



La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) au service de l'identification :

Quand la science rencontre les séries télévisées

MOREAU Maxime, mmoreau@labexcell.com

Nous avons tous en tête une scène policière où un composé est placé dans une machine et en quelques instants, celle-ci est capable de trouver la correspondance (bien trop souvent parfaite) entre cet inconnu et un élément dans une base de données. Souvent, il est possible d'apercevoir des graphiques, des chiffres, accompagner ce « 99,9% » de correspondance et tout cela semble bien compliqué.

Aujourd'hui cette technologie, nous l'utilisons en œnologie et cet article est là pour montrer qu'au final, tout cela est assez fondamental.

En œnologie, l'IRTF est connu pour son utilisation de routine sur la matrice vin. Il permet la quantification des principaux paramètres. Son utilisation est rapide et repose sur une calibration importante réalisée à partir de nombreux échantillons. Cependant, l'IRTF utilisé dans les laboratoires œnologiques est une version adaptée, ici, nous parlerons de l'IRTF dans son utilisation primaire : l'absorption dans le domaine de l'infrarouge, par un échantillon solide ou liquide afin d'obtenir sa « carte d'identité ».

Cette utilisation est particulièrement intéressante dans le cadre de l'étude de troubles et de dépôt des vins. La caractérisation d'un élément inconnu passe inévitablement par une observation visuelle et microscopique, mais parfois, cela ne suffit pas. Ainsi, l'obtention d'un spectre IR (infrarouge) d'un tel élément permet d'identifier ou du moins d'orienter une piste de réflexion sur la nature et l'origine de celui-ci.

Mais avant de parler d'interprétation, commençons par les bases de la méthode.

1. L'IRTF

Le principe de la spectroscopie infrarouge est de comparer l'intensité d'un rayon traversant un échantillon par rapport à l'intensité d'un rayon incident. Un jeu de miroir (Figure 1), permet la calibration du laser et notamment la capacité de celui-ci à balayer l'ensemble des longueurs d'ondes souhaitées en créant différentes interférences bloquant à tour de rôle certaines longueurs d'onde. Ce balayage permet d'obtenir un ensemble de signaux, appelé interférogramme, qui par la suite, est modifié en données exploitables par un algorithme : la Transformée de Fourier.

Le résultat obtenu est appelé Spectre Infrarouge, il exprime l'absorbance (ou bien à l'inverse la transmittance) en fonction de la fréquence du rayon incident. Ce spectre est dépendant des molécules constituant l'échantillon, ainsi, il s'agit d'une empreinte unique. Les pics caractéristiques de ce spectre permettent de le comparer à une banque de données. Celle-ci peut être interne, mais il existe également des banques de données généralisées permettant de nombreuses possibilités d'identification.

Afin de multiplier les échantillons analysables, l'IRTF est utilisé avec un ATR (Réflectance Totale Atténuée). Cet accessoire consiste en un ensemble de miroirs dirigeant le faisceau vers un diamant sur lequel est positionné l'échantillon. Les rayons réfléchis par l'échantillon et retraversant le diamant sont alors détectés. Le diamant peut ainsi accueillir des échantillons solides comme liquides sans préparation particulière contrairement à l'IRTF simple qui nécessite de fixer un échantillon sur une plaque de transmission.

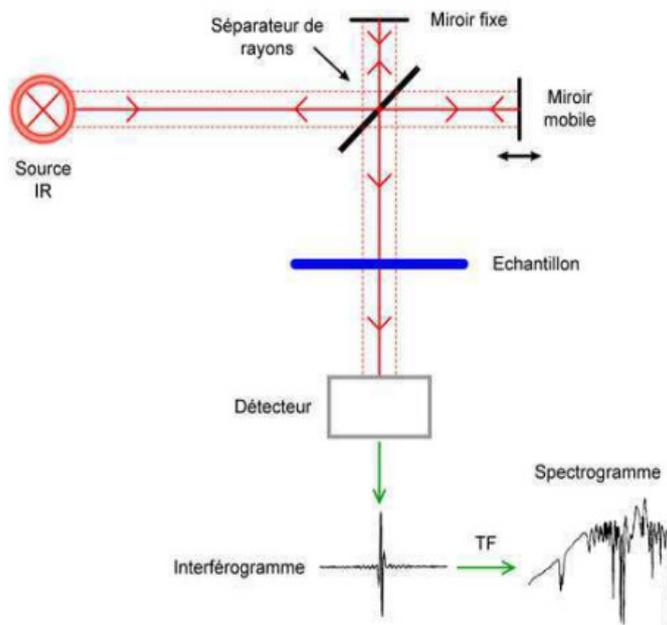


Figure 1 : Schéma simplifié du fonctionnement d'un IRTF. Vial, Benjamin. (2013). Study of open electromagnetic resonators by modal approach. Application to infrared multispectral filtering.

2. L'application en œnologie

Les vins sont sensibles à l'apparition de troubles ou de dépôts. Les éléments apparaissant lors de ces phénomènes sont généralement connus en œnologie et peuvent être facilement identifiables par microscopie ou par l'utilisation de tests simples. Cependant, certains cas plus complexes nécessitent des analyses approfondies et sortent du cadre habituel des précipitations œnologiques. Ces cas-là peuvent concerner des éléments exogènes au vin (produits œnologiques, composés des systèmes de bouchage...) ou même des dépôts composés de nombreux éléments ce qui les rendent non identifiables par les méthodes classiques.

L'utilisation de l'IRTF permet ainsi d'obtenir une identification des éléments isolés, provoquant le trouble ou le dépôt. Cette identification est possible à partir d'une base de données réalisée en interne au laboratoire. Notre base de données est composée de nombreux produits œnologiques, des principales sources de troubles ou de dépôts survenant dans les vins, bières et spiritueux et enfin d'éléments exogènes à la boisson, mais présents dans l'environnement et potentiellement contaminants. Ainsi, chaque élément analysé à l'IRTF peut être comparé à notre base de données ou la base de données chimiques fournie par le distributeur et sa composition peut être déterminée.

L'utilisation de cette méthode a déjà permis d'identifier au sein du laboratoire différents éléments particuliers dans les situations suivantes :

- Mise en évidence de matières plastiques issues de capsules à vis dégradées

Certaines situations présentent l'apparition de voltigeurs non-issus d'une instabilité du vin. Pour ces éléments, l'observation microscopique ne permet que d'identifier un élément exogène et potentiellement de statuer sur la nature de celui-ci en étudiant les bordures (Figure 2).

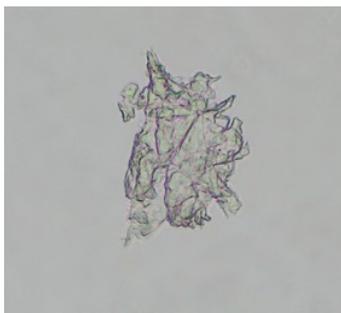


Figure 2 : Voltigeurs issu d'un vin. Observation microscopique (x400). L'observation indique que le dépôt est exogène au vin et sa structure semble solide mais déchirable (bordures irrégulières)

Aucun test œnologique ou chimique simple ne permet de caractériser ce type d'éléments. Le recours à l'IRTF est donc la solution la plus rapide et efficace pour ce dépôt. Afin de réaliser cette analyse, l'échantillonnage consiste en l'isolement d'un voltigeur. Celui est par la suite placé sur le diamant de l'ATR.

Le spectre ainsi acquis est comparé à une base de données du laboratoire et la meilleure correspondance est superposée au résultat (Figure 3).

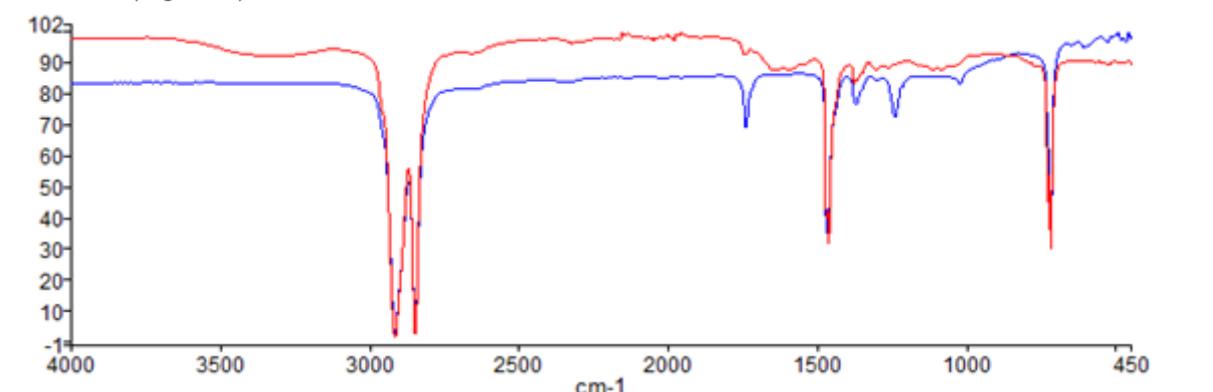


Figure 3 : Spectre IR du voltigeur (bleu) et résultat de la recherche (Joint de capsule à vis ; rouge)

Ici, la comparaison permet d'identifier une majorité de correspondances, hormis deux pics supplémentaires présents pour le voltigeur. Ces pics sont liés à l'impureté de l'analyse. Ce voltigeur non identifié possède donc un spectre compatible à 92,1% avec la composition des joints des capsules à vis. Dans le cas de cette étude, le vin ayant subi ce phénomène est bouché par une capsule à vis. Cette analyse permet donc de caractériser le voltigeur, mais également sert de point de départ pour expliquer la provenance de ce phénomène.

- Des reliquats de produits œnologiques de collage

L'IRTF permet également de caractériser un mélange de différents éléments. Dans le cas suivant, le dépôt vraisemblablement composé de cristaux, ne présente pas une observation microscopique habituelle (Figure 4). L'IRTF est alors utilisé pour mettre en évidence la composition chimique de ces cristaux et la présence d'autres éléments si nécessaire.

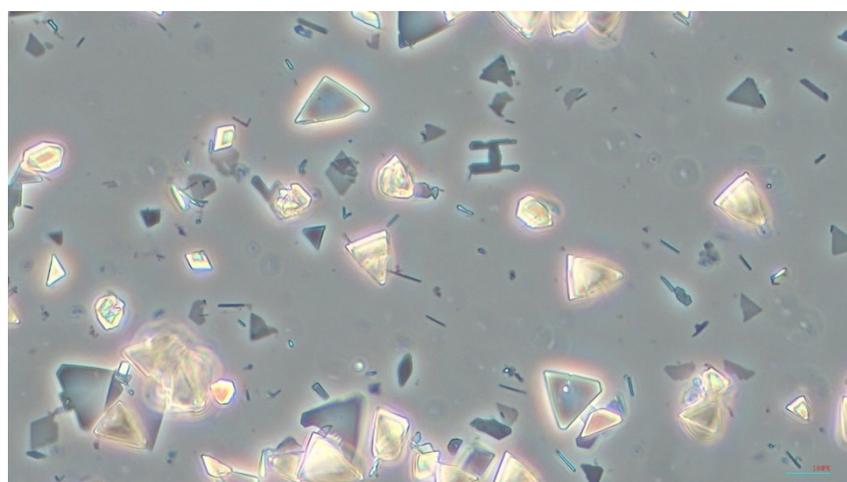


Figure 4 : Dépôt issu d'un vin. Observation microscopique à contraste de phase (x400). La forme des cristaux ainsi que les débris sombres ne sont pas habituellement observés lors d'une précipitation de cristaux œnologiques.

Afin de réaliser cette analyse, le dépôt est lavé à l'eau avant d'être entièrement séché à l'étuve. Cela permet de s'affranchir de tout solvant ou composé chimique qui pourrait interférer avec l'acquisition du spectre et donc rendre un résultat incohérent. Dans le cas contraire, il serait nécessaire de réaliser un blanc de l'appareil avec le solvant présent dans l'échantillon.

Le spectre acquis par cette analyse est alors comparé aux différentes bases de données et deux correspondances sortent du lot (Figure 5).

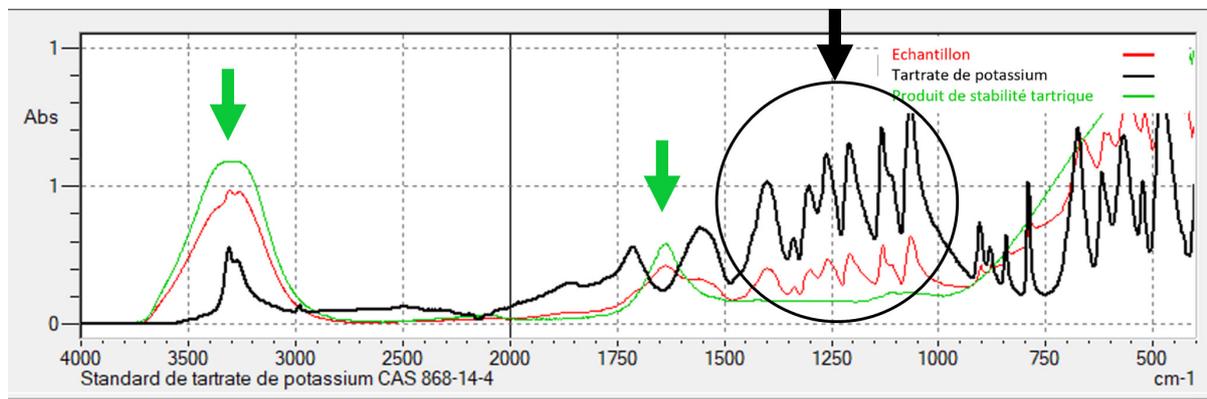


Figure 5 : Spectre IR du dépôt (rouge) et résultats de la recherche : Tartrate de potassium (noir) et Produit de stabilité tartrique (vert)

Ici, l'utilisation de l'analyse IRTF permet d'identifier dans l'échantillon des pics issus de la présence d'un produit servant à la stabilité tartrique des vins (Figure 5, flèches vertes) et des pics issus de la présence de tartrate de potassium (Figure 5, flèche noire). Le détail obtenu grâce au balayage des différentes fréquences fait apparaître une nette correspondance avec deux produits différents, mais dont la présence simultanée est œnologiquement cohérente.

Dans ce cas, l'utilisation du produit a servi à la précipitation de cristaux de tartrate de potassium. Cependant, le dépôt formé n'a pas été correctement éliminé et des traces de cette précipitation causée par le produit sont apparues.

3. Autres utilisations

Bien que ces deux illustrations reposent sur l'utilisation d'une base de données. La comparaison de deux spectres peut être utilisée et s'applique à différentes situations :

- Comparaison entre un dépôt et sa source présumée
- Contrôle qualité (la correspondance entre deux lots correspond à la pureté d'un produit). Ceci ne s'applique pas au vin directement, car seul le spectre de l'eau apparaîtrait, mais s'applique à des produits œnologiques.

Pour conclure,

L'analyse par IRTF relève principalement de la demande d'expertise. Qu'il s'agisse d'un sujet ouvert comme l'identification d'un trouble ou d'un dépôt, ou bien d'un sujet plus ciblé qui nécessite des analyses robustes.

Bien que faisant intervenir des notions de physique, d'optique et de mathématique poussées, les résultats sont quant à eux aisément exploitables et reposent sur l'existence de bases de données fournies.

Au laboratoire, le choix de l'élaboration d'une base de données par et pour l'œnologie a été une évidence afin de pouvoir apporter une réponse adaptée et cohérente avec les phénomènes et les pratiques liées à l'œnologie. Tandis que l'utilisation d'une base de données généraliste reste un outil pertinent pour les cas les plus particuliers. Cette analyse, couplée à l'expertise d'un œnologue, permet la caractérisation, mais également l'identification de la provenance ainsi que du phénomène ayant mené au défaut analysé. L'ensemble de cette recherche s'accompagne d'une batterie d'analyses disponibles au sein du laboratoire affirmant ou infirmant des pistes soulevées par une caractérisation IRTF.

Pour plus d'informations, n'hésitez pas à contacter le secrétariat : secretariat@labexcell.com.