



## (12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 38910 A1** (51) Cl. internationale : **G01N 29/00**  
(43) Date de publication : **29.09.2017**

- 
- (21) N° Dépôt : **38910**  
(22) Date de Dépôt : **16.03.2016**  
(71) Demandeur(s) : **UNIVERSITÉ IBN ZOHR AGADIR, Quartier Ryad Salam, 80000 AGADIR (MA)**  
(72) Inventeur(s) : **DERRA Mourad ; AMGHAR Abdellah ; SAHSAH Hassan ; BAKKALI Firdaous ; Faiz Bouazza**  
(74) Mandataire : **NAJAT TOUALI**

- 
- (54) Titre : **Mise au point d'une technique ultrasonore non destructive pour la détermination du temps de coagulation enzymatique du lait.**  
(57) Abrégé : Dans ce brevet, nous avons mis au point une technique ultrasonore non destructive permettant le suivi de l'évolution des paramètres ultrasonores du lait qui coagule, à savoir l'amplitude spectrale de l'onde réfléchie et l'impédance acoustique. A partir de l'exploitation de l'évolution de ces paramètres ultrasonores, le temps de coagulation est déterminé avec une grande précision, et d'une manière facile et rapide. L'évolution de ces paramètres ultrasonores se fait en deux étapes facilement identifiables, correspondantes aux étapes de la coagulation. L'amplitude spectrale de l'onde réfléchie et l'impédance acoustique augmentent jusqu'à un maximum et après ils décroissent au cours de la coagulation. Le temps de coagulation correspond à la valeur maximale de ces deux paramètres ultrasonores. Mots clés: Technique ultrasonore, Amplitude spectrale, Impédance acoustique, Coagulation enzymatique, Temps de coagulation.

## **Abrégé du contenu de l'invention**

Dans ce brevet, nous avons mis au point une technique ultrasonore non destructive permettant le suivi de l'évolution des paramètres ultrasonores du lait qui coagule, à savoir l'amplitude spectrale de l'onde réfléchie et l'impédance acoustique. A partir de l'exploitation de l'évolution de ces paramètres ultrasonores, le temps de coagulation est déterminé avec une grande précision, et d'une manière facile et rapide. L'évolution de ces paramètres ultrasonores se fait en deux étapes facilement identifiables, correspondantes aux étapes de la coagulation. L'amplitude spectrale de l'onde réfléchie et l'impédance acoustique augmentent jusqu'à un maximum et après ils décroissent au cours de la coagulation. Le temps de coagulation correspond à la valeur maximale de ces deux paramètres ultrasonores.

**Mots clés :** Technique ultrasonore, Amplitude spectrale, Impédance acoustique, Coagulation enzymatique, Temps de coagulation.

## **Mise au point d'une technique ultrasonore non destructive pour la détermination du temps de coagulation enzymatique du lait**

### **Description de l'invention**

#### **Introduction**

La conversion du lait en fromage comporte généralement quatre étapes : coagulation, drainage, salage et affinage. La coagulation est l'étape la plus importante de la procédure de fabrication des fromages, elle comprend deux phases consécutives ; une phase enzymatique et une autre physico-chimique. Cette étape ne cesse de susciter un intérêt croissant de l'industrie fromagère dans la mesure où elle joue un rôle décisif dans la détermination de la qualité du produit final. Par conséquent, la maîtrise et le bon contrôle de cette étape de la production du fromage reste le souci majeur aussi bien des chercheurs que des industriels.

Dans la fabrication de presque toutes les variétés de fromage, des protéines du lait sont coagulées pour transformer le lait de l'état liquide à l'état semi solide (gel) dans lequel des globules de matière grasse, l'eau et les matériaux sont enfermés dans des pores. Quand une certaine fermeté du gel a été atteinte suite au procédé de coagulation, le gel est découpé en tranches cubiques d'environ 7mm. La matrice de coagulation rétrécit et force l'expulsion du lactosérum des cubes (synérèse) conduisant ainsi à un système biphasé : caillé et lactosérum. Le caillé séparé du lactosérum est traité davantage pour aboutir à un produit de fromage. La pratique en vigueur dans l'industrie fromagère est de couper le gel après un temps fixe de la réaction enzymatique ou bien de compter sur le jugement subjectif d'un opérateur pour déterminer le temps de découpage correct.

Par convention, beaucoup de fabricants de fromage coupent le gel 30 min après avoir ajouté la présure au lait pour se conformer aux programmes d'usine. Cette pratique est incertaine parce que beaucoup de facteurs affectant les propriétés du gel ne sont pas constants. Pour cela, une détermination plus objective du temps de découpage aidera à raffiner la fabrication du fromage et à maximiser le rendement.

Dans ce travail, la méthode mise en œuvre consiste à mesurer les paramètres viscoélastiques du lait enfermé dans un récipient. Il s'agit de suivre l'évolution de l'amplitude spectrale de l'onde réfléchie, et de l'impédance acoustique au cours de la coagulation enzymatique du lait. A partir de l'exploitation de l'évolution de ces paramètres ultrasonores, le temps de coagulation est déterminé avec une grande précision, et d'une manière facile et rapide.

### Matériels

Nous avons réalisé toutes nos expériences avec du lait écrémé en poudre provenant d'un même emballage, acheté dans le commerce. Pour l'équivalent du 90 g de l'eau est ajouté 13 g de poudre du lait écrémé. Le tout est fortement homogénéisé et placé dans un bain marin à la température désirée pendant 30 minutes avant d'être empréuré. On dissout séparément le comprimé de présure dans très peu d'eau. Les proportions conseillées par la notice de la présure ont été respectées ; l'équivalent d'un comprimé par litre du lait reconstitué. Une homogénéisation de l'ensemble lait + présure est nécessaire afin de ne pas créer de bulles.

Un transducteur qui joue le rôle d'émetteur / récepteur immergé dans l'eau, insone le récipient enfermant l'échantillon du lait. Le tout se trouve dans une cuve thermostatée. Le capteur est connecté à un générateur d'impulsion qui envoie le signal électrique. Le signal reçu, après réflexions aux interfaces du récipient enfermant l'échantillon du lait, est amplifié et numérisé au moyen d'un picoscope. Les différents traitements appliqués au signal numérique obtenu sont effectués grâce à un logiciel Labview, élaboré au cours de ce travail, et implanté sur le micro-ordinateur (figure 1).

Comme la température et la concentration en présure sont les principaux facteurs affectant la phase enzymatique de la coagulation du lait, trois niveaux de chacun de ces paramètres ont été considérés pendant les expériences. Ils représentent un niveau standard et deux niveaux, l'un est au dessous et l'autre au dessus.

### Technique de mesure

L'amplitude spectrale de l'onde réfléchiée à l'interface plexiglas / lait (figure 2) est mesurée par application de la Transformée de Fourier Rapide sur l'écho  $A_2$  qui a été isolé au moyen d'un programme de filtrage temporel implanté sur le P.C telque :

$$A_2 = A_0(\nu) T_{54} R_{43} T_{45} e^{-2\alpha_{pE}(\nu)d}$$

On suit l'évolution de l'amplitude spectrale correspondante à la fréquence centrale du transducteur afin de déterminer le temps de coagulation du lait.

La mesure de l'impédance acoustique du produit est nécessaire pour connaître l'état du lait à l'interface avec la plaque de Plexiglas. La mesure de ce module est prise à l'interface entre la première plaque et le lait (figure 2).

Pour éliminer les termes  $A_0(\nu)$  et  $\alpha_{pE}$ , on fait appel à un produit de référence dont l'impédance acoustique  $Z_r$  est connue.

On insone le récipient contenant le produit de référence dans les mêmes conditions que dans le cas du produit étudié. Le terme  $A_{2r}$  obéit à l'égalité suivante :

$$A_{2r} = A_0(\nu) T_{54} R_{43}^r T_{45} e^{-2\alpha_{pE}(\nu)d}$$

Le rapport des modules est donné par :

$$A_2/A_{2r} = R_{43}/R_{43}^r$$

Or, le coefficient de réflexion dépend des impédances des deux matériaux par la relation suivante :

$$R_{43} = (Z_{Lait} - Z_{pE}) / (Z_{pE} + Z_{Lait})$$

Du même pour le produit de référence :

$$R_{43}^r = (Z_r - Z_{pE}) / (Z_{pE} + Z_r)$$

$R_{43}^r$  est connu puisqu'on connaît l'impédance acoustique  $Z_r$  du produit de référence.  $Z_{pE}$  est l'impédance acoustique de la plaque de plexiglas.

D'où :

$$R_{43} = (A_2/A_{2r}) * R_{43}^r$$

L'impédance acoustique du lait est donc donnée par :

$$Z_{\text{Lait}} = \left( (1 + (A_2/A_{2r}) * R_{43}^r) / (1 - (A_2/A_{2r}) * R_{43}^r) \right) * Z_{\text{pg}}$$

On peut écrire alors :

$$Z_{\text{Lait}} = \left( (1 + R_{43}) / (1 - R_{43}) \right) * Z_{\text{pg}}$$

La mesure de l'impédance acoustique permet de calculer la densité du lait à l'interface, connaissant la vitesse ultrasonique, grâce à la relation suivante :  $Z_{\text{Lait}} = \rho_{\text{Lait}} * V$

L'amplitude spectrale de l'onde réfléchie et l'impédance acoustique obtenues pour les conditions standards de présure et de température sont présentées successivement sur les figures 3 et 4. On voit bien que l'évolution de ces deux paramètres ultrasonores se fait en deux étapes facilement identifiables. Le temps de coagulation correspond alors à la valeur maximale de ces deux paramètres ultrasonores.

Nous avons remarqué que le point de transition à une température élevée apparaît plus tôt que pour une température standard. De même pour une haute concentration en présure, le point de transition apparaît plus tôt que pour une concentration standard. Ceci indique que la coagulation est d'autant plus rapide que la température et/ou la concentration de présure est élevée.

La nouvelle technique ultrasonore développée dans ce travail s'avère donc être bien adaptée pour ce genre de contrôle : elle est non destructive et non invasive, d'autant plus qu'elle réalise - à l'aide d'un programme - un contrôle en temps réel.

## Revendications

1. Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de l'amplitude spectrale de l'onde réfléchie, caractérisé en ce que le temps de coagulation est le maximum de la courbe obtenue.

2. Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution du coefficient de réflexion, Selon la revendication 1, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond à la valeur maximale du coefficient de réflexion.

3. Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de l'impédance acoustique, Selon la revendication 2, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond à la valeur maximale de l'impédance acoustique.

4. Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de la densité, Selon la revendication 2 et 3, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond au point de transition de la courbe d'évolution.

**REVENDICATIONS MODIFIEES**

- 1) Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de l'amplitude spectrale de l'onde réfléchie, caractérisé en ce que le temps de coagulation est le maximum de la courbe obtenue.
- 2) Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution du coefficient de réflexion, Selon la revendication 1, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond à la valeur maximale du coefficient de réflexion.
- 3) Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de l'impédance acoustique, Selon la revendication 2, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond à la valeur maximale de l'impédance acoustique.
- 4) Le procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de la densité, Selon la revendication 2 et 3, caractérisé en ce que le temps de coagulation correspond au point de transition de la courbe d'évolution.



### Figures

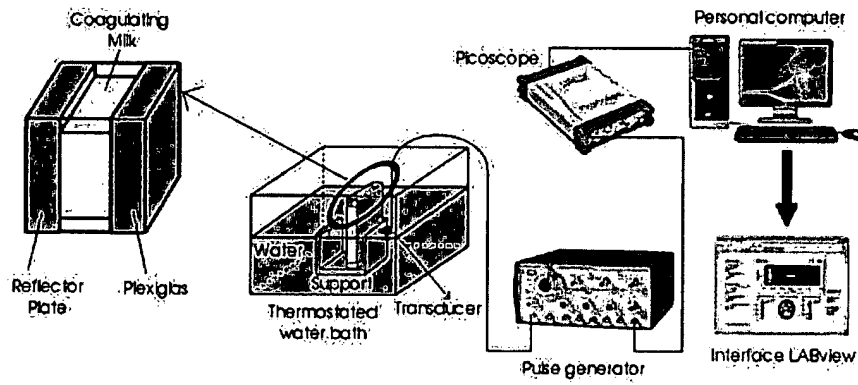


Figure 1

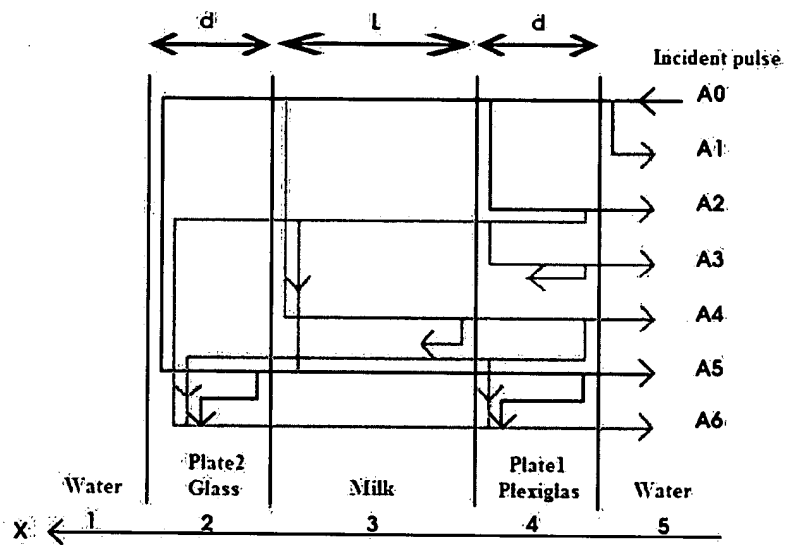


Figure 2

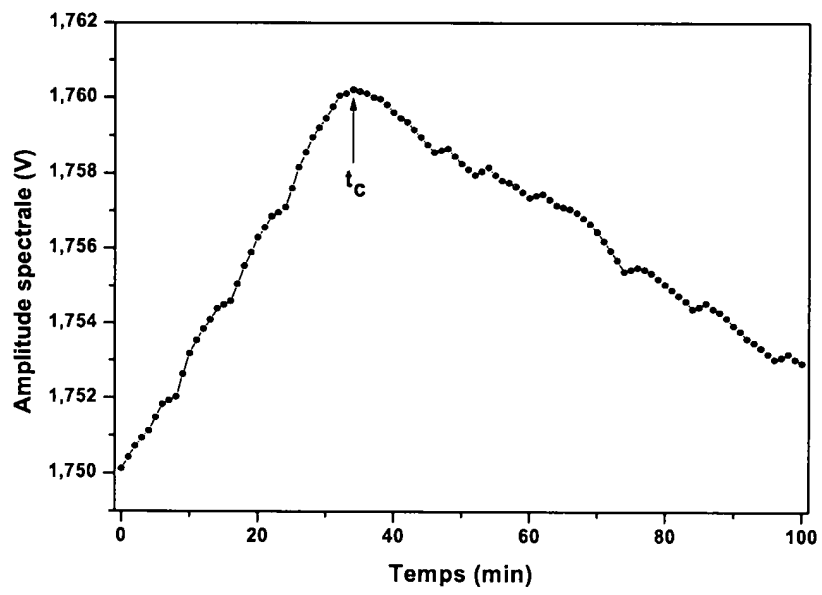


Figure 3

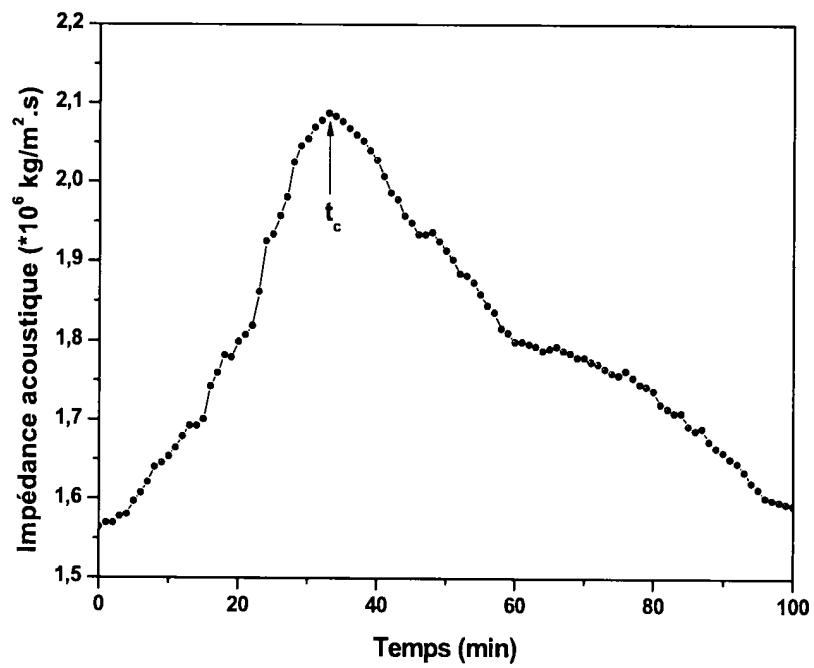


Figure 4

ROYAUME DU MAROC  
\*\*\*\*\*  
OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE  
\*\*\*\*\*



المملكة المغربية  
المكتب المغربي  
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE  
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**  
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la  
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et  
complétée par la loi 23-13)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 38910	Date de dépôt : 16/03/2016
Déposant : UNIVERSITÉ IBN ZOHR AGADIR	
Intitulé de l'invention : Mise au point d'une technique ultrasonore non destructive pour la détermination du temps de coagulation enzymatique du lait.	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents cités par l'examineur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée <input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: I. Oubiyi	
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	Date d'établissement du rapport : 10/06/2016

<b>Partie 1 : Considérations générales</b>		
<p><i>Cadre 1 : base du présent rapport</i></p> <p>Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <u>Description</u> 4 Pages</li> <li>• <u>Revendications</u> 4</li> <li>• <u>Planches de dessin</u> 2 Pages</li> </ul>		
<b>Partie 2 : Rapport de recherche</b>		
<p><b>Classement de l'objet de la demande :</b> CIB : G01N 29/00</p>		
<p>Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche : <b>EPOQUE, Orbit</b></p>		
<b>Catégorie*</b>	<b>Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents</b>	<b>N° des revendications visées</b>
X	Publication: "Ultrasonic characterization of yogurt fermentation Process"; 23-27 April 2012; DRIS IZBAIM, BOUAZZA FAIZ, ALI MOUDDEN, MOHAMED, MALAININE, Idriss ABOUDAUD <a href="https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00811348/document">https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00811348/document</a>	1-4
X	Publication: "Time of flight Measurement Method to Determine the Milk Coagulation Cut Time" ; 06-03-2015; Mourad Derra, Abdellah Amghar, et Hassan Sahsah <a href="http://www.inase.org/library/2015/vienna/bypaper/APNE/APNE-23.pdf">http://www.inase.org/library/2015/vienna/bypaper/APNE/APNE-23.pdf</a>	1-4
X	WO2006110963 ; 26-10-2006 ; LEUVEN K U RES & DEV [BE]; BAMELIS FLIP [BE]; DE BAERDEMAEKER JOSSE [BE]	1-4
A	Publication: "Ultrasonic techniques for the milk production industry" Vahid Mohammadia, Mahdi Ghasemi-Varnamkhastia, Rahim Ebrahimia, Maryam Abbasvali	1-4
A	WO8404167 ; 25-10-1984 ; RECH DE L'ECOLE NATIO SOC ET [FR]	1-4
A	US2008268110 ; 30-10-2008; UNIV COLLEGE DUBLIN NAT UNIVERSITY OF IRELAND [IE]; UNIV KENTUCKY RES FOUND [US]; TEAGASE THE AGRICULTURE & FOOD DEV AUTHORITY [IE]	1-4
<p><b>*Catégories spéciales de documents cités :</b></p> <p>-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p>		

-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs  
 -« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

### Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

*Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle*

Nouveauté (N)	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-4	Non
Activité inventive (AI)	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-4	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-4	Oui
	Revendications aucune	Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

**D1 :** Ultrasonic characterization of yogurt fermentation Process

#### 1. Nouveauté (N) et Activité inventive (AI) :

Le document D1 divulgue un procédé de détermination du temps de coagulation du lait à base de l'évolution de l'amplitude spectrale de l'onde réfléchi caractérisé en ce que le temps de coagulation est le maximum de la courbe obtenue. Par conséquent, l'objet de la revendication 1 n'est pas nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications dépendantes 2-4 ne semblent pas contenir de caractéristiques supplémentaires, en matière de nouveauté et/ou d'activité inventive, en étant combinées respectivement avec les caractéristiques techniques de la revendication indépendante 1 auxquelles lesdites revendications dépendantes sont liées.

#### 2. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.