



Application Note AN-RS-052

Analyse du chocolat par spectroscopie Raman

Contrôle qualité rapide de différents types de chocolat

En 2024, le marché mondial du chocolat était évalué à environ 131 milliards de dollars américains. Il devrait atteindre environ 173 milliards de dollars d'ici 2030, ce qui implique un taux de croissance stable d'environ 4 % [1]. Cette croissance est portée par une demande soutenue des consommateurs et devrait continuer à s'accroître.

La spectroscopie est de plus en plus utilisée dans la fabrication du chocolat pour le contrôle qualité (CQ), grâce à sa capacité à évaluer la composition du chocolat, en fournissant un spectre « d'empreinte

digitale » qui révèle ses détails chimiques. Plus précisément, la spectroscopie Raman peut être utilisée en CQ pour distinguer les différents types de chocolat, détecter les adultérations, mesurer la cristallisation et la texture, et surveiller le processus de fabrication.

Cette note d'application présente les techniques permettant de collecter efficacement les spectres Raman de différents chocolats, fournissant ainsi une base pour l'évaluation de la qualité et la détection des adultérations.

Les spectres Raman de tablettes de chocolat présentant différentes teneurs en cacao, y compris du chocolat blanc (Lindt, Suisse), ont été mesurés avec une faible puissance laser (5 %) et un temps d'intégration long (120 s) (Figure 1).

Les types spécifiques d'échantillons de chocolat utilisés dans cette étude sont récapitulés dans le tableau 1. La puissance du laser a été ajustée en fonction de la teneur en cacao du chocolat (allant du chocolat blanc à 100 %), sans dépasser 15 %, sauf si l'on souhaitait mesurer du chocolat fondu.

Tableau 1. Échantillons et pics Raman importants.

Exemple	% de cacao
Chocolat (différentes variétés)	100%
	85%
	70%
	Lait (~30%)
	Blanc (20%)

PRÉSENTATION DE L'EXPÉRIENCE

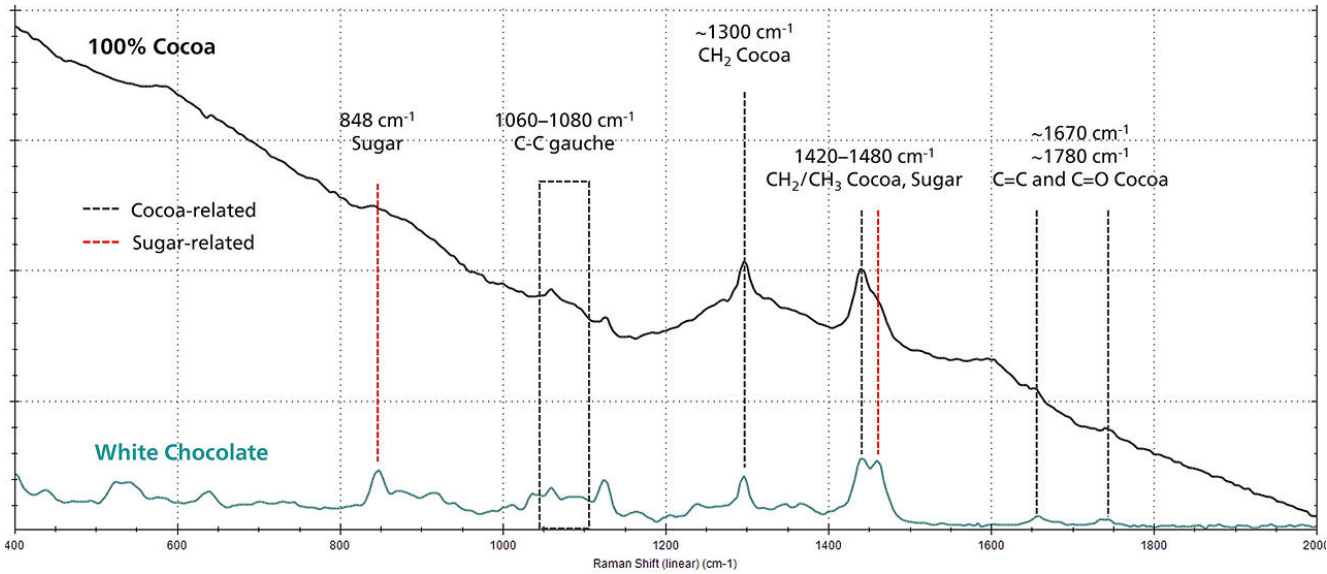


Figure 1. Spectres Raman représentatifs du chocolat 100 % cacao et du chocolat blanc (sans traitement mathématique).

Tableau 2. Liste des pics importants représentés sur la figure 1.*

Relation	Nombre d'onde (cm ⁻¹)
Lié au cacao	1060–1080
	~1300
	1420–1480
	~1670, ~1780
Lié au sucre	<750, 848
	1460

MÉTHODE

La collecte des données Raman à l'aide d'un système Raman de laboratoire i-Raman NxG 1064 (figure 2) a été optimisée en ajustant le temps d'intégration et la puissance du laser (tableau 3) afin de déterminer les conditions optimales permettant de maximiser l'intensité du signal et de minimiser le risque de fusion de l'échantillon.



Figure 2. Dans le cadre de cette étude, on a utilisé l'i-Raman NxG 1064 et la sonde à fibre optique intégrée de Metrohm.

Tableau 3. Paramètres système utilisés pour l'analyse de différents types de chocolat par spectroscopie Raman.

Longueur d'onde d'excitation	1064 nm
Puissance du laser	5–15%
Durée de l'intégration	>60 s
Accessoires	Sonde d'échantillonnage standard Porte-sonde avec dispositif de réglage de la distance
Logiciel	SpecSuite

Tous les échantillons de chocolat ont été analysés en plaçant un morceau de chocolat sur le plateau, une sonde Raman étant solidement fixée au-dessus de l'échantillon (**figure 3**). La distance de travail optimale a été déterminée en ajustant la position de la sonde sur l'axe z tout en surveillant en continu l'intensité du signal Raman.

Une fois la distance focale optimale déterminée, un dispositif de réglage de la distance aide l'opérateur à positionner la sonde sur l'échantillon afin de garantir une mesure cohérente et fiable.

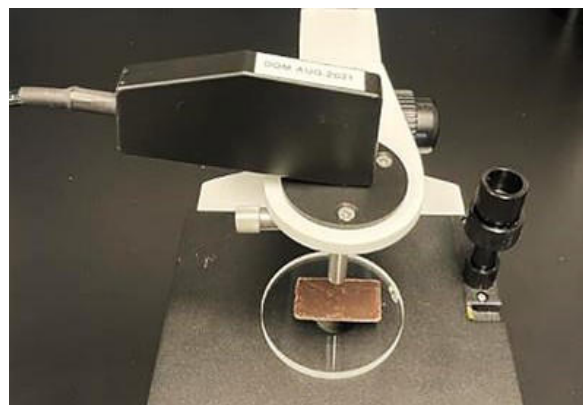


Figure 3. Un échantillon de chocolat sur le porte-échantillon.

RÉSULTATS

Intensité du laser et fusion

Le chocolat fond entre 30 et 36 °C. Du chocolat à 100 % a été utilisé pour déterminer le seuil de fusion induit par le laser en raison de sa couleur plus foncée. L'échantillon plus foncé absorbe davantage la lumière laser et, par conséquent, fond à des puissances plus faibles et avec des temps d'exposition plus courts.

L'optimisation de la puissance du laser est essentielle pour éviter tout dommage thermique ou toute modification structurale pendant la mesure. Les spectres Raman recueillis à des puissances laser de 5 %, 10 % et 15 % ont révélé des décalages notables dans les pics liés au cacao (**figure 4a**), avec une fusion visible à 10 %. Les chocolats de couleur plus claire toléraient des puissances plus élevées, généralement jusqu'à 15 %.

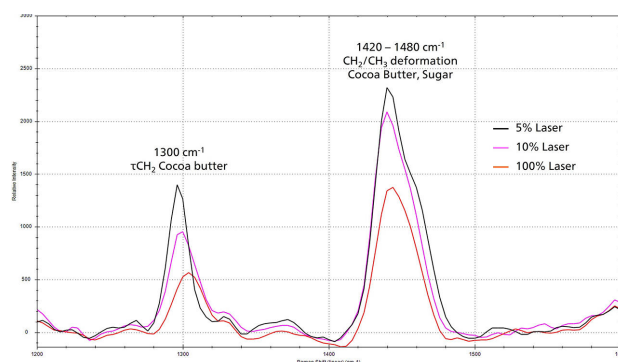


Figure 4a. Gros plan sur les pics Raman du chocolat à 100 % mesurés à l'aide d'un laser de 1 064 nm à des puissances de 5 %, 10 % et 15 %.

Cependant, la fusion n'est pas le seul indicateur des modifications structurelles induites par la chaleur. Même le chocolat blanc a présenté de légers changements de cristallinité dans la gamme 1060–1100 cm⁻¹ lorsque la puissance du laser dépassait 10 % (figure 4b). Ces résultats montrent que le chocolat peut subir des altérations thermiques à des puissances laser relativement faibles, ce qui souligne la nécessité de choisir soigneusement la puissance lors des opérations d'assurance qualité et de contrôle qualité (AQ/CQ). Les méthodes de rejet de la fluorescence, associées à une excitation à 785 nm de faible puissance, offrent des solutions potentielles.

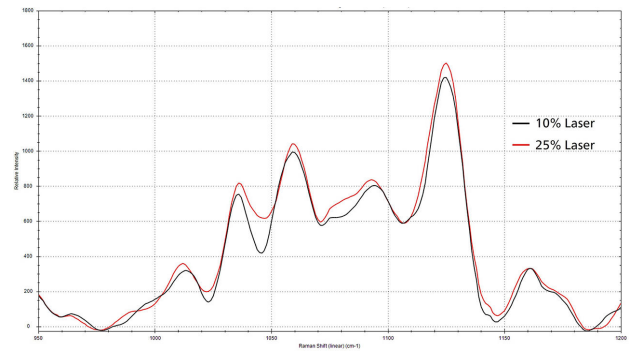


Figure 4b. La région d'extension de la chaîne gauche du chocolat blanc, mesurée avec une puissance laser de 10 % et de 25 %, illustrant la différence entre ces deux puissances.

Le chocolat se compose généralement de trois ingrédients principaux — les solides de cacao, le beurre de cacao et le sucre — dont les proportions varient considérablement selon le type de chocolat. Par exemple, le chocolat 100 % ne contient pas de sucre ajouté, tandis que le chocolat blanc ne contient pas de solides de cacao, mais contient du beurre de cacao. Les autres variétés se situent entre ces deux extrêmes, avec des teneurs en cacao et en sucre variables. (Tableau 4).

Tableau 4. Teneur en cacao et en sucre de différents chocolats.

Type de chocolat	Cacao (%)*	Sucre (g)**
Blanc	20	16
Lait	31	17
70%	70	9
85%	85	4
100%	100	0

Les pics principaux liés au sucre sont clairement observables dans les chocolats blanc, au lait et à 70 % (figure 5). En revanche, dans le chocolat à 85 %, la seule caractéristique spectrale notable liée au sucre apparaît à $1\,460\text{ cm}^{-1}$. Cela suggère que la spectroscopie Raman permet de déterminer efficacement la teneur en sucre dans le cadre des mesures de contrôle qualité. Les ingrédients liés au cacao présentent des bandes Raman caractéristiques autour de $1\,300\text{ cm}^{-1}$ et de $1\,420$ à $1\,480\text{ cm}^{-1}$. Le fait de limiter un modèle de moindres carrés partiels (PLS) à ces régions spectrales a permis d'obtenir le modèle prédictif le plus précis pour l'analyse de la teneur en cacao.

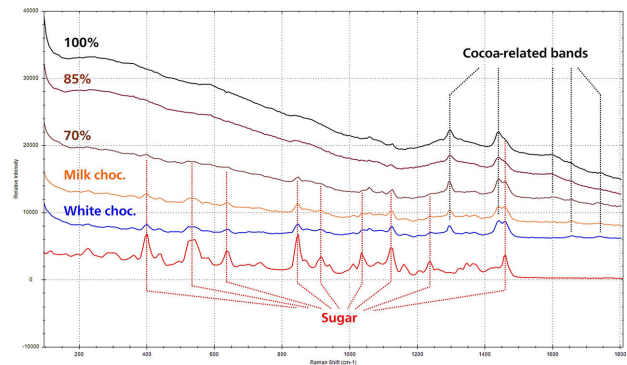


Figure 5. Spectres Raman du cacao à 100 %, du cacao à 85 %, du cacao à 70 %, du chocolat au lait, du chocolat blanc et du sucre. Méthode de collecte des données : puissance du laser 5 %, temps d'intégration 120 s, moyenne 3.

Performances et précision prédictive du modèle PLS

Les modèles PLS élaborés à partir des pics clés situés entre $1\,200$ et $1\,600\text{ cm}^{-1}$ dans les spectres Raman de différents types de chocolat montrent une forte concordance entre la teneur en cacao prévue et la teneur mesurée, avec une faible erreur type. Cela confirme l'efficacité de la spectroscopie Raman pour l'analyse de routine de la teneur en cacao (figure 6a). L'ajout de points de données permettrait d'améliorer la fiabilité des prévisions pour les teneurs en cacao plus élevées.

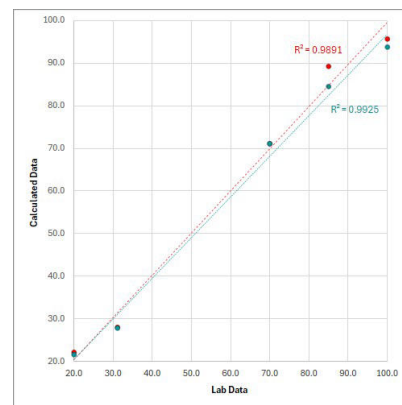


Figure 6a. Modèle d'étalonnage PLS et statistiques du modèle pour les matières solides du cacao et le beurre de cacao

Le modèle basé sur la teneur en sucre présente une précision prédictive encore plus grande, attribuable à des pics de sucre bien distincts et à l'absence de variation des mesures de sucre liée à la température. Les données relatives au sucre peuvent également affiner les prévisions concernant la teneur en cacao, car l'intensité Raman du sucre varie proportionnellement à la teneur en cacao (figure 6b). La teneur en sucre et la teneur en cacao constituent toutes deux des paramètres de contrôle qualité importants, mesurables par spectroscopie Raman.

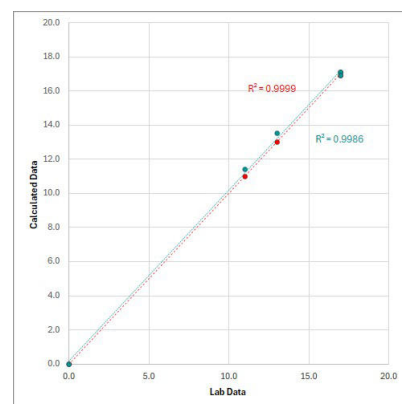


Figure 6b. Modèle d'étalonnage PLS et statistiques du modèle relatives à la teneur en sucre dans différents échantillons.

CONCLUSION

Cette étude met en évidence la capacité de la spectroscopie Raman à effectuer des mesures rapides et non destructives des indicateurs de qualité du chocolat. Les modèles PLS font preuve d'une grande précision prédictive tant pour les composants liés au cacao que pour la teneur en sucre. L'augmentation du nombre d'échantillons et l'analyse d'une gamme plus

large de chocolats permettraient d'améliorer encore la robustesse et la précision du modèle.

Dans l'ensemble, la spectroscopie Raman, associée à la modélisation chimiométrique, offre une méthode de contrôle qualité fiable pour l'analyse courante et en temps réel du chocolat.

REFERENCES

1. marknteladvisors. *Chocolate Market Size, Share, Analysis and Industry Trend to 2030*.
2. Esmonde-White, K.; Lewis, M.; Lewis, I. R. Direct Measurement of Chocolate Components Using Dispersive Raman Spectroscopy at 1000 Nm Excitation. *Appl Spectrosc* **2023**, 77 (3), 320–326.
<https://doi.org/10.1177/0003702822114794>
3. *Chocolates, Truffles, and Delicious Gifts: Buy Online | Lindt Shop Intl.*
<https://www.chocolate.lindt.com/> (accessed 2025-08-17).

CONTACT

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

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



i-Raman NxG 1064

i-Raman NxG 1064 est un spectromètre Raman de haute performance conçu pour les types d'échantillons les plus exigeants et complexes. Doté d'un laser de 1 064 nm et d'une large gamme spectrale de 100 à 2 500 cm^{-1} , il excelle dans la réduction spectaculaire des interférences de fluorescence, ce qui le rend idéal pour l'analyse de produits hautement fluorescents, de couleurs vives ou naturels problématiques pour les systèmes Raman conventionnels.

Cette fonctionnalité avancée permet des mesures rapides et précises, y compris sur des échantillons complexes, fréquemment rencontrés dans les secteurs pharmaceutique, nutraceutique et pétrolier. Sa configuration polyvalente, qui permet notamment d'effectuer des mesures transparentes à travers des bidons opaques, offre d'excellents résultats dans les processus de contrôle de la qualité rigoureux où la suppression de la fluorescence est essentielle.

i-Raman NxG 1064 est le choix privilégié des utilisateurs qui ont besoin d'une analyse Raman fiable et sans fluorescence pour des échantillons dont le contrôle de la qualité est complexe.

Découvrez comment ce laser proche infrarouge contribue à la réalisation de mesures de contrôle de la qualité les plus complexes.

- Les spectromètres à haute sensibilité fournissent des résultats en quelques secondes et peuvent détecter les signaux Raman les plus faibles.
- Le laser proche infrarouge mesure facilement des échantillons très colorés et sombres.
- La sonde à fibres optiques flexible est compatible avec une large gamme d'accessoires, y compris un support de flacon, un support de cuve, une sonde de transflexion et un adaptateur transparent.
- Le logiciel puissant SpecSuite facilite la collecte des données Raman, en plus de la création de modèles quantitatifs, de l'identification à l'aide de bibliothèques spectrales et de l'analyse de routine.
- Compact et empilable pour un gain d'espace conséquent sur le banc.



Support de sonde Raman universel

Support de sonde à utiliser avec les sondes Raman de qualité laboratoire de Metrohm, y compris les tiges de qualité laboratoire, les tiges d'immersion de qualité industrielle et les tiges transparentes. Fournit des ajustements manuels grossiers et précis en XYZ.