

# La surveillance de l'oxygène optimise la qualité et le goût de vos produits 2e PARTIE : mesure, étalonnage, maintenance

## Introduction

En l'absence de contrôle des niveaux d'oxygène à tous les stades du processus de brassage, l'ajout de houblon, de céréales et d'eau de la meilleure qualité sera sans effet. L'oxygène est un élément difficile à contrôler. Toutefois, l'utilisation d'un équipement de mesure adapté permet d'en maintenir des niveaux acceptables et d'assurer la qualité des produits, ainsi que leur longévité.

Forte d'une expérience de plus de 40 ans en mesure de l'oxygène dans l'industrie de la bière, Hach (au travers de la marque Orbisphere) bénéficie d'une place de choix pour évaluer les technologies ampérométriques et optiques. Cette publication en deux volets examine les outils et les méthodes de surveillance de l'oxygène, permettant au brasseur de garantir la qualité des produits bien après qu'il ait quitté la brasserie.<sup>1,2</sup>

### **La 1ère PARTIE de cette série détaille les points essentiels lors de la sélection d'un capteur d'oxygène, notamment :**

- Les effets de l'oxydation sur le processus de brassage
- Les capteurs ampérométriques et optiques d'oxygène
- Les facteurs ayant un impact sur la mesure de l'oxygène pendant le processus de fabrication

### **La seconde PARTIE, en complément des informations de fond de la première partie, couvre les informations indispensables à la précision des mesures et aux opérations quotidiennes, ce qui inclut :**

- Zéro véritable pour les capteurs d'oxygène
- Etalonnage des capteurs
- Dérive et stabilité des capteurs
- Temps de réponse
- Maintenance des capteurs

## Précision du zéro

Comme illustré par la figure 1, la méthode ampérométrique permet par nature de fournir un zéro physique véritable (ainsi, aucun signal n'est émis en l'absence d'oxygène). Alors que la plupart des systèmes ampérométriques présentent une dérive du zéro et nécessitent son étalonnage régulier, la conception unique du capteur Orbisphere de Hach garantit un zéro véritable stable dans le temps. Des expériences menées en laboratoire et sur le terrain ont démontré qu'une précision de  $\pm 0,1$  ppb est réalisable avec ces capteurs ampérométriques. Inversement, le paramètre qui varie le plus dans la technologie optique est la valeur sans oxygène.

L'étalonnage du zéro se fait généralement en exposant le capteur un gaz sans oxygène, tel que l'azote à 99,999 % ( $N_2$ ) ou le dioxyde de carbone à 99,999 % ( $CO_2$ ). La précision du zéro dépend directement de la précision de son étalonnage, qui est lui-même influencé par la qualité de l'échantillon d'étalonnage ( $\pm 0,4$  ppb), l'absence de fuite du système d'étalonnage et la qualité du signal du capteur. La précision pouvant être attendue de ce type d'étalonnage est de  $\pm 1$  ppb. La stabilité de cette technologie dans le temps est abordée ci-dessous.

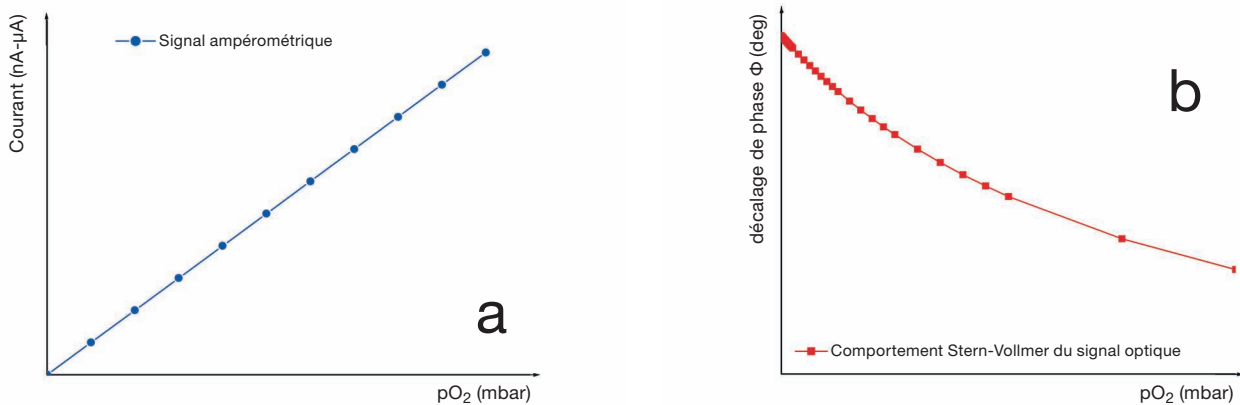


Figure 1 : différences de comportement du signal brut par rapport à la teneur en oxygène avec les deux capteurs

## Etalonnage

Le capteur ampérométrique Orbisphere nécessite un simple et unique point d'étalonnage dans l'air pour déterminer sa pente par rapport à son « zéro véritable », tandis que la plupart des capteurs ampérométriques nécessitent des procédures régulières de définition du point zéro et d'étalonnage de la pente. Comme indiqué précédemment, le paramètre qui varie le plus dans la technologie optique est la valeur sans oxygène. Dans la mesure où les autres paramètres définissant le décalage de phase révèlent normalement des changements négligeables dans le temps, il est essentiel de définir le paramètre zéro.

L'étalonnage nécessite des conditions spécifiques, avec notamment une installation et un échantillon d'étalonnage précis, et assure une précision de  $\pm 1$  ppb. Cet étalonnage vient compléter les paramètres définis en usine, qui décrivent la courbe à des niveaux élevés d'oxygène, et permet d'obtenir une précision globale d'environ  $\pm 1$  ppb ou  $\pm 2$  % par rapport à la valeur mesurée ; la valeur la plus élevée étant retenue.

## Stabilité dans le temps

Tous les appareils de mesure dérivent dans le temps. Par conséquent, il est important de réaliser l'étalonnage à intervalles réguliers. Plus la dérive est faible, plus les intervalles d'entretien et/ou d'étalonnage peuvent être élevés. A l'exception du capteur ampérométrique Orbisphere qui n'a pas de dérive par rapport au zéro, tous les autres capteurs ampérométriques subissent une dérive du zéro et de la pente, ce qui rend l'étalonnage incontournable. Dans les applications de production de bière, la fréquence d'étalonnage va généralement de 1 à 3 mois pour les capteurs ampérométriques autres que le capteur Orbisphere, tandis que ce dernier ne nécessite qu'un seul étalonnage à l'air libre au cours de sa maintenance semestrielle.

Les systèmes optiques existants prétendent avoir une fréquence d'étalonnage de deux ans.<sup>3</sup> Pour parvenir à cette fréquence de deux ans, le système ne doit fonctionner que 12 heures par jour, rester arrêté le reste de la journée et être configuré pour fournir des points de données toutes les 30 secondes. Dans la réalité, les systèmes doivent fonctionner en continu et fournir des points de données toutes les 5 secondes. Ceci entraîne une légère dérive dans le temps qui doit être corrigée par un nouvel étalonnage ou un réglage du décalage tous les six mois.

### Temps de réponse

Le temps de réponse d'un capteur ampérométrique est déterminé par la perméabilité à l'oxygène de la membrane de mesure. Pour les capteurs utilisés dans les processus de fabrication de la bière, 90 % de la variation d'échantillon est généralement détectée entre 30 et 60 secondes. De plus, les capteurs utilisant une électrode de garde inhibant les effets de l'oxygène présent dans l'électrolyte du capteur ont un temps de réponse pouvant aller du simple au double pour les valeurs faibles d'oxygène. Un temps de réponse ( $t_{90}$ ) air vers zéro de 10 s a été constaté sur les capteurs optiques dans un document récent.<sup>3</sup> Cette valeur n'est observable qu'à la phase gazeuse lorsque le gaz  $N_2$  pousse l'oxygène en dehors du spot lumineux (matrice de colorant).

Les mesures publiées récemment par le Centre de recherche de Weihenstephan pour les brasseries confirment un temps de réponse plus rapide pour le capteur ampérométrique Orbisphere ( $t_{90} = 45$  s) que tout autre système optique utilisé ( $t_{90} = 70$  s) lors de l'enrichissement en oxygène de la bière.<sup>4</sup>

### Conditions de maintenance

La maintenance des capteurs ampérométriques a la réputation d'être fastidieuse, mais la plupart des capteurs modernes sont très faciles à nettoyer et remettre en service. Le capteur Orbisphere A1100 est fourni avec des kits de membrane brevetés et prémontés qui incluent un électrolyte pré-dosé. Cet ensemble réduit la maintenance semestrielle à seulement trois minutes. La maintenance des capteurs ampérométriques doit se faire à intervalles réguliers, car le capteur se salit et l'électrolyte s'use.

Les capteurs optiques ne nécessitent pas ce type de maintenance et leur tête est normalement nettoyée pendant le processus CIP. La seule véritable opération de maintenance consiste à remplacer le spot optique tous les 1 ou 2 ans selon la nature du processus de fabrication. Les capteurs optiques Orbisphere M1100 installés ont donné d'excellents résultats, avec un intervalle d'étalonnage de plus de six mois en cas d'utilisation continue et de création de point de données toutes les cinq secondes (sans avoir à arrêter l'instrument si la bière ne s'écoule pas dans le tuyau). En outre, la plage de mesure du M1100 a été étendue et permet désormais de couvrir les valeurs basses et élevées du moût.

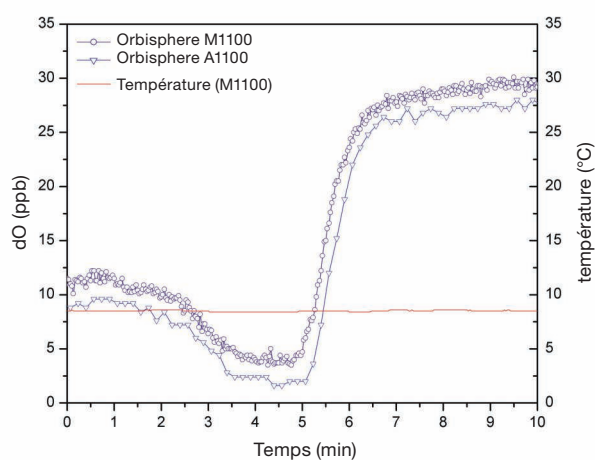


Figure 2 : temps de réponse pour la mesure par le capteur

### Conclusion

Dans la bière, l'échange d'oxygène entre l'échantillon et le spot lumineux, ainsi qu'une mesure précise de la température sont les clés d'un temps de réponse rapide.

Nous avons démontré que notre dernier capteur optique pour la bière a un temps de réponse équivalent à celui des capteurs ampérométriques des processus de brassage (voir la figure 2). En outre, les niveaux d'oxygène mesurés correspondent bien aux valeurs du capteur ampérométrique (précision inférieure à 3 ppb).



*Capteur optique Orbisphere M1100 pour la mesure de l'oxygène dissous*



*Capteur ampérométrique Orbisphere A1100 pour la mesure de l'oxygène dissous*

---

### Références

1. Dunand F.A., Ledermann N., Hediger S., PowerPlant Chemistry 2006, 8(10), p.603
2. Dunand F.A., Ledermann N., Hediger S., Haller M., Weber C., PowerPlant Chemistry 2007, 9(9), 518
3. Verkoelen F.; Brewing and Beverage Industry International, 2007, N° 1, 16.
4. Titze J., Walter H., Jacob F., Friess A., Parlar H. ; Brewing Science, 2008, March/April, 66.