

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 478 818

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 80 06464**

(54) Appareil et procédé de mesure de la stabilité colloïdale de liquides.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). G 01 N 33/14; B 01 J 13/00; G 01 N 21/51.

(22) Date de dépôt..... 24 mars 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 39 du 25-9-1981.

(71) Déposant : Groupement d'intérêt économique dit : CENTRE DE RECHERCHE ET DE DEVELOPPEMENT TEPRAL, résidant en France.

(72) Invention de : Manfred Moll, Daniel Bazard, Michel Niclause, Louis-Marie Vincent et Jean-Claude André.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Orès,
6, av. de Messine, 75008 Paris.

La présente invention est relative à un nouvel appareil permettant de mesurer avec une très grande précision et une très grande rapidité, la stabilité colloïdale de liquides, et notamment de liquides alimentaires du type des bières, des 5 vins, des huiles, en particulier.

La mesure du trouble au froid des liquides alimentaires présente une grande importance en ce qu'elle a permis, et permet encore actuellement, d'améliorer la stabilité colloïdale des bières, des vins et autres boissons obtenues par fermentation, 10 ou des boissons gazeuses, ainsi que la limpideté au froid des huiles.

En particulier en ce qui concerne la mesure du trouble au froid des bières, les premiers tests proposés mesuraient la tendance à la formation de trouble dans les bières en maintenant les bières testées pendant 7 jours à une température de 15 40°C, puis pendant 24 heures à une température de 0°C (test E.B.C.), et tiraient de l'étude statistique des résultats ainsi obtenus une corrélation entre les valeurs trouvées par les tests E.B.C. et la brillance de la bière après 6 mois de conservation, à la température ambiante, avec un coefficient hautement significatif. 20

Les tests E.B.C., d'une durée de 8 jours, présentaient cependant l'inconvénient majeur de leur durée et de n'être achevés, le plus souvent, qu'après le départ de la bière de la brasserie et alors qu'aucune correction ne pouvait plus, 25 bien évidemment, être apportée au traitement de la bière. Un perfectionnement important a été apporté à la mesure du trouble au froid des bières, par L. CHAPON et M. CHEMARDIN [cf. Proceeding EBC, 1967, Madrid p. 389-405] grâce au test "alcool-froid" qui permet de mesurer l'évolution du trouble de la 30 bière à -8°C pendant 40 minutes, en lui ajoutant de 0 à 6 % d'éthanol. Le principe de ce test fait appel à l'enrichissement de la bière en éthanol pour y provoquer la formation du trouble au froid. Par l'intermédiaire de son groupement hydroxyle, l'éthanol peut jouer le rôle de donneur de protons 35 et s'associer, par des liaisons hydrogène, aux groupements peptidiques de la partie protéique des associations protéines-tanins qui forment les particules du trouble au froid, chassant leurs molécules d'eau de solvatation, et diminuant ainsi leur solubilité, cette diminution de la solubilité étant d'au-

tant plus accentuée que la température de la bière est plus basse. L'appareil de mesure du trouble au froid mis au point par L. CHAPON et M. CHEMARDIN [voir loc. cité] était constitué par un néphéломètre réfrigéré à l'aide d'un élément Peltier, à une température constante comprise entre -8° et +20°C, une source de lumière constituée par une lampe de 30 W alimentée sous une tension de 6 V, des cellules de mesure de la lumière diffusée constituées par des récepteurs photoélectriques tels que des cellules à couches d'arrêt, un détecteur de courant constitué par un galvanomètre, un enregistreur constitué par un suiveur de spot Sefram et un enregistreur potentiométrique pour l'enregistrement des courbes de trouble en fonction de la température. L'étalonnage du néphéломètre était réalisé à l'aide de solutions de formazine. Cet appareil a fait l'objet d'un perfectionnement par la Demanderesse [cf. Brevet Francais TEPRAL n°73 09798 du 12 Mars 1973].

Un grand nombre d'appareils basés, de même que l'appareil de CHAPON et CHEMARDIN, sur la mesure de la lumière diffusée sous différents angles, ont été proposés dans l'Art antérieur. Ils ne permettent cependant pas la détermination absolue du trouble, car ils ne peuvent pas tenir compte de la nature microscopique du trouble de la bière, qui est constitué par des particules de taille variable, qui a pu être établie par microscopie électronique, comme étant comprise entre 0,1 et 1 μm , en sorte que la détermination précise du trouble de la bière requiert des méthodes et des appareils de mesure qui tiennent compte de la taille des particules. Dans cette nouvelle perspective, KLINE et AXILROD ont proposé un appareil de détermination photoélectrique du trouble, constitué par un colorimètre photoélectrique dans lequel sont effectuées deux lectures de transmission (à 440 nm dans une cuve de 5 cm ou à 580 nm dans une cuve de 20 mm de diamètre), respectivement à proximité, puis à 10 cm environ de la cellule photoélectrique, lesquelles sont converties en densités optiques, la différence de ces valeurs étant une fonction du total de la lumière diffusée et représentant la mesure de la turbidité. Il a également été proposé par CLEASSON et SANDEGREN d'associer, pour mesurer le trouble au froid, la dispersion de la lumière et la microscopie électronique. Les mêmes Auteurs ont développé

un appareil de mesure de la taille des particules par effet Doppler, en mesurant l'écart entre la longueur d'onde d'émission d'un laser sur un échantillon de trouble et celle de la lumière diffusée, pour en déduire la vitesse des particules,
5 puis leur taille.

Par ailleurs, il a été proposé [cf. J.E. CAUPEIL, Unilever Research, Revue française des corps gras, N° 8-9 Août-Septembre 1977, p. 427-431] un appareil de mesure rapide de la limpidité des huiles, par laser. Cet appareil comporte :
10 -une pompe qui fait circuler l'échantillon d'huile à contrôler à travers une spirale baignant dans un bain d'huile porté à 100°C, puis à travers une première cellule de mesure, puis à travers une spirale placée dans de la glace fondante, puis finalement à travers une deuxième cellule de mesure ; -deux sources de lumière laser ; -deux microscopes placés à l'avant, qui servent à l'observation visuelle ; -deux microscopes placés à l'arrière, qui servent à former une image agrandie du rayon laser sur un diaphragme placé devant le détecteur correspondant ; -deux détecteurs constitués chacun par un tube photo-
20 multiplicateur d'électrons (T.P.E.) qui transforme le signal lumineux en courant électrique, qui est transformé en différence de potentiel par un enregistreur potentiométrique. Le nombre de mV lu après la première mesure, faite après le chauffage à 100°C, est soustrait du nombre de mV lu après la deuxième mesure, faite après le passage à 0°C. La différence obtenue à partir des deux lectures faites sur l'enregistreur est une mesure de la quantité de cristaux présents dans l'huile, dont la concentration est lue sur une courbe-étalon. L'opération de mesure est réalisée en l'espace de 15 minutes, alors que les
25 30 cold-tests en usage précédemment devaient durer plusieurs jours.

La présente invention a pour but de pourvoir à un appareil pour la mesure de la stabilité colloïdale de liquides, notamment de liquides alimentaires, à l'aide de lumière laser, dans lequel il est possible de mettre en oeuvre le test "Alcool-froid" développé par CHAPON et CHEMARDIN, en un laps de temps considérablement réduit par rapport aux conditions établies par ces Auteurs. Toutefois, alors que l'appareil connu utilisant la lumière laser pour mesurer la stabi-

lité colloïdale des bières, est essentiellement un appareil de comptage qui compare deux longueurs d'ondes, à savoir la longueur d'onde d'émission de la lumière laser à celle de la lumière diffusée, et alors que l'appareil de mesure de la limpideité des huiles par laser, vise à mesurer l'intensité de la lumière diffusée par les microcristaux de cires traversant le rayon laser, qui se traduit par l'émission de signaux lumineux dont la fréquence est fonction de la concentration en particules, lesquels signaux, qui sont transformés par le T.P.E. en courant électrique, lui-même transformé en différence de potentiel qui représente la concentration en microcristaux de l'huile, l'appareil conforme à la présente invention est basé sur le principe de la mesure simultanée des flux lumineux exciteur et diffusé, en éliminant les fluctuations d'intensité du laser, et de l'obtention de la valeur du trouble à partir du rapport entre ces deux mesures.

La présente invention a pour objet un appareil pour la mesure de la stabilité colloïdale de liquides tels que des liquides alimentaires du type des bières, des vins et autres boissons obtenues par fermentation ou boissons gazeuses, et des huiles, en particulier, par mesure de la diffusion de la lumière émise par un rayon laser, caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement en combinaison un porte-échantillons portant au moins une cellule contenant un échantillon du liquide dont on cherche à mesurer le trouble au froid; - une cuve de refroidissement portée à une température de refroidissement constante, réglable au 1/10ème de degré, dans laquelle est contenu le porte-échantillons et qui est associée à un agrégat réfrigérant de type approprié; - une source lumineuse constituée par un rayon laser de longueur d'onde appropriée; - une photopile d'analyse et de mesure du flux lumineux provenant de la source de lumière laser, diffusé à travers l'échantillon à contrôler; - une photopile de référence pour le contrôle permanent de l'intensité du faisceau excitateur; - un miroir-semi-transparent pour la réflexion d'une partie du faisceau lumineux excitateur émis par le rayon laser, en direction de la photopile de référence; - un dispositif d'absorption de la lumière non-diffusée; - un système logique associé à un microprocesseur, pour le calcul du rapport entre les mesures effectuées par les deux photopiles pour obtenir la valeur du trouble de l'échantillon obtenu au bout d'une durée qui est

- 5 -

fonction de la température de la cuve de refroidissement et qui est de quelques minutes, par rapport à la brillance initiale, la comparaison de ladite valeur à la valeur d'étalonnage obtenue à l'aide d'une solution de formazine et l'affichage des résultats en unités de formazine (UF), pour l'enregistrement de la courbe de trouble de l'échantillon en fonction du temps de contrôle et pour la commande éventuelle de l'appareil et la mise en mémoire des résultats obtenus.

L'appareil conforme à la présente invention, qui 10 comprend essentiellement, en combinaison, un élément réfrigéré contenant des échantillons à contrôler, un système optique de diffusion de la lumière émise par une source de rayonnement laser et de mesure de la diffusion de la lumière, et un système logique de conversion desdites mesures de flux lumineux 15 en courant tension, de mesure des variations dudit courant tension, d'enregistrement desdites variations, de comparaison avec une courbe d'étalonnage mise en mémoire, d'enregistrement des données obtenues et d'affichage en unités étalonnées, est en outre caractérisé par les dispositions suivantes :

20 Conformément à l'invention, la source de lumière laser est constituée par un laser hélium-néon en proportions appropriées pour émettre à une longueur d'onde de 6328 Å à laquelle le flux lumineux présente une très grande stabilité et une faible divergence qui réduit considérablement le taux de lumière parasite de l'appareil.

25 Le choix d'une source d'excitation laser émettant à 6328 Å présente en outre l'avantage d'éviter les interférences, attendu que les composés présents dans la bière autres que les particules de trouble au froid, n'absorbent pas à la longueur d'onde d'émission du laser.

30 Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, les photopiles sont disposées suivant un angle de 90 ° par rapport à la lumière émise.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de 35 l'invention, les photopiles sont conçues pour fonctionner sous une faible tension et une faible intensité, respectivement de de l'ordre de 50 mV et de 0,66 mA, et comportent chacune deux étages à amplificateurs opérationnels intégrés dont le premier est monté en convertisseur "courant tension" qui débite

- 6 -

un courant proportionnel au flux excitateur, à la faible tension susdite, et dont le deuxième étage est constitué par un circuit intégré monté en amplificateur de tension normal, les sorties des deux amplificateurs débitant sur un appareil de mesure, par l'intermédiaire d'un réseau de résistance donnant un calibre de 50 mV pour la déviation totale, sur une sortie pour enregistreur par l'intermédiaire d'un réseau de résistances et sur une entrée d'un convertisseur analogique numérique, par l'intermédiaire d'un circuit limiteur d'amplitude qui assure la protection dudit convertisseur et qui est avantageusement constitué par une résistance et une diode zéner.

Selon encore un autre mode de réalisation avantageux de l'appareil objet de la présente invention, celui-ci est pourvu d'un système d'alimentation du porte-échantillons en échantillons, avantageusement constitué par un dispositif doseur, tel qu'une pompe péristaltique à commande automatique programmée, qui prélève le liquide d'une cuve de stockage ou directement des cuves de fabrication, pour le transférer dans les cellules du porte-échantillons, en proportions voulues.

Egalement conformément à la présente invention, l'appareil est pourvu d'un système d'introduction d'éthanol dans le liquide à tester avant son introduction dans les cellules porte-échantillons, avantageusement constitué par un dispositif doseur tel qu'une pompe péristaltique, muni d'une électro-vanne, à commande automatique programmée, qui préleve l'éthanol contenu dans une cuve de stockage associée à l'appareil conforme à l'invention, pour l'introduire dans le liquide en proportions voulues.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'appareil conforme à la présente invention, l'introduction automatique programmée des échantillons de liquide à contrôler et d'éthanol dans les cellules du porte-échantillons, est réalisée à l'aide du microprocesseur précité.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'appareil conforme à la présente invention, celui-ci comporte des moyens de réglage de la sensibilité de la mesure, commandés de façon automatique et programmée par le microprocesseur et avantageusement constitués par des résistances de charge.

Selon une disposition avantageuse de l'invention,

l'appareil est en outre équipé d'un circuit pour la circulation de liquides de nettoyage de la cuve de refroidissement et des cellules du porte-échantillons, commandé et programmé par le microprocesseur.

5 La présente invention a également pour objet une méthode de mesure de la stabilité colloïdale de liquides, notamment alimentaires, et plus particulièrement des bières, caractérisée en ce qu'on dirige sur un échantillon de bière dont on cherche à contrôler le trouble au froid, additionné d'une
10 quantité appropriée d'éthanol, qui peut atteindre 12 % en volume du volume de la bière, et refroidi à une température de l'ordre de -8°C de façon quasi-instantanée à son entrée dans l'appareil, la capacité de la cellule contenant l'échantillon étant de l'ordre de 150 μ l, de manière à obtenir un trouble
15 maximum au bout de 15 minutes, un rayon laser émis à une longueur d'onde de 6328 Å, dont la diffusion du flux lumineux (S_1) est mesurée par une photopile placée à 90° par rapport à la direction d'émission du rayon laser, sous la forme d'un signal lumineux transformé en courant tension par la photopile
20 et transmis à un microprocesseur, une partie du flux lumineux étant réfléchie, à l'aide d'un miroir semi-transparent, vers une photopile de référence également placée à 90°, qui mesure simultanément l'intensité du flux lumineux émis (S_0) et transmet le signal correspondant au microprocesseur qui calcule le rapport S_1/S_0 pour éliminer les fluctuations d'intensité du laser et affiche la valeur obtenue, qui, après comparaison avec une courbe d'étalonnage établie d'une manière connue à l'aide d'une solution de formazine et intégrée par le microprocesseur, est exprimée directement en unités de formazine (UF), tandis qu'une
25 courbe de sensibilité en fonction de la lecture en UF est établie et enregistrée.
30

Outre les dispositions qui précèdent, l'invention comprend encore d'autres dispositions, qui ressortiront de la description qui va suivre.

35 La présente invention vise plus particulièrement les appareils et les procédés de mesure de la stabilité colloïdale de liquides, notamment alimentaires, du type des bières, des vins et autres boissons obtenues par fermentation, ou boissons gazeuses, et des huiles, en particulier, par laser, conformes aux dispositions qui précèdent, les moyens propres à

leur réalisation et à leur mise en oeuvre et les installations d'ensemble dans lesquelles sont inclus lesdits appareils et procédés.

L'invention sera mieux comprise à l'aide du complément de description qui va suivre, qui se réfère aux dessins annexés dans lesquels :

la Figure 1 est une représentation schématique du système optique de mesure de la diffusion d'un rayon laser ;

la Figure 2 représente le schéma des amplificateurs des photopiles ;

la Figure 3 représente un schéma des circuits de sortie des amplificateurs des photopiles ;

la Figure 4 représente un schéma des composants d'un amplificateur de photopile et

la Figure 5 est une représentation graphique de l'évolution du trouble d'une bière au cours de la durée d'une mesure (15 minutes), faisant apparaître la sensibilité de la mesure par unité de formazine.

Il doit être bien entendu, toutefois, que ces dessins et les parties descriptives correspondantes, sont donnés uniquement à titre d'illustration de l'objet de l'invention, dont ils ne constituent en aucune manière une limitation.

Le système optique de mesure de la diffusion de la lumière émise par un laser conforme à la présente invention comprend une source lumineuse laser hélium-néon 1 émettant à une longueur d'onde de 6328 Å, une cuve de refroidissement 2 associée à un agrégat réfrigérant (non représenté) et dont la température est réglée au 1/10ème de degré à l'aide d'un thermostat (non représenté), entre -5 et -10°C par exemple. La cuve 2 peut être conçue soit de manière à constituer en elle-même une cellule porte-échantillons recevant un échantillon du liquide à contrôler dont l'admission et l'évacuation sont commandées par le microprocesseur dont il sera question plus loin, soit de manière à recevoir un porte-échantillons portant une pluralité de cellules dans lesquelles sont introduites des quantités appropriées d'échantillons à contrôler, dont l'analyse et la collecte des résultats sont gérées par le microprocesseur. La cuve 2 comporte des fenêtres, dont la fenêtre 3 est visible à la Figure 1, respectivement pour l'admission

- 9 -

dans la cuve 2 du flux lumineux excitateur (S_0) 4 et pour la diffusion du flux diffusé 5. Le flux diffusé (S_1) 5 est mesuré par une photopile de mesure 6 qui sera décrite de façon plus détaillée plus loin, et qui est placée à 90°C par rapport au flux excitateur 4. Une partie 4a du flux excitateur 4 est réfléchie par un miroir semi-transparent 7, vers une photopile de référence 8 qui contrôle en permanence l'intensité du flux excitateur et qui est également placée à 90°C par rapport au flux excitateur 4. Les flux excitateur S_0 et diffusé S_1 sont mesurés simultanément par les deux photopiles 6 et 8 et les mesures correspondantes sont envoyées sous forme de signaux E_1 et E_2 (cf. Figure 3) à un microprocesseur qui calcule le rapport S_1/S_0 qui élimine les fluctuations d'intensité du laser et qui affiche la valeur obtenue. Un dispositif d'absorption du rayon laser non diffusé (tel que la corne de Wood 9) qui diminue, dans la cellule porte-échantillons, le taux de lumière parasite, est également adjoint au système optique conforme à l'invention représentée de façon schématique à la Figure 1.

Le choix d'un rayon laser émettant à la longueur d'onde de 6328 Å présente l'avantage d'éliminer les interférences dues à la présence d'autres particules que les particules du trouble au froid, de donner lieu à un flux lumineux d'une grande stabilité et à un faisceau à faible divergence et, par suite, à faible taux de lumière parasite.

Les photopiles 6 et 8 utilisées pour la mesure des flux excitateur (S_0) et diffusé (S_1) donnent une bonne réponse spectrale à 6328 Å et travaillent sous de faibles tensions, ce qui réduit la fatigue à laquelle est soumis l'appareil de mesure conforme à l'invention.

Les photopiles comportent chacune deux étages à amplificateurs opérationnels intégrés (cf. Figures 2 et 4). Le courant débité par une photopile est proportionnel au flux excitateur (S_0) seulement si le débit se fait sur une faible résistance. Le premier étage 10, monté en convertisseur "courant tension" réalise cette condition. Il utilise un circuit intégré du type "Bi-fet", CI1, et délivre à sa sortie une tension égale à $E = K_i$, le coefficient K étant déterminé par la résistance de charge (R_1 à R_6) utilisée. Le second étage, 11, utilise un circuit intégré monté en amplificateur de tension normal, CI2, dont le gain est déterminé par les résistan-

- 10 -

ces R_{13} - R_{14} et le potentiomètre P_1 .

Les sorties 12 et 13 des amplificateurs CI2 respectifs de la photopile de mesure 6 et de la photopile de référence 8 débloquent (cf. Figure 3) :

- 5 - sur un appareil de mesure, 14 et 15 respectivement, par l'intermédiaire d'un réseau de résistances 16-17 et 18-19-20 respectivement, donnant un calibre de 5 V pour la déviation totale ;
- sur une sortie 21 et 22 respectivement, pour enregistreur, par 10 l'intermédiaire d'un réseau de résistances 23-24 ;
- sur une entrée 25 d'un convertisseur analogique digital 26, par l'intermédiaire d'un circuit limiteur d'amplitude qui assure la protection du convertisseur et qui est constitué par une résistance 27 et une diode Zéner 28.

15 La sortie 29 (sur 8 bits) du convertisseur analogique digital 26 débute vers l'une des portes d'un microprocesseur (non représenté) tandis que sa sortie 30 est utilisée pour l'adressage et la synchronisation du convertisseur et débute vers l'autre porte du microprocesseur.

20 La carte du microprocesseur peut être conçue de manière à permettre la programmation automatique de toutes les opérations de mesure de la diffusion de la lumière émise par un rayon laser et diffusée à travers un échantillon de liquide dont on vise à contrôler le trouble au froid, et le calcul, 25 l'intégration et l'enregistrement des résultats, ainsi que leur mise en mémoire et leur comparaison avec une valeur d'étalonnage. Comme elle n'entre pas, par elle-même, dans le cadre de l'invention, elle ne sera pas décrite et seules seront décrites les opérations automatiques que permet de réaliser le microprocesseur et les combinaisons de moyens résultant de cette 30 automatisation.

35 En faisant varier les valeurs des résistances de charge R_1 à R_6 de façon appropriée programmée, il est possible de modifier automatiquement de façon programmée, les sensibilités des mesures.

En effet, si l'on considère, par exemple, la Figure 5 annexée, on constate que le contrôle de l'évolution du trouble au cours d'une manipulation de contrôle d'un échantillon, dont la durée est de 15 minutes, fait apparaître que chacun des

- 11 -

contrôles, effectués approximativement toutes les 110 secondes, soit :

	<u>Valeur en unités</u> <u>formazine</u>	<u>Sensibilité en mm de</u> <u>distance par rapport</u> <u>à l'origine</u>
5	(UF)	
1er contrôle	10 UF	24 mm
2ème contrôle	20 UF	51 mm
3ème contrôle	30 UF	75,5 mm
4ème contrôle	40 UF	100 mm
10 5ème contrôle	50 UF	121 mm
6ème contrôle	60 UF	143 mm
7ème contrôle	70 UF	170,5 mm
8ème contrôle	80 UF	220,0 mm

fait apparaître une sensibilité pratiquement constante de 15 l'ordre de 2,4 pour une tension de sortie de l'appareil de 50 mV et une intensité du flux lumineux mesurée par la photopile de référence 8, de 0,66 mA. Cette sensibilité peut être affinée, au besoin, en réglant de façon appropriée les valeurs des résistances de charge R_1 à R_6 .

20 L'exemple suivant fera apparaître l'extrême sensibilité de la mesure effectuée par laser à l'aide de l'appareil conforme à l'invention :

Alors que le test alcool-froid mis au point par CHAPON-CHEMARDIN pratiqué sur de la bière KANTERBRAU, donne, 25 par néphéломétrie, en utilisant un bac TEPRAL réfrigéré à -5°C et en ajoutant 3 % d'éthanol, 1 UF, le test alcool-froid mis en oeuvre sur une bière KANTERBRAU à laquelle ont été ajoutés 12 % d'éthanol, dans l'appareil conforme à l'invention, donne au bout de 15 minutes 80 UF.

30 En programmant le microprocesseur de façon appropriée, et en associant à l'appareil conforme à l'invention, des dispositifs doseurs pour l'admission d'échantillons de bière dans la cellule porte-échantillons, ainsi que des dispositifs doseurs pour l'introduction d'éthanol couplés à une 35 cuve de stockage d'éthanol et des dispositifs d'évacuation des échantillons testés, il est possible d'automatiser totalement les mesures de la stabilité colloïdale des liquides testés. Il est également possible de programmer le nettoyage périodique de la cellule porte-échantillons et d'imprimer

- 12 -

toutes indications voulues (telles que le numéro de l'expérience, le résultat en unités formazine, etc...) à l'aide d'une imprimante associée.

Ainsi que cela ressort de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement à ceux de ses modes de mise en oeuvre, de réalisation et d'application qui viennent d'être décrits de façon plus explicite ; elle en embrasse au contraire toutes les variantes qui peuvent venir à l'esprit du technicien en la matière, sans s'écartez du cadre, ni de la portée, de la présente invention.

REVENDICATIONS

1°) Appareil pour la mesure de la stabilité colloïdale de liquides tels que des liquides alimentaires du type des bières, des vins et autres boissons obtenues par fermentation ou boissons gazeuses, et des huiles, en particulier, par mesure de la diffusion de la lumière émise par un rayon laser, caractérisé en ce qu'il comprend essentiellement en combinaison : - un porte-échantillons contenant un échantillon du liquide dont on cherche à mesurer le trouble au froid ; - une cuve (2) de refroidissement qui contient le porte-échantillons et qui est associée à un agrégat réfrigérant de type approprié ; - une source lumineuse (1) constituée par un rayon laser de longueur d'onde appropriée ; - une photopile d'analyse et de mesure (6) du flux lumineux provenant de la source de lumière laser (1), diffusé à travers l'échantillon à contrôler ; - une photopile de référence (8) pour le contrôle permanent de l'intensité du faisceau exciteur ; - un miroir semi-transparent (7) ou analogue pour la réflexion d'une partie du faisceau lumineux exciteur (4) émis par le rayon laser, en direction de la photopile de référence (8) ; - un système logique associé à un microprocesseur.

2°) Appareil selon la Revendication 1, caractérisé en ce que la source de lumière laser (1) est constituée par un laser hélium-néon en proportions appropriées pour émettre à une longueur d'onde de 6328 Å à laquelle le flux lumineux présente une très grande stabilité et une faible divergence qui réduit considérablement le taux de lumière parasite de l'appareil.

3°) Appareil selon la Revendication 1 ou la Revendication 2, caractérisé en ce que les photopiles (6, 8) sont disposées suivant un angle de 90° par rapport à la lumière émise (4).

4°) Appareil selon la Revendication 3, caractérisé en ce que les photopiles (6, 8) sont conçues pour fonctionner sous une faible tension et une faible intensité, respectivement de l'ordre de 50 mV et de 0,66 mA, et comportent chacune deux étages (10, 11) à amplificateurs opérationnels intégrés dont le premier (10) est monté en convertisseur "courant-

- 14 -

5 tension" qui débite un courant proportionnel au flux excite-
teur à la faible tension susdite, et dont le deuxième étage
(11) est constitué par un circuit intégré monté en amplifica-
teur de tension normal (CI2), les sorties (12 et 13 respecti-
vivement) des deux amplificateurs débitant sur un appareil de
10 mesure (14 et 15) par l'intermédiaire d'un réseau de résis-
tances (16, 17, 18, 19, 20 respectivement) donnant un calibre
de 50 mV pour la déviation totale, sur une sortie (21 et 22
respectivement) pour enregistreur par l'intermédiaire d'un
réseau de résistances (23, 24) et sur une entrée (25) d'un con-
vertisseur analogique numérique (26), par l'intermédiaire d'un
circuit limiteur d'amplitude qui assure la protection dudit
convertisseur et qui est avantageusement constitué par une ré-
sistance (27) et une diode Zéner (28).

15 5°) Appareil selon la Revendication 1, caractérisé
en ce que la cuve (2) de refroidissement comporte des moyens
propres à la porter à une température de refroidissement cons-
tante, réglable au 1/10ème de degré.

20 6°) Appareil selon l'une quelconque des Revendica-
tions 1 à 5, caractérisé en ce qu'il est équipé d'un dispositif
d'absorption (9) de la lumière non-diffusée.

25 7°) Appareil selon l'une quelconque des Revendica-
tions 1 à 6, caractérisé en ce qu'il est pourvu d'un système
d'alimentation du porte-échantillons en échantillons, avanta-
geusement constitué par un dispositif doseur, tel qu'une pom-
pe péristaltique, à commande automatique programmée, qui pré-
lève le liquide d'une cuve de stockage ou directement des cu-
ves de fabrication, pour le transférer dans les cellules du
porte-échantillons en proportions voulues.

30 8°) Appareil selon l'une quelconque des Revendica-
tions 1 à 7, caractérisé en ce qu'il est pourvu d'un système
d'introduction d'éthanol dans le liquide à tester avant son
introduction dans les cellules porte-échantillons, avantageu-
sement constitué par un dispositif doseur, tel qu'une pompe
35 péristaltique, muni d'une électro-vanne, à commande automati-
que programmée, qui prélève l'éthanol contenu dans une cuve
de stockage associée à l'appareil, pour l'introduire dans le
liquide à tester, en proportions voulues.

9°) Appareil selon l'une quelconque des Revendications 7 et 8, caractérisé en ce que l'introduction automatique programmée des échantillons de liquide à contrôler et d'éthanol dans les cellules du porte-échantillons est réalisée à 5 l'aide du microprocesseur précité.

10°) Appareil selon l'une quelconque des Revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de réglage de la sensibilité de la mesure, commandés de façon automatique et programmée par le microprocesseur et avantageusement constitués par des résistances de charge (R_1 à R_6).

11°) Appareil selon l'une quelconque des Revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'il est en outre équipé d'un circuit pour la circulation de liquides de nettoyage de la cuve de refroidissement et des cellules du porte-échantillons, 15 commandé et programmé par le microprocesseur.

12°) Méthode de mesure de la stabilité colloïdale de liquides, notamment alimentaires, et plus particulièrement des bières, caractérisée en ce qu'on dirige sur un échantillon de bière dont on cherche à contrôler le trouble au froid, additionné d'une quantité appropriée d'éthanol, qui peut atteindre 12 % en volume du volume de la bière, et refroidi à une température de l'ordre de -8°C de façon quasi-instantanée à son entrée dans l'appareil, la capacité de la cellule contenant l'échantillon étant de l'ordre de 150 μ l, de manière à 20 obtenir un trouble maximum au bout de 15 minutes, un rayon laser émis à une longueur d'onde de 6328 Å, dont la diffusion du flux lumineux (S_1) est mesurée par une photopile placée à 90° par rapport à la direction d'émission du rayon laser, sous la forme d'un signal lumineux transformé en courant tension 25 par la photopile et transmis à un microprocesseur, une partie du flux lumineux étant réfléchie, à l'aide d'un miroir semi-transparent vers une photopile de référence également placée à 90°, qui mesure simultanément l'intensité du flux lumineux émis (S_0) et transmet le signal correspondant au microprocesseur qui calcule le rapport S_1/S_0 pour éliminer les fluctuations d'intensité du laser et affiche la valeur obtenue, qui, 30 après comparaison avec une courbe d'étalonnage établie à 35 l'aide d'une solution de formazine et intégrée par le micro-

- 16 -

processeur, est exprimée directement en unités de formazine (UF), tandis qu'une courbe de sensibilité en fonction de la lecture en UF est établie et enregistrée.

13°) Méthode de mesure selon la Revendication 12, 5 caractérisée en ce que le microprocesseur est conçu de manière à réaliser la programmation automatique de toutes les opérations de mesure de la diffusion de la lumière émise et diffusée à travers l'échantillon de liquide à contrôler, et le calcul, 10 l'intégration et l'enregistrement des résultats, ainsi que leur mise en mémoire et leur comparaison avec la valeur d'éta-
lonnage susdite.

1 / 4

Fig. 1

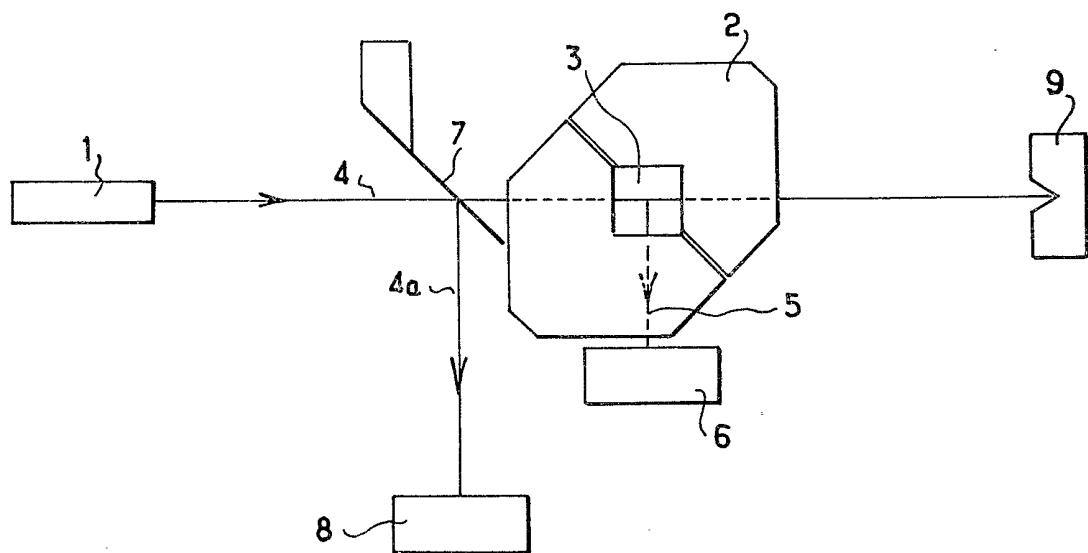
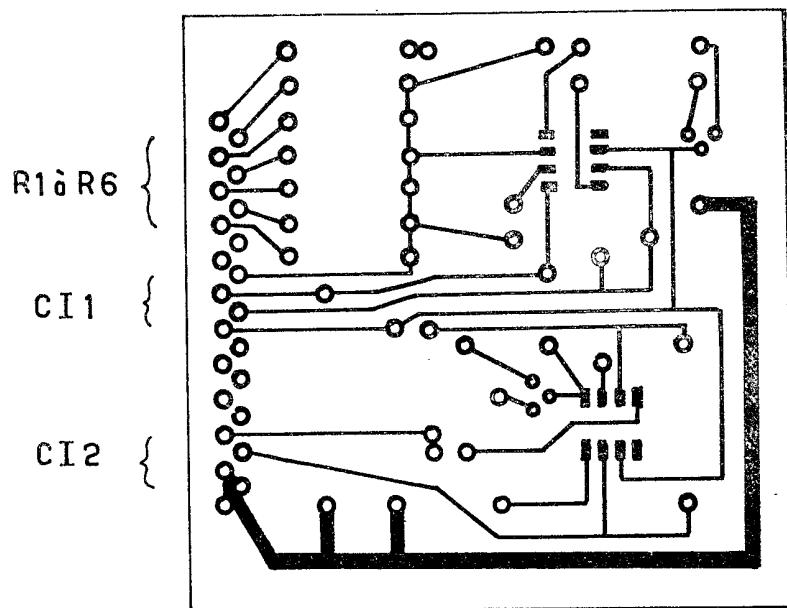


Fig. 4



2/4

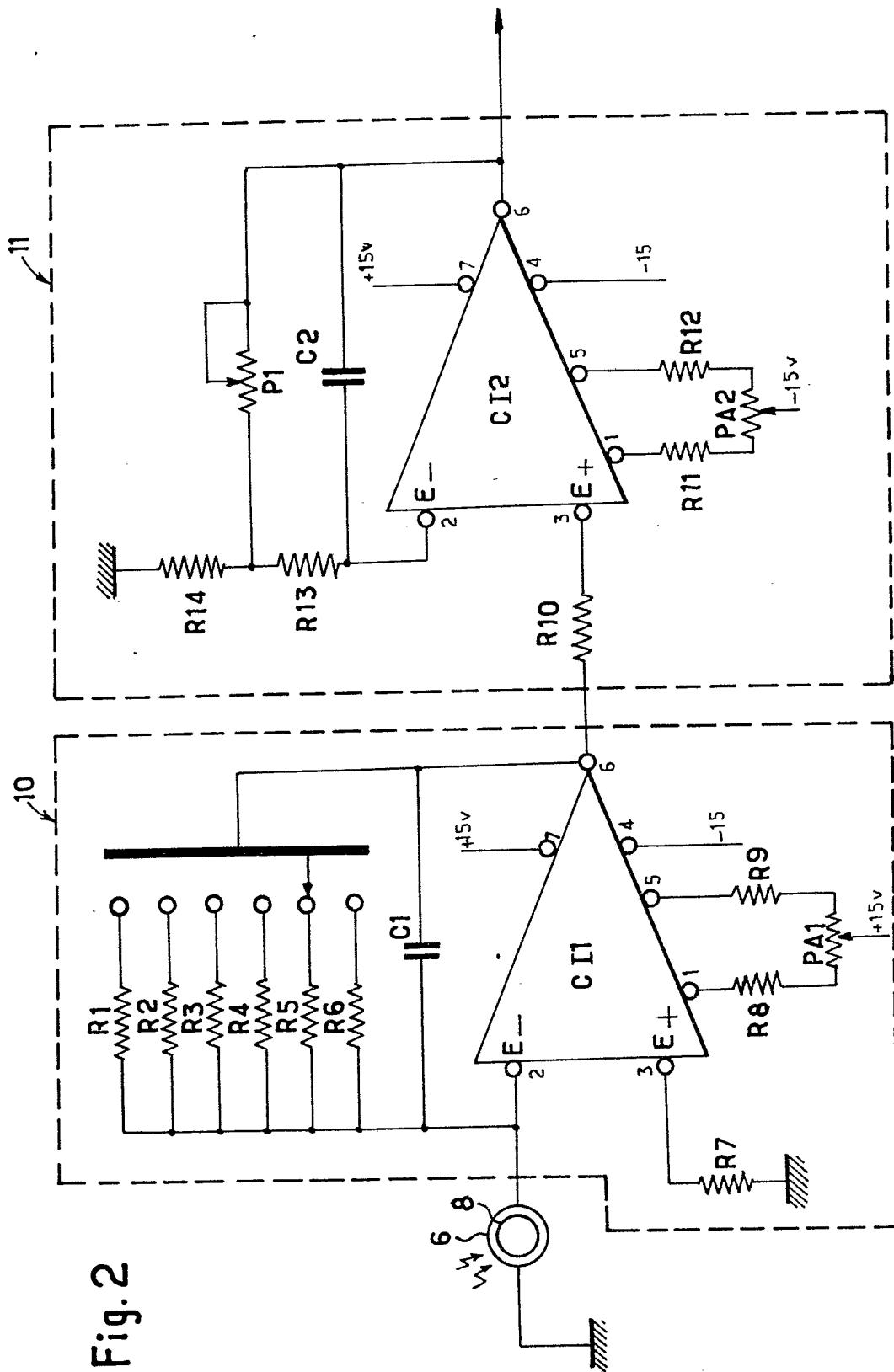


Fig. 2

Fig. 3

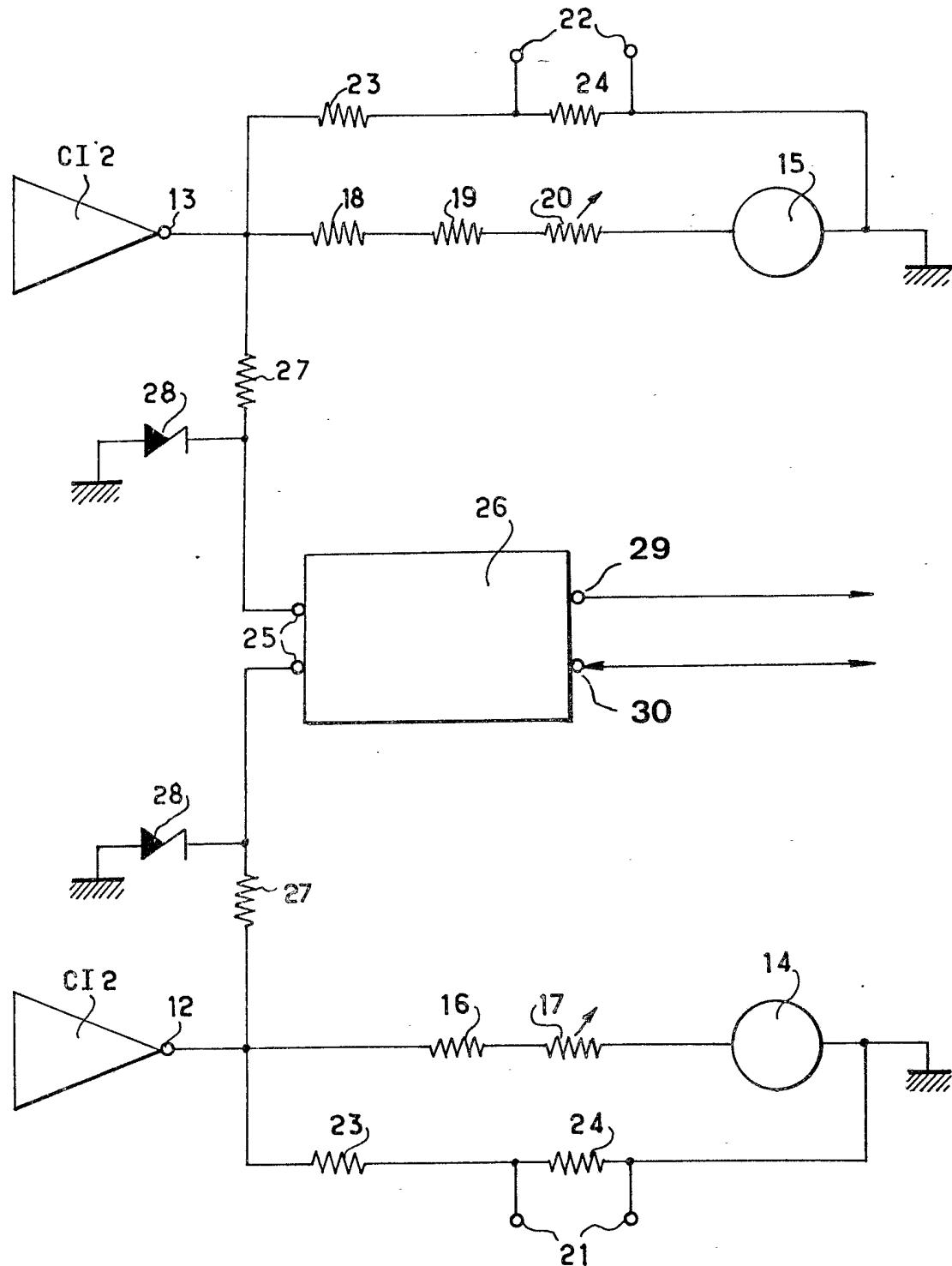


Fig. 5

