



Application Note AN-NIR-093

Contrôle de la qualité des processus de fermentation

Détermination multiparamétrique en une minute

La production de biocarburants à partir de matières premières renouvelables a connu un essor considérable au cours des dernières années. Le bioéthanol est l'une des alternatives les plus intéressantes aux combustibles fossiles, car il peut être produit à partir de matières premières riches en sucres et en amidon. La fermentation de l'éthanol est l'un des processus de fermentation les plus anciens et les plus importants utilisés dans l'industrie biotechnologique. Bien que le processus soit bien connu, il existe un grand potentiel d'amélioration et

de réduction proportionnelle des coûts de production. En raison des variations saisonnières de la qualité des matières premières, les producteurs d'éthanol doivent surveiller le processus de fermentation pour s'assurer que le produit obtenu est de même qualité.

La spectroscopie proche infrarouge (NIRS) permet une **prédiction rapide et fiable** de la teneur en éthanol, en sucres, en Brix, en acide lactique, en pH et en solides totaux à n'importe quel stade du processus de fermentation.

MATÉRIEL EXPÉRIMENTAL

La production d'éthanol à partir de maïs passe par trois étapes typiques : le broyage/la liquéfaction du maïs en mout d'amidon, la fermentation du mout d'amidon avec de la levure et, enfin, la purification de l'éthanol obtenu par distillation. Un total de 206 échantillons (117 pour l'indice Brix) de mout de fermentation ont été analysés sur l'analyseur de solides DS2500. En raison de la grande quantité de solides présents dans les échantillons, toutes les mesures ont été effectuées en mode réflexion à l'aide de la grande coupelle d'échantillonnage du DS2500 (figure 1). Les échantillons ont été mesurés en rotation afin de collecter des données spectrales sur plusieurs zones. Le calcul de la moyenne spectrale des signaux provenant de plusieurs points a permis de réduire l'inhomogénéité de l'échantillon. Le logiciel Metrohm Vision Air Complete a été utilisé pour l'acquisition des données et le développement du modèle de prédiction.



Figure 1. Échantillon de moût de fermentation placé sur l'analyseur de solides DS2500.

Tableau 1. Vue d'ensemble des équipements matériels et logiciels

Équipement	Metrohm référence
DS2500 Analyzer	2.922.0010
DS2500 Large Sample Cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

RÉSULTAT

Les 206 spectres Vis-NIR mesurés (figure 2) ont été utilisés pour créer un modèle de prédiction permettant de quantifier les paramètres clés de la fermentation. La qualité du modèle de prédiction a été évaluée à l'aide de diagrammes de corrélation, qui

montrent une très forte corrélation entre la prédiction Vis-NIR et les valeurs de référence. Les figures de mérite respectives (FOM) indiquent la précision attendue d'une prédiction au cours d'une analyse de routine.

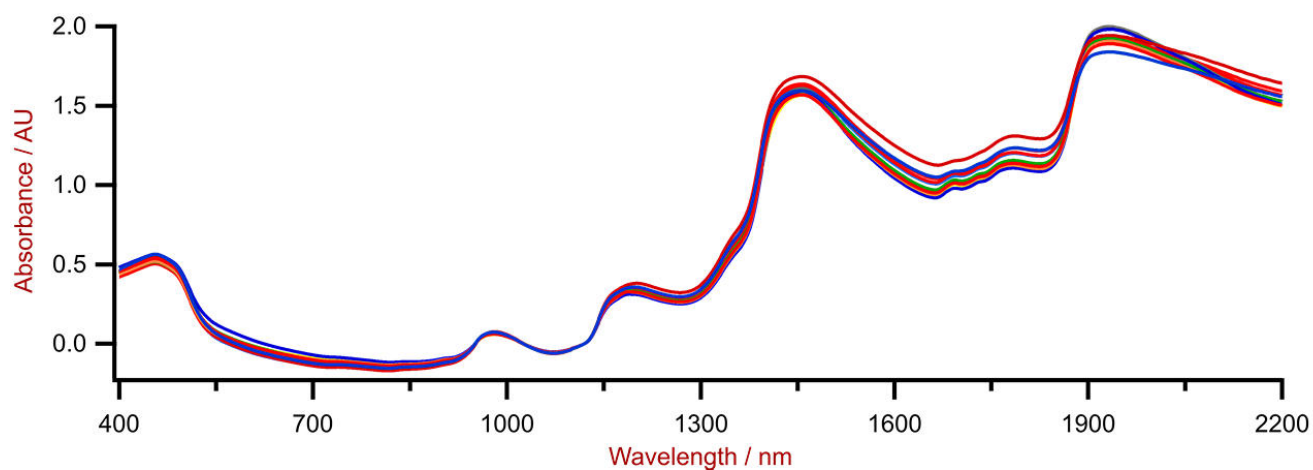


Figure 2. Spectres Vis-NIR d'échantillons de moût de fermentation analysés sur un analyseur de solides DS2500.

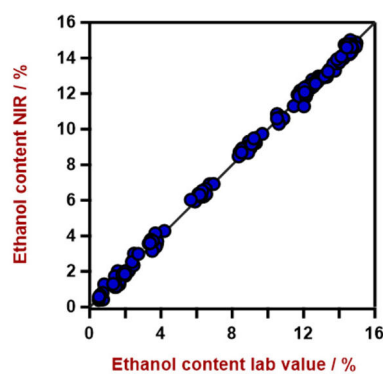


Figure 3. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en éthanol à l'aide d'un analyseur de solides DS2500. La valeur de laboratoire de la teneur en éthanol a été évaluée par HPLC.

Tableau 2. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en éthanol à l'aide d'un analyseur de solides DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.998
Erreur standard d'étalonnage	0.21%
Erreur standard de la validation croisée	0.22%

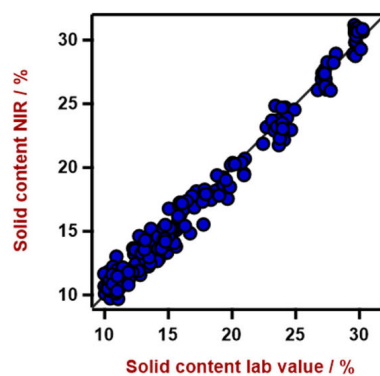


Figure 4. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en solides à l'aide d'un analyseur de solides DS2500. La valeur de laboratoire a été évaluée par la balance LOD.

Tableau 3. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en solides à l'aide d'un analyseur de solides DS2500.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.982
Erreur standard d'étalonnage	0.87%
Erreur standard de la validation croisée	1.06%

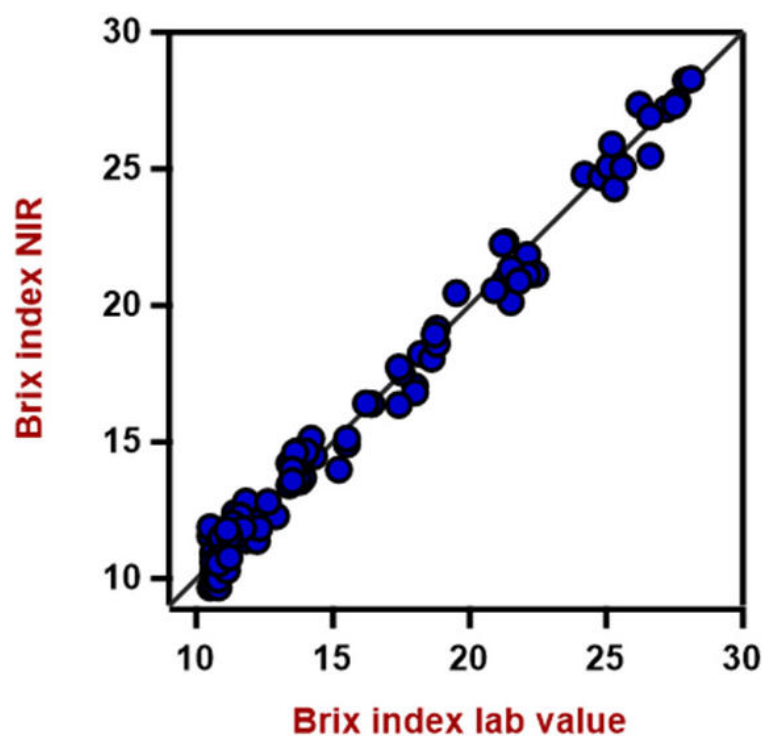


Figure 5. Diagramme de corrélation pour la prédiction des valeurs de l'indice Brix. La valeur de laboratoire a été mesurée à l'aide d'un réfractomètre.

Tableau 4. Chiffres de mérite pour la prédiction des valeurs de l'indice Brix.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.987
Erreur standard d'étalonnage	0.66
Erreur standard de la validation croisée	0.87

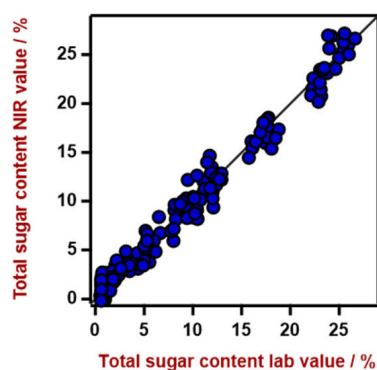


Figure 6. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en sucre total. La valeur de laboratoire de la teneur totale en sucre a été mesurée à l'aide de la CLHP.

Tableau 5. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en sucre total.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.981
Erreur standard d'étalonnage	1.09%
Erreur standard de la validation croisée	1.30%

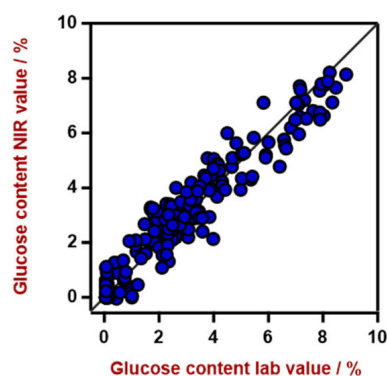


Figure 7. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en glucose. La valeur de laboratoire de la teneur en glucose a été mesurée par HPLC.

Tableau 6. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en glucose.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.920
Erreur standard d'étalonnage	0.70%
Erreur standard de la validation croisée	0.86%

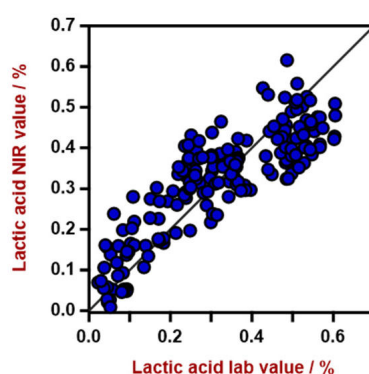


Figure 8. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en acide lactique. La valeur de laboratoire de l'acide lactique a été évaluée par HPLC.

Tableau 7. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en acide lactique.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.722
Erreur standard d'étalonnage	0.09%
Erreur standard de la validation croisée	0.10%

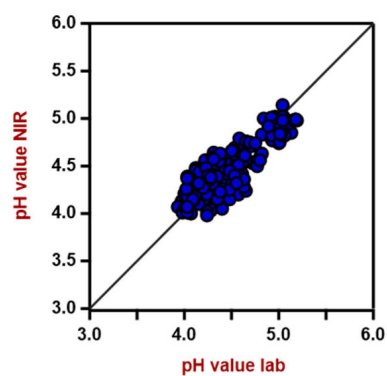


Figure 9. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la valeur du pH. La valeur du pH en laboratoire a été mesurée à l'aide d'un pH-mètre.

Tableau 8. Chiffres de mérite pour la prédiction de la valeur du pH.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.734
Erreur standard d'étalonnage	0.17
Erreur standard de la validation croisée	0.19

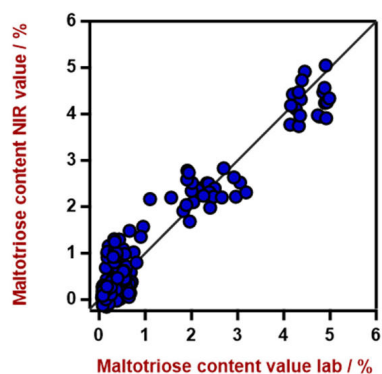


Figure 10. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en maltotriose. La valeur de laboratoire du maltotriose a été mesurée par HPLC.

Tableau 9. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en maltotriose.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.928
Erreur standard d'étalonnage	0.36%
Erreur standard de la validation croisée	0.42%

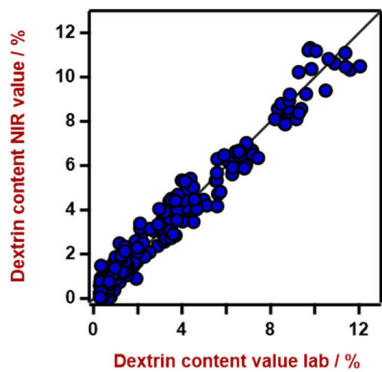


Figure 11. Diagramme de corrélation pour la prédiction de la teneur en dextrine. La valeur de laboratoire de la dextrine a été mesurée par HPLC.

Tableau 10. Chiffres de mérite pour la prédiction de la teneur en dextrine.

Figures de mérite	Valeur
R^2	0.964
Erreur standard d'étalonnage	0.60%
Erreur standard de la validation croisée	0.68%

CONCLUSION

Cette note d'application démontre qu'il est possible de déterminer plusieurs paramètres clés du processus de fermentation à l'aide de la spectroscopie proche infrarouge. La fermentation du maïs est un processus bien établi qui dure généralement de 55 à 60 heures. Des échantillons sont extraits des fermenteurs toutes les quelques heures et envoyés au laboratoire pour

des mesures analytiques. Plusieurs méthodes analytiques doivent être utilisées pour contrôler les principaux paramètres de qualité du processus de fermentation. La spectroscopie Vis-NIR permet une alternative rapide avec une grande précision, et représente donc une méthode unique appropriée pour contrôler le processus de fermentation.

Tableau 11. Aperçu des délais d'obtention des résultats pour les différents paramètres

Paramètres	Méthode	Délai d'obtention des résultats
Éthanol, sucres	HPLC	30–45 min
Indice Brix	Réfractomètre	3–5 min
pH	pH-mètre	3–5 min
Solides	Équilibre LOD	10–15 min

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr



DS2500 Solid Analyzer

Spectroscopie proche infrarouge robuste pour le contrôle de la qualité en laboratoire et en environnement de production.

L'analyseur DS2500 Analyzer est la solution éprouvée et souple destinée aux analyses de routine de matières solides, de crèmes et, en option, de liquides, tout au long de la chaîne de fabrication. Sa conception robuste fait du DS2500 Analyzer un appareil insensible à la poussière, à l'humidité, aux vibrations ainsi qu'aux variations de température, et donc particulièrement adapté aux rudes conditions d'un environnement de production.

Le DS2500 couvre l'ensemble de la gamme spectrale de 400 à 2 500 nm et fournit des résultats exacts et reproductibles en moins d'une minute. Le DS2500 Analyzer répond aux exigences de l'industrie pharmaceutique et représente une aide précieuse pour les opérations de routine quotidiennes grâce à sa simplicité d'utilisation.

Grâce à des accessoires parfaitement adaptés à l'appareil, il atteint des performances sans précédent avec tous les types d'échantillons, quel que soit le défi qu'ils opposent (matières solides à gros grains comme les granulats ou échantillons semi-solides ou liquides telles les crèmes). La productivité lors de mesures de matières solides peut encore être augmentée par l'utilisation du MultiSample Cup, lequel permet des mesures automatisées en série jusqu'à un maximum de 9 échantillons.



DS2500 Récipient d'échantillon, grand

Grand récipient d'échantillon pour l'enregistrement de spectre par réflexion de poudres et de granulés en différents points de l'échantillon avec le NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Aperçu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sûre et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)