

Applications On-Line  
sur Produits Laitiers  
par Spectroscopie PIR AOTF:  
Poudres de lait, beurre, petit-lait,  
fromages & fromages frais

ISITEC-LAB & BRIMROSE

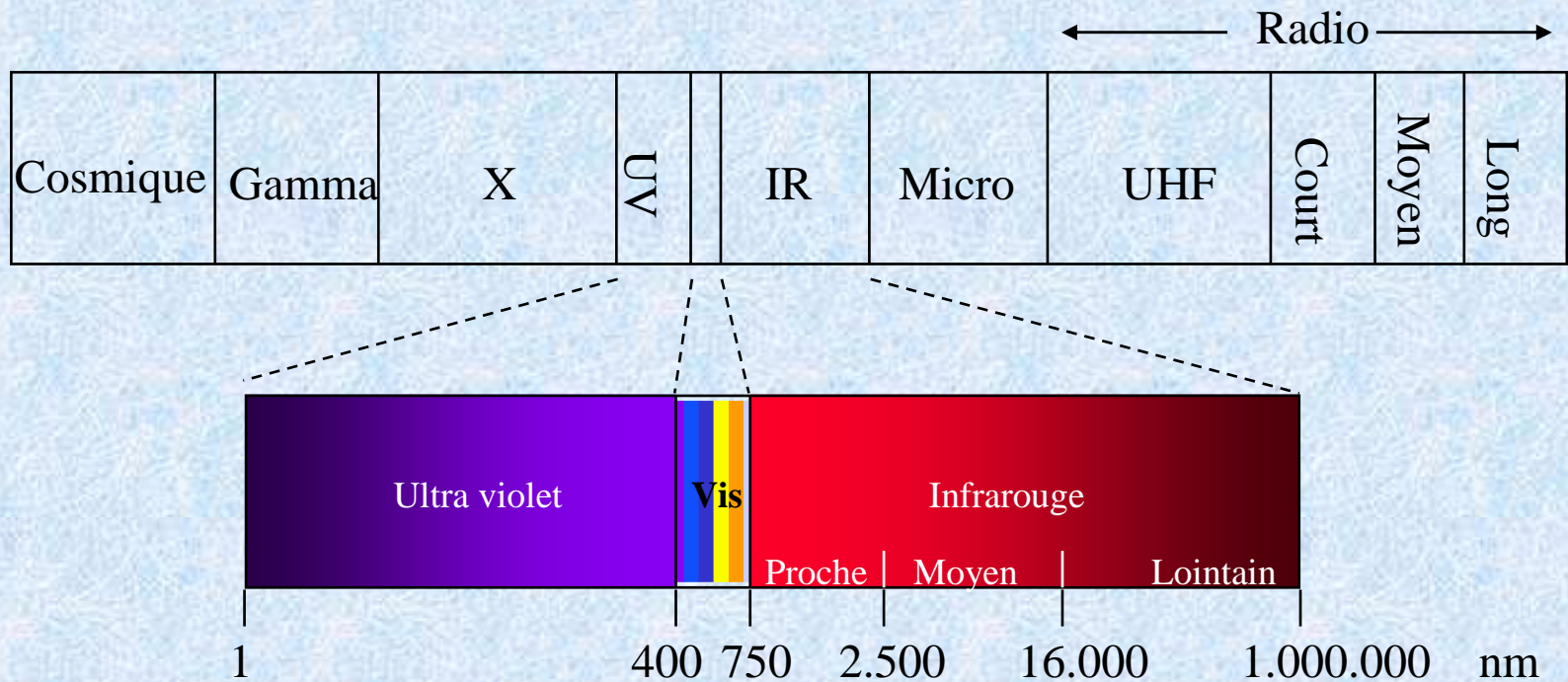
# ISITEC-LAB

- Plus de 25 ans d'existence dans le secteur analytique avec plusieurs sociétés: Quanta dans les années 80 puis jusqu'à ISITEC-LAB (depuis 2007)
- Spécialisé dans le conseil, la vente et l'installation de solutions analytiques pour l'agroalimentaire, les boissons et l'environnement.
- Installation, formation et utilisation en routine comme en Recherche, de techniques PIR, PIRAOTF (Brimrose) et IRTF
- Mise en place et formation sur analyseurs mono et multi-paramétriques séquentiels, titrateurs & flux continus.

# Brimrose

- (USA), fondée en 1981, comme laboratoire R&D pour de nombreux programmes sur le PIR & MIR.
- Travaille avec la NASA-JPL et l'ESA
- 30% des revenus sont investis chaque année en R&D
- **Développe et fabrique:**
  - Composants optico-acoustiques (80% du marché) pour diverses applications
  - Proche infrarouge (PIR & SPIR)
  - Moyen infrarouge (MIR)
  - Lasers et détecteurs pour l'Industrie et les applications de Laboratoire.
- **Développement d'applications spécifiques:** process, quais de réception...

# Principes du PIR



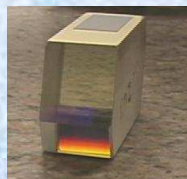
# Qu'est ce que le PIR?

- Petite portion du spectre électromagnétique (700-2500 nm)
- Pas de préparation de l'échantillon: Mesure directe sur échantillons multiples
- Non-destructif
- Applicable à tout type d'échantillon: solides, liquides, boues, pâtes, gels, gaz

# Qu'est ce que le PIR?

- Mesures simultanées de différentes propriétés
- Temps de réponse très court (qq secondes)
- Possibilité de mesurer autant les propriétés chimiques que physiques
- Fibres optiques en silice avec teneur OH faible, et multiplexage possible

# La technologie AOTF



Cristal de TeO2

Absorbeur acoustique

Lumière blanche

**Scans extrêmement rapides, grâce à la nature variable des impulsions piézoélectriques**

Monochromatique

(+) faisceau diffracté

( $\leftrightarrow$ ) Polarisé

Onde acoustique de propagation

Transducteur acoustique

Faisceau d'ordre zéro

( $\updownarrow$ ) Polarisé

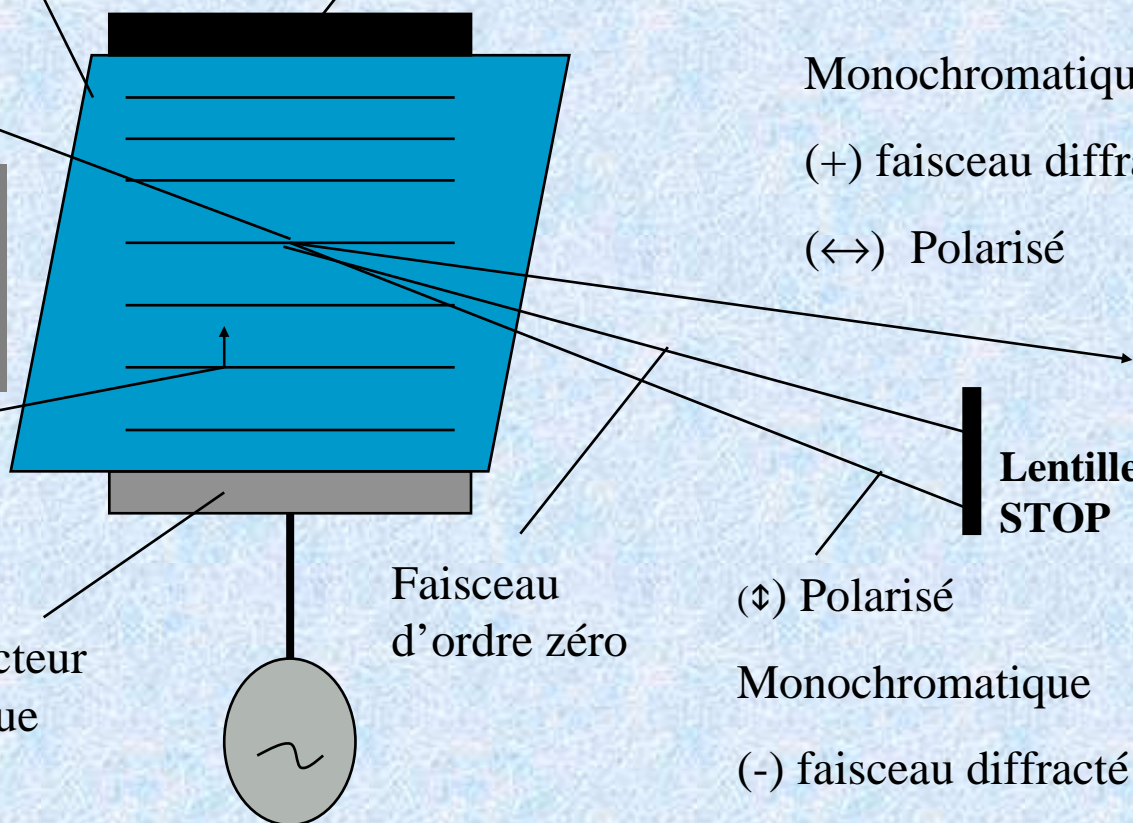
Monochromatique

(-) faisceau diffracté

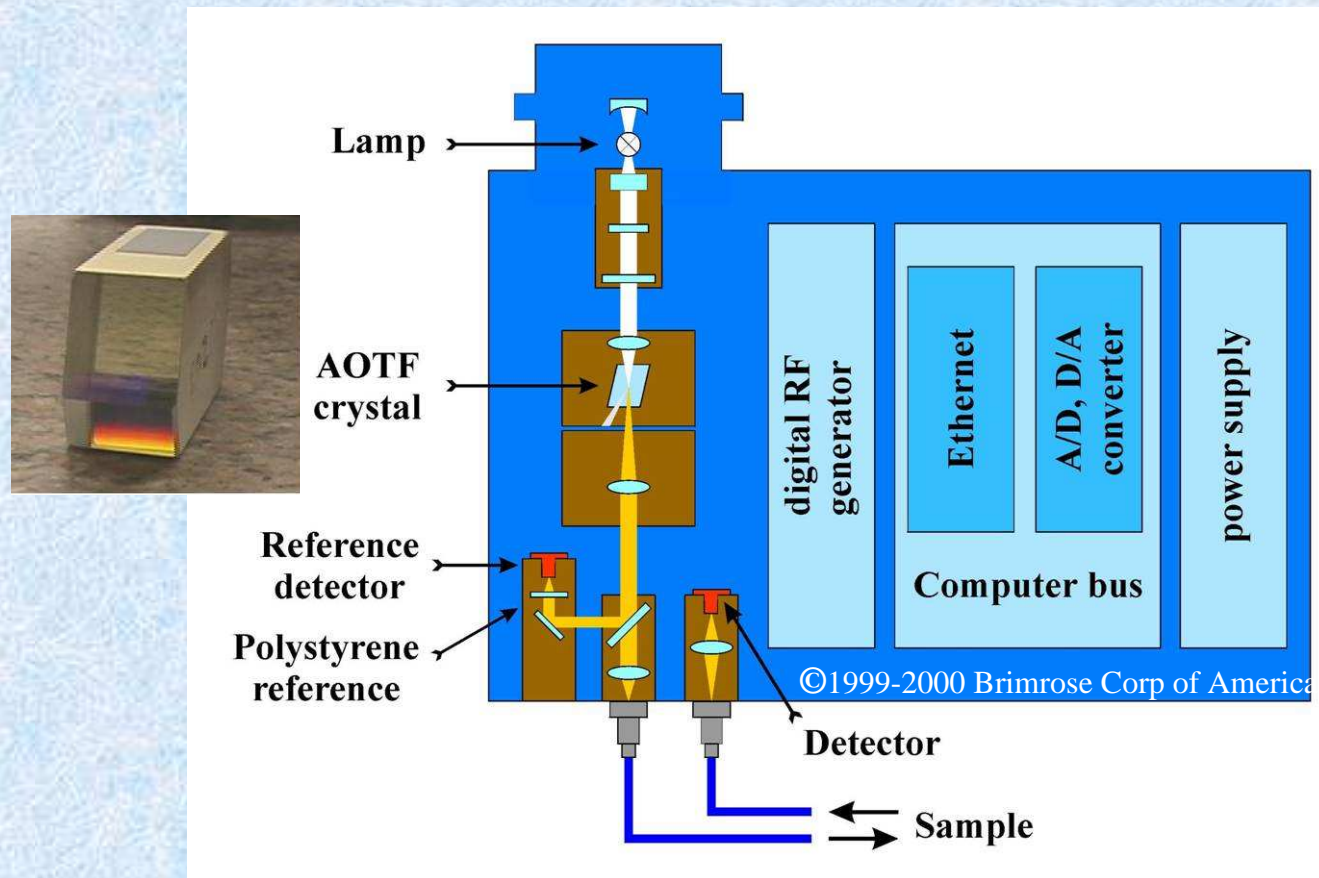
Lentille STOP

Source RF modulable

**Possibilité de scanner 1,000 nm en seulement 0.0625 second !**

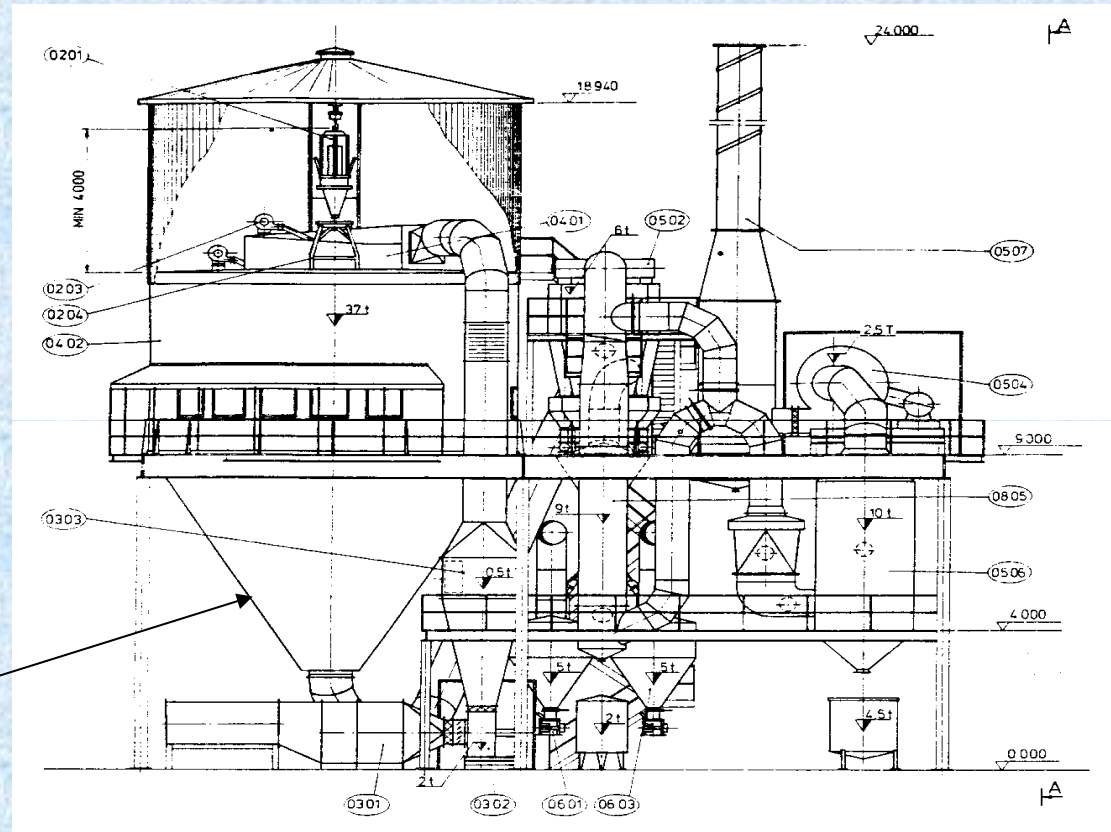


# Schéma d'un Spectromètre



# Poudre de lait

## Séchoir atomiseur



Fenêtre installée avec spectromètre

# Poudre de lait - Séchoir atomiseur

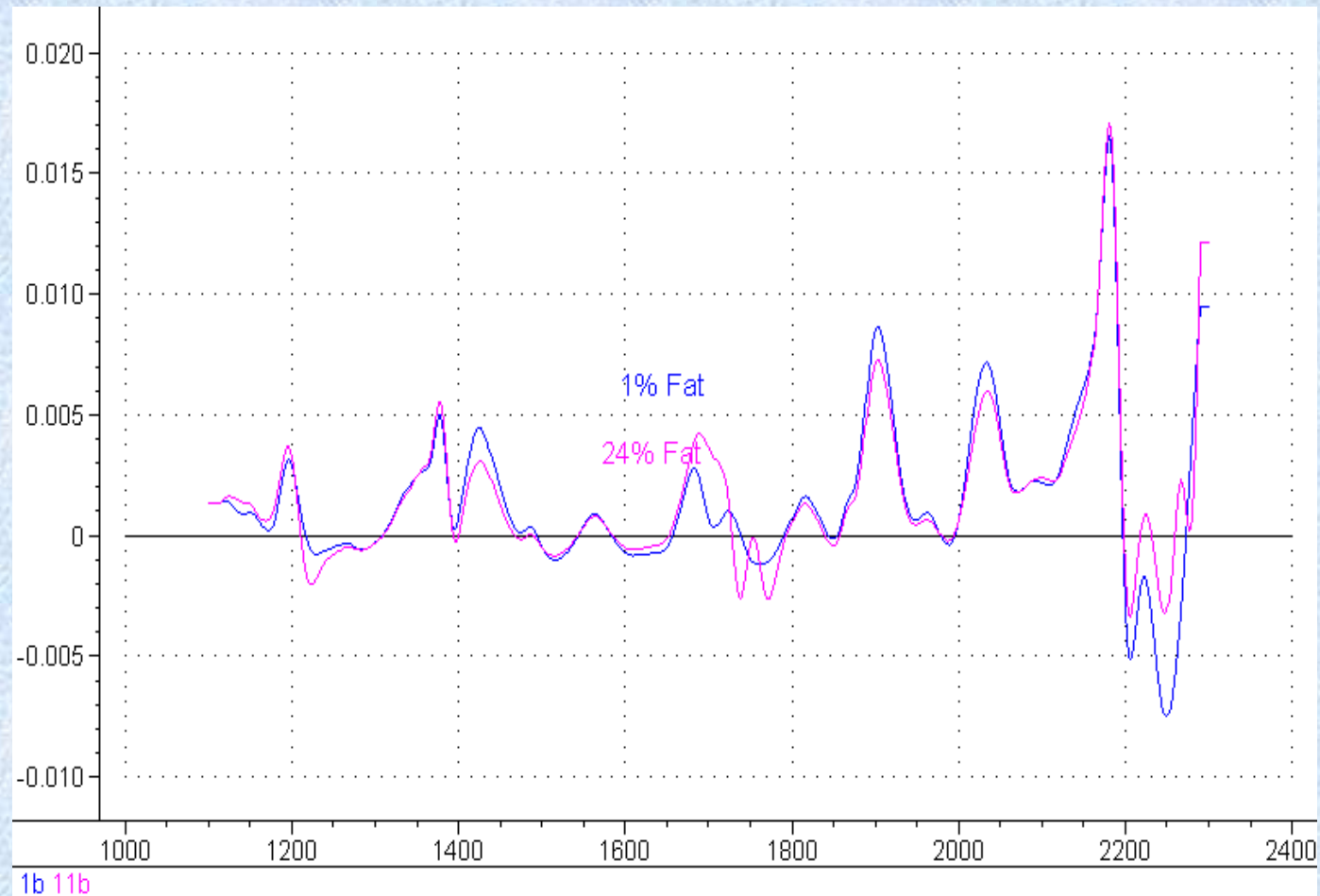
Câble de connection vers le module électronique NEMA 4X scellé à refroidissement par effet vortex.

Module optique du Luminar 2030 "Free Space"

Séchoir atomiseur Niro  
Capacité de 1000 Kg/heure

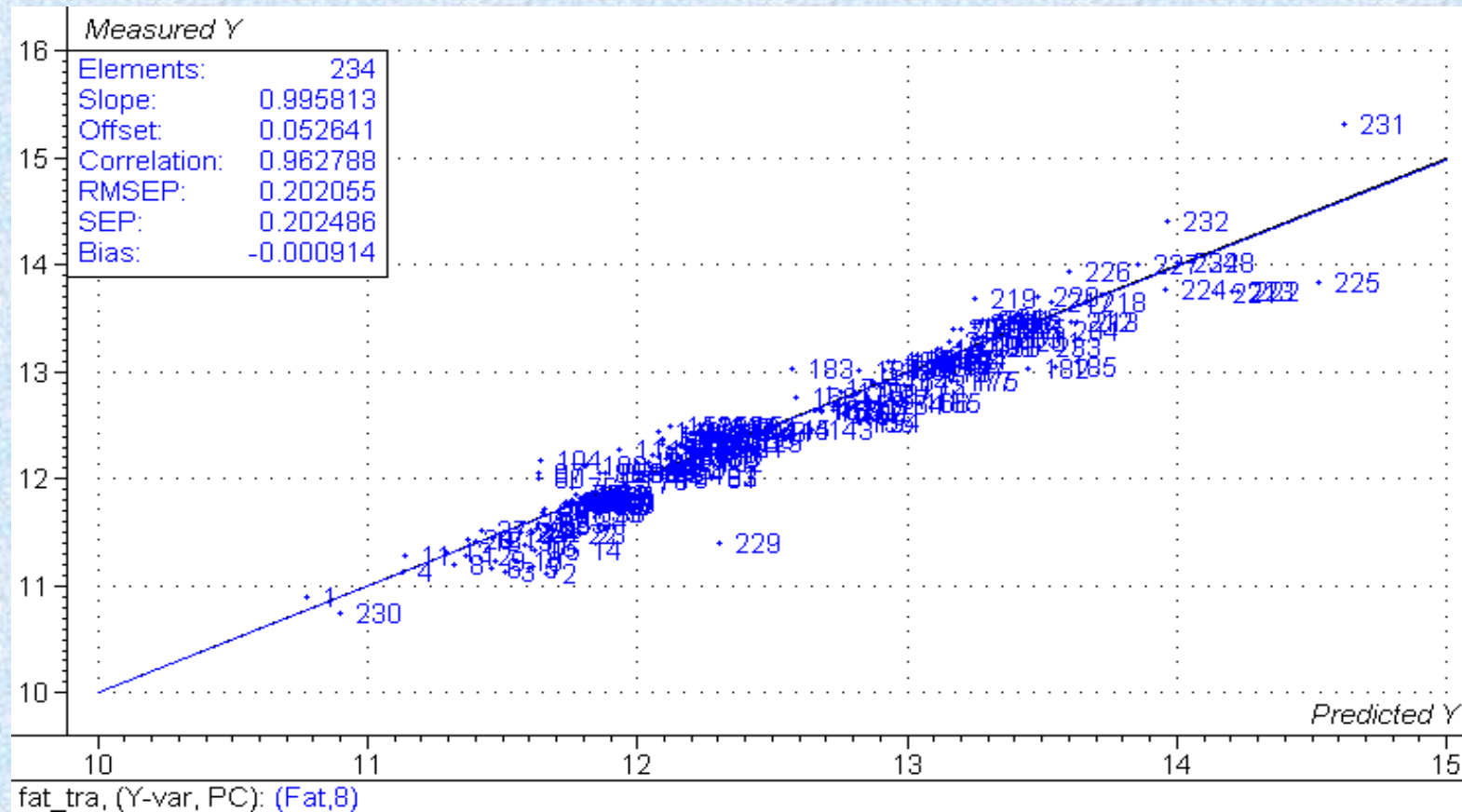


# Poudre de lait - Spectres



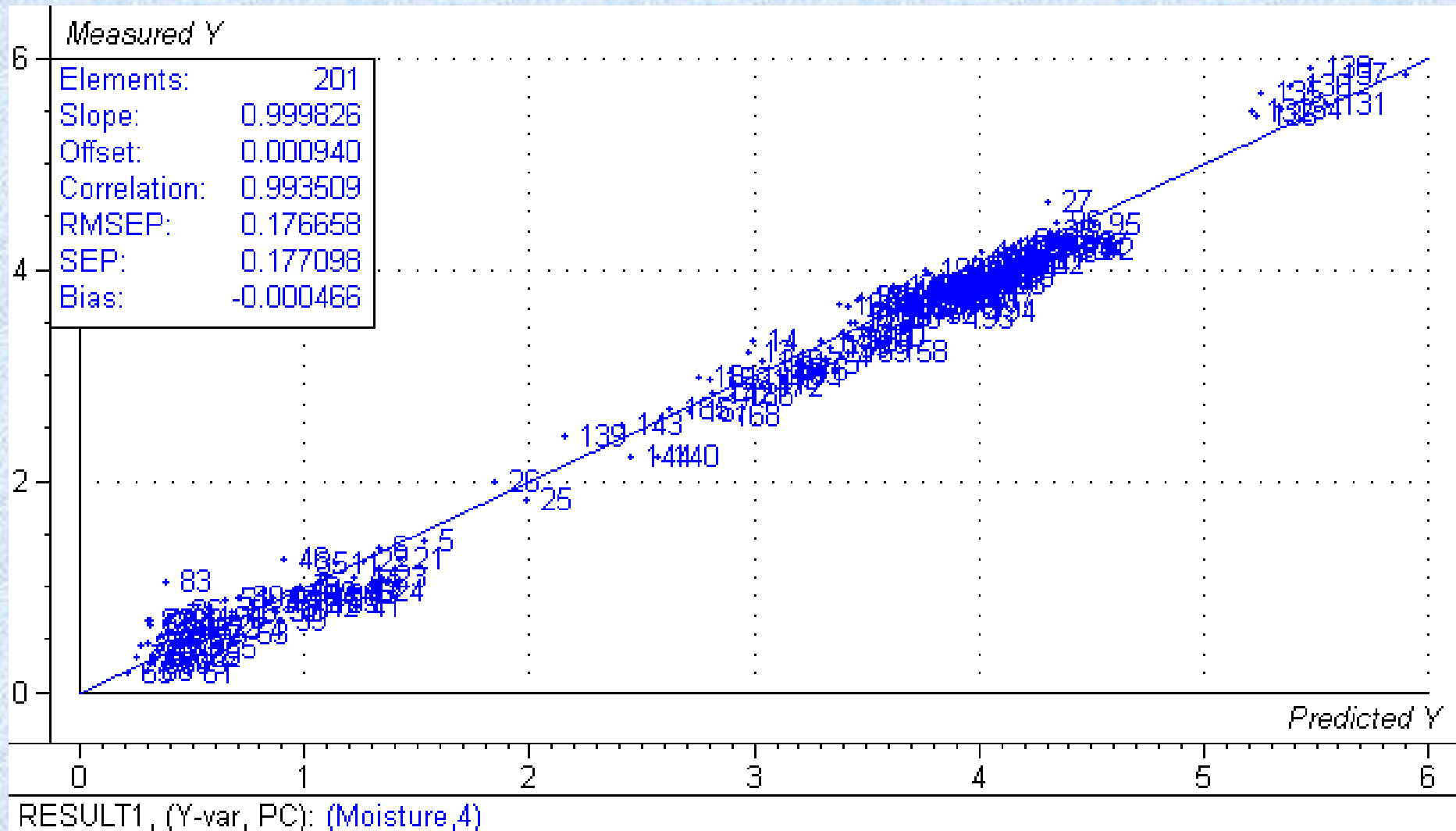
# Poudre de lait – Etalonnage

## Matière Grasse

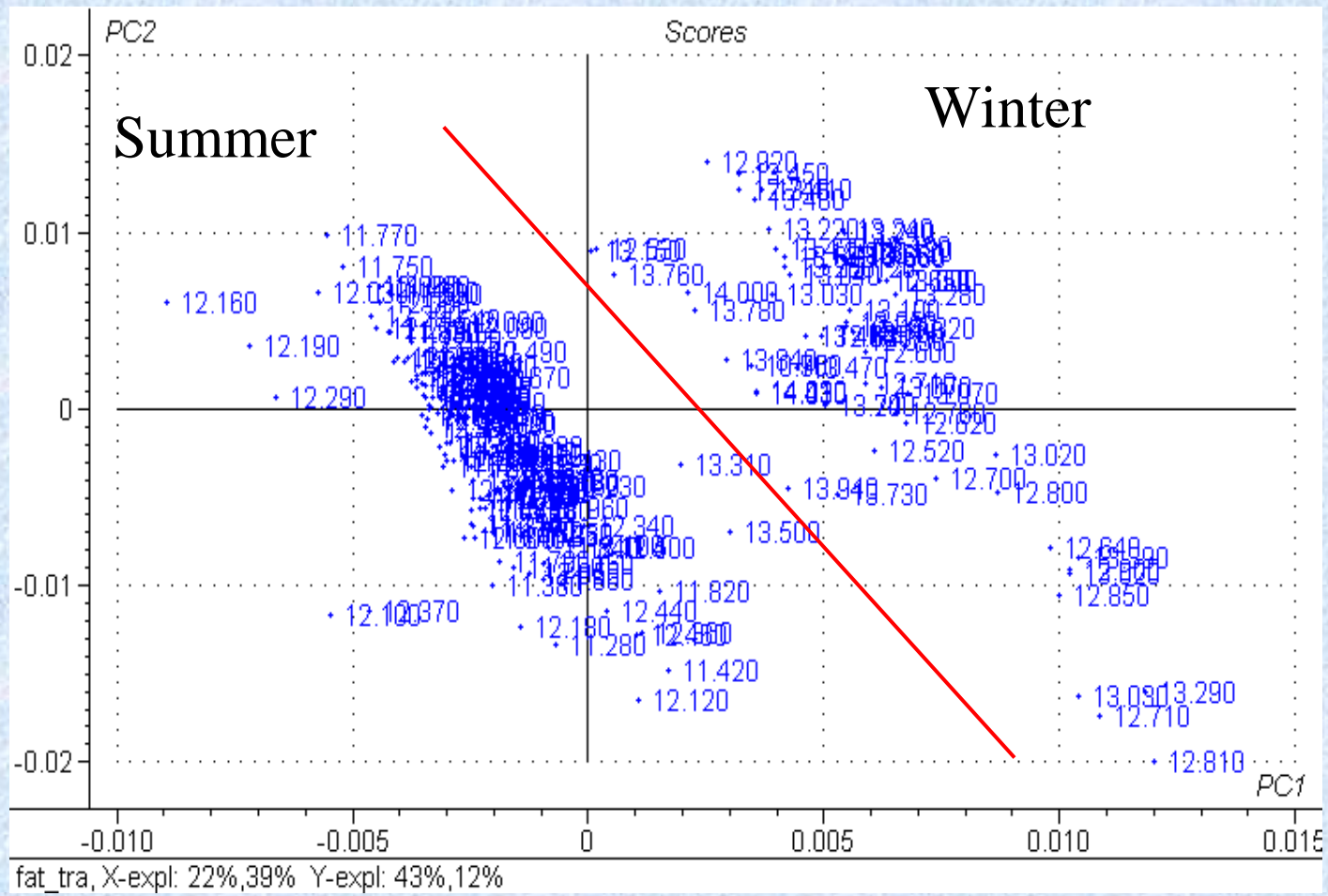


# Poudre de lait

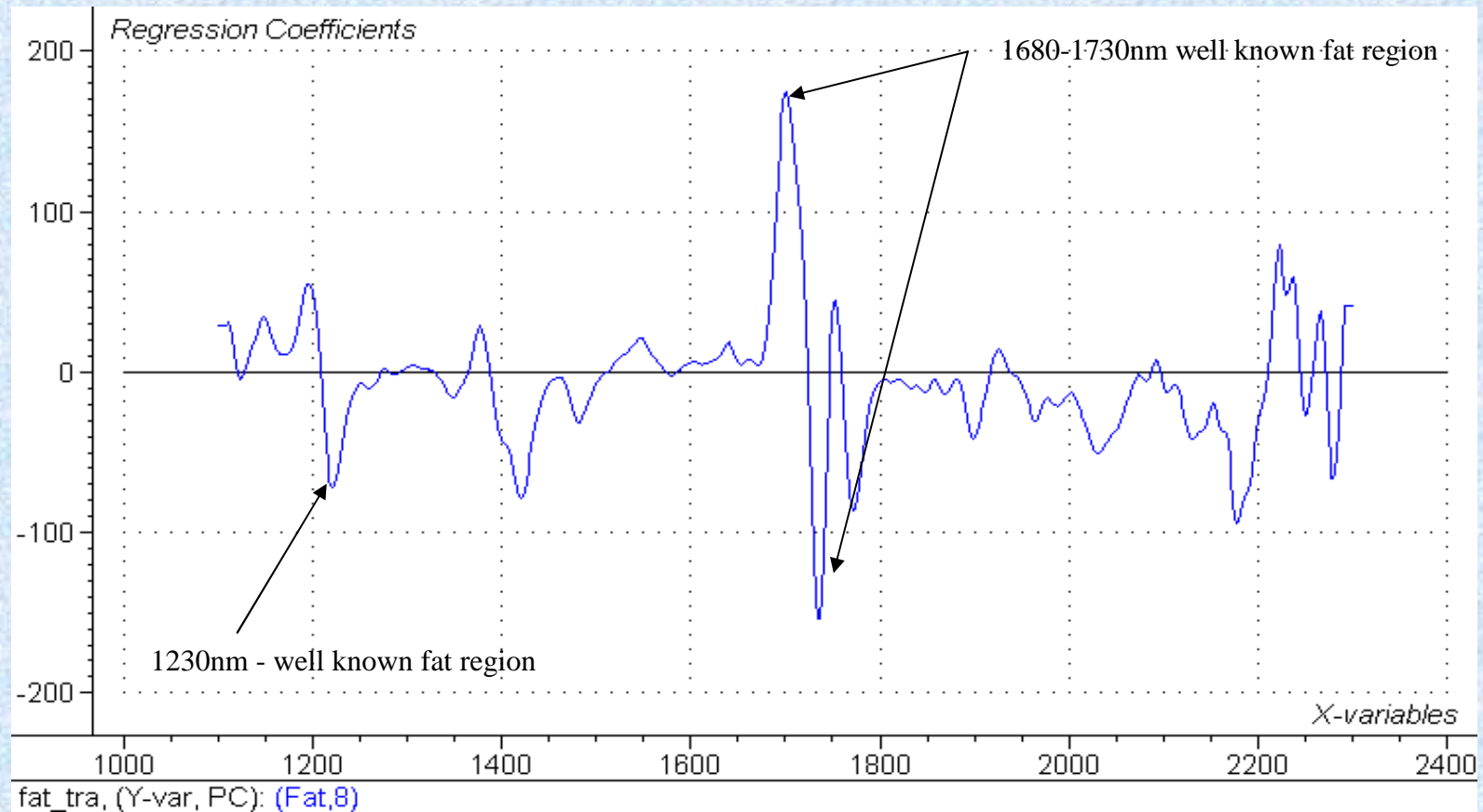
## Validation de l'humidité



# Poudre de lait – Tri qualitatif

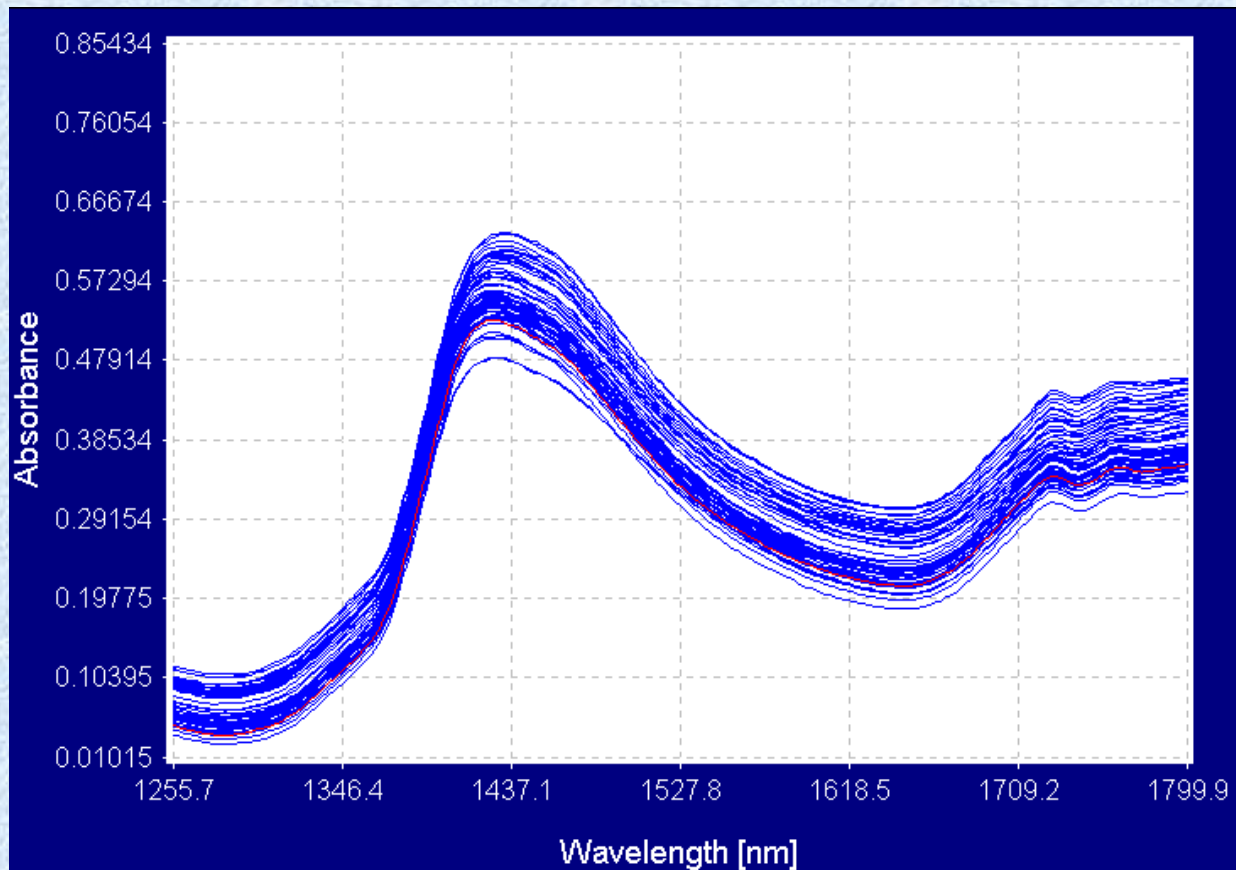


# Poudre de lait – Coefficients de régression pour étalonnage Matière grasse

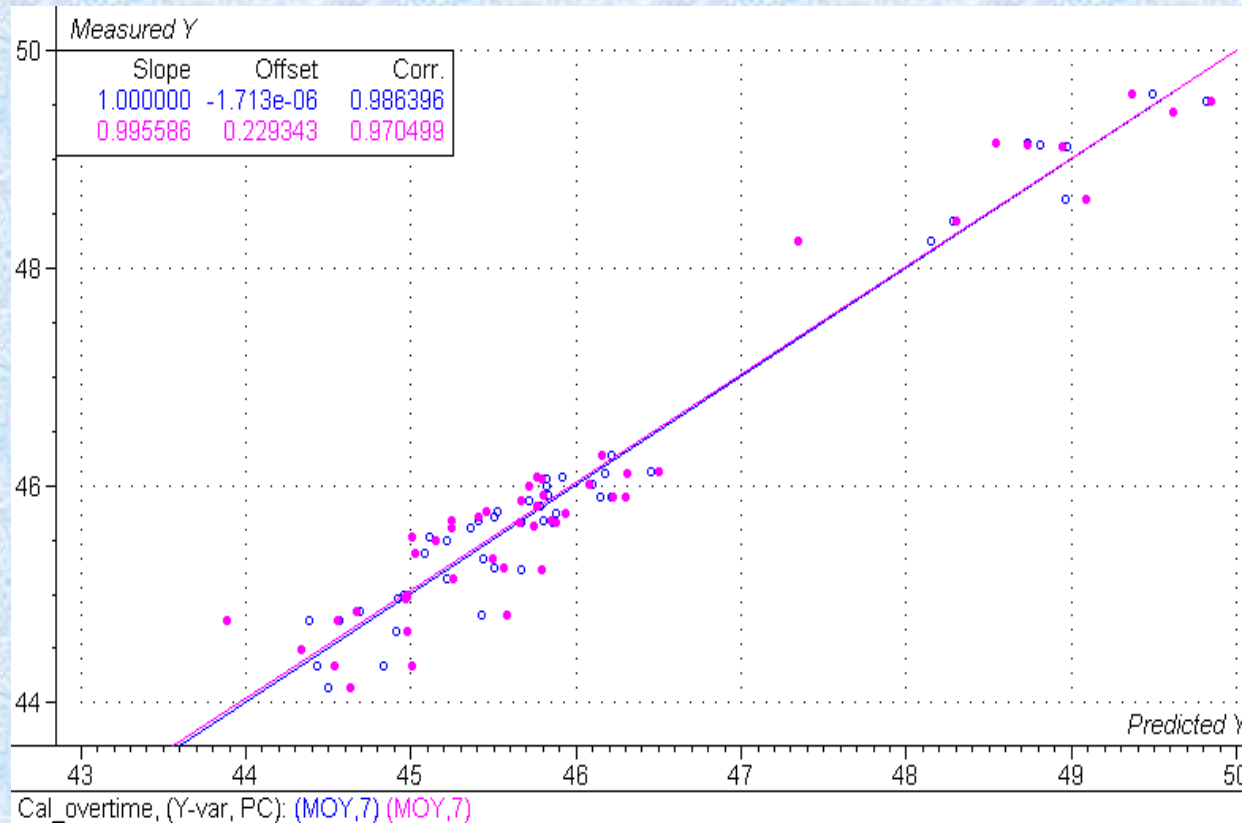


# Fromage industriel

## Spectres de réflectance



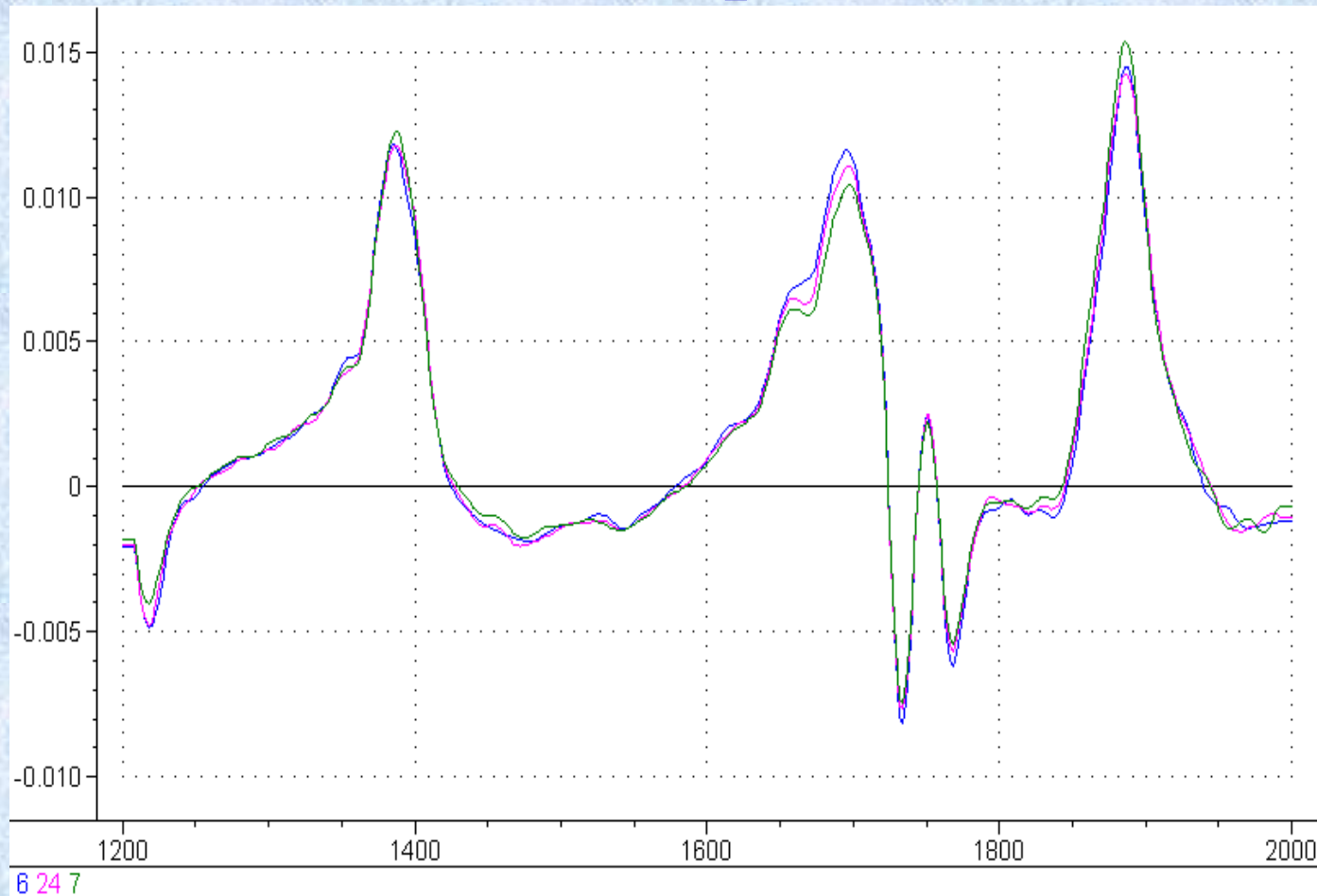
# Fromage industriel - Humidité



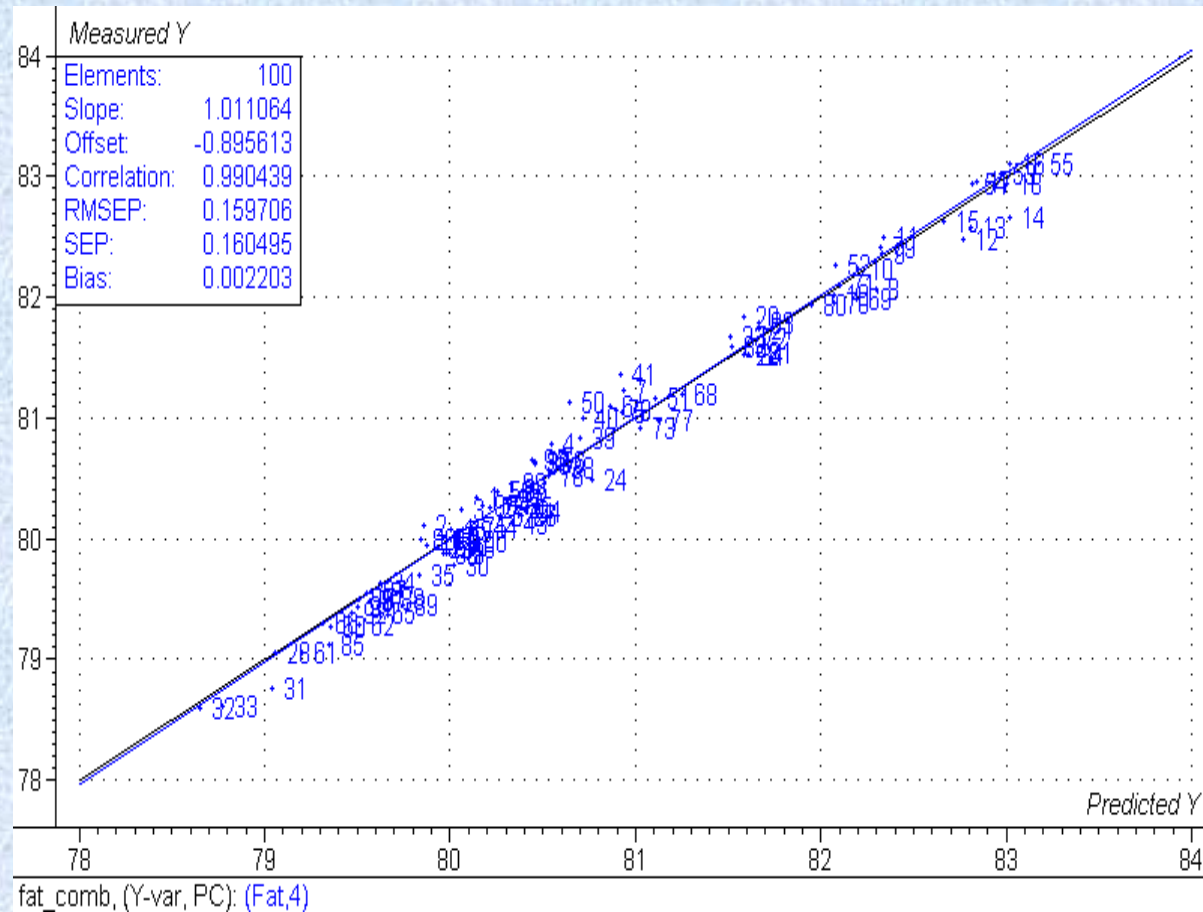
SEP = 0.35%

# Beurre

## Spectres par réflectance en dérivée première

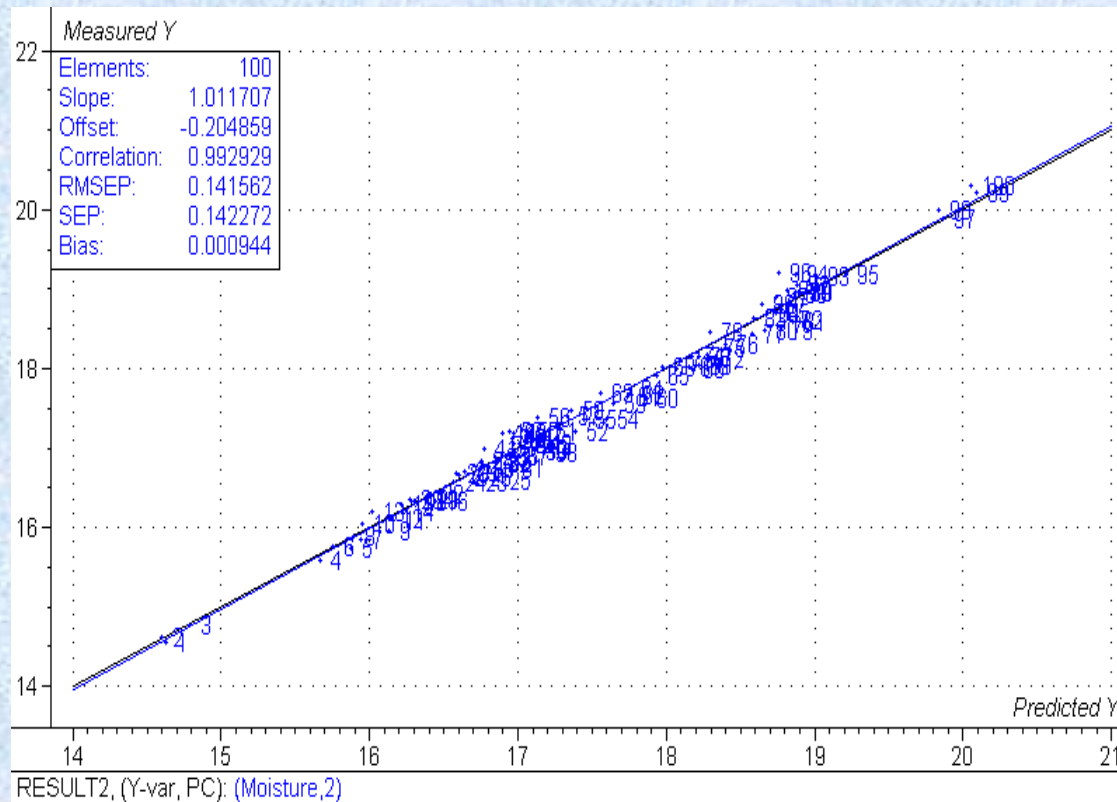


# Beurre – Matière grasse



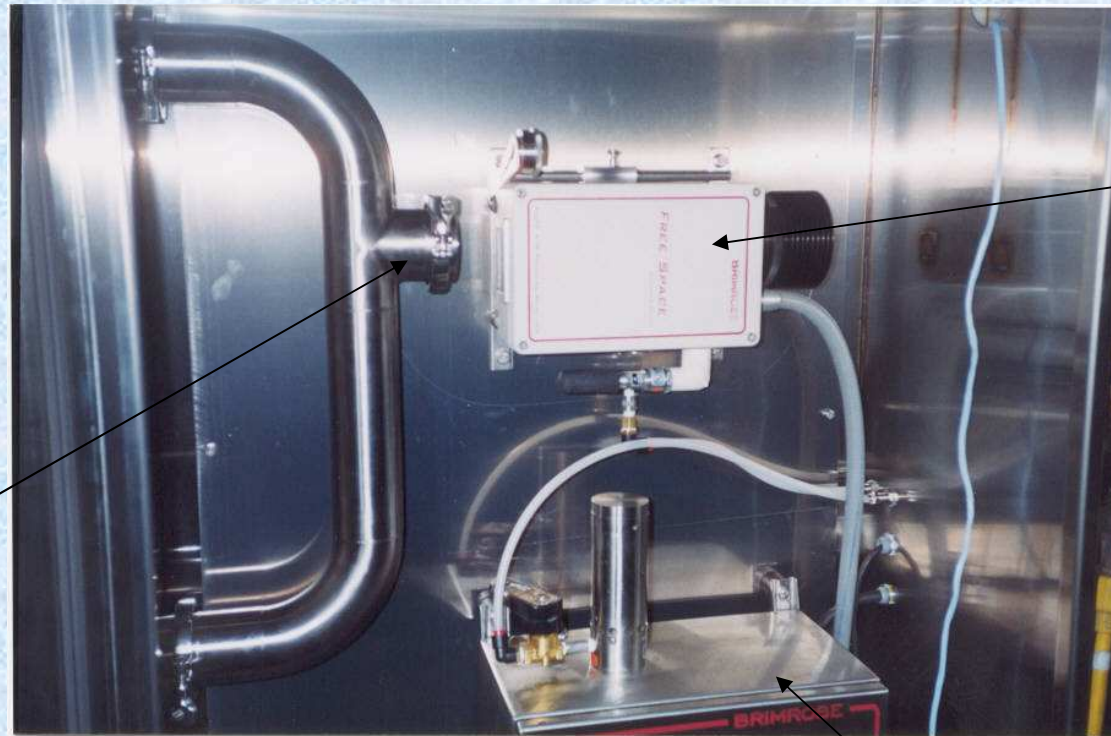
SEP = 0.16

# Beurre - Humidité



SEP = 0.14%

# Mesure on-line du petit-lait Installation



Cellule à flux pour  
transflectance diffuse

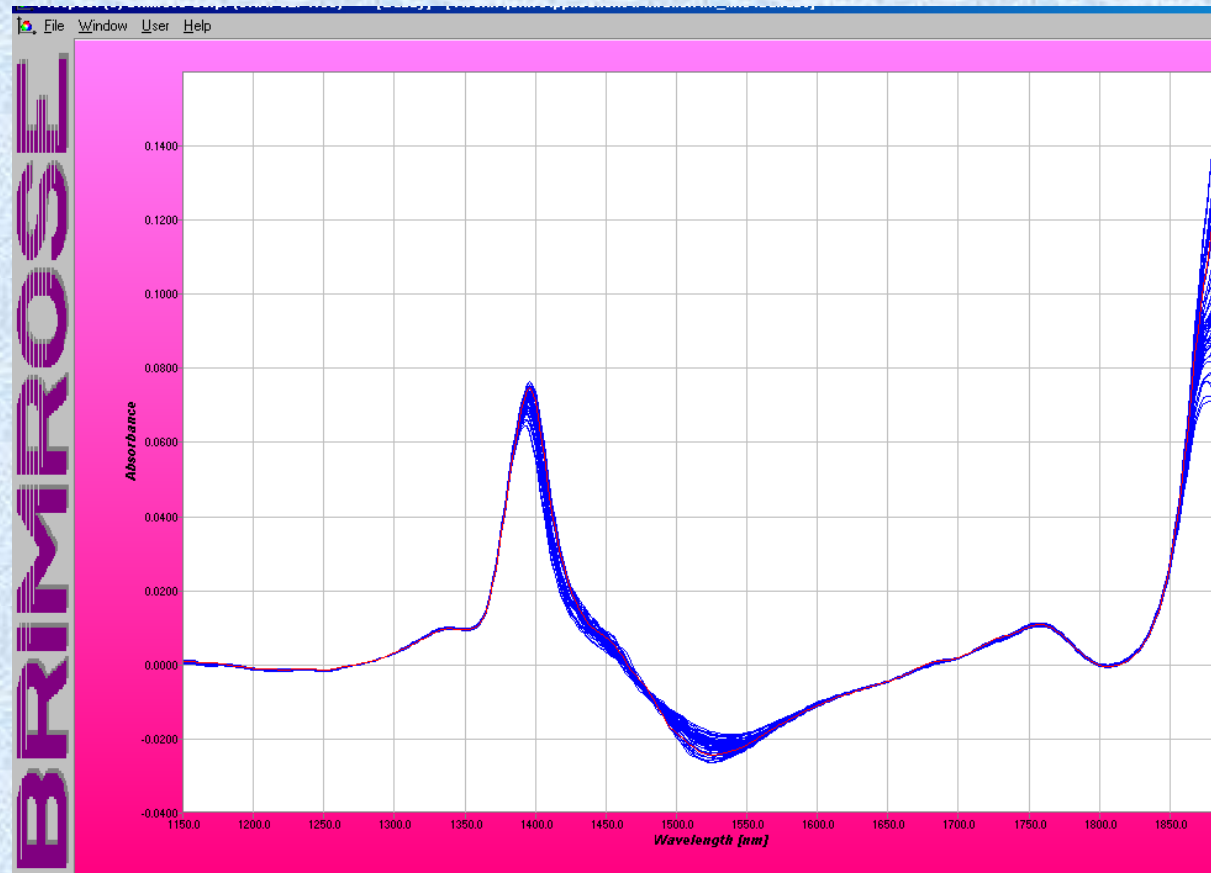
Tête optique du  
Luminar 2030  
“Free Space”  
pour mesure  
directe sans  
fibre optique

Le système sans fibre optique, améliore  
grandement les performances tant pour la  
précision que pour la robustesse de la  
calibration.

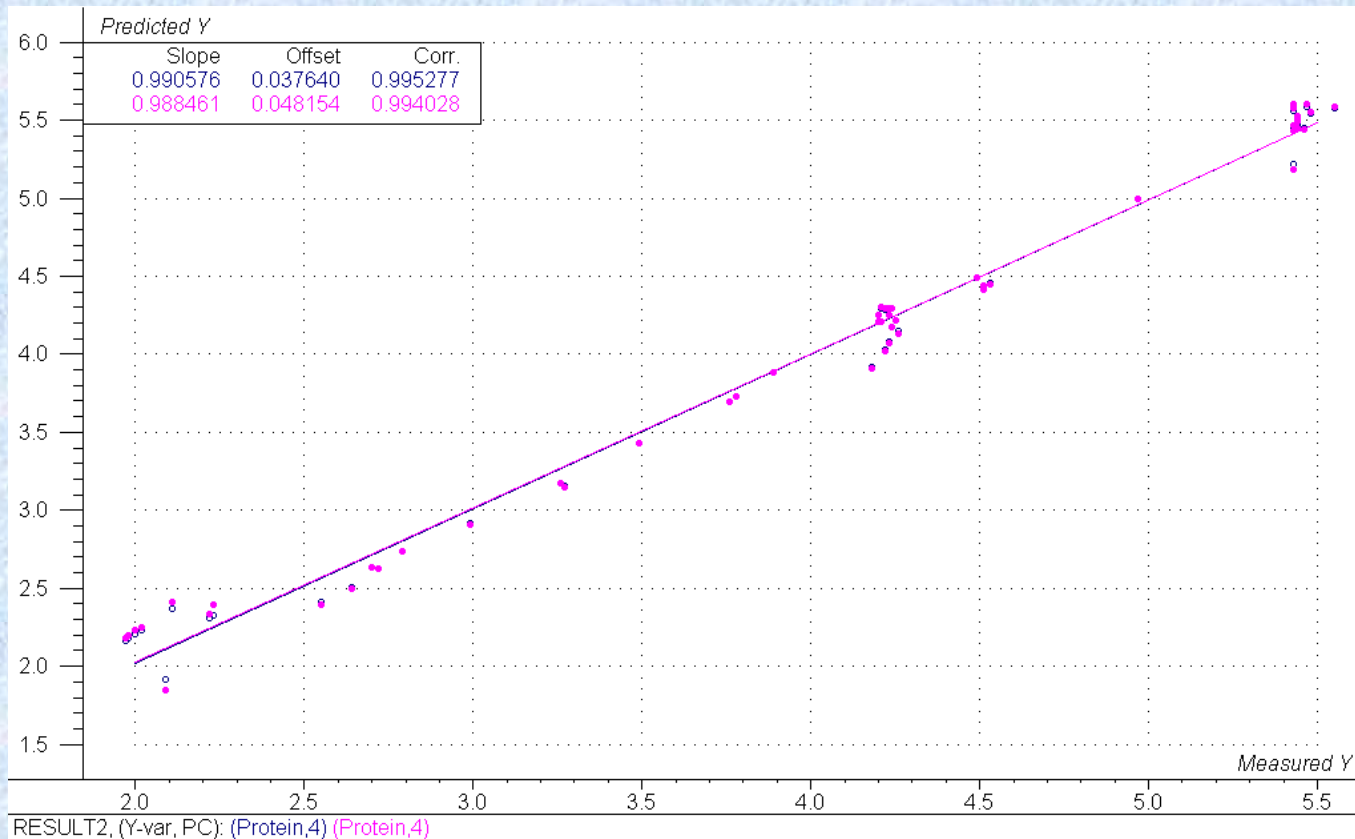
Luminar 3030 NEM 4X  
avec électronique scellée  
et refroidie par effet  
vortex

# Petit-lait mesuré On-Line

## Spectres en dérivée première

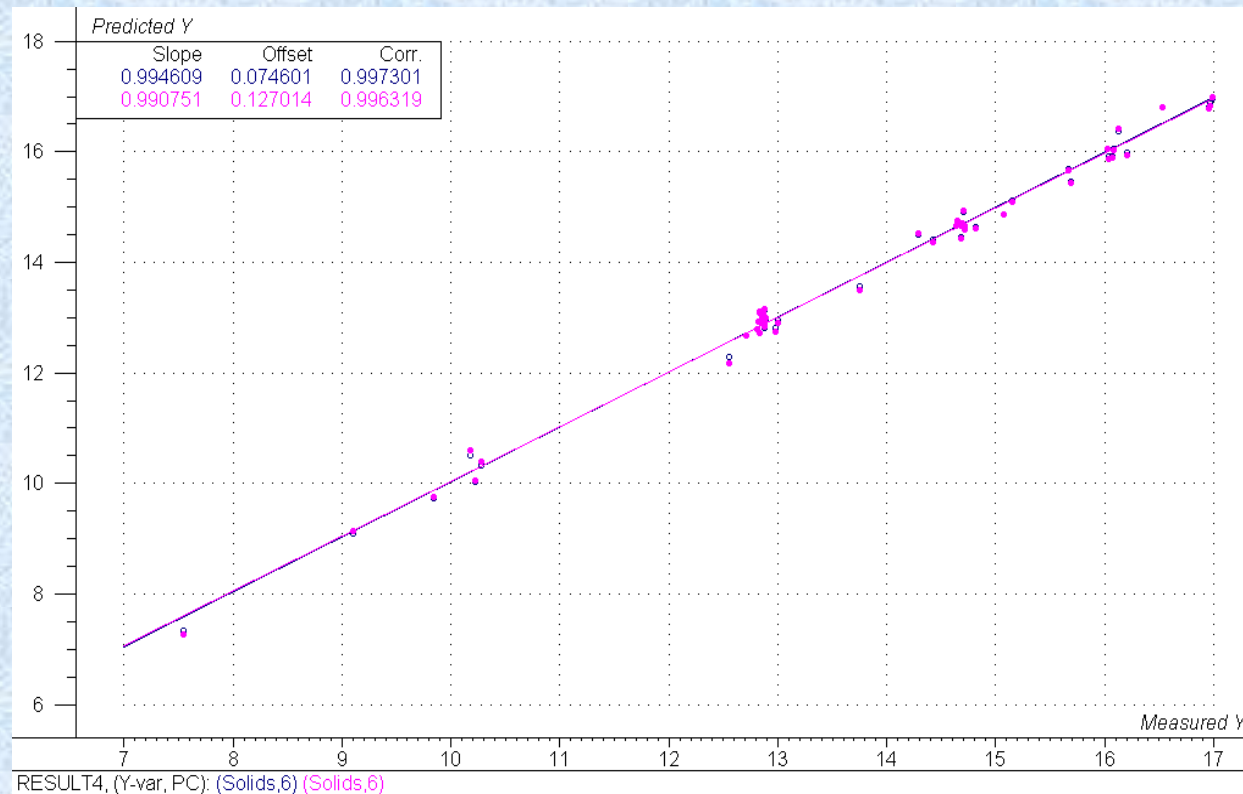


# Petit-lait mesuré On-Line: Protéines



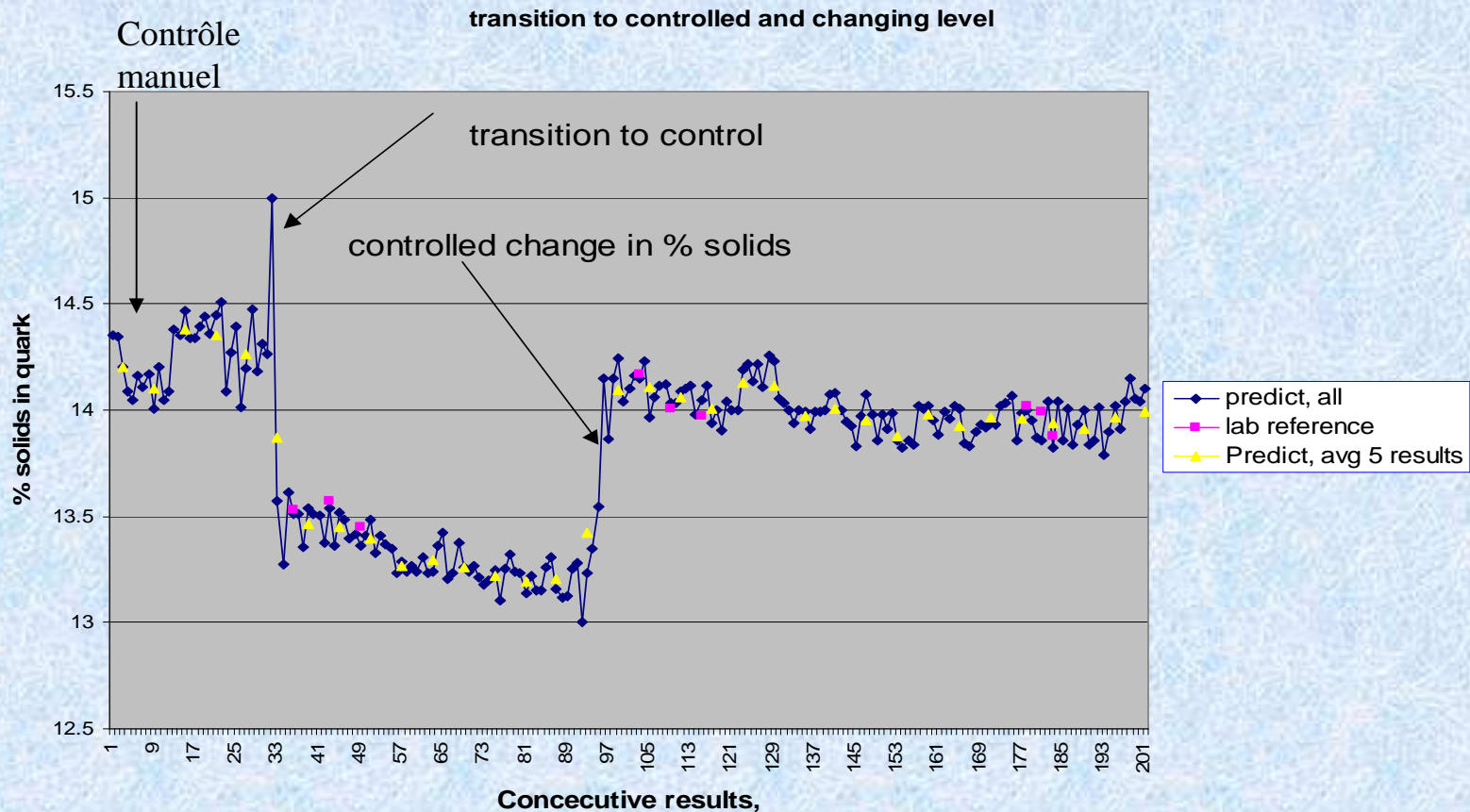
SEP = 0.13

# Petit-lait mesuré On Line: Solides



SEP = 0.18

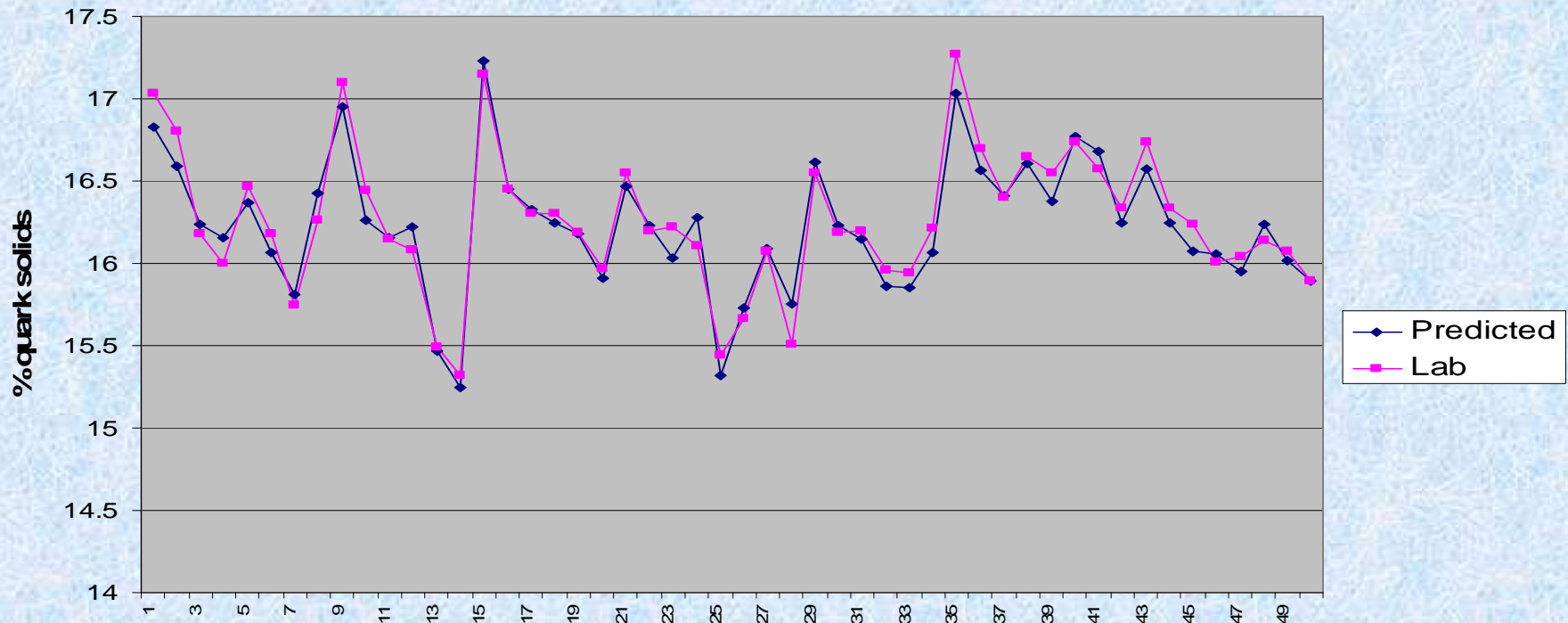
# Production de fromage frais avec rétro-contrôle



Commande de rétro-contrôle: Production stabilisée à 0.2%

# Production de fromage frais: PIR Vs. Lab

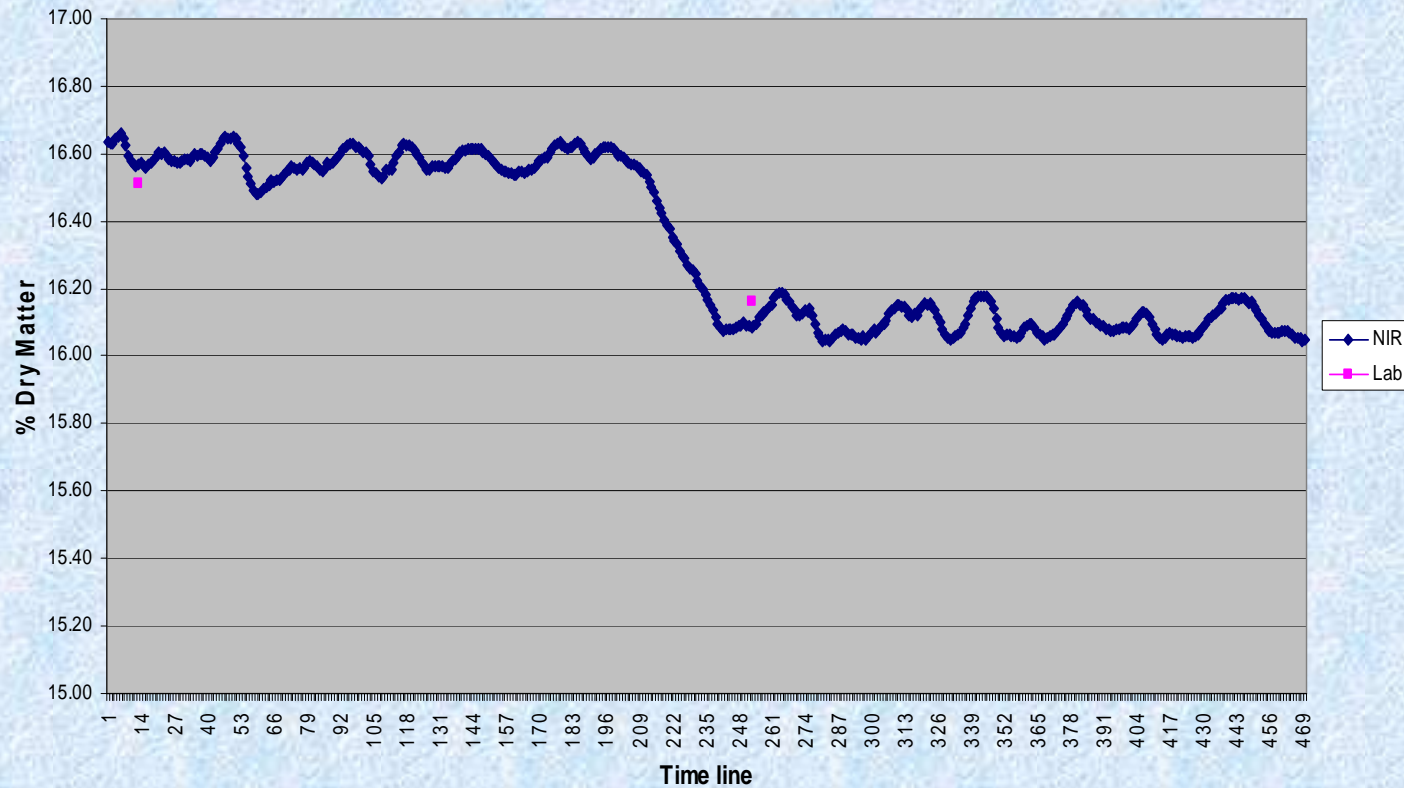
Predicted vs. Lab for quark solids.



Résultats sur 1 mois: PIR Vs. Lab – inférieur à 0.2%.

# Production de fromage frais par PIR – Contrôle typique

% Dry Matter in Geben



# Mesure du “cutting time” dans la fabrication de fromage

1. Par Réflexion diffuse - Longueur d’onde unique, 750 à 900nm.
2. Par Transmission – Longueur d’onde unique, 700 à 900nm.
3. Par Fil chauffant – Conductivité thermique
4. Par Viscosité
  - 4.1 vibrations par mouvement linéaire
  - 4.2 Vibrations par mouvement de torsion

## Réflexion diffuse en lumière PIR

1. La lumière (~850nm) émise par une diode laser est envoyée dans la cuve de fabrication du fromage. La lumière émise peut-être absorbée, réfléchi et diffusée. L'absorption est ici considérée comme négligeable.
2. Quand le processus de coagulation commence, la taille et la densité des particules augmentent: L'intensité de la lumière réfléchi augmente également. Durant le processus de coagulation, le taux de réflexion augmente jusqu'à un pic maximum, puis diminue. L'expérience montre que ce pic maximum de réflexion correspond au moment optimum pour arrêter le processus de coagulation.
3. Les capteurs utilisent un algorithme en dérivée première pour déterminer le moment d'arrêt du processus.
4. Un embout en fibre optique plonge dans la cuve: la lumière est émise dans la cuve, et la lumière réfléchi est mesurée.

## **Transmission en lumière PIR.**

1. La lumière (~850nm) émise par une diode laser est envoyée dans une cuve dans laquelle un échantillon, venant de la cuve de fabrication, est introduit: L'intensité de la lumière transmise à travers la cuve est mesurée.
2. Le processus de coagulation commence: de plus en plus de lumière est diffusée ou réfléchié ainsi l'intensité transmise diminue également: L'intensité lumineuse en transmission diminue avec l'avancement de la coagulation.
3. Le moment où l'intensité lumineuse est minimum, correspond au moment optimum pour arrêter le processus.
4. Les capteurs utilisent un algorithme en dérivée première pour déterminer le moment d'arrêt du processus.
5. C'est plus difficile en ligne de mesurer la lumière transmise que réfléchié. De plus la littérature nous indique que la réflexion est plus avantageuse que la transmission.

## Fil chauffant

1. Le principe physique est différent. Un petit embout est introduit dans la cuve. A l'intérieur de cet embout, il y a un élément chauffant. Une énergie constante pour le chauffage est appliquée, et la température de paroi de l'embout est alors mesuré. La chaleur est diffusée de l'embout par convection et conductivité. Les variations de température dépendent de la puissance consommée, de la conductivité et de la convection à travers le coagulat.
2. Pendant que la phase de coagulation avance, la conduction et la convection de la chaleur diminuent; et à énergie consommée constante, le taux de variation de la température augmente. Après quelques temps, le taux de variation dans le coagulat ralentit, et le taux de variation de la température décroît.
3. Le moment où le taux de variation de la température est maximum correspond au moment optimum pour arrêter le procédé.
4. Les capteurs utilisent un algorithme en dérivée première pour déterminer le moment d'arrêt du processus.
5. Il est reconnu que cette méthode est moins sensible aux variations pendant la phase de durcissement du coagulat, bien que certains fabricants pensent avoir réussi.

# Viscosité

## Viscosité par mouvement linéaire

1. Le principe physique est différent. Un petit embout est introduit dans la cuve. Cet embout vibre de façon mécanique. La résistance au mouvement dépend fortement de la viscosité. La viscosité dépend fortement de la taille et de la densité des particules dans le coagulat ainsi que du durcissement de ce dernier.
2. Avec l'avancée du processus de coagulation, la résistance aux vibrations augmente. A puissance consommée équivalente, la fréquence des vibrations va diminuer; la fréquence peut être maintenue constante, si on augmente la puissance électrique: c'est une autre façon de mesurer la viscosité.
3. Le moment où le taux de variation de la viscosité est maximum est le moment optimum pour arrêter le processus de coagulation.
4. Les viscosimètres commerciaux ne proposent pas d'algorithmes pour calculer la dérivée première de la viscosité en fonction du temps.
5. Quelques travaux ont été publiés qui annoncent que cette méthode n'est pas efficace notamment pendant la phase de durcissement du coagulat.

# Viscosité

## Viscosité par mouvement de torsion

1. L'embout, dans cette méthode, vibre par mouvement rotationnel, et la résistance au mouvement est principalement due à la friction plutôt qu'au déplacement du liquide. La valeur mesurée correspond à la torsion de l'embout. La résistance au mouvement dépend fortement de la viscosité. La viscosité dépend fortement de la taille et de la densité des particules dans le coagulat ainsi que du durcissement de ce dernier.
2. Avec l'avancée du processus de coagulation, la résistance aux vibrations augmente. A puissance consommée équivalente, la fréquence des vibrations va diminuer; la fréquence peut être maintenue constante, si on augmente la puissance électrique: c'est une autre façon de mesurer la viscosité.
3. Le moment où le taux de variation de la viscosité est maximum est le moment optimum pour arrêter le processus de coagulation.
4. Les viscosimètres commerciaux ne proposent pas d'algorithmes pour calculer la dérivée première de la viscosité en fonction du temps.
5. Quelques travaux publiés affirment que le mouvement de torsion donne de bons résultats pendant la phase de durcissement du coagulat.

## Conclusions

1. Les mesures en réflexion PIR offrent une méthode précise et répétable, pour déterminer le moment optimum d'arrêt du processus de coagulation.
2. La mesure en transmission PIR est moins efficace que la mesure en réflexion. Le coût est le même qu'en réflexion, mais la méthode est plus compliquée.
3. La mesure par fil chauffant est aujourd'hui moins efficace que la mesure en réflexion PIR.
4. La mesure de la viscosité par mouvement linéaire est moins efficace que la mesure en réflexion PIR. Actuellement aucun algorithme de traitement est disponible.
5. La mesure de la viscosité par mouvement de torsion est aussi efficace que la mesure en réflexion PIR