



(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 38910 B1** (51) Cl. internationale : **G01N 29/00**

(43) Date de publication :
30.03.2018

(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 ; Firdaus Bakkali ; 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, correspondant 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 α_{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.

Figures

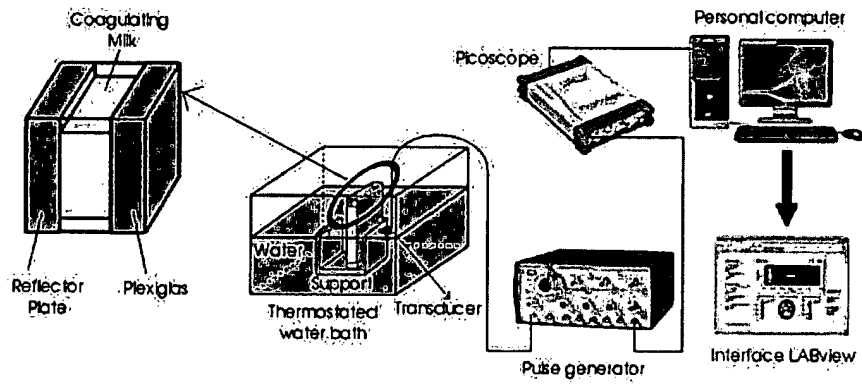


Figure 1

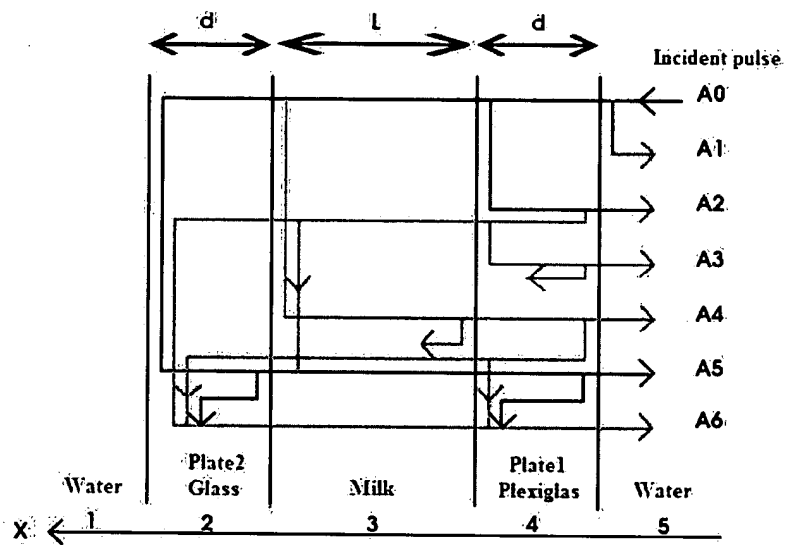


Figure 2

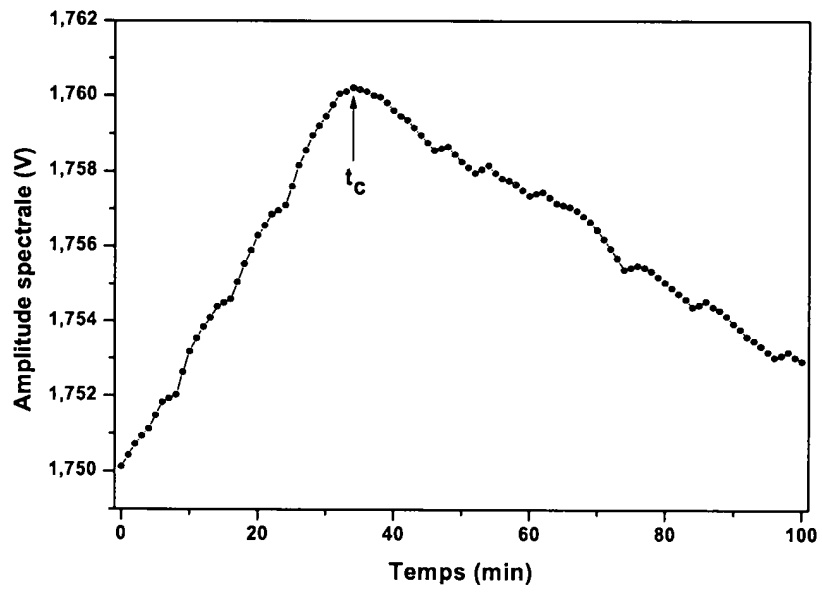


Figure 3

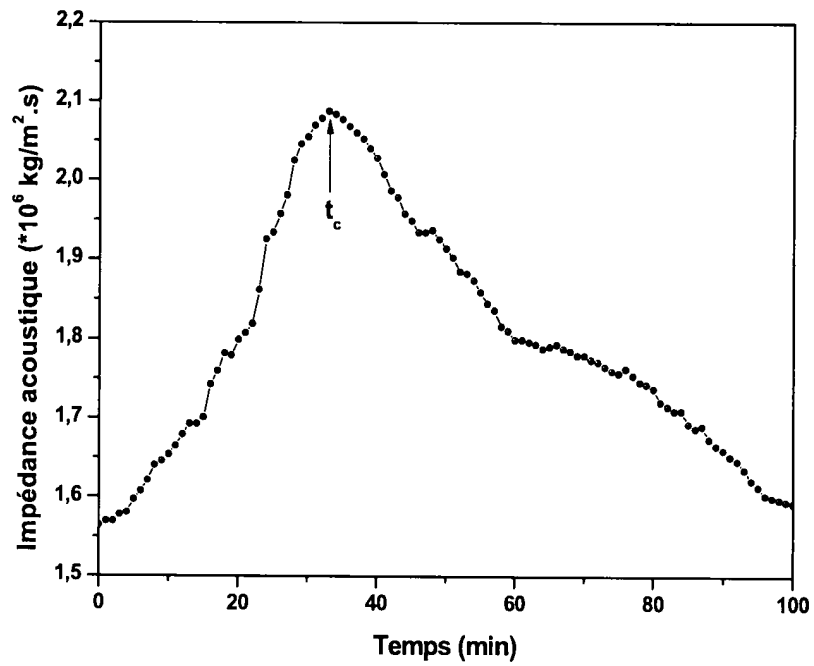


Figure 4



**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION
SUR LA BREVETABILITE**

*Établi conformément à l'article 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*

Renseignements relatifs à la demande	
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.	
Classement de l'objet de la demande : CIB : G 01N 29/00	
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	
Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 3 : Remarques de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: I. Oubiyi	Date d'établissement du rapport: 16/03/2018
Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14	

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
- Observations à l'appui des revendications maintenues
- Observations des tiers suite à la publication de la demande
- Réponses du déposant aux observations des tiers
- Nouveaux documents constituant des antériorités :
 - Suite à la recherche complémentaire (Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)
 - Suite à la recherche additionnelle (couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)
- Observations à l'encontre de la décision de rejet

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 3 : Remarques de clarté**

La revendication 1 manque de clarté et de concision et par conséquent ne satisfait pas aux exigences de l'art. 35 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. En effet, il ressort clairement des pages 4 et 5 de la description que les précisions et les caractéristiques techniques, ci-après, sont essentielles à la définition de l'invention :

« Procédé ultrasonore non destructive de fermentation fromagère comprenant deux phases de la coagulation par voie enzymatique à base de l'évolution dans le temps des paramètres ultrasonores à savoir l'amplitude spectrale, l'impédance acoustique, le coefficient de réflexion et la densité».

Par ailleurs, la revendication 1 ne comporte pas ces caractéristiques et ne satisfait donc pas à l'exigence de clarté, à savoir qu'une revendication indépendante doit contenir toutes les caractéristiques techniques essentielles à la définition de l'invention.

Par conséquent, ces précisions ont été prises en compte dans le cadre de l'évaluation de la nouveauté et de l'activité inventive de la revendication 1.

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

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

D2 : Time of flight Measurement Method to Determine the Milk Coagulation Cut Time

1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents cités ci-dessus ne divulgue l'ensemble des caractéristiques techniques énoncées dans les revendications 1-4. Par conséquent, l'objet desdites revendications est nouveau au sens de l'art. 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D2 (les références entre parenthèses s'appliquent à ce document) qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue un procédé ultrasonore pour la détermination coagulation enzymatique du lait, en calculant la première et la deuxième dérivée du temps de vol et en considérant l'extremum de la dérivée seconde du temps de vol comme étant le temps de la coagulation enzymatique du lait.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 diffère de D2 en ce que le temps de coagulation enzymatique est considéré comme étant le maximum de l'amplitude spectrale de l'onde et calculé sur la base de l'évolution dans le temps des paramètres ultrasonores à savoir l'amplitude spectrale, l'impédance acoustique, le coefficient de réflexion et la densité.

L'effet technique apporté par cette différence réside dans le fait que le temps de coagulation est directement déterminé et facilement identifiables (en deux phases).

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut donc être considéré comme une alternative pour déterminer le temps de coagulation enzymatique.

Par ailleurs, aucun enseignement n'a été trouvé dans l'état de la technique le plus proche, pris seul ou en combinaison avec l'art antérieur qui aurait incité la personne du métier à résoudre le problème posé. Par conséquent, la solution à ce problème proposée dans la revendication 1 implique une activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-4 dépendent de la revendication 1 et satisfont donc également, en tant que telles, à l'exigence de l'article 28 concernant l'activité inventive.

3. 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.