



## DLUO des produits appertisés en emballage plastique

### Pistes pour estimer la DLUO des produits appertisés conditionnés en emballage plastique sans attendre les résultats d'un vieillissement en conditions ambiantes

**Auteurs :** Annie Perrin<sup>1</sup>, Maëlle Vigneron<sup>1</sup>

<sup>1</sup> CTCPA – Centre technique de la conservation des produits agricoles - Technopole Alimentec, rue Henri de Boissieu - 01060 BOURG-EN-BRESSE Cedex  
Tél.: 04 74 45 52 35 - Fax : 04 74 45 52 36

Le développement des conditionnements plastiques pour les produits appertisés entraîne une diminution de la DLUO des produits par rapport à un conditionnement classique en verre ou métal. Le CTCPA a travaillé avec les professionnels des produits appertisés pour mettre au point une méthode de vieillissement accéléré pertinente pour aider à estimer et optimiser la DLUO de tels produits en agissant en particulier sur l'emballage.

**Résumé :** Le projet de recherche mené par le CTCPA pour la filière des produits appertisés a permis de faciliter la détermination de la DLUO des produits conditionnés en emballage plastique en fonction de différents critères. Il est basé sur un test de vieillissement accéléré inédit, mis au point par le laboratoire d'expertise emballage du CTCPA, qui s'appuie sur les propriétés barrières de l'emballage et sur la sensibilité du produit à l'oxygène, contrairement aux tests classiques de vieillissement par augmentation de la température. Ce test constitue un outil d'aide à l'innovation qui permet de gagner du temps et de faire un choix d'emballage en ayant compris toutes les implications sur la qualité du produit fini. Il permet aussi d'avoir des éléments concrets à discuter avec un fournisseur d'emballage (perméabilité après traitement thermique en conditions humides par exemple). Les résultats obtenus présentent un intérêt pour toutes les entreprises qui travaillent sur des produits appertisés conditionnés en emballage plastique. La filière des plats cuisinés appertisés est particulièrement concernée, en raison de leurs formulations souvent complexes et associant de nombreux éléments qui peuvent interagir entre eux. Mais tous les industriels qui se posent la question d'un passage au conditionnement plastique peuvent être intéressés par ce projet de recherche qui réunit les approches produit et emballage. Les tests de vieillissement accéléré mis au point par le CTCPA suite à ce programme sont aujourd'hui proposés à tous ceux qui souhaitent des indications sur le vieillissement de leurs produits. Il faut cependant noter qu'étant donné le nombre important de paramètres de vieillissement des produits, en particulier par rapport à la complexité des formulations, chaque produit nécessite un travail spécifique sur la formulation et l'emballage avant de soumettre le produit à un vieillissement accéléré oxydatif.

## INTRODUCTION

Innover est un facteur de stabilité et de croissance pour toutes les entreprises agroalimentaires, de l'artisan au grand groupe industriel. Le développement des nouveaux produits favorise le référencement en magasin, apporte des produits à plus forte valeur ajoutée, différencie des produits concurrents et motive le personnel. En revanche, un tel développement représente aussi un risque technique, commercial et financier important pour l'entreprise : innover exige de maîtriser de nouveaux savoir-faire, d'investir dans de nouveaux équipements, de valider la qualité du nouveau produit et d'être capable d'estimer

l'attente du marché et ses conditions d'achat. C'est pourquoi le processus d'innovation doit être efficace pour diminuer les risques et fiabiliser les développements. Dans ce processus, les entreprises doivent souvent jouer contre la montre. La rapidité du développement est un critère de succès, tant pour prendre ses concurrents de vitesse que pour limiter les coûts de développement.

Dans ce contexte, l'appréhension de la durée de vie du produit pour laquelle s'engage le fabricant peut être un facteur limitant. Comment lancer rapidement un produit à longue conservation si dix-huit mois sont nécessaires pour

valider sa durée de vie ? C'est pour répondre à cette problématique que des méthodes de vieillissement accéléré sont mises en place. Pour des produits à date limite d'utilisation optimale (DLUO) où le critère de vieillissement n'est plus microbiologique mais sensoriel,

## MATERIELS ET METHODES

Les données suivantes ont été obtenues suite à un travail de recherche du CTCPA pour les entreprises de la filière des produits appertisés. Débuté en 2006, ce projet de recherche a été suivi pendant plusieurs années par un comité de pilotage composé d'industriels qui a aidé à définir les objectifs et les plages de produits et d'emballage pour l'étude. Il a été mené par le laboratoire d'expertise emballage du CTCPA, situé à Bourg-en-Bresse sur le technopôle Alimentec.

Au cours des différentes réunions de travail, une réflexion a notamment été menée sur :

- Les problématiques industrielles rencontrées, pouvant engendrer une diminution de la durée de vie des produits (interactions produit / emballage, hétérogénéité des épaisseurs de film et barquettes...);
- L'incidence de la qualité de l'emballage (nature et qualité des complexes plastiques mono ou multicouche) sur la conservation des produits, et l'impact des différents paramètres pouvant modifier les performances barrières de l'emballage ;
- L'influence de l'oxygène présent initialement dans l'espace de tête de l'emballage ;
- La sensibilité relative de différentes matrices alimentaires à l'oxygène, notamment dans le domaine des plats cuisinés, sur le plan organoleptique : classification des produits suivant leur sensibilité au vieillissement oxydatif ;
- Les ingrédients entrant dans la formulation, et soupçonnés d'être à l'origine des altérations organoleptiques rencontrées.

## I. LIEN ENTRE DUREE DE VIE ET EMBALLAGE

Les produits appertisés à longue durée de vie conditionnés en emballage de verre ou métal présentent des durées de vie très longues, souvent bien au-delà des trente-six mois indiqués sur l'emballage. En revanche, le passage au conditionnement en plastique pour des produits de type plats cuisinés appertisés, très pratiqué aujourd'hui, entraîne une forte augmentation de la contribution des phénomènes d'oxydation au mécanisme global de vieillissement. On considère que l'oxydation est le phénomène principal de vieillissement des denrées à longue conservation

les entreprises souhaitent mimer le vieillissement à température ambiante par un vieillissement accéléré qui aboutira à un produit « équivalent 18 mois » en trois, six ou neuf mois. Tout temps gagné sur la validation du produit est autant d'avance sur le lancement du produit.

Pour construire ce guide, le comité d'industriels s'est appuyé, pour une large part, sur des données industrielles et issues des pratiques de production, sur les durées de vie réelles constatées des produits et sur la base de résultats d'études menées par le CTCPA sur les matériaux et emballages plastiques.

La première partie du projet a consisté à développer un dispositif spécifique permettant de soumettre un produit conditionné sous pression d'oxygène. Le système mis au point nécessite des conditions de sécurité particulières et a été réalisé en partenariat avec un équipementier. Une fois l'outil développé, il a été réalisé des études de corrélation des évolutions de produits conditionnés soumis au vieillissement accéléré à celles de produits mis en vieillissement en conditions ambiantes, sur la base d'études sensorielles (menées avec un laboratoire d'analyses sensorielles partenaire, les Maisons du Goût (Actilait), présent lui aussi à Bourg-en-Bresse).

Un aspect clé du projet est de connaître la perméabilité réelle de l'emballage après traitement thermique du produit. Les analyses ont donc été effectuées sur des produits traités thermiquement au sein du laboratoire du CTCPA, qui dispose d'outils d'analyses de la perméabilité à l'oxygène.

L'ensemble du projet a été financé par la taxe fiscale affectée que reçoit le CTCPA des industriels de la filière des produits appertisés avec le soutien de FranceAgriMer. A l'issue de ce projet, un guide de détermination des DLUO des produits appertisés conditionnés en emballage plastique a été édité. Ce guide est disponible sur demande au service documentation du CTCPA (doc@ctcpa.org).

conditionnées en emballage plastique. Cela s'est traduit par une diminution de la durée de vie des produits au moment du passage au conditionnement plastique, plus perméable à l'oxygène que le métal ou le verre.

Pour maîtriser au mieux la durée de vie du produit, il est nécessaire de comprendre quels sont les facteurs du vieillissement oxydatif, autrement dit quels sont les points d'attention importants pour estimer la vitesse d'oxydation d'un aliment :

### 1.1 Sensibilité du produit à l'oxydation

Le facteur-clé du vieillissement des produits conditionnés en emballage plastique est la vitesse d'oxydation des composés sensibles. Cette vitesse d'oxydation est directement liée à la pression partielle d'oxygène dans

l'aliment, tant que l'oxygène est le facteur limitant pour la réaction d'oxydation, et dépend bien entendu de la composition de l'aliment et des interactions entre composés.

### 1.2 Qualité du scellage

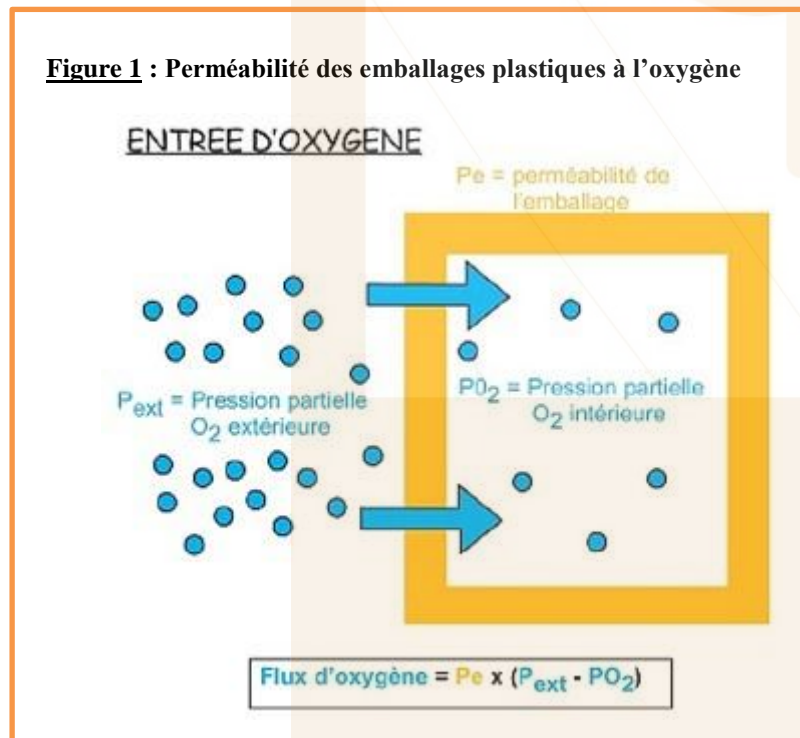
Un mauvais scellage aboutissant à une entrée massive d'oxygène dans l'emballage est source de vieillissement rapide. Ces dernières années, de nombreux travaux de recherche ont porté sur la maîtrise de la qualité du scellage

et la détection des fuites et microfuites, qui représente la base pour toute maîtrise de la durée de vie d'un produit conditionné en emballage plastique.

### 1.3 Perméabilité du matériau

Si l'oxygène n'entre pas dans l'emballage par des fuites, la seule source devient la perméabilité intrinsèque du matériau à l'oxygène. Contrairement au verre ou au métal, les emballages plastiques ne sont en effet pas totalement imperméables aux gaz. Ils ont une certaine perméabilité

( $P_e$ ) qui s'exprime par le volume d'oxygène par unité de surface et par unité de temps, pour une différence de pression d'oxygène donnée, entre l'extérieur et l'intérieur de l'emballage (voir figure 1 ci-dessous).



Il est à noter que les propriétés barrières d'un matériau peuvent être modifiées par un traitement thermique en milieu hydraté (par exemple au cours d'un traitement d'appertisation ou de pasteurisation). Les fiches techniques

des fabricants d'emballages ne peuvent donc pas être prises en compte si elles ne considèrent que la perméabilité d'un matériau à température ambiante avant traitement.

## **1.4 Espace de tête**

L'oxygène est aussi présent dans l'espace de tête du produit conditionné. Sa quantité dépend de la nature des gaz utilisés lors du conditionnement et de son volume. De nombreux produits sont par exemple conditionnés sous azote. Il convient cependant de vérifier la quantité d'oxygène réellement présente. Des actions sont également menées qui visent à diminuer le volume de l'espace de tête. Les limites sont cependant vite atteintes pour des

## **1.5 Diffusion de l'oxygène dans l'aliment**

L'oxygène présent dans l'emballage va diffuser et conduire à une oxydation à cœur. Cette diffusion va cependant dépendre de la géométrie et des caractéristiques physiques du produit qui facilitera ou limitera l'oxydation à cœur. On peut par exemple observer des produits oxydés uniquement en surface, l'oxygène n'ayant pas pu diffuser dans le produit. L'oxydation de l'aliment à cœur ou en surface répond à un ensemble d'états stationnaires entre la vitesse d'oxydation en un point de l'aliment à une certaine distance de la surface, et l'apport d'oxygène en ce point

raisons de process aussi bien que pour des raisons de conditionnement. On constate aussi que malgré un espace de tête initialement dépourvu d'oxygène, l'entrée d'oxygène en tout point de l'emballage va entraîner une augmentation de l'oxygène dans l'espace de tête, malgré la diffusion de ce gaz dans l'aliment. L'espace de tête reste donc un indicateur de l'oxygène dans le produit, qu'il contienne initialement ou non de l'oxygène.

qui dépend de la diffusion de l'oxygène. Les caractéristiques du système dépendent du rapport entre une caractéristique physique qui agit sur la diffusion et une constante de vitesse d'oxydation apparente. Plus la vitesse de diffusion est faible par rapport à la vitesse d'oxydation, moins l'aliment sera oxydé à cœur dans un temps donné (l'homogénéité étant atteinte dans tous les cas dans un temps infini). Cependant dans tous les cas, le flux d'oxygène est lié directement à la pression partielle de l'oxygène dans l'emballage.

## **2. ESTIMATION DE DLUO**

Dans la mesure où il n'existe pas de méthodes normalisées pour déterminer une DLUO, la détermination de la durée de vie doit passer par l'utilisation de méthode(s) interne(s) validée(s) et appropriée(s).

Les délais commerciaux consentis pour la mise au point de produit ne permettent pas la validation des conditionnements par un test de vieillissement réel long de 18 ou 24 mois. Une estimation des réponses sensorielles ou physico-chimiques obtenues en fin de vieillissement doit être obtenue en des durées beaucoup plus courtes (inférieures à 6 mois). Les industriels proposant des produits appertisés en emballages plastiques (souples, semi rigides) stockés à température ambiante peuvent mettre en place une méthodologie de vieillissement accéléré permettant de valider la combinaison formulation / emballage / process, dans un temps plus court que la durée de vie réelle des produits. Une méthode confidentielle a été mise au point par l'équipe Emballage du CTCPA de Bourg-en-Bresse, et validée par analyse sensorielle.

Par sa connaissance des produits et des emballages, le CTCPA a pu établir un tableau aidant à la définition de la DLUO en fonction des différents paramètres produit / emballage / conditionnement jouant sur les réactions d'oxydation. Rappelons que la définition de la DLUO est dépendante de trois critères définis précédemment :

- La sensibilité des matrices alimentaires à l'oxygène,
- La quantité d'oxygène initiale dans l'espace libre des barquettes (Q1),
- La quantité d'oxygène pénétrant dans l'emballage (Q2).

Dans tous les cas, la méthodologie peut être la suivante :

- On détermine une quantité totale de référence ( $Q = Q1+Q2$ ) d'oxygène (exprimée en mg d'O<sub>2</sub>/kg produit) à ne pas dépasser dans l'emballage au cours de la DLUO.
- Dans le tableau de classement ci-après, existent deux niveaux de cette quantité d'oxygène totale Q selon la sensibilité de la matrice à l'oxydation.
- Cette quantité Q a été déterminée expérimentalement et à partir de l'exploitation des données industrielles.

Cette quantité Q a été mise en correspondance avec le taux d'oxygène résiduel (Q1) pouvant être obtenu avec les machines de conditionnement utilisées par l'industriel et les valeurs théoriques (Q2) calculées à partir des

caractéristiques de perméances des emballages (déjà choisis ou à définir) correspondant à des durées de conservation prédéfinies de 8, 12, 18, 24 mois.

**Tableau 1 : DLUO indicatives proposées pour les différentes familles de produits appertisés conditionnés en emballages plastiques**

<b>Performances des emballages après stérilisation</b>	<b>Matrices sensibles à l'oxydation SO</b>				<b>Matrices peu sensibles à l'oxydation RO</b>			
	Quantité d'oxygène initiale mg / kg produit				Quantité d'oxygène initiale mg / kg produit			
<b>Emballages plastiques hautes barrières HB</b>	<5	5 à 20	20 à 100	sans inertage >100	<5	5 à 20	20 à 100	sans inertage >100
<i>DLUO proposée</i>	>18 mois	15-18 mois	12-15 mois	12 mois	>24 mois	21-24 mois	18-21 mois	18 mois
	Quantité d'oxygène initiale mg / kg produit				Quantité d'oxygène initiale mg / kg produit			
<b>Emballages plastiques barrières B</b>	<5	5 à 20	20 à 100	sans inertage >100	<5	5 à 20	20 à 100	sans inertage > 100
<i>DLUO proposée</i>	18 mois	12-18 mois	8-12 mois	≤ 8 mois	24 mois	18-24 mois	12-18 mois	≤ 12 mois

Outre la construction de ce tableau, l'expertise du centre technique permet d'évaluer la sensibilité du produit à l'oxydation ainsi que les propriétés barrières de l'emballage après traitement thermique. Cette méthode prédictive donne donc des indications pour la

détermination de la DLUO des produits appertisés, la validation des recommandations présentées ici peut être effectuée par la mise en place de tests de vieillissement réalisés par le Laboratoire emballage du centre technique.