

Introduction

Depuis une dizaine d'années, la société Dumoulin a innové dans de nouveaux produits, notamment dans les aliments extrudés et floconnés destinés à des applications alimentaires à destination animale et à des marchés cibles bien spécifiques, en Belgique et à l'exportation. Pour répondre à son besoin de suivi du processus de fabrication et de contrôle qualité des produits finis, la société Dumoulin a fait appel au CRA-W pour son expertise dans le développement de solutions analytiques basées sur la spectroscopie infrarouge (SPIR). L'objectif du projet consistait à évaluer par SPIR, au labo et en ligne, la qualité des aliments à destination animale produits par la société.

Etude de faisabilité au CRA-W



Aliment granulé



Aliment extrudé

Le choix de l'instrument s'est porté sur un spectromètre Polytec couvrant une gamme de longueurs d'onde de 850 à 1650 nm. Il est combiné à un multiplexeur qui permet d'alterner les analyses en utilisant soit une sonde offline pour le laboratoire (analyse à distance) soit une sonde online pour la ligne de fabrication (analyse de contact). Les principaux critères de choix étaient la capacité à réaliser les analyses en ligne dans une cadence très rapide (1500 scan/sec) et la robustesse de l'appareil équipé d'une technologie « barrette à diodes » réduisant le nombre de pièces mobiles.

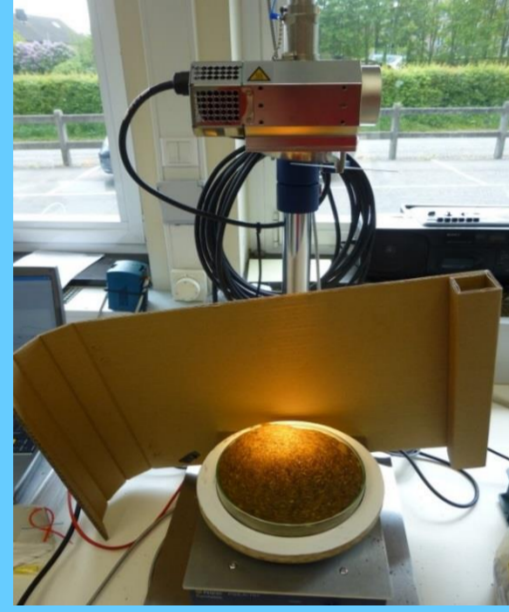
Dans une première étape, l'instrument a été installé au laboratoire du CRA-W en utilisant un dispositif expérimental de simulation de flux d'aliments. Les valeurs de référence ont été obtenues par mesure en double sur le spectromètre FOSS XDS des échantillons des différents types de produits (aliments composés granulés ou extrudés) et par application des équations de calibration du CRA-W. Ceci a permis un gain de temps et financier important. Certains échantillons étaient en outre analysés par les méthodes de référence en laboratoire agréé afin de contrôler les valeurs prédites. Tous ces échantillons étaient également analysés sur le spectromètre Polytec en utilisant les 2 sondes. Des courbes de calibration étaient développées sous Unscrambler pour 4 types d'aliments (bovin, porc, correcteur protéique, extrudé) et pour 6 paramètres : l'humidité, la protéine brute, la matière grasse, la cellulose brute, l'amidon et les cendres.

Multiplexeur

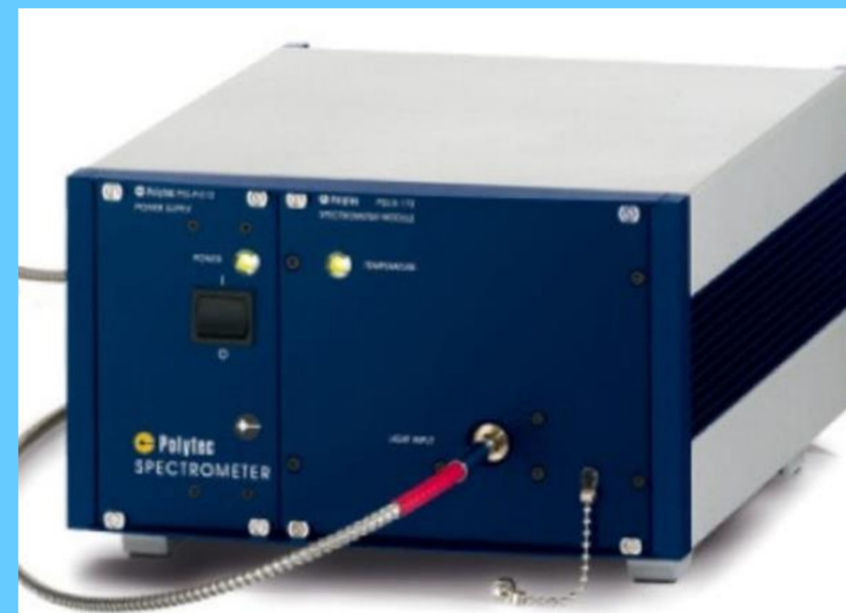
Sonde offline



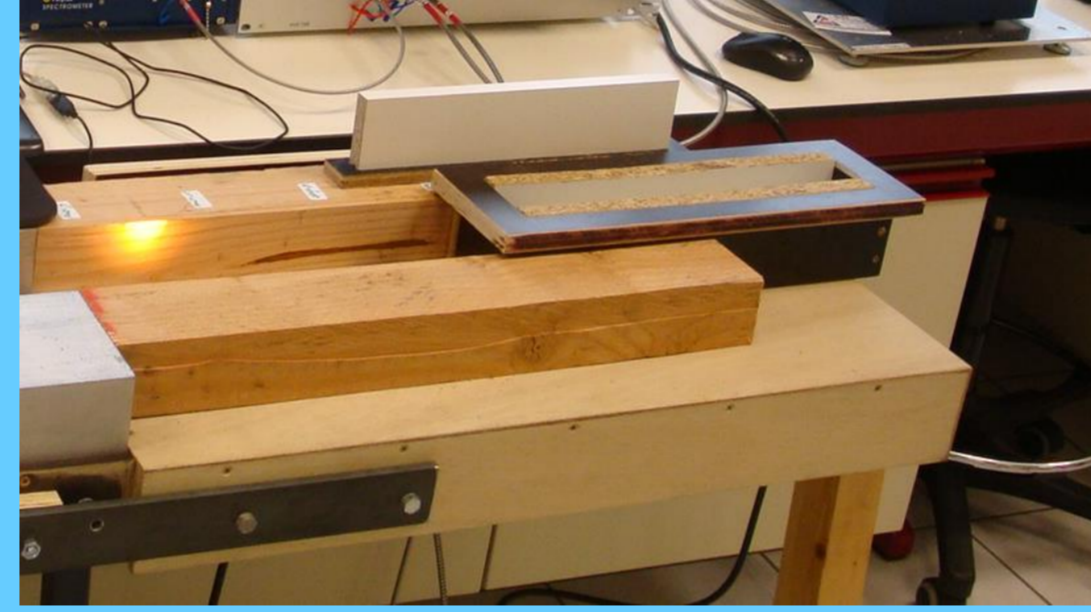
Tête de lecture offline



Dispositif au laboratoire



Sonde online



Dispositif de simulation de flux au laboratoire



Tête de lecture online

Analyse et contrôle qualité sur site chez Dumoulin

Après la phase de calibration et de validation en laboratoire au CRA-W, le spectromètre était déplacé chez Dumoulin avec ses 2 sondes: la sonde offline et la sonde on-line

Sonde offline

Pour les mesures avec la sonde offline, les équations labo développées au CRA-W ont été utilisées. La majorité des équations présentent un R² de cross-validation supérieur à 0.9 et un RPD supérieur à 3.

Sonde online

La sonde d'analyse online a été installée dans la trémie après la mélangeuse de matières premières permettant d'analyser toutes les gammes de produits fabriqués au sein de la société. Une phase de programmation et d'automatisation a été nécessaire afin de stocker les résultats de prédiction dans la base de données et de les exploiter pour le contrôle en ligne. Une mise à jour des équations a été également nécessaire pour tenir compte de la forme du produit (farine avant compression ou extrusion). La majorité des équations présentent un R² de cross-validation et un RPD permettant la discrimination entre valeurs élevées et valeurs faibles.

Aliments bovins

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	234	11,18	0,90	8,26	13,79	1	7	0,22	0,94	0,25	0,93	3,60
Protéine brute	236	19,84	6,73	7,42	36,00	0	9	0,53	0,99	0,57	0,99	11,81
Matière grasse	234	4,05	0,73	2,66	6,30	4	11	0,16	0,95	0,18	0,94	4,06
Cellulose brute	234	10,82	3,04	3,00	24,00	2	8	0,54	0,96	0,58	0,96	5,24
Amidon	234	21,20	10,08	1,90	54,70	2	9	1,02	0,99	1,14	0,99	8,84
Cendres	234	7,40	1,24	2,48	9,46	0	7	0,42	0,94	0,45	0,87	2,76

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	183	10,98	1,53	5,98	18,50	4	10	0,27	0,93	0,32	0,91	4,78
Protéine brute	183	16,84	4,44	5,68	29,44	5	9	0,74	0,97	0,90	0,95	4,93
Matière grasse	183	4,66	2,06	2,26	15,08	0	10	0,45	0,95	0,60	0,91	3,43
Cellulose brute	183	12,19	3,03	2,87	20,06	0	7	0,97	0,90	1,15	0,85	2,63
Amidon	183	23,73	7,29	8,99	58,72	0	7	2,56	0,90	2,89	0,87	2,52
Cendres	183	6,46	1,77	0,36	9,82	0	9	0,75	0,86	0,88	0,88	2,01

Aliments porcins

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	106	11,90	0,75	10,10	13,20	0	5	0,23	0,90	0,26	0,87	2,88
Protéine brute	106	16,72	2,74	14,00	30,14	9	11	0,24	0,94	0,32	0,90	8,56
Matière grasse	106	4,50	1,22	1,40	7,20	0	7	0,21	0,96	0,24	0,95	5,08
Cellulose brute	106	5,11	1,71	2,50	11,78	0	4	0,36	0,95	0,41	0,91	4,17
Amidon	94	40,71	7,38	8,96	47,19	9	11	0,47	0,97	0,74	0,94	9,97
Cendres	106	5,34	1,22	3,57	11,15	2	7	0,33	0,94	0,41	0,91	2,98

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	119	12,48	0,97	10,47	15,93	4	11	0,26	0,87	0,38	0,74	2,55
Protéine brute	119	15,30	2,49	3,90	19,03	0	8	0,80	0,90	1,10	0,81	2,26
Matière grasse	119	5,07	1,16	3,66	8,78	1	9	0,32	0,91	0,40	0,86	2,90
Cellulose brute	119	5,21	1,15	3,36	9,83	13	5	0,30	0,84	0,36	0,77	2,19
Amidon	119	40,38	3,64	3,64	45,72	0	9	1,09	0,91	1,44	0,85	2,53
Cendres	119	6,20	2,79	2,79	16,96	0	10	0,87	0,90	1,22	0,81	2,29

Correcteurs protéiques

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	357	8,62	1,67	4,47	12,47	0	9	0,51	0,91	0,57	0,89	2,93
Protéine brute	407	44,58	5,40	33,80	63,10	0	10	0,66	0,98	0,79	0,97	6,84
Matière grasse	317	4,64	1,62	2,70	10,85	0	10	0,34	0,92	0,17	0,88	9,53
Cellulose brute	357	12,47	1,67	2,13	12,63	0	10	0,58	0,87	0,66	0,84	2,53
Cendres	357	7,77	0,95	3,12	9,45	12	10	0,42	0,76	0,48	0,70	1,98

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	115	11,07	0,49	9,84	13,01	0	6	0,34	0,52	0,38	0,44	1,23
Protéine brute	115	40,40	3,74	29,80	51,22	4	5	0,90	0,94	0,97	0,93	3,86
Matière grasse	115	3,74	0,69	2,03	6,41	6	7	0,28	0,81	0,35	0,71	1,97
Cellulose brute	115	11,70	1,30	9,12	14,94	4	8	0,37	0,91	0,48	0,86	2,71
Cendres	115	7,80	1,75	5,57	15,24	5	7	0,63	0,83	0,74	0,77	2,36

Aliments extrudés

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	262	7,11	1,46	3,40	11,37	4	8	0,39	0,92	0,43	0,90	3,40
Protéine brute	264	19,68	2,77	11,60	27,94	9	11	0,72	0,92	0,85	0,89	3,26
Matière grasse	264	18,45	7,40	4,09	33,30	10	7	0,98	0,98	1,06	0,97	6,98
Cellulose brute	264	9,17	2,91	4,53	17,77	6	6	0,91	0,89	0,95	0,88	3,06
Amidon	264	14,72	3,90	6,65	23,70	17	6	1,13	0,90	1,20	0,89	3,25

Critères d'analyse (% MS)	Valeurs de référence					Résultats des calibrations et cross-validations						
	N	Moy	SD	Min	Max	Outliers	Nb termes	SEC	R ² c	SECV	R ² cvc	RPDcv
Humidité	89	10,12	0,79	8,52	13,14	0	6	0,20	0,92	0,24	0,90	3,04
Protéine brute	89	20,22	2,73	15,75	25,10	0	6	0,48	0,97	0,56	0,96	4,88
Matière grasse	87	19,89	6,58	7,11	32,32	2	4	0,94	0,98	1,07	0,97	6,15
Cellulose brute	89	9,99	4,06	3,81	24,32	0	7	0,79	0,96	1,05	0,93	3,87
Amidon	86	13,38	6,99	0,15	26,98	1	7	1,90	0,93	2,47	0,89	2,83

R ²	RPD	Commentaire
>0,9	>3	Excellente prédiction
0,82 - 0,90	2,5 - 3	Bonne prédiction
0,66 - 0,81	2 - 2,5	Prédiction quantitative approximative
0,5 - 0,65	1,5 - 2	Discrimination entre valeurs élevées et faibles
<0,5	<1,5	Prédiction non utilisable

Légende :

- N : nombre d'échantillons; Moy : moyenne des valeurs de référence;
- SD : écart-type; Min : valeur minimum; Max : valeur maximum;
- SEC : erreur standard de calibration; R²c : coefficient de détermination de calibration;
- SECV : erreur standard de cross-validation; R²cvc : coefficient de détermination de cross-validation;
- RPDcv : rapport de l'écart-type à l'erreur standard de cross-validation (SD/SECV)



Spectromètre installé au laboratoire



Tête d'analyse installée dans la chaîne de fabrication

Conclusions

Aujourd'hui, l'appareil installé sur le site de Seilles (Belgique) permet d'analyser en ligne toutes les gammes de produits (sous forme de farine) et de fournir au client les valeurs prédites de chaque lot. La sonde d'analyse installée au laboratoire permet de contrôler d'une part la qualité des matières premières à la réception et d'autre part la qualité des produits finis (sous forme de granulé ou d'extrudé). L'amélioration de la qualité des produits finis est bénéfique pour l'image de la société et la diminution d'expéditions de produits non conformes permet de réduire les coûts liés aux litiges avec la clientèle.

Remerciements

La présente étude a été financée par la Région wallonne dans le cadre d'un projet First Entreprise de 2 ans (Projet n° 7047). L'objectif du programme First est de permettre de répondre aux besoins d'une entreprise wallonne (Dumoulin) en mobilisant l'expertise nécessaire d'une institution de recherche (CRA-W). Les auteurs remercient également Stéphane Brichard (CRA-W), Lionel Roczen (Dumoulin) et Laurent Gavenc (Dumoulin) pour la réalisation des nombreuses analyses.