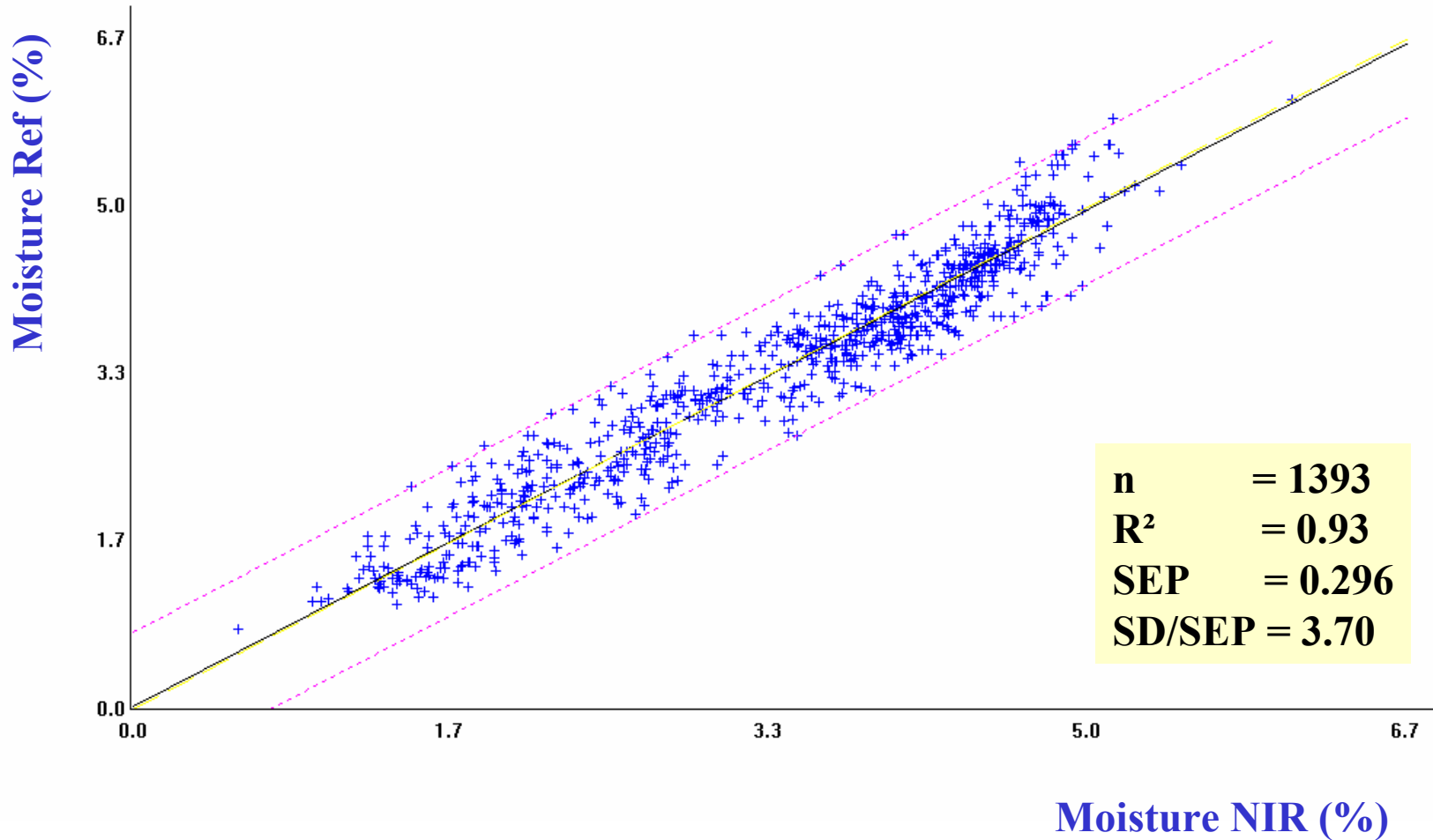
NIR at line : Composition du beurre



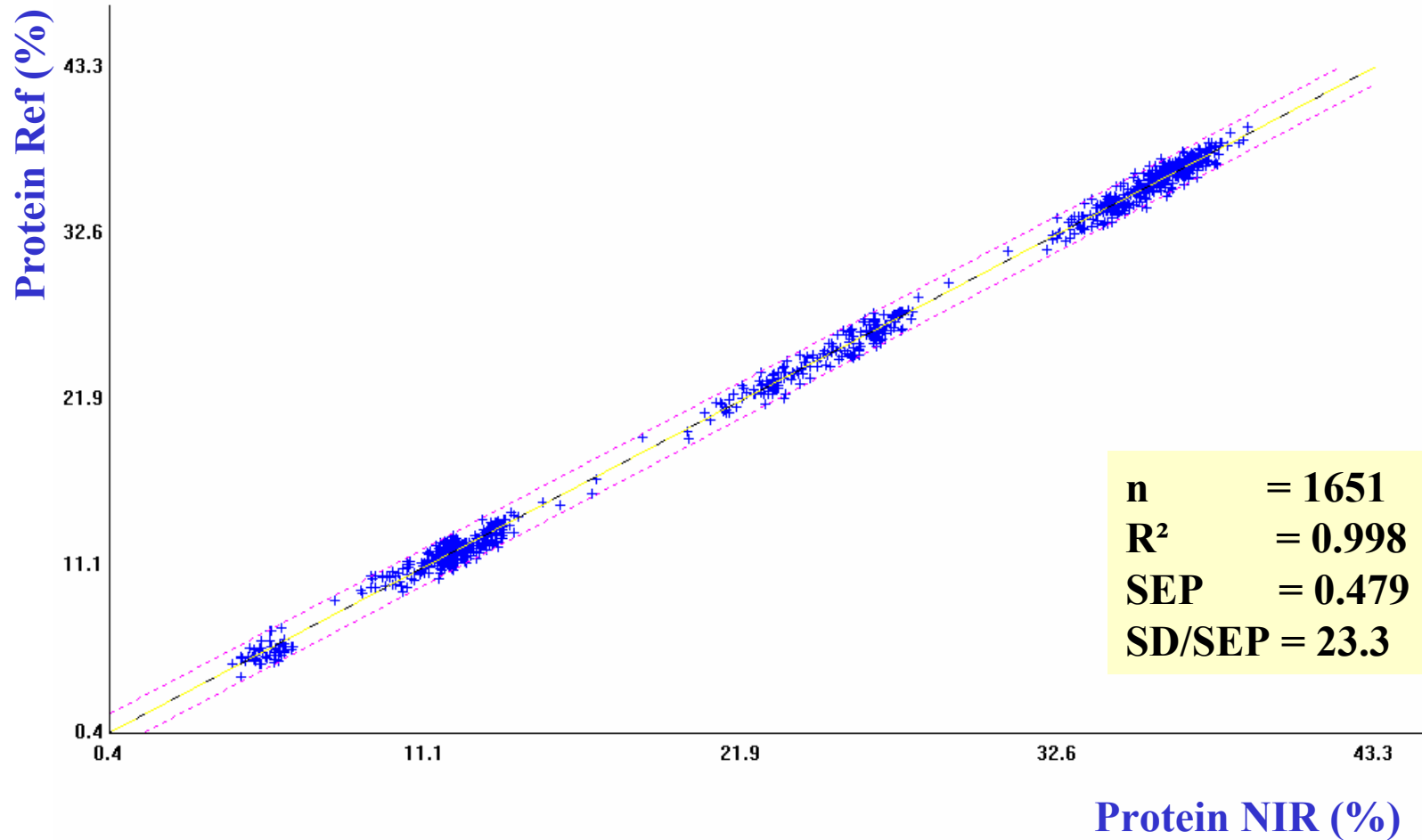
Sinnaeve *et al.*, 1990



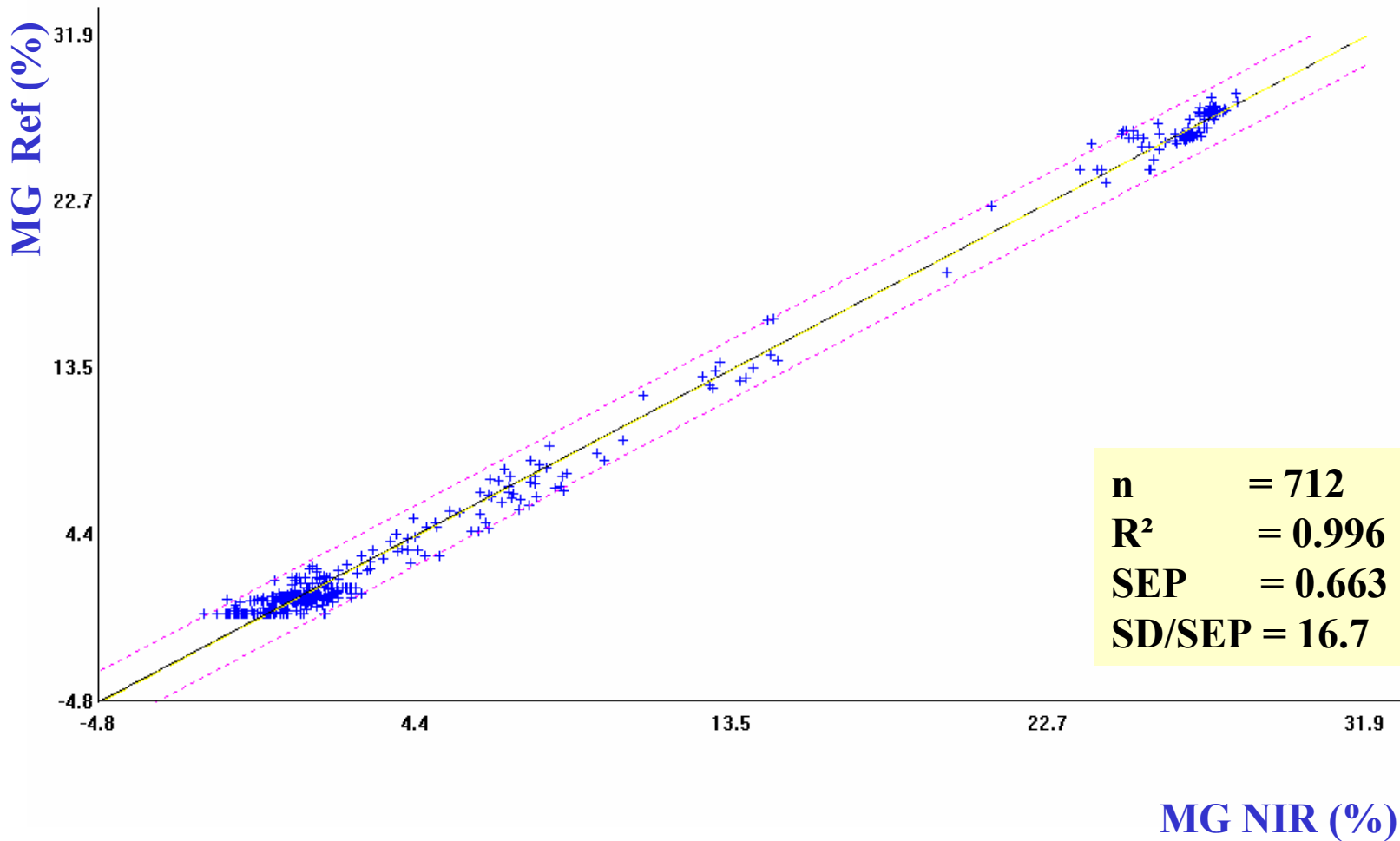
NIR : Composition de poudres de lait



NIR : Composition de poudres de lait

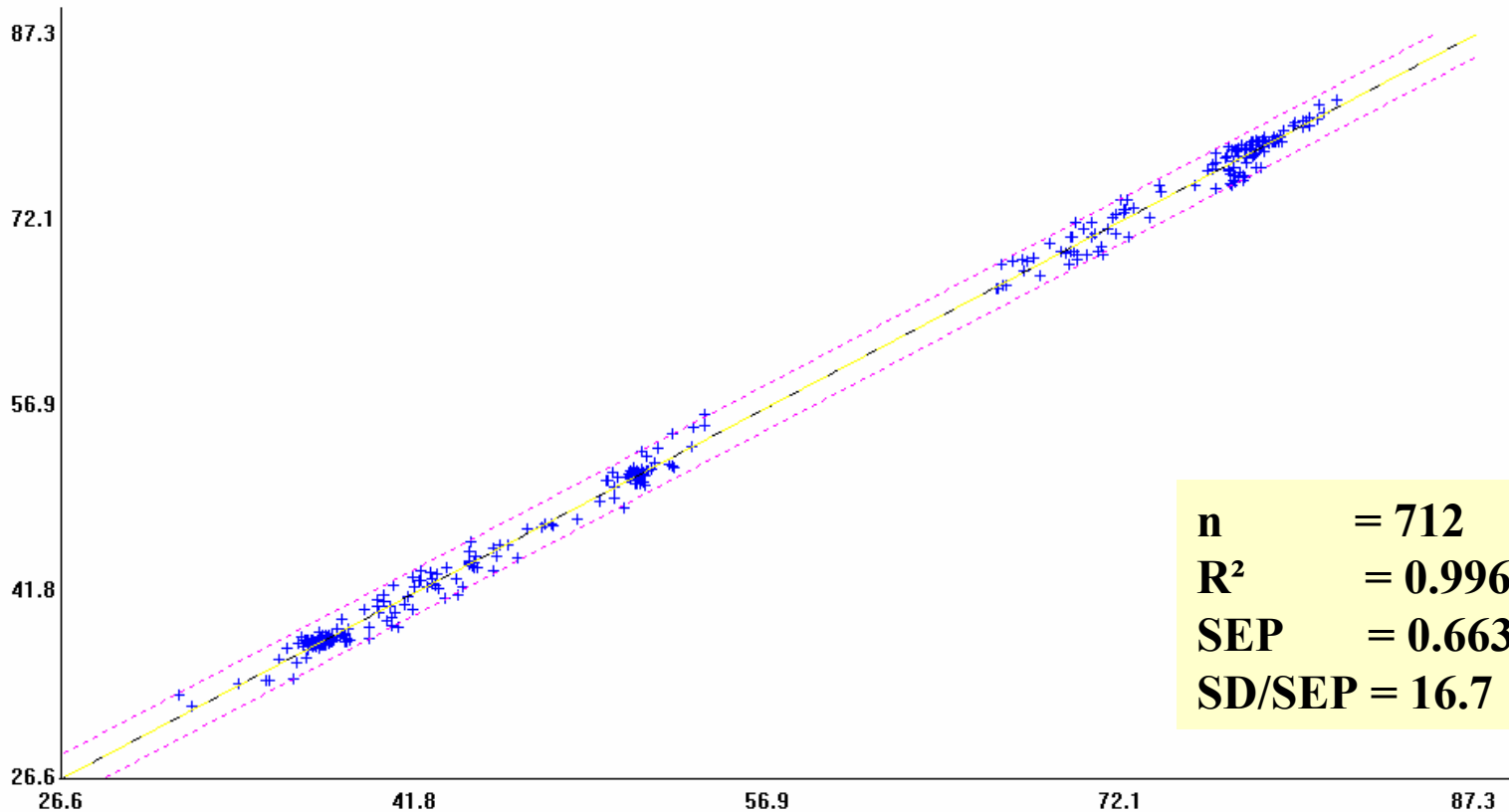


NIR : Composition de poudres de lait



NIR : Composition de poudres de lait

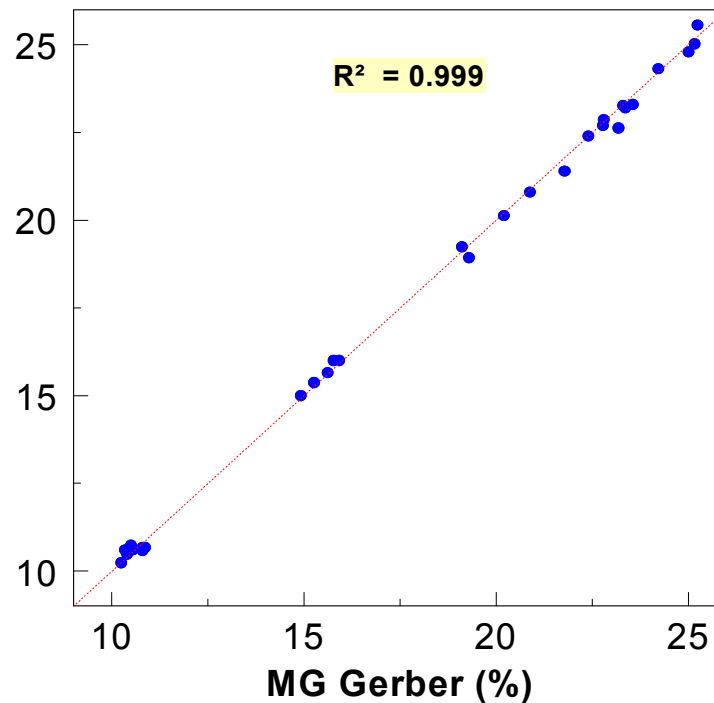
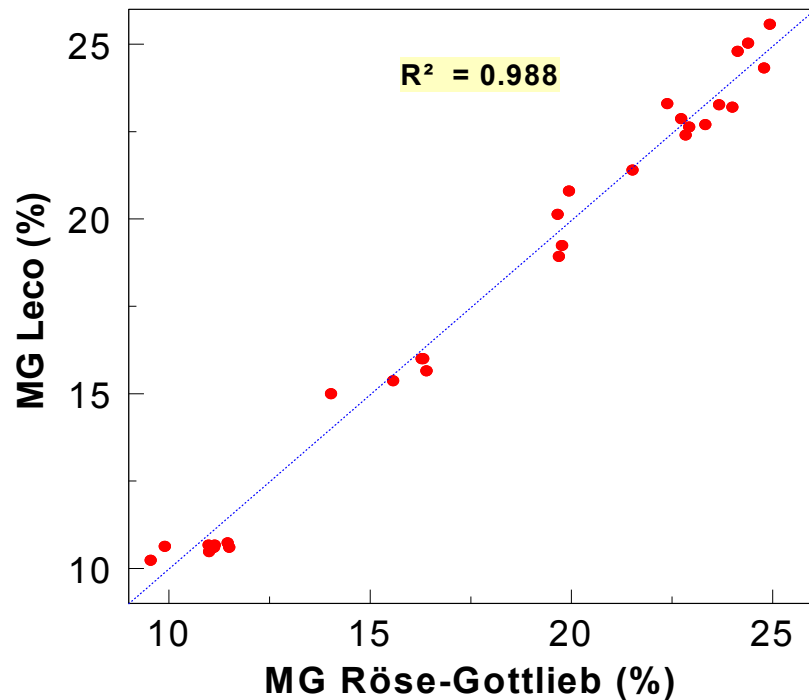
Lactose Ref (%)



Lactose NIR (%)



MG par extraction au CO₂ supercritique (MG leco) Comparée aux méthodes Röse-Gottlieb et Gerber

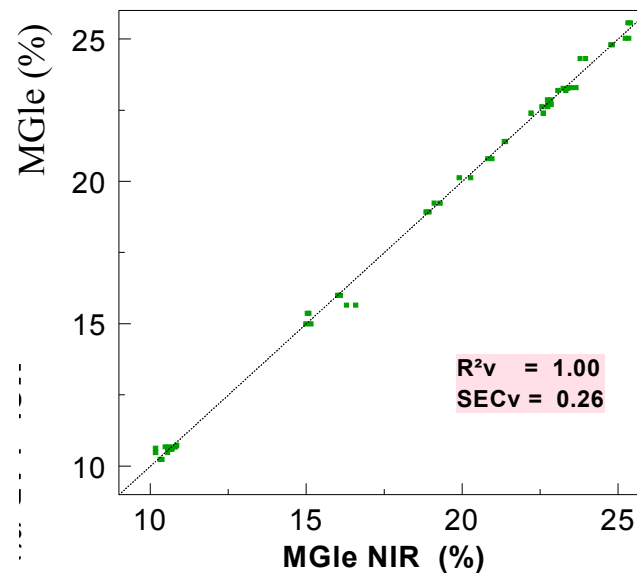


Sinnaeve *et al.*, 1997



NIR : Fromages fondus

Constituants	N	T	SEC	R ² c	SEC V	R ² v
<i>Matière grasse</i>						
M G rg	60	6	0.54	0.99	0.64	0.99
M G ge	59	6	0.28	1.00	0.36	1.00
M G le	59	6	0.21	1.00	0.26	1.00
<i>Matière sèche</i>	60	6	0.33	0.99	0.40	0.99



Sinnaeve *et al.*, 1997



Deux unités placées en production

1. Tranchettes

2. Fondus

Appareils interchangeables

Prédictions MS et MG



Corbisier, 2006

–Vérification de la composition des produits finis

–Tranchettes

1900 échantillons MS (40.5-52.6%) : SEP 0.21

MG (8.6-23.2%) : SEP 0.25

–Fondus (Tub, portions, handisnack)

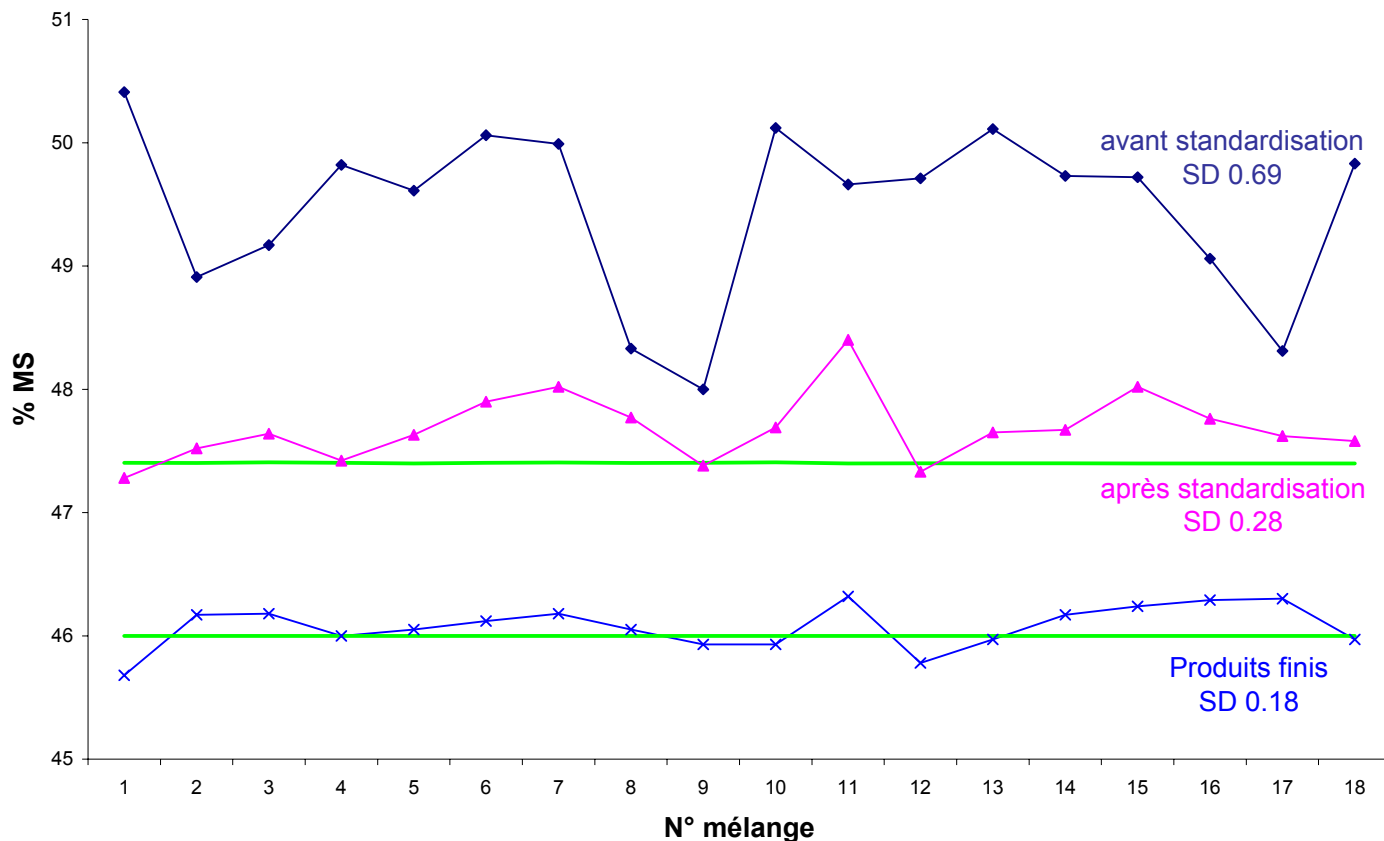
405 échantillons MS (32-44.4%) : SEP 0.35

MG (6-24%) : SEP 0.32



Corbisier, 2006

NIR At-line : Suivi de production de fromages fondus



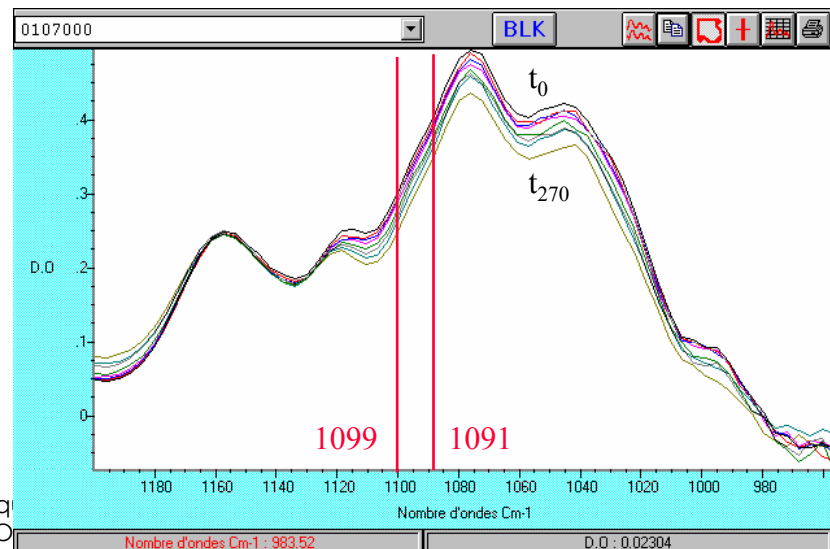
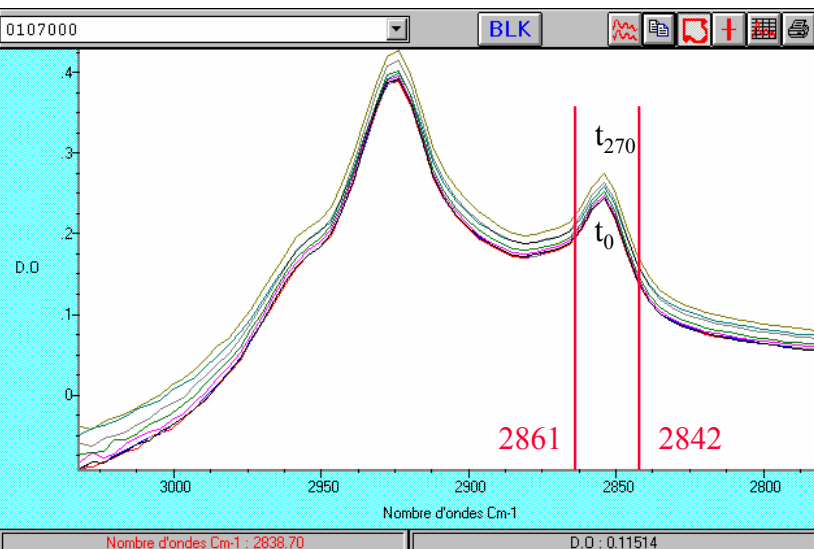
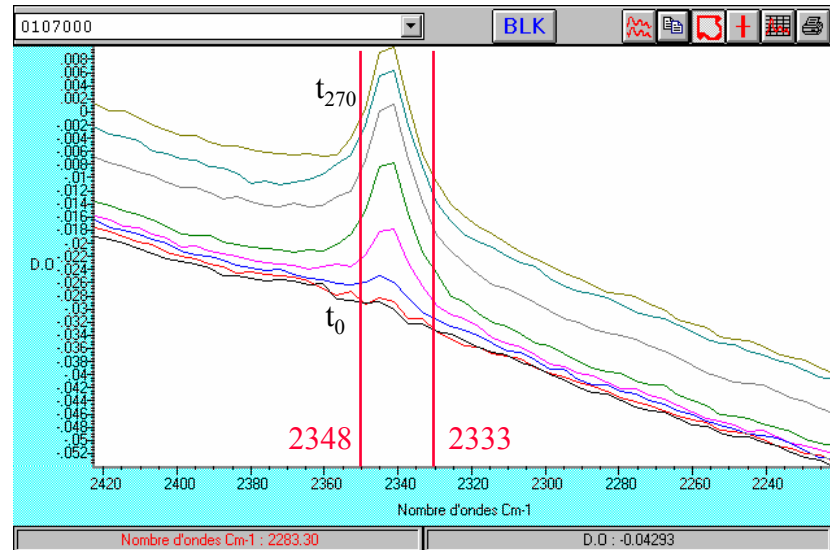
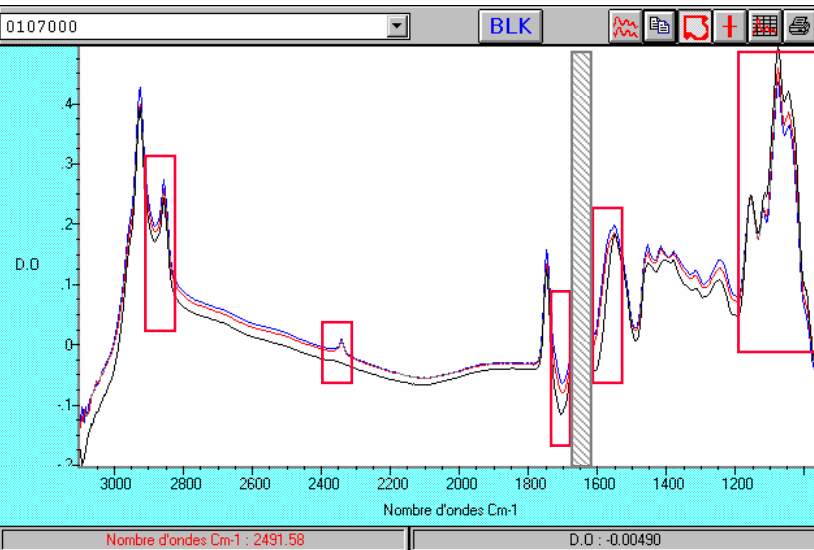
Corbisier, 2006

Applications MIR



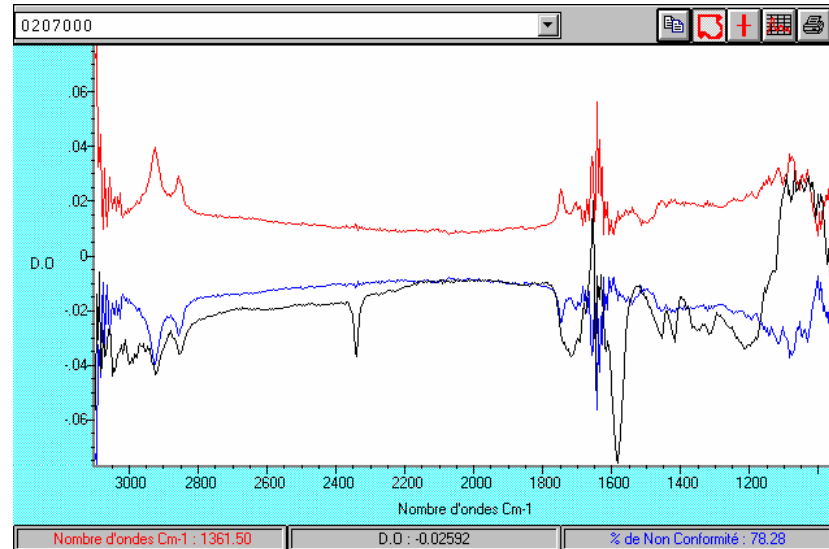
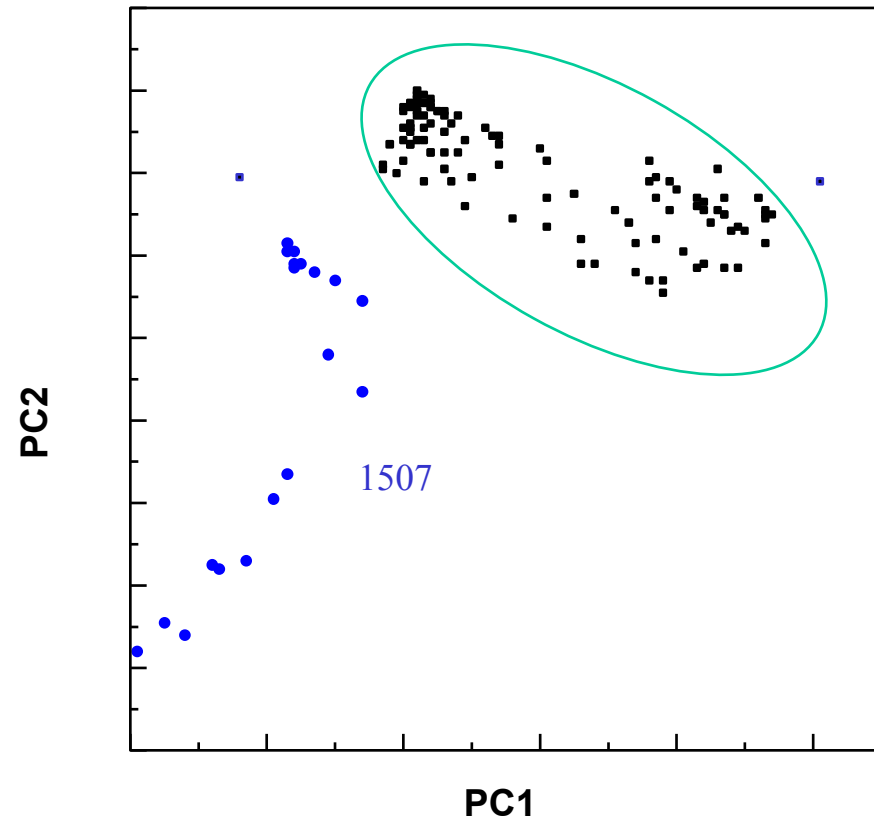
Centre wallon de Recherches agronomiques - **Département Qualité des productions agricoles**
Chaussée de Namur, 24- B – 5030 GEMBLOUX - Tél : ++ 32 (0)81 620 350 - Fax : ++ 32 (0)81 620 388
dptqual@cra.wallonie.be - <http://cra.wallonie.be>

MIR : fermentation du Yoghourt

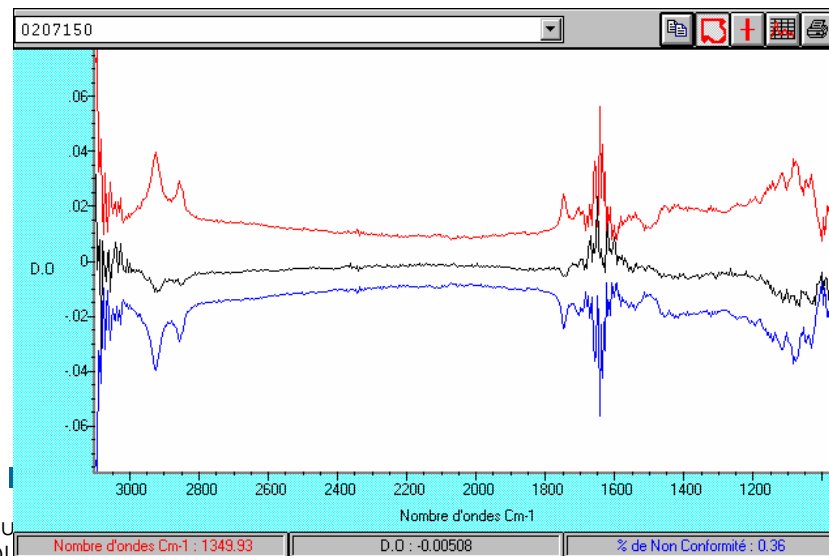


MIR : fermentation du Yoghourt

Non conforme



Conforme



MIR : un exemple de développement récent



Application du MIR dans le domaine laitier :

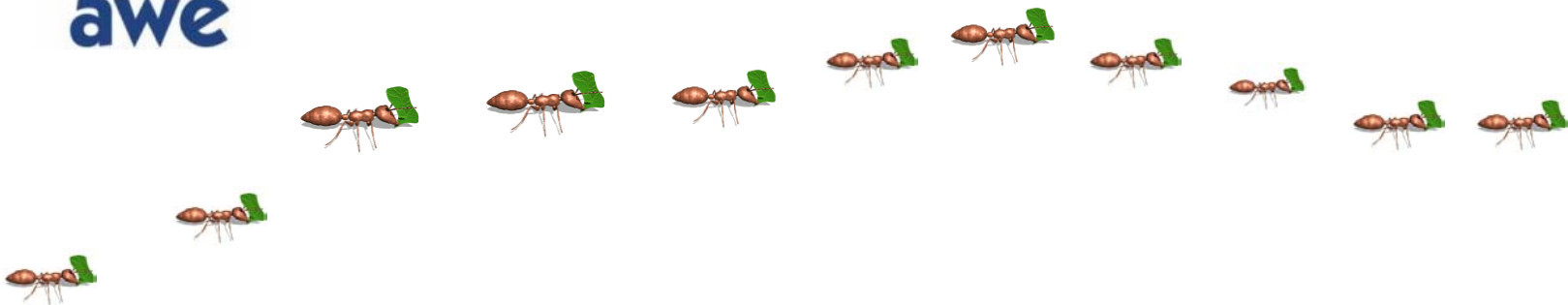
Possibilité de prédiction des acides gras du lait ?

Ir. F. Dehareng

CRA-W Gembloux
Département Qualité des Productions agricoles

Les solutions NIR et MIR dans le domaine laitier
Gembloux, 05 octobre 2006

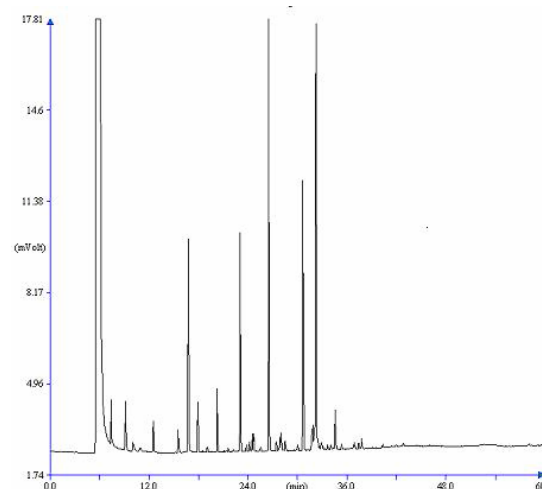
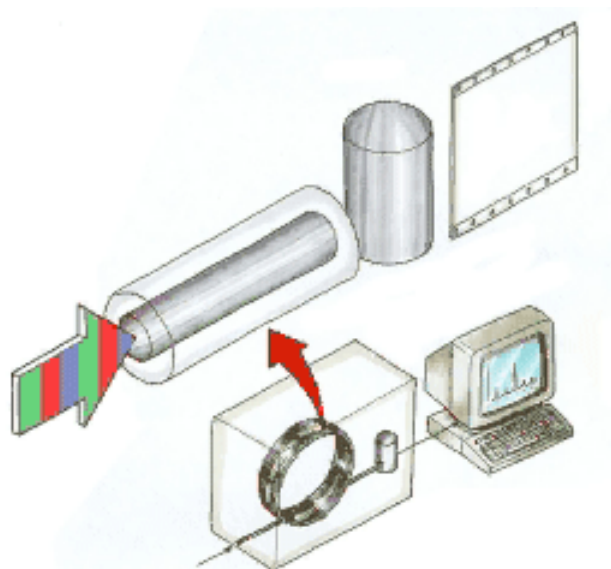




Soyeurt, H., Dardenne, P., Dehareng, F., Lognay, G., Veselko, D., Marlier, M., Bertozzi, C., Mayeres, P. and Gengler, N. 2006.

Estimating Fatty Acid Content in Cow Milk Using Mid-Infrared Spectrometry. J. Dairy Sci. 2006 89: 3690-3695.





Inconvénients de la méthode chromatographique

- Lente
- Onéreuse
- Destructive
- Peu écologique

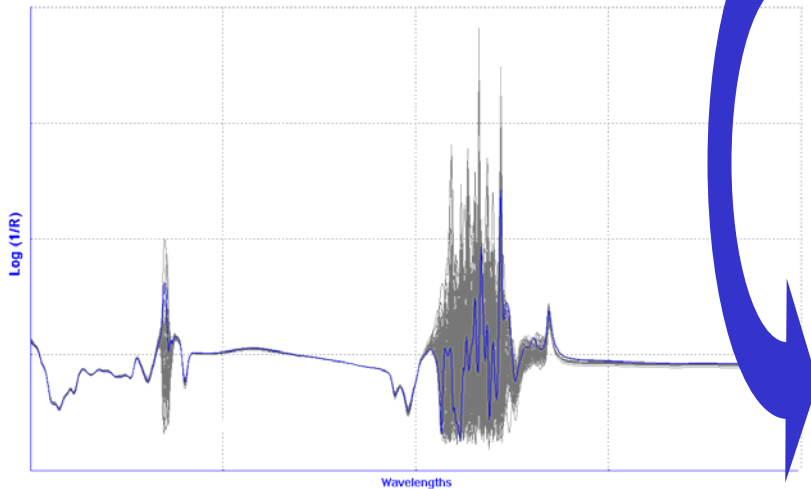


Objectif

MilkoScan FT6000



Source : www.foss.dk



**Possibilité de prédiction
des acides gras du lait
avec le MIR ?**

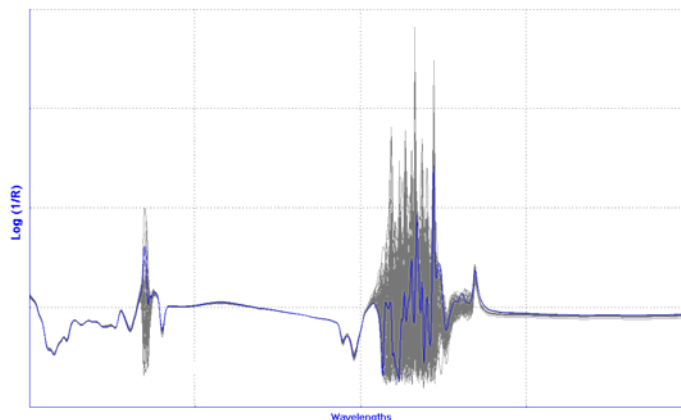


Matériel et méthode



600 échantillons de lait :

- 275 vaches
- 6 races
- 7 élevages

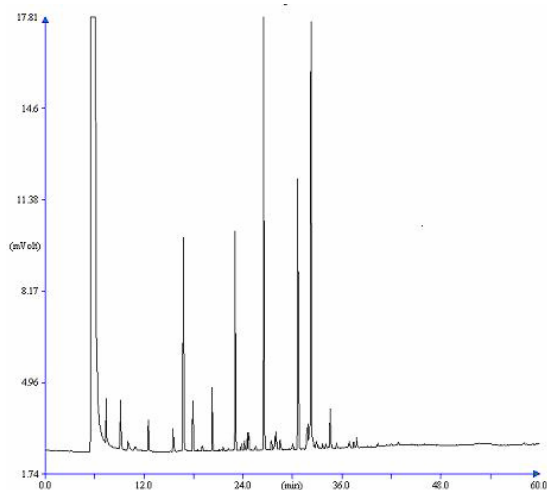


FOSS MilkoScan™ FT6000

Base de données



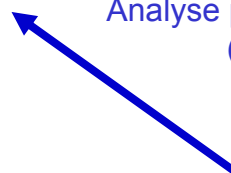
Matériel et méthode



Extraction MG par ISO 14156:2001

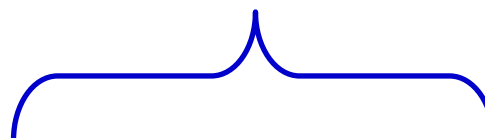
+

Analyse par chromatographie gazeuse
(Collomb et al., 2000)



49 échantillons

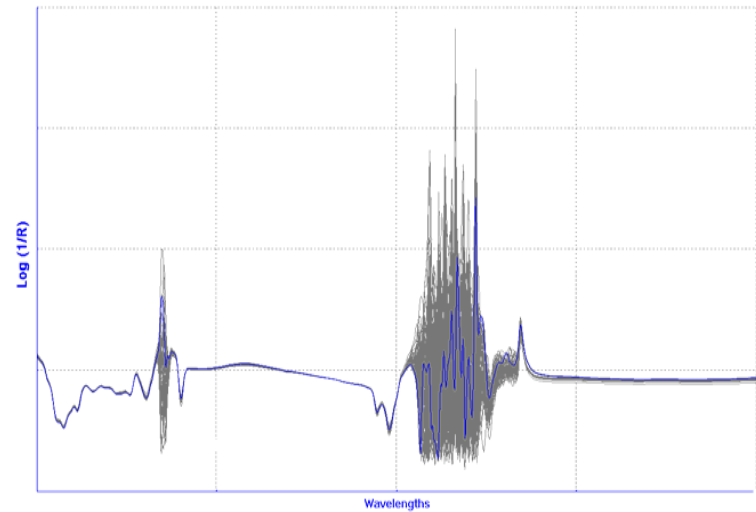
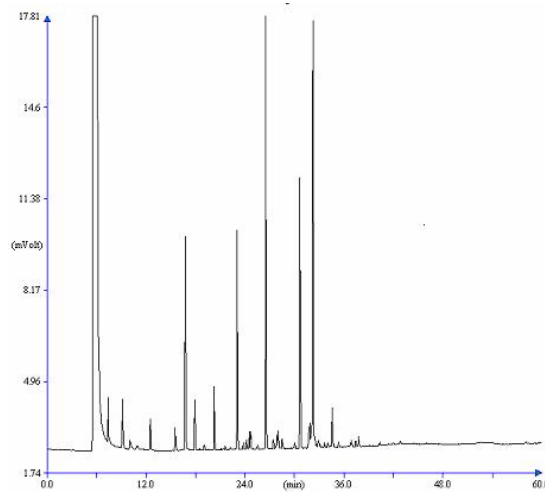
Analyse en composantes
principales (ACP)



Base de données



Matériel et méthode



Régression des moindres carrés partiels
(PLS)

Equations de calibration multivariées



Résultats

Tableau 1. Paramètres statistiques obtenus pour les équations de calibration, selon que la concentration en acides gras est exprimée par rapport au lait (g/dl de lait) ou à la matière grasse (g/100 g de graisse).

Fatty acids	g / dl milk							g / 100 g fat						
	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD
FAT	4.55	1.18	0.05	1.00	0.06	1.00	20.90	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
C4:0	0.28	0.11	0.07	0.59	0.08	0.51	1.41	6.26	2.02	1.42	0.50	1.60	0.39	1.27
C6:0	0.13	0.06	0.04	0.69	0.04	0.52	1.43	2.90	1.26	0.97	0.41	0.98	0.41	1.28
C8:0	0.07	0.03	0.02	0.75	0.02	0.59	1.55	1.54	0.68	0.43	0.60	0.50	0.46	1.35
C10:0	0.14	0.06	0.03	0.77	0.04	0.64	1.65	3.06	1.31	0.69	0.72	0.90	0.53	1.45
C10:1 <i>9-cis</i>	0.01	0.01	0.01	0.05	0.01	0.01	0.98	0.27	0.16	0.10	0.64	0.12	0.45	1.33
C12:0	0.12	0.04	0.02	0.82	0.02	0.74	1.93	2.71	0.87	0.38	0.81	0.53	0.64	1.65
C14:0	0.41	0.12	0.04	0.90	0.05	0.82	2.30	9.28	1.95	0.87	0.80	1.14	0.67	1.71
C14:1 <i>9-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.12	0.01	0.07	1.02	0.71	0.32	0.26	0.34	0.28	0.23	1.13
C15:0	0.04	0.01	0.01	0.58	0.01	0.40	1.28	0.98	0.29	0.18	0.61	0.20	0.53	1.44
C16:0	1.17	0.39	0.11	0.91	0.17	0.82	2.30	25.67	4.89	1.63	0.89	3.50	0.50	1.40
C16:1 <i>9-cis</i>	0.06	0.03	0.02	0.75	0.02	0.65	1.66	1.32	0.46	0.18	0.86	0.37	0.37	1.24
C18:0	0.56	0.24	0.12	0.73	0.13	0.69	1.77	11.97	2.87	2.66	0.14	2.77	0.09	1.04
C18:1	1.34	0.51	0.12	0.95	0.18	0.88	2.88	29.19	5.74	3.14	0.70	3.99	0.53	1.44
C18:2 <i>9-cis, 12-cis</i>	0.09	0.03	0.02	0.76	0.02	0.62	1.61	1.96	0.46	0.35	0.41	0.44	0.11	1.05
C18:3 <i>9-cis, 12-cis, 15-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.20	0.01	0.14	1.06	0.58	0.22	0.19	0.27	0.20	0.20	1.10
C18:2 <i>9-cis, 11-trans</i>	0.04	0.02	0.02	0.12	0.02	0.07	1.02	0.82	0.45	0.20	0.80	0.37	0.34	1.21
SAT	2.95	0.78	0.12	0.98	0.20	0.94	3.99	64.87	6.13	2.94	0.77	3.75	0.63	1.64
UNSAT	1.65	0.57	0.29	0.74	0.34	0.66	1.69	35.13	6.13	2.94	0.77	3.75	0.63	1.64
MONO	1.44	0.55	0.18	0.89	0.22	0.85	2.54	31.74	5.87	3.26	0.69	4.10	0.52	1.43
POLY	0.14	0.05	0.03	0.43	0.04	0.39	1.27	3.39	0.77	0.68	0.22	0.74	0.10	1.05



Résultats

Tableau 1. Paramètres statistiques obtenus pour les équations de calibration, selon que la concentration en acides gras est exprimée par rapport au lait (g/dl de lait) ou à la matière grasse (g/100 g de graisse).

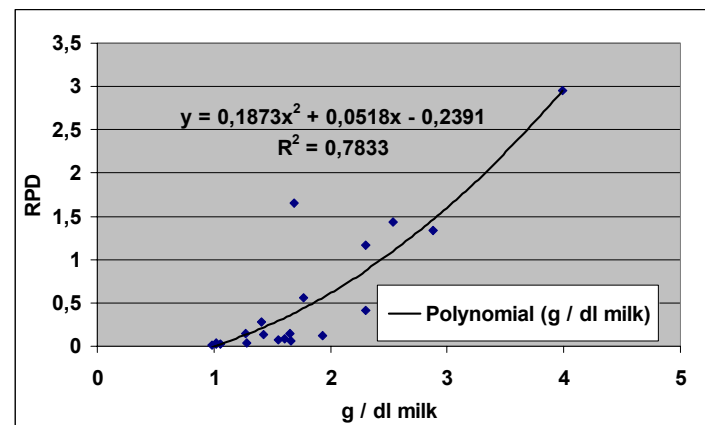
Fatty acids	g / dl milk							g / 100 g fat						
	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD
FAT	4.55	1.18	0.05	1.00	0.06	1.00	20.90	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
C4:0	0.28	0.11	0.07	0.59	0.08	0.51	1.41	6.26	2.02	1.42	0.50	1.60	0.39	1.27
C6:0	0.13	0.06	0.04	0.69	0.04	0.52	1.43	2.90	1.26	0.97	0.41	0.98	0.41	1.28
C8:0	0.07	0.03	0.02	0.75	0.02	0.59	1.55	1.54	0.68	0.43	0.60	0.50	0.46	1.35
C10:0	0.14	0.06	0.03	0.77	0.04	0.64	1.65	3.06	1.31	0.69	0.72	0.90	0.53	1.45
C10:1 <i>9-cis</i>	0.01	0.01	0.01	0.05	0.01	0.01	0.98	0.27	0.16	0.10	0.64	0.12	0.45	1.33
C12:0	0.12	0.04	0.02	0.82	0.02	0.74	1.93	2.71	0.87	0.38	0.81	0.53	0.64	1.65
C14:0	0.41	0.12	0.04	0.90	0.05	0.82	2.30	9.28	1.95	0.87	0.80	1.14	0.67	1.71
C14:1 <i>9-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.12	0.01	0.07	1.02	0.71	0.32	0.26	0.34	0.28	0.23	1.13
C15:0	0.04	0.01	0.01	0.58	0.01	0.40	1.28	0.98	0.29	0.18	0.61	0.20	0.53	1.44
C16:0	1.17	0.39	0.11	0.91	0.17	0.82	2.30	25.67	4.89	1.63	0.89	3.50	0.50	1.40
C16:1 <i>9-cis</i>	0.06	0.03	0.02	0.75	0.02	0.65	1.66	1.32	0.46	0.18	0.86	0.37	0.37	1.24
C18:0	0.56	0.24	0.12	0.73	0.13	0.69	1.77	11.97	2.87	2.66	0.14	2.77	0.09	1.04
C18:1	1.34	0.51	0.12	0.95	0.18	0.88	2.88	29.19	5.74	3.14	0.70	3.99	0.53	1.44
C18:2 <i>9-cis, 12-cis</i>	0.09	0.03	0.02	0.76	0.02	0.62	1.61	1.96	0.46	0.35	0.41	0.44	0.11	1.05
C18:3 <i>9-cis, 12-cis, 15-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.20	0.01	0.14	1.06	0.58	0.22	0.19	0.27	0.20	0.20	1.10
C18:2 <i>9-cis, 11-trans</i>	0.04	0.02	0.02	0.12	0.02	0.07	1.02	0.82	0.45	0.20	0.80	0.37	0.34	1.21
SAT	2.95	0.78	0.12	0.98	0.20	0.94	3.99	64.87	6.13	2.94	0.77	3.75	0.63	1.64
UNSAT	1.65	0.57	0.29	0.74	0.34	0.66	1.69	35.13	6.13	2.94	0.77	3.75	0.63	1.64
MONO	1.44	0.55	0.18	0.89	0.22	0.85	2.54	31.74	5.87	3.26	0.69	4.10	0.52	1.43
POLY	0.14	0.05	0.03	0.43	0.04	0.39	1.27	3.39	0.77	0.68	0.22	0.74	0.10	1.05



Résultats

Tableau 1. Paramètres statistiques obtenus pour les équations de calibration, selon que la concentration en acides gras est exprimée par rapport au lait (g/dl de lait) ou à la matière grasse (g/100 g de graisse).

Fatty acids	g / dl milk						
	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD
FAT	4.55	1.18	0.05	1.00	0.06	1.00	20.90
C4:0	0.28	0.11	0.07	0.59	0.08	0.51	1.41
C6:0	0.13	0.06	0.04	0.69	0.04	0.52	1.43
C8:0	0.07	0.03	0.02	0.75	0.02	0.59	1.55
C10:0	0.14	0.06	0.03	0.77	0.04	0.64	1.65
C10:1 <i>9-cis</i>	0.01	0.01	0.01	0.05	0.01	0.01	0.98
C12:0	0.12	0.04	0.02	0.82	0.02	0.74	1.93
C14:0	0.41	0.12	0.04	0.90	0.05	0.82	2.30
C14:1 <i>9-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.12	0.01	0.07	1.02
C15:0	0.04	0.01	0.01	0.58	0.01	0.40	1.28
C16:0	1.17	0.39	0.11	0.91	0.17	0.82	2.30
C16:1 <i>9-cis</i>	0.06	0.03	0.02	0.75	0.02	0.65	1.66
C18:0	0.56	0.24	0.12	0.73	0.13	0.69	1.77
C18:1	1.34	0.51	0.12	0.95	0.18	0.88	2.88
C18:2 <i>9-cis, 12-cis</i>	0.09	0.03	0.02	0.76	0.02	0.62	1.61
C18:3 <i>9-cis, 12-cis, 15-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.20	0.01	0.14	1.06
C18:2 <i>9-cis, 11-trans</i>	0.04	0.02	0.02	0.12	0.02	0.07	1.02
SAT	2.95	0.78	0.12	0.98	0.20	0.94	3.99
UNSAT	1.65	0.57	0.29	0.74	0.34	0.66	1.69
MONO	1.44	0.55	0.18	0.89	0.22	0.85	2.54
POLY	0.14	0.05	0.03	0.43	0.04	0.39	1.27



Résultats

Tableau 1. Paramètres statistiques obtenus pour les équations de calibration, selon que la concentration en acides gras est exprimée par rapport au lait (g/dl de lait) ou à la matière grasse (g/100 g de graisse).

Fatty acids	g / dl milk						
	Moyenne	SD	SEC	R ² _C	SECV	R ² _{CV}	RPD
FAT	4.55	1.18	0.05	1.00	0.06	1.00	20.90
C4:0	0.28	0.11	0.07	0.59	0.08	0.51	1.41
C6:0	0.13	0.06	0.04	0.69	0.04	0.52	1.43
C8:0	0.07	0.03	0.02	0.75	0.02	0.59	1.55
C10:0	0.14	0.06	0.03	0.77	0.04	0.64	1.65
C10:1 <i>9-cis</i>	0.01	0.01	0.01	0.05	0.01	0.01	0.98
C12:0	0.12	0.04	0.02	0.82	0.02	0.74	1.93
C14:0	0.41	0.12	0.04	0.90	0.05	0.82	2.30
C14:1 <i>9-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.12	0.01	0.07	1.02
C15:0	0.04	0.01	0.01	0.58	0.01	0.40	1.28
C16:0	1.17	0.39	0.11	0.91	0.17	0.82	2.30
C16:1 <i>9-cis</i>	0.06	0.03	0.02	0.75	0.02	0.65	1.66
C18:0	0.56	0.24	0.12	0.73	0.13	0.69	1.77
C18:1	1.34	0.51	0.12	0.95	0.18	0.88	2.88
C18:2 <i>9-cis,12-cis</i>	0.09	0.03	0.02	0.76	0.02	0.62	1.61
C18:3 <i>9-cis,12-cis,15-cis</i>	0.03	0.01	0.01	0.20	0.01	0.14	1.06
C18:2 <i>9-cis,11-trans</i>	0.04	0.02	0.02	0.12	0.02	0.07	1.02
SAT	2.95	0.78	0.12	0.98	0.20	0.94	3.99
UNSAT	1.65	0.57	0.29	0.74	0.34	0.66	1.69
MONO	1.44	0.55	0.18	0.89	0.22	0.85	2.54
POLY	0.14	0.05	0.03	0.43	0.04	0.39	1.27

Correlation	
	FAT
C4:0	0.38 0.51
C6:0	0.24 0.52
C8:0	0.21 0.59
C10:0	0.14 0.64
C10:1 <i>9-cis</i>	-0.04 0.01
C12:0	0.21 0.74
C14:0	0.36 0.82
C14:1 <i>9-cis</i>	0.08 0.07
C15:0	0.09 0.40
C16:0	0.59 0.82
C16:1 <i>9-cis</i>	0.48 0.65
C18:0	0.68 0.69
C18:1	0.62 0.88
C18:2 <i>9-cis,12-cis</i>	0.51 0.62
C18:3 <i>9-cis,12-cis,15-cis</i>	0.20 0.14
C18:2 <i>9-cis,11-trans</i>	0.05 0.07

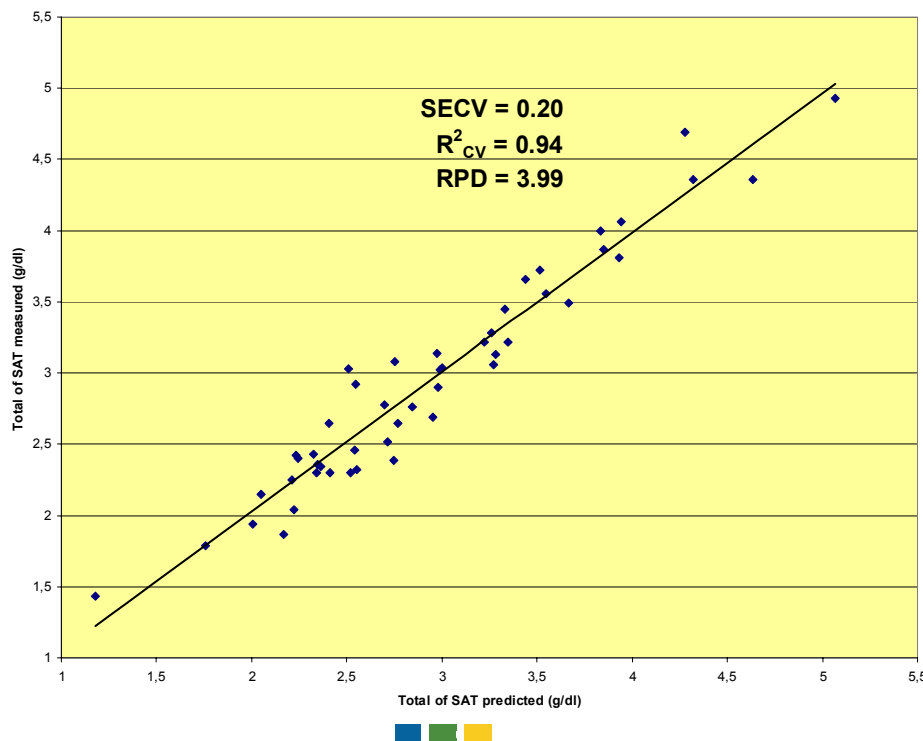
Les concentrations d'acides gras prédites sont-elles dues à l'absorbance réelle de ces acides gras ou aux corrélations qui les lient à la teneur en matière grasse totale ?

Conclusions

Le MIR associé à une méthode de calibration multivariée



C12:0, C14:0, C16:0, C16:1 9-*cis*, C18:1, C18:2 9-*cis*, 12-*cis*
Acides gras saturés totaux et monoinsaturés



Perspectives

Le MIR associé à une méthode de calibration multivariée



Potentiel de développement important

- Nutrition et diététique
- Génétique et sélection animale
- Alimentation animale
- ...



MIR : FOSS MilkoScan FT2

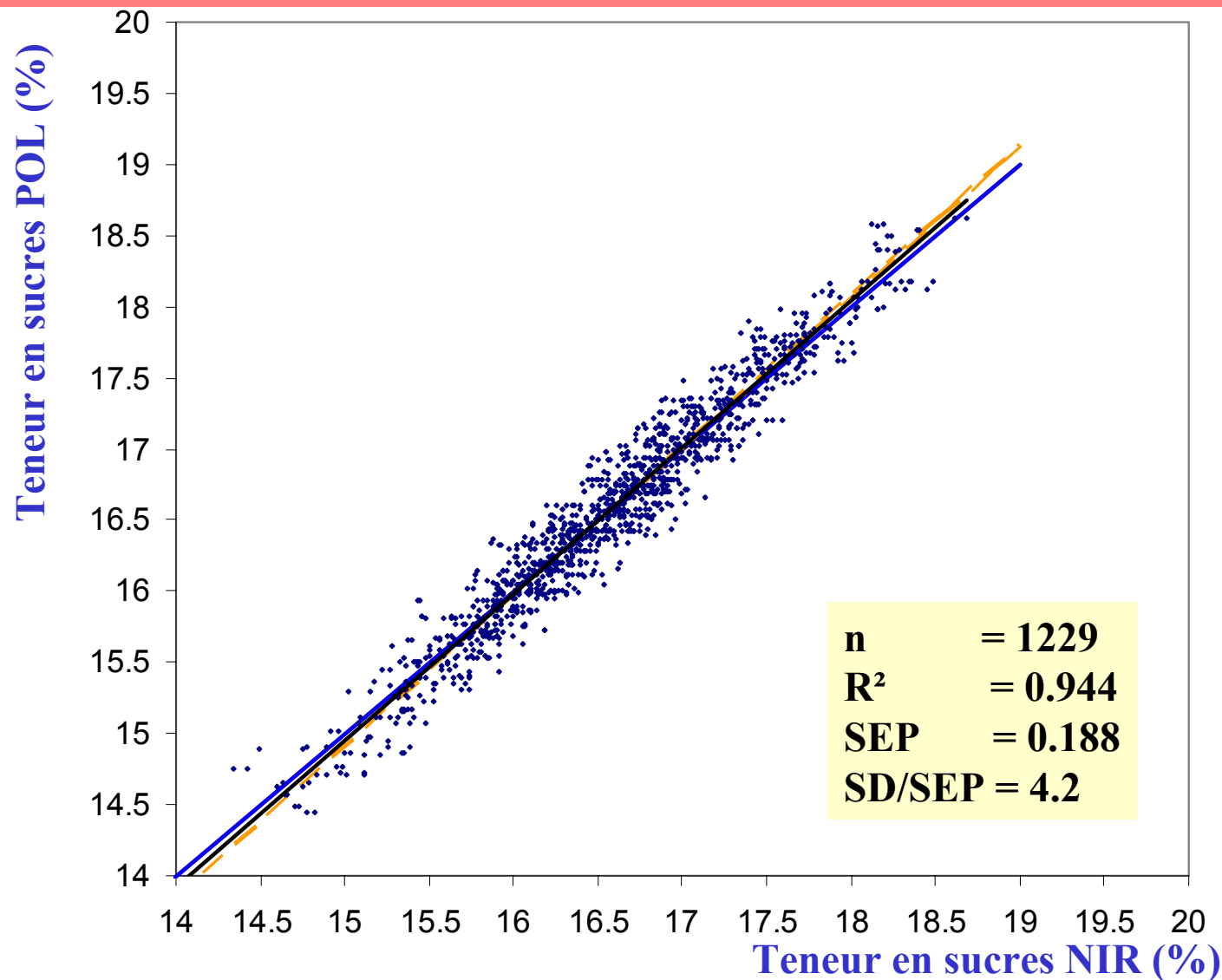


Centre wallon de Recherches agronomiques - **Département Qualité des productions agricoles**
Chaussée de Namur, 24- B – 5030 GEMBLOUX - Tél : ++ 32 (0)81 620 350 - Fax : ++ 32 (0)81 620 388
dptqual@cra.wallonie.be - <http://cra.wallonie.be>

Autres applications



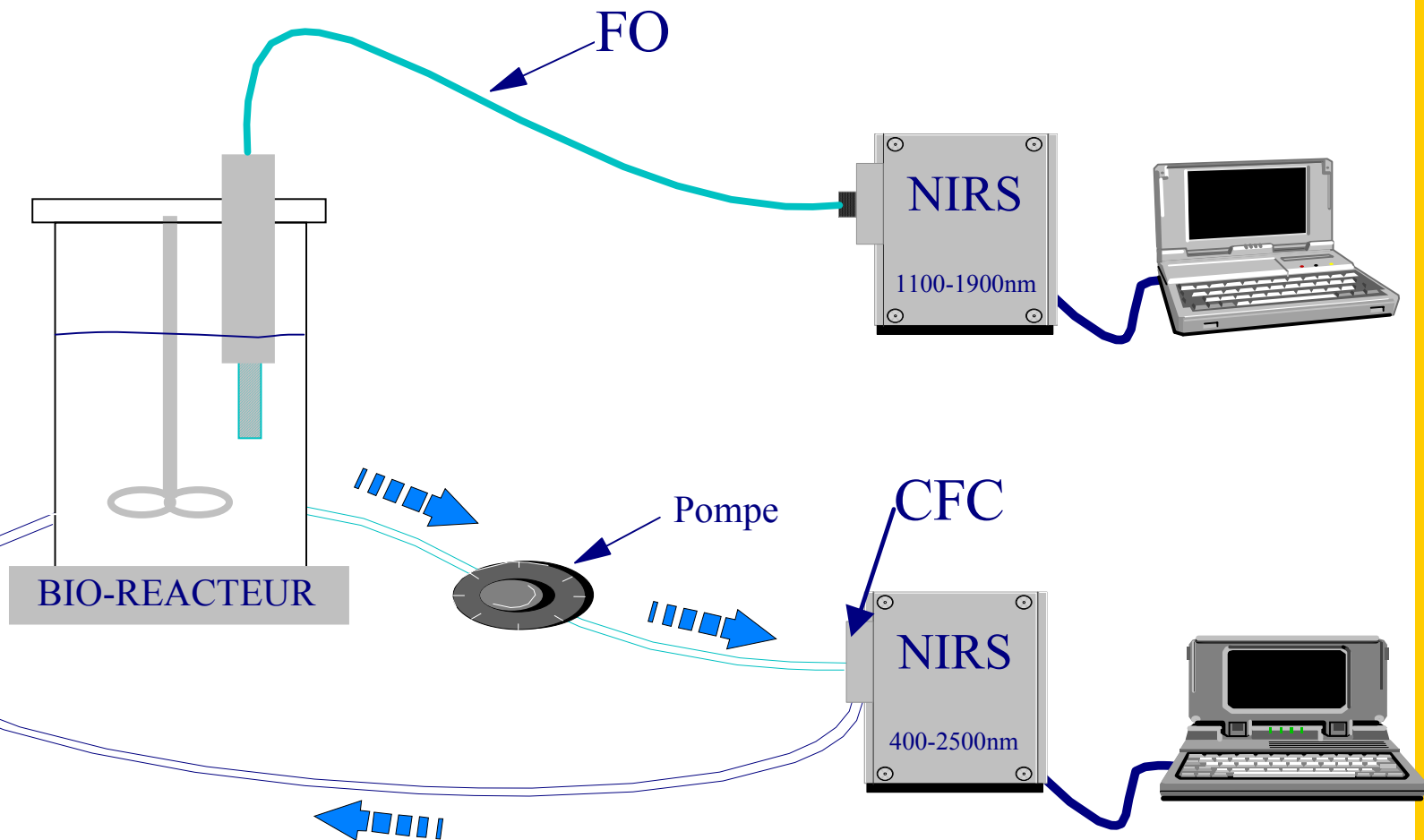
MIR FOSS FT120 : Teneur en sucres de jus de betterave (réception)



Subel, CBB, Raffineries Tirlemontoises, Iscalsugar

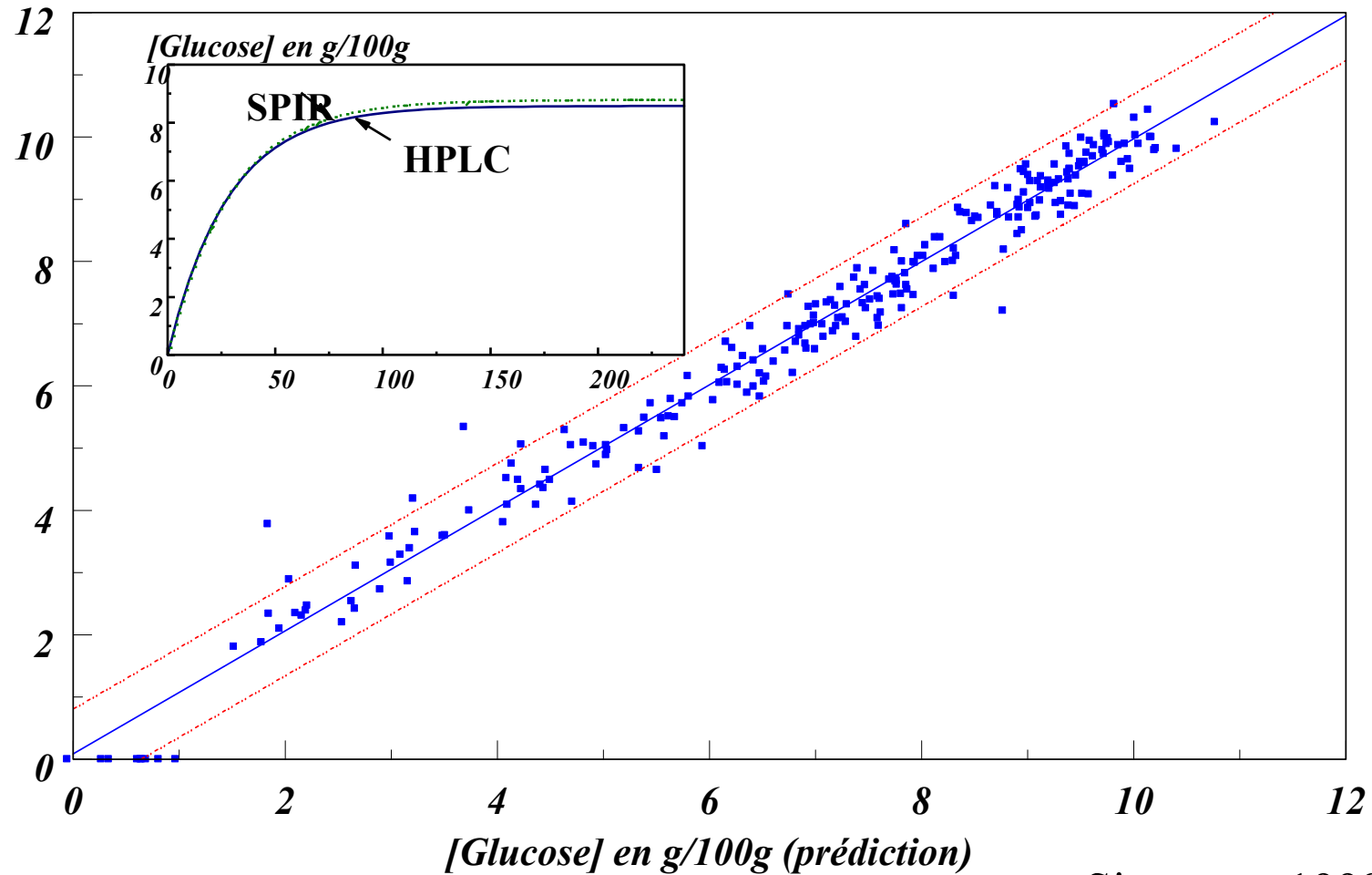
Dispositif expérimental pour la mesure en ligne et en temps réel

2 spectromètres NIR en parallèle



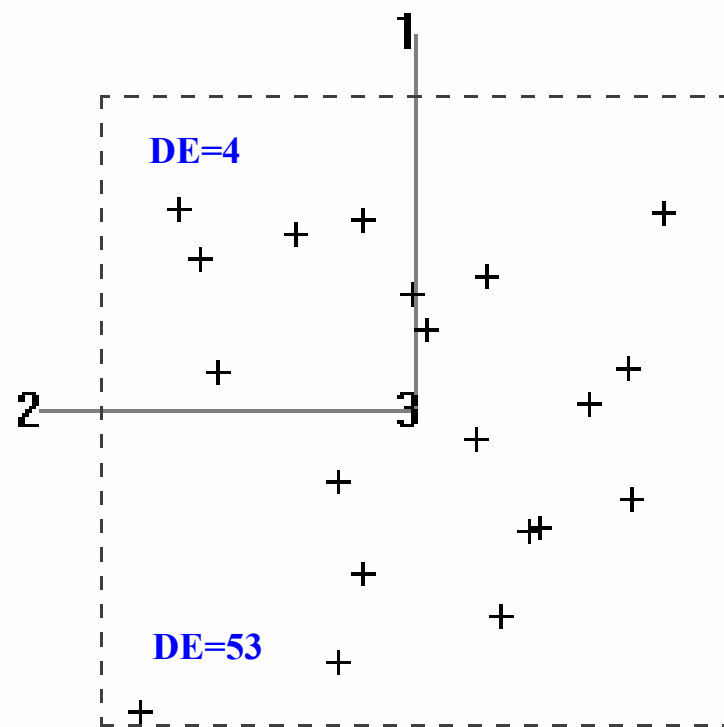
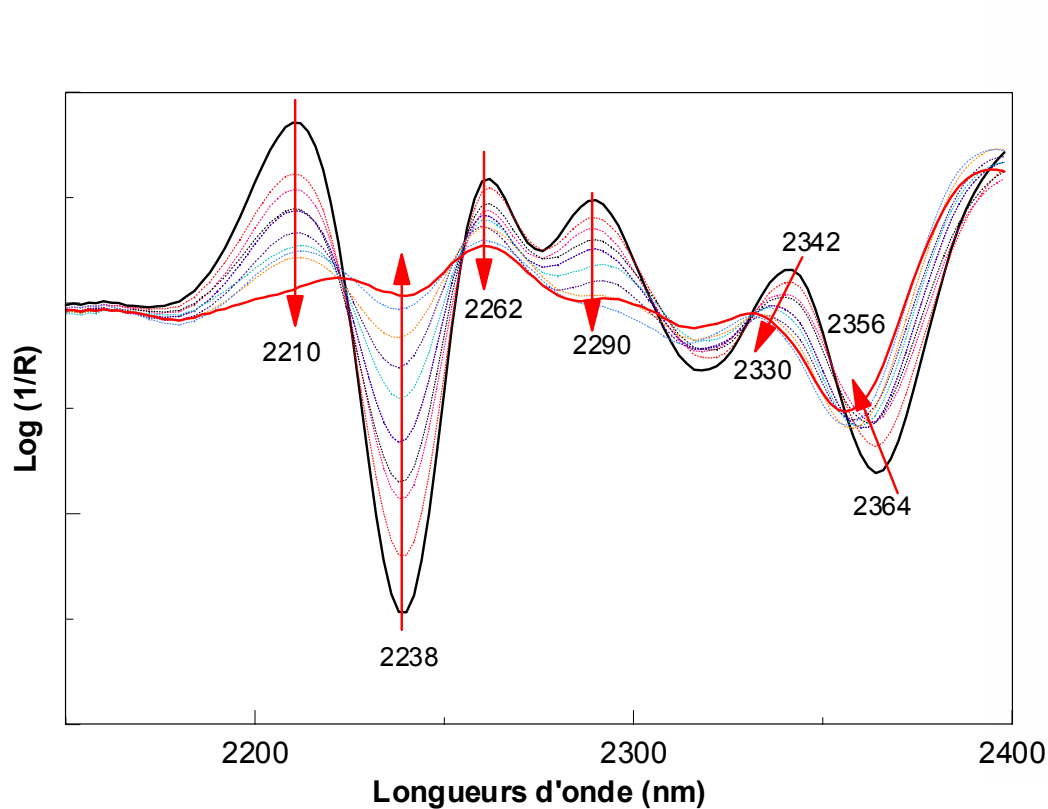
NIR : Amylolyse de blés bruts

[Glucose] en g/100g (HPLC)



Sinnaeve, 1998

NIR Poudres : Désestérification d'une pectine HM



Sinnaeve, 2001

NIR : Optimisation d'une presse à colza



Projet transversal CRAW



Centre wallon de Recherches agronomiques - **Département Qualité des productions agricoles**
Chaussée de Namur, 24- B – 5030 GEMBLOUX - Tél : ++ 32 (0)81 620 350 - Fax : ++ 32 (0)81 620 388
dptqual@cra.wallonie.be - <http://cra.wallonie.be>

• Valeur nutritionnelle des aliments pour le bétail

Composition chimique & Digestibilité

- **Humidité – MS**
- **Cendres – Mo**
 - + P, Ca, K, Mg
- **Matière grasse**
 - + profil AG
- **Protéines (N)**
 - + profil AA
- **Fibres**
 - (cellulose, NDF, ADF, ADL)
- **amidon**
 - + amylose - amylopectine
- **Sucres totaux**
 - + profil des différents sucres
- **Digestibilité de la MO**
 - in vivo, in vitro, enzymatique*

Ingrédients feed

Céréales & co-produits

Son

Farine de soja

Pulpe de betterave

Protéines animales (MBM)

.....

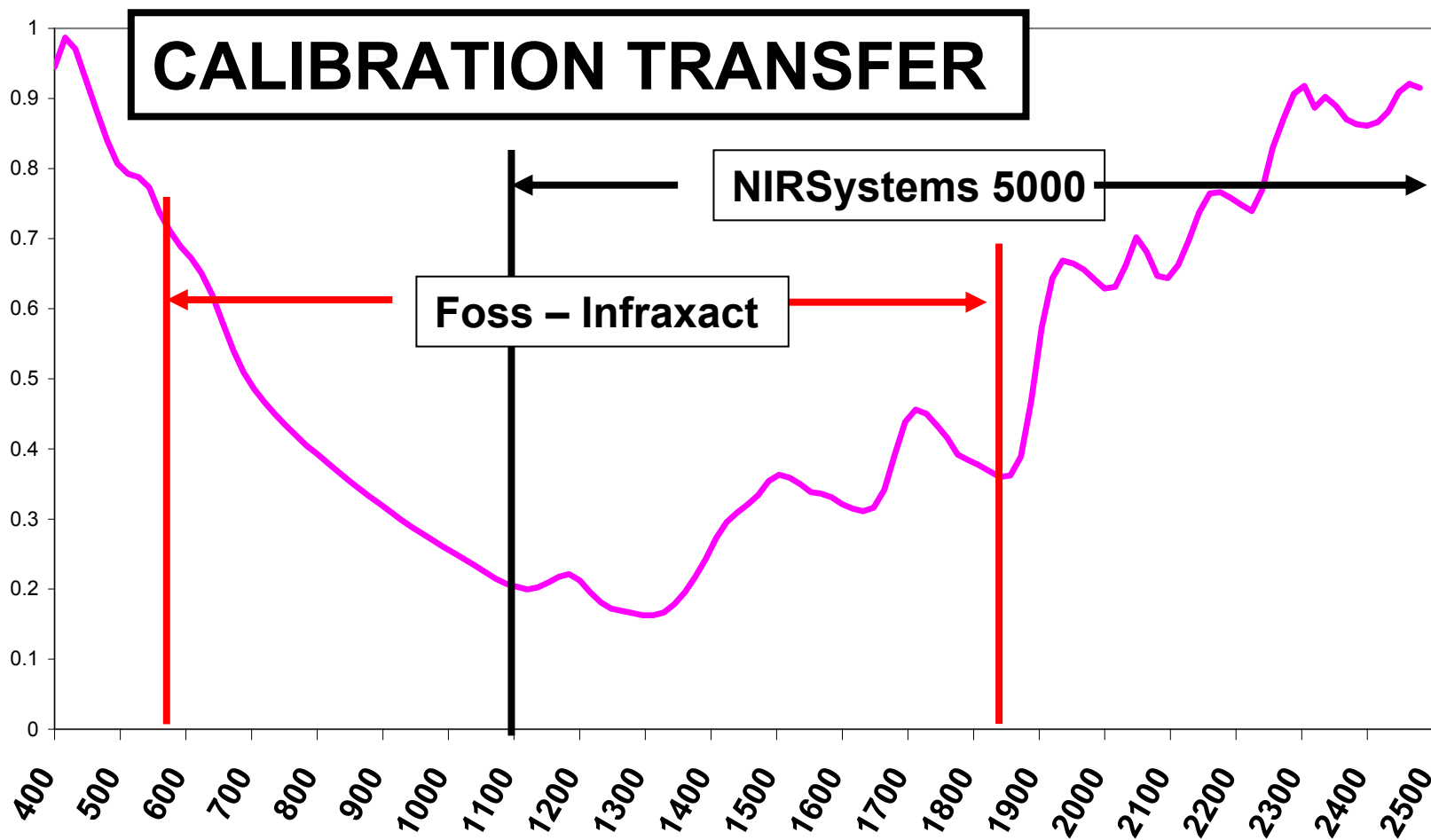
Aliments composés

Bétail

Porc

Volaille

Animaux domestiques



FOSS InfraXact



Centre wallon de Recherches agronomiques - **Département Qualité des productions agricoles**
Chaussée de Namur, 24- B – 5030 GEMBLoux - Tél : ++ 32 (0)81 620 350 - Fax : ++ 32 (0)81 620 388
dptqual@cra.wallonie.be - <http://cra.wallonie.be>

Avant tout un travail d'équipes!!!



Equipe Spectro

Dr Pierre Dardenne
Dr Vincent Baeten
Dr Juan-Antonio Fernandez
Ir Philippe Vermeulen
Ir Théophile Buhigiro
Ing Bernard Lecler
Anne Mouteau
Isabelle Fisiaux
Emma-Marie Mukandoli
Virginie Evillard
Régine Van Belleghem
Gédéon Mudenge

Equipe Chimie analytique

Dr Georges Sinnaeve
Dr Jean Laloux
Ir Jean-Michel Romnée
Ir Frédéric Dehareng
Ing Anne-Marie Clarinval
Ing Gerald Bourdaudhui
Eric Petignot
Nicolas Crasset
Olivier Genart
Françoise Mbelo
Caroline Stalmans
Aurore Antoine

