



Institute for Thermal Processing Specialists

PROTOCOLE DE MESURE DE LA PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

Divers procédés et équipements peuvent être utilisés pour colliger des données précises sur la pénétration de la chaleur. Les présentes lignes directrices visent principalement l'établissement d'une marche à suivre pour la réalisation d'essais de la pénétration de la chaleur, destinés à déterminer les divers traitements thermiques nécessaires à la production d'aliments commercialement stériles, conditionnés dans des récipients hermétiquement scellés. Les recommandations ci-après doivent être considérées comme des lignes directrices facultatives. Bien qu'il soit toujours possible de recourir à d'autres méthodes et à d'autres équipements pour obtenir de telles données, les présentes lignes directrices ont été élaborées en collaboration avec l'*Institute for Thermal Processing Specialists* (IFTPS) et il est fortement recommandé de les adopter comme méthodologie pour réaliser les essais de pénétration de la chaleur

1. DÉFINITIONS

t - Temps-Durée

t_c - Temps ou délai de mise en régime de l'autoclave, c.-à-d. la période entre l'introduction du fluide chauffant dans l'autoclave et le moment où la température à l'intérieur de l'autoclave atteint la température de traitement

t_p - Temps ou durée de traitement, c.-à-d. la période entre la fin de la période de mise en régime et l'interruption du chauffage

T - Température

T_c - Température mesurée au centre du récipient ou zone froide

T_r - Température dans l'autoclave

T_w - Température de l'eau de refroidissement

2. TERMINOLOGIE

2.1 Récipients de lestage : Récipients à placer dans les autoclaves, lors de la réalisation des essais, pour simuler les conditions normales de production. Le type, la forme et les

dimensions des récipients doivent correspondre à ceux des récipients qui seront utilisés pour le traitement prévu. Les récipients peuvent contenir le produit à éprouver ou tout autre produit convenable possédant des caractéristiques thermiques similaires à celles du produit à éprouver, ou encore, dans certains cas, de l'eau.

2.2 Temps de refroidissement : Temps requis, une fois l'agent de refroidissement introduit, pour abaisser la température interne du produit jusqu'à une valeur prédéterminée, en général entre 35 °C et 45 °C (95 °F et 110 °F).

2.3 Facteurs critiques : Facteurs de nature physique et chimique (type de récipient, de produit, d'autoclave et conditions de traitement), variables pouvant influencer sur la réaction d'un produit à un traitement thermique donné.

2.4 Poids au remplissage, poids égoutté et poids net : Le poids au remplissage correspond au poids de matières solides avant qu'elles ne soient traitées; le poids égoutté correspond au poids de matières solides après qu'elles ont été traitées; et le poids net correspond au poids de tout le produit placé dans le récipient.

2.5 Courbe de pénétration de la chaleur : Représentation graphique de la différence logarithmique entre la température dans l'autoclave et la température du produit (courbe de chauffage), ou entre la température du produit et la température de l'agent de refroidissement (courbe de refroidissement), en fonction du temps.

2.6 Thermomètre à mercure : Instrument de référence généralement utilisé pour mesurer la température dans l'autoclave et devant être approuvé, dans certains pays, par l'autorité compétente. Si d'autres instruments de mesure sont utilisés, leur précision doit être vérifiée par comparaison avec un thermomètre à mercure ayant lui-même été étalonné par rapport à un étalon certifié de température.

2.7 Sonde de température à résistance : Dispositif thermométrique dont le fonctionnement repose sur la variation de la résistance d'un élément métallique sensible (en général du platine) avec la température.

2.8 Dispositif de mesure de la température (DMT): Dispositif utilisé pour mesurer la température (thermomètre, thermocouple, sonde à résistance, thermistance).

2.9 Thermistance : DMT fait d'un matériau semi-conducteur et dont une faible variation de température entraîne une importante variation proportionnelle de la résistance. Les thermistances sont plus sensibles aux variations de température que les thermocouples ou les sondes à résistance, et permettent de mesurer des variations de température relativement petites.

2.10 Thermocouple : DMT formé de deux conducteurs en métaux différents, reliés ensemble pour former deux jonctions entre lesquelles apparaît, lorsqu'elles sont à

des températures différentes, une tension électrochimique ou force électromotrice (f.é.m.) faible proportionnelle à la différence de température.

3. MÉTHODOLOGIE

1. Le but d'un essai de pénétration de la chaleur est de déterminer le comportement à la chaleur et au froid d'une combinaison produit/emballage dans un autoclave donné, afin d'établir les paramètres nécessaires à un traitement thermique sûr et d'évaluer les écarts par rapport au traitement prévu. L'essai doit donc être conçu pour permettre d'examiner d'une façon convenable et précise tous les facteurs importants concernant le produit, l'emballage et le procédé de traitement, susceptibles d'influer sur le taux de chauffage. Le nombre de récipients par essai et le nombre d'essais qui permettront de déterminer la variabilité statistique sont des paramètres importants, et sont expliqués aux paragraphes 5.11 et 5.12. Avant d'entreprendre un essai de pénétration de la chaleur, il importe de procéder d'abord à une évaluation de la distribution des températures et de déterminer l'uniformité du transfert thermique dans l'autoclave, évaluation parfois appelée *Étude de distribution des températures* (IFTPS, 1992). L'objectif consiste, entre autres, à identifier le pire cas de comportement thermique susceptible de survenir dans des conditions de production commerciale, suivant le produit, l'emballage ou le procédé de traitement.

4. FACTEURS INFLUANT SUR LE COMPORTEMENT THERMIQUE

1. Plusieurs facteurs relatifs au produit, au procédé de traitement, à l'emballage et au dispositif de mesure peuvent influencer sur les données temps-température obtenues au cours d'un essai de pénétration de la chaleur. L'établissement d'un procédé nécessite un bon jugement de même que de bonnes données expérimentales, qui permettront de déterminer quels sont les facteurs importants critiques ainsi que l'effet d'une modification de ces facteurs, autant à l'intérieur qu'au-delà des limites critiques établies. La liste des facteurs dont fait l'objet la présente section est longue mais non exhaustive. Des données quantitatives sur la variabilité doivent être consignées lorsqu'il y a lieu, et toutes les données pertinentes doivent être documentées pour permettre de mieux comprendre et d'expliquer les variations possibles du comportement thermique.

4.1 Produit

4.1.1 La composition du produit et la quantité d'ingrédients doivent correspondre au pire cas susceptible de survenir dans des conditions de production commerciale. Une modification de la composition peut nécessiter un nouvel essai de pénétration de la chaleur.

4.1.2 Le poids du produit au remplissage, utilisé pour l'essai de pénétration de la chaleur, ne doit pas être inférieur au poids maximal indiqué sur le bordereau de traitement. Tout surplus de produit peut être exprimé en pourcentage de trop-plein.

4.1.3 La teneur en matières solides, dans le cas des produits non homogènes, doit être mesurée avant et après le traitement. Les matières solides retenues au tamis doivent être pesées et leur poids doit être exprimé en pourcentage du poids total. Nota : L'ajout d'ingrédients comprimés ou déshydratés peut résulter en une augmentation du poids égoutté.

4.1.4 La consistance ou la viscosité des ingrédients liquides ou semi-liquides doit être mesurée avant et après le traitement. Les caractéristiques d'écoulement varient avec le type et la concentration d'agent épaississant (amidon, gomme, etc.), la température et le taux de cisaillement. Les modifications peuvent être réversibles ou non, ce qui peut revêtir une importance en cas de reprise du traitement.

4.1.5 La taille, la forme et le poids des matières solides doivent être mesurés avant et après le traitement.

4.1.6 L'intégrité et la taille des grappes de matières solides peuvent changer en cours de traitement et influencer sur l'emplacement de l'élément thermosensible introduit dans le produit de même que sur l'emplacement de la zone froide.

4.1.7 Les méthodes de préparation du produit avant le remplissage doivent simuler les pratiques commerciales. Par exemple, le blanchiment peut causer une augmentation ou une diminution du volume du produit ou encore l'agglutinement des particules, ce qui peut influencer sur les caractéristiques de pénétration de la chaleur.

4.1.8 L'agglutinement des particules composant le produit peut influencer sur les caractéristiques de pénétration de la chaleur de même que sur l'emplacement de la zone froide. Une attention particulière doit être apportée aux produits en tranches, puisque celles-ci peuvent s'empiler en cours de traitement.

4.1.9 La réhydratation des ingrédients déshydratés, avant ou pendant le traitement, est un facteur important susceptible d'influer sur le comportement thermique du produit de même que sur l'efficacité du traitement en ce qui a trait à l'inactivation des spores. Les détails relatifs au processus de réhydratation doivent être consignés en cours d'essai.

4.1.10 Le produit peut être chauffé par convection, par conduction ou par une méthode combinée convection/conduction, selon ses caractéristiques physiques. Certains aliments présentent un comportement thermique complexe; ainsi ils peuvent être chauffés par convection puis, en raison d'une modification physique, être chauffés par conduction. Par exemple, dans le cas des produits comme les soupes qui contiennent de l'amidon, la modification du comportement thermique peut être attribuable à la gélification de l'amidon à une température donnée. De légers écarts dans la

composition du produit ou dans la quantité des ingrédients peuvent entraîner un changement de comportement thermique d'un produit à une température et à un moment différents. Il importe donc de bien identifier et de bien surveiller les caractéristiques spécifiques du traitement et du produit, susceptibles d'influer sur la vitesse de chauffage de ce dernier.

4.1.11 D'autres caractéristiques comme la teneur en sel, l'activité de l'eau, le pH, la densité, la teneur en produits de préservation, de même que les méthodes d'acidification peuvent influencer sur le transfert thermique ou sur la résistance microbiologique, et doivent donc être consignées.

4.2 Récipient

4.2.1 Le nom du fabricant et la marque de commerce doivent être consignés au cas où il faudrait obtenir des renseignements sur le remplissage et le scellement du récipient ainsi que sur le traitement.

4.2.2 Le type (boîte métallique, contenant de verre, sachet stérilisable, contenant semi-rigide), la taille et les dimensions du récipient doivent également être consignés.

4.2.3 Le fait d'emboîter les petits récipients peut influencer sur le comportement thermique. Dans le cas d'autoclaves dans lesquels les récipients ont été chargés pêle-mêle (sans support ni séparateur), des essais de pénétration de la chaleur doivent être effectués et sur des récipients empilés et sur des récipients individuels.

4.2.4 Dans le cas des récipients rigides, la pression réduite et l'espace libre au-dessus du contenu doivent être consignés. Dans le cas des récipients semi-rigides et des emballages souples, il importe de déterminer le volume de gaz résiduels contenus, les gaz piégés pouvant créer dans le récipient une couche isolante susceptible de déplacer la zone froide et de réduire le taux de chauffage. L'application d'une surpression contrôlée au cours du traitement permet de diminuer ces effets.

4.2.5 L'épaisseur maximale des emballages souples (sacs) a une influence directe sur la température de la zone froide, les emballages plus épais chauffant plus lentement. Les essais de pénétration de la chaleur doivent être effectués avec des emballages ayant l'épaisseur maximale spécifiée.

4.2.6 L'orientation (horizontale ou verticale) des récipients dans l'autoclave peut constituer un facteur important dans le cas de certaines combinaisons produit/emballage, et cet aspect devrait être examiné s'il y a lieu. Une modification de la position des récipients peut influencer sur l'évacuation de air et le délai de mise en régime.

4.2.7 Les récipients d'essai doivent être soumis à un examen post-traitement destiné à déceler toute anomalie, une attention particulière étant apportée aux récipients présentant les taux de chauffage le plus rapide et le plus lent. Il est fortement recommandé d'examiner attentivement les emballages souples, une fois le traitement terminé, afin de repérer l'emplacement de la jonction du thermocouple; si cette dernière n'est pas située au point de détection approprié, les données colligées relatives à la pénétration de la chaleur ne seront vraisemblablement pas fiables.

4.3 Méthode de remplissage

4.3.1 La température du produit au remplissage doit être contrôlée. Elle peut avoir un effet sur la température initiale de traitement, laquelle peut influencer sur certains paramètres de pénétration de la chaleur (temps mort, délai de mise en régime de l'autoclave). Elle peut donc constituer un facteur important, particulièrement pour les produits présentant un comportement thermique non uniforme.

4.3.2 Le poids au remplissage et le poids net du produit peuvent influencer sur le taux de chauffage, autant dans le cas des autoclaves statiques que dans le cas des autoclaves non statiques (rotatifs). On pourra trouver des renseignements sur la variabilité des paramètres dans les registres sur le contrôle de la qualité des produits et sur le contrôle statistique du procédé.

4.3.3 Dans la plupart des cas, il est impossible de régler l'espace libre au-dessus du contenu simplement en déterminant le poids net du produit, en raison des variations possibles de densité de l'aliment. Il importe de veiller à ne pas introduire d'air dans le récipient, ce qui pourrait avoir une incidence sur la pression réduite dans l'espace libre au-dessus du contenu. Dans le cas des autoclaves rotatifs, l'espace libre au-dessus du contenu est un facteur critique, puisqu'il favorise le mélange du produit pendant l'agitation.

4.4 *Fermeture et scellement* : L'équipement de fermeture ou de scellement doit permettre de fermer et de sceller hermétiquement le récipient pendant toute la durée du traitement. Dans le cas des produits en boîtes métalliques ou en pots, on recommande un vide de 35 kPa - 70 kPa (10 po - 20 po de mercure) mesuré à la température ambiante. Certains paramètres variables tels l'espace libre, la température du produit, l'air piégé et l'efficacité de l'équipement de fermeture et de scellement influent sur le vide. Dans le cas de certains produits, comme des légumes, emballés sous vide dans des boîtes métalliques, le vide minimal créé peut constituer un point de contrôle critique. Pour d'autres produits placés dans des emballages souples ou des récipients semi-rigides, l'importance du vide aura une incidence sur la teneur en air résiduel dans l'emballage, constituant ainsi un point de contrôle critique.

4.5 *Autoclave* : Le type d'autoclave utilisé peut avoir une incidence considérable sur les taux de chauffage des produits traités. Les résultats des essais de pénétration de

chaleur doivent être accompagnés de données sur le type d'autoclave et sur les conditions existant au moment de l'essai.

4.5.1 Le délai de mise en régime de l'autoclave doit être le plus court possible, tout en permettant d'obtenir une distribution satisfaisante des températures. Des autoclaves de laboratoire peuvent être utilisés pour effectuer des travaux de développement sur la pénétration de la chaleur. Les petits autoclaves devraient normalement présenter un délai de mise en régime plus court que les autoclaves de production et refroidir plus rapidement que ces derniers. Une fois les travaux d'étude terminés, le procédé de traitement doit, si cela est physiquement possible, être vérifié dans un autoclave de production approprié.

4.5.2 Des supports peuvent être utilisés pour séparer les rangs de boîtes et de pots, limiter la dilatation des récipients semi-rigides et des emballages souples, retenir les récipients étroits et former des voies de circulation pour ces derniers, et s'assurer que l'épaisseur maximale des sachets n'est pas dépassée. Il importe de bien comprendre l'effet d'un modèle spécifique de supports sur la performance d'un autoclave et sur le transfert de la chaleur aux récipients.

4.5.3 Le fonctionnement des autoclaves statiques en discontinu peut varier selon le type de fluide chauffant (vapeur, mélange vapeur/air, eau (immersion, pulvérisation)), l'orientation de l'autoclave (horizontale ou verticale), la méthode d'agitation du fluide chauffant (ventilateurs, pompes, injecteurs d'air) et d'autres facteurs susceptibles d'influer sur le comportement thermique.

4.5.4 Les autoclaves rotatifs en discontinu (axial, à tambour vertical) sont conçus pour faire tourner (ou osciller) les paniers pendant le traitement. L'agitation des récipients peut favoriser une pénétration plus rapide de la chaleur dans la zone froide du contenu comparativement au chauffage dans un autoclave statique. Toutefois, il se peut que ce ne soit pas le cas pour tous les récipients; il importe donc de repérer les récipients dont le taux de chauffage est le plus bas. Une étude détaillée sur la position des récipients dans l'autoclave peut s'avérer nécessaire. Au cours de l'essai initial, on recommande d'obtenir des données à de très courts intervalles (15 s), en particulier dans le cas de liquides visqueux, dont la zone froide peut se déplacer par rapport à un thermocouple fixe durant la rotation, ce qui donnerait des résultats erronés. Les bagues collectrices doivent être nettoyées et l'étalonnage des thermocouples vérifié à intervalles réguliers. Les facteurs importants dans le cas des autoclaves rotatifs comprennent l'espace libre au-dessus du contenu, la consistance du produit, le rapport solides/liquide, la température initiale, la taille du récipient, la vitesse de rotation et le rayon de rotation.

4.5.5 Dans le cas des autoclaves en continu, les récipients peuvent être déplacés le long d'un rail spiralé situé sur le pourtour de l'enveloppe des autoclaves horizontaux, ou transportés sur des palettes entraînées par chaîne dans les autoclaves hydrostatiques. Quelle que soit la configuration des autoclaves en continu, il est difficile, voire

impossible, d'utiliser des thermocouples pour obtenir des données sur la pénétration de la chaleur. Il faut plutôt avoir recours à des modules autonomes de mesure de la température et de stockage des données, montés dans l'appareil commercial, ou encore à des simulateurs de procédé.

5. MESURE DE LA TEMPÉRATURE ET COLLECTE DE DONNÉES

1. 5.1 *Système de collecte de données* : L'exactitude et la précision du système de collecte (enregistreur) de données utilisé pour les essais de pénétration de la chaleur auront une incidence sur les mesures de température. Les enregistreurs de données sont généralement des systèmes numériques multicanaux de mesure de la température. L'étalonnage d'un système de collecte de données doit comprendre la vérification de la vitesse d'acquisition des données, puisque des erreurs dans la base de temps pourraient être la cause de données erronées.

5.2 *Type de thermocouples* : Les DMT les plus couramment utilisés dans le domaine du traitement thermique sont des thermocouples doubles de type T (cuivre/constantan), à isolant en téflon, généralement de type à fils souples (de grosseur 20, 22 ou 24) et à aiguilles rigides. On trouvera des détails sur les thermocouples et les connexions dans les articles de Bee et Park (1978) et de Pflug (1975).

5.3 *Type de connecteurs et erreurs connexes* : Les connecteurs utilisés dans un circuit thermoélectrique sont des raccords fixés au thermocouple et dans lesquels des connexions électriques sont faites. Il existe plusieurs types de connecteurs pour différentes applications et différents types de thermocouples. Il importe d'éviter certaines sources d'erreurs pouvant être associées à l'utilisation de connecteurs et de fils de rallonge, notamment les différences de f.é.m. entre les thermocouples, les connecteurs et les fils de rallonge, les différences de température entre deux jonctions et l'inversion de polarité à la jonction d'un thermocouple et d'un fil de rallonge. Il importe de nettoyer les connecteurs de thermocouples régulièrement avec un nettoyant pour métaux afin d'assurer un bon contact électrique et de prévenir les erreurs de lecture. Les mêmes principes s'appliquent pour les sondes à résistance et les thermistances.

5.4 *Étalonnage des thermocouples* : Les thermocouples doivent être étalonnés par rapport à un étalon certifié (thermomètre, sonde à résistance, thermistance). Toute mesure imprécise de la température peut entraîner des erreurs dans l'évaluation du procédé; pour cette raison, un étalonnage fréquent est nécessaire pour assurer l'acquisition de données fiables. Parmi les facteurs susceptibles d'influer sur l'étalonnage, on compte des bagues collectrices encrassées ou usées, des jonctions incorrectes, l'oxydation des éléments métalliques, un trop grand nombre de connecteurs sur un fil et une compensation inadéquate des jonctions froides par l'enregistreur de données. Par conséquent, les thermocouples doivent être étalonnés sur place, comme partie intégrante du système complet de collecte de données. Voici quelques précautions à prendre lorsqu'on a recours à un système d'acquisition de données

comportant un thermocouple : éviter le plus possible les connexions multiples sur un même fil, nettoyer toutes les connexions, mettre à la terre les thermocouples et les dispositifs d'enregistrement, faire une incision dans la gaine isolante extérieure des thermocouples, à l'extérieur de l'autoclave, afin d'éviter l'arrosage de l'enregistreur de données (voir les illustrations dans les documents de référence NFPA 1985 et ASTM 1988), et de s'assurer que les fils reliés au thermocouple sont bien isolés.

5.5 Positionnement des thermocouples dans les récipients : Les thermocouples doivent être insérés dans les récipients d'une manière parfaitement étanche à l'air et à l'eau, et cette étanchéité doit être vérifiée une fois l'essai terminé. Les jonctions thermosensibles doivent être insérées dans la partie du produit alimentaire et dans la zone du récipient où le taux de chauffage est le plus faible. Il importe d'insérer le thermocouple dans le produit de manière à ne pas endommager ce dernier. La méthode d'insertion ne doit pas non plus modifier la géométrie du récipient, ce qui pourrait influencer sur les caractéristiques de pénétration de la chaleur. Les thermocouples rigides ou souples peuvent être insérés dans des récipients rigides, des récipients semi-rigides et des emballages souples au moyen de raccords à compression ou de presse-garnitures. Pour ce qui est des emballages souples, on trouvera dans le document de référence NFPA 1985 des illustrations montrant le positionnement d'un thermocouple dans un produit constitué de particules solides, de même que divers dispositifs servant à retenir les thermocouples en place dans les récipients. Pour déterminer quel dispositif est le plus approprié à une application particulière, il faut tenir compte du type de produit, des caractéristiques du système de support, du type de récipient et des caractéristiques du matériel de scellement. Il est possible de détecter les fuites en pesant le récipient avant et après le traitement, afin de déterminer toute modification du poids brut. En présence de fuites causées par des thermocouples incorrectement fixés, rejeter les données obtenues pour le récipient en question.

Nota : Ecklund (1956) a signalé des facteurs de correction applicables aux données relatives à la pénétration de la chaleur, permettant de compenser les erreurs associées aux contenants sans saillie, en acier inoxydable. Même si ce problème n'est pas mentionné dans la littérature, il pourrait aussi s'appliquer à d'autres raccords.

5.6 Type de récipients et leur mise en place dans l'autoclave : Le type et la dimension des récipients utilisés pour les essais de pénétration de la chaleur doivent être identiques à ceux renfermant le produit commercial. Les méthodes de disposition en rangs et de chargement des récipients rigides (boîtes métalliques), des récipients semi-rigides (plateaux et gobelets) et des emballages souples (sachets) doivent être similaires aux pratiques commerciales. Les récipients d'essai doivent être disposés, dans l'autoclave, dans la zone où le taux de chauffage est le plus faible, ce qui est habituellement déterminé par des mesures de la distribution des températures et du taux de transfert thermique.

5.7 Température du milieu chauffant : Les DMT utilisés doivent être placés de manière à ne pas être en contact direct avec les supports ou les récipients, et doivent être identifiés selon leur position spécifique dans l'autoclave. On recommande d'utiliser au moins deux thermocouples pour mesurer la température à l'intérieur d'un autoclave, soit un situé à proximité de l'élément sensible du thermomètre à mercure de l'autoclave et l'autre monté près des récipients d'essai. Un troisième thermocouple devrait également être placé près du capteur du régulateur de température lorsque ce capteur est situé loin de l'élément sensible du thermomètre à mercure.

5.8 Pression dans l'autoclave : Des conditions de surpression durant le traitement auront une incidence sur la dilatation des emballages en limitant la dilatation des gaz contenus dans l'espace libre au-dessus du contenu. Cette suppression peut être utile en favorisant le transfert de la chaleur aux aliments contenus dans des récipients semi-rigides et dans des emballages souples, ou peut nuire au processus en limitant la taille de l'espace au-dessus du contenu lors du traitement en autoclave rotatif. Dans les autoclaves à mélange vapeur/air, les conditions de surpression sont aussi liées à la teneur en vapeur du fluide chauffant à une température de traitement donnée, ce qui peut influencer sur le taux de transfert thermique dans l'autoclave. De plus, lorsque le refroidissement a lieu sans surpression, il peut y avoir dépression à l'intérieur des récipients lors de la chute de pression de vapeur à la fin du traitement, résultant en une diminution accélérée de la température dans les récipients contenant des aliments liquides.

5.9 Détermination de l'emplacement de la zone froide : L'emplacement de la zone où le taux de chauffage est le plus faible, c.-à-d. la zone froide, dans un récipient est un facteur important dont il faut tenir compte au moment de l'établissement d'un procédé de traitement. Pour un produit à chauffer par conduction, contenu dans une boîte métallique cylindrique comportant au-dessus du contenu un espace libre minimal, on considère que la zone froide se situe au centre géométrique de la boîte. En général, si le volume de l'espace libre est plus important, la zone froide peut se déplacer vers le haut de la boîte en raison de l'effet isolant de l'espace libre qui peut être important si le rapport hauteur/diamètre du récipient est faible. Dans des boîtes cylindriques orientées à la verticale contenant un produit à chauffer par convection naturelle, la zone froide peut se trouver près du fond du récipient. Dans le cas des produits qui présentent un comportement thermique non uniforme, la zone froide peut se déplacer pendant le traitement thermique au fur et à mesure que les propriétés physiques du produit changent. L'utilisation de récipients de formes géométriques diverses ou faits de matériaux différents peut avoir un effet sur l'emplacement de la zone froide. Il importe de procéder à un essai pour déterminer la zone où le taux de chauffage est le plus faible pour une combinaison spécifique produit/emballage/procédé. En général, on détermine l'emplacement de la zone froide en procédant à une série d'essais de pénétration de la chaleur avec plusieurs récipients dans lesquels ces thermocouples ont été placés à différents endroits. Une autre méthode consiste à introduire plus d'un thermocouple

par récipient; toutefois, cette façon de procéder peut influencer sur le comportement thermique du produit, surtout s'il s'agit de petits récipients. Dans tous les cas, il faut déterminer le « pire cas » susceptible de se produire en cours de production. La détermination de l'emplacement de la zone froide dans un produit nécessite un bon jugement, basé sur un certain nombre d'expériences préliminaires.

5.10 *Température initiale du produit*: La température initiale du produit doit être mesurée immédiatement avant l'essai.

5.11 *Nombre de récipients par essai* : Un essai de pénétration de la chaleur doit permettre d'évaluer au moins dix thermocouples fonctionnels (NFPA, 1985), sinon il faut procéder à un plus grand nombre d'essais répétés.

5.12 *Nombre d'essais* : Il importe de reprendre les essais autant de fois qu'il est nécessaire afin d'obtenir des résultats qui permettront de rendre compte de la variabilité observée d'un essai à l'autre, d'un produit à l'autre, d'un récipient à l'autre et d'un procédé à l'autre. Lorsque l'emplacement initial de la zone froide et tous les facteurs importants auront été déterminés, on recommande de reprendre complètement chaque essai au moins deux fois. Si les résultats de ces deux essais présentent des écarts, on recommande d'effectuer au moins un troisième essai. Il est normal et courant d'observer des écarts dans les résultats, surtout lorsqu'il s'agit de produits non homogènes ou qui présentent un comportement thermique complexe. La variabilité des paramètres est généralement évaluée à partir des courbes de chauffage et de refroidissement et/ou des calculs de létalité, et elle doit être prise en considération au moment d'identifier ou de prévoir le comportement thermique le plus lent d'un procédé.

· 6.0 RÉCAPITULATIF DES DÉTAILS

1. La liste ci-après résume les détails qui pourraient être incorporés à une liste de vérification et documentés en tout ou en partie, au besoin, dans le cadre d'un essai particulier. D'autres facteurs qui ne figurent pas ci-après pourraient aussi s'appliquer.

6.1 *Avant l'essai*

6.1.1 Caractéristiques du produit

6.1.1.1 Nom du produit, forme ou type, et moyen d'emballage

6.1.1.2 Composition du produit, et quantité, en poids, des ingrédients

6.1.1.3 Poids net et volume

6.1.1.4 Consistance ou viscosité des ingrédients liquides

6.1.1.5 Dimensions, forme et poids des ingrédients solides

6.1.1.6 Dimensions des grappes de matières solides

6.1.1.7 pH des ingrédients solides et liquides

6.1.1.8 Méthode de préparation du produit avant le remplissage (méthode de malaxage des ingrédients, matériel spécial)

6.1.1.9 Tendance à l'agglutinement

6.1.1.10 Procédé de réhydratation des ingrédients

- 6.1.1.11 Procédé d'acidification
- 6.1.1.12 Autres caractéristiques (pourcentage d'ingrédients solides, densité, etc.)
- 6.1.2 Description du récipient
 - 6.1.2.1 Matériau du récipient (marque de commerce et nom du fabricant)
 - 6.1.2.2 Type, taille et dimensions intérieures
 - 6.1.2.3 Code d'identification de l'essai du récipient
 - 6.1.2.4 Épaisseur maximale (pour les emballages souples)
 - 6.1.2.5 Poids brut du récipient
 - 6.1.2.6 Caractéristiques d'emboîtement
 - 6.1.2.7 Emplacement de la zone froide
- 6.1.3 Équipement et méthodologie de collecte de données
 - 6.1.3.1 Désignation du système d'enregistrement des données
 - 6.1.3.2 Détails d'entretien des thermocouples et des fiches de connexion
 - 6.1.3.3 Numérotation des thermocouples et des connecteurs
 - 6.1.3.4 Vérification de la mise à la terre
 - 6.1.3.5 Mise en place des thermocouples dans le fluide chauffant, et comparaison de la température mesurée à celle déterminée avec un DMT de référence
 - 6.1.3.6 Type, longueur, nom du fabricant et code d'identification des thermocouples et des connecteurs
 - 6.1.3.7 Emplacement des thermocouples dans les récipients
 - 6.1.3.8 Technique de positionnement des thermocouples
 - 6.1.3.9 Données d'étalonnage des thermocouples
- 6.1.4 Méthode de remplissage
 - 6.1.4.1 Température du produit au remplissage
 - 6.1.4.2 Poids du produit au remplissage
 - 6.1.4.3 Espace libre au-dessus du contenu
 - 6.1.4.4 Méthode de remplissage (comparée au procédé commercial)
- 6.1.5 Méthode de scellement
 - 6.1.5.1 Type d'équipement de scellement
 - 6.1.5.2 Réglages de la durée, de la pression, de la température et du vide (le cas échéant)
 - 6.1.5.3 Méthode d'évacuation des gaz
 - 6.1.5.4 Vide (dans les boîtes métalliques)
 - 6.1.5.5 Volume de gaz résiduel dans les emballage souples
- 6.1.6 Autoclave
 - 6.1.6.1 Type d'autoclave : statique ou rotatif (à tambour vertical, axial, oscillant)
 - 6.1.6.2 Diamètre du tambour (nombre de positions des récipients) et vitesse de rotation
 - 6.1.6.3 Résultats des essais portant sur la position des récipients (boîtes métalliques) dans les autoclaves rotatifs en discontinu
 - 6.1.6.4 Fluide chauffant (vapeur, mélange vapeur/air, eau (immersion/pulvérisation)) et débit
 - 6.1.6.5 Méthode de circulation de l'eau ou des fluides en surpression
 - 6.1.6.6 Données relatives à la distribution de la chaleur
 - 6.1.6.7 Données relatives à la purge de l'autoclave

6.1.6.8 Numéro d'identification de l'autoclave

6.1.7 Chargement de l'autoclave

6.1.7.1 Détails sur le système de chargement ou de mise en rangs

6.1.7.2 Emplacement des récipients d'essai (zone où le taux de chauffage est le plus faible)

6.1.7.3 Orientation des récipients

6.1.7.4 Emplacement des thermocouples servant à mesurer la température à l'intérieur de l'autoclave

6.1.7.5 Utilisation de récipients de lestage pour assurer le chargement complet de certains autoclaves

6.1.7.6 Intervalle de temps retenu pour le système de collecte de données

6.1.8 Autres renseignements

6.1.8.1 Date

6.1.8.2 Identification des essais

6.1.8.3 Non transformateur d'aliments et emplacement

6.1.8.4 Responsable(s) de la réalisation de l'essai de pénétration de la chaleur

6.2 *Au cours de l'essai*

6.2.1 Identification de l'essai

6.2.2 Température initiale du produit au début de la période de chauffage

6.2.3 Moment où débute le cycle de chauffage

6.2.4 Moment où l'évent se referme et température correspondante, le cas échéant

6.2.5 Température indiquée sur le thermomètre à mercure de l'autoclave

6.2.6 Moment où la température de l'autoclave atteint la valeur de consigne

6.2.7 Pression affichée sur un manomètre ou sur un transducteur étalonné

6.2.8 Moment où débute le traitement

6.2.9 Moment où débute le refroidissement (sous pression, le cas échéant)

6.2.10 Moment où le refroidissement se termine

6.2.11 Vitesse de rotation (le cas échéant)

6.2.12 Température de l'eau de refroidissement

6.2.13 Écarts et anomalies, le cas échéant

6.3 *Après l'essai*

6.3.1 Poids net et poids brut du récipient (pour déterminer s'il y a des fuites)

6.3.2 Épaisseur de l'emballage

6.3.3 Emplacement du thermocouple. A-t-il ou non été inséré dans le produit alimentaire?

6.3.4 Mesure du vide (récipients rigides en verre ou en métal) ou de la teneur en air résiduel (récipients semi-rigides et emballages souples)

6.3.5 Caractéristiques du produit après traitement : concentration du sirop, aspect, viscosité, espace libre, poids égoutté, pH, consistance, retrait, agglutinement)

6.3.6 Emplacement et orientation du récipient (chargement pêle-mêle)

7. DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

ASTM. 1988. Standard Guide for Use in the Establishment of Thermal Processes for Foods Packaged in Flexible

Containers. F 1168-88. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.

Bee, G.R. et Park, D.K. 1978. Heat penetration measurement for thermal process design. *Food Technol.* 32(6) : 56-58.

CFPRA. 1977. Guidelines for the Establishment of Scheduled Heat Processes for Low-Acid Foods. Technical Manual No. 3. Campden Food Preservation Research Association, Chipping Campden, Gloucestershire, UK.

Ecklund, O.F. 1956. Correction factors for heat penetration thermocouples. *Food Technol.* 10(1) : 43-44.

IFTPS. 1992. Temperature Distribution Protocol for Processing in Steam-Still Retorts, Excluding Crateless Retorts. Institute for Thermal Processing Specialists, Fairfax, VA.

NFPA. 1985. Guidelines for Thermal Process Development for Foods Packaged in Flexible Containers. National Food Processors Association, Washington, DC.

Pflug, I.J. 1975. Procedures for Carrying Out a Heat Penetration Test and Analysis of the Resulting Data. University of Minnesota, Minneapolis, MN.

Document préparé par le *Committee on Heat Penetration de l'Institute for Thermal Processing Specialists*, et approuvé pour publication le 10 novembre 1995.

IFTPS

L' *Institute for Thermal Processing Specialists* est une organisation à but non lucratif fondée aux seules fins de promouvoir l'éducation et la formation des personnes intéressées aux procédés, aux techniques et aux exigences réglementaires du traitement thermique de tous les types d'aliments ou autres substances. Elle veut aussi communiquer des informations à ses membres et aux autres organisations.

Le mandat des comités de l'IFTPS comporte , en partie, l'élaboration de protocoles destinés à être utilisés comme guide pour le travail des spécialistes du traitement thermique. Le présent protocole a été préparé par le *Committee on Temperature Distribution* et a fait l'objet d'une révision approfondie par les membres de l'Institut. Il a été approuvé par le conseil d'administration. **Il est permis de photocopier le présent document dans son entièreté pour l'utiliser.**

Pour obtenir des informations pour devenir membre de l'IFTPS, s'adresser à *l'Institute for Thermal Processing Specialists*, 304 Stone Road West, Ste. 301, Guelph, ON N1G 4W4, Canada, Téléphone 519 824 6774, Fax : 519 824 6642, courriel : info@iftps.org
