

## CHAPITRE 13, SUJET 3

### LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

Divers procédés et matériels 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 énoncées ci-après doivent être considérées comme des lignes directrices facultatives. Bien qu'il soit toujours possible de recourir à d'autres méthodes et moyens de collecte de données, il importe de préciser que les présentes lignes directrices ont été élaborées en collaboration avec l'*Institute for Thermal Processing Specialists* (IFTPS) et qu'il est par conséquent fortement recommandé d'adopter la méthodologie énoncée pour réaliser les essais de pénétration de la chaleur.

#### 1. DÉFINITIONS

t	Temps - Durée
t <sub>c</sub>	Temps ou délai de mise en régime de l'autoclave, 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 <sub>p</sub>	Temps ou durée de traitement, la période entre la fin de la période de mise en régime et l'interruption du chauffage
T	Température
T <sub>c</sub>	Température mesurée au centre du récipient ou zone froide
T <sub>r</sub>	Température dans l'autoclave
T <sub>w</sub>	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

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

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, variables (type de récipient, de produit, d'autoclave et conditions de traitement), 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 au moyen d'un thermomètre étalon à mercure ayant lui-même été étalonné au moyen d'un instrument traçable.
- 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 fait de platine) en présence d'une augmentation de température.
- 2.8 *Dispositif de mesure de la température (DMT)*: Dispositif utilisé pour mesurer la température (thermomètre, thermocouple, sonde à résistance, thermistance).

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

- 2.9 *Thermistance* : DMT fait d'un matériau semiconducteur et dont la résistance varie fortement et non linéairement en fonction de la température. Les thermistances sont plus sensibles aux variations de température, même les plus faibles, que les thermocouples ou les sondes à résistance.
- 2.10 *Thermocouple* : DMT formé de deux conducteurs en métaux différents, reliés ensemble pour former un circuit électrique comportant deux jonctions entre lesquelles une faible tension thermoélectrique ou force électromotrice (f.é.m.) apparaît lorsqu'elles sont à des températures différentes.

### 3. MÉTHODOLOGIE

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 et les défaillances d'un tel traitement. L'essai doit donc être conçu pour permettre d'examiner d'une façon convenable et précise tous les facteurs critiques concernant le produit, l'emballage et le procédé de traitement, susceptibles d'influer sur la vitesse d'élévation de la température. Le nombre de récipients par essai et le nombre d'essais sont des paramètres importants qui permettront de déterminer la variabilité statistique, et sont expliqués aux paragraphes 5.11 et 5.12. Avant qu'un essai de pénétration de la chaleur ne soit entrepris, il importe de procéder d'abord à une évaluation de la distribution de la chaleur et du taux de transfert thermique dans l'autoclave, évaluation appelée *Heat or Temperature Distribution Study* dans le document publié par l'IFTPS en 1992. L'objectif consiste, entre autres, à identifier le pire cas de comportement thermique susceptible de survenir dans des conditions de production commerciales, suivant le produit, l'emballage ou le procédé de traitement.

### 4. FACTEURS INFLUANT SUR LE COMPORTEMENT THERMIQUE

Plusieurs facteurs relatifs au produit, au procédé de traitement, à l'emballage et au dispositif de mesure

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

peuvent influencer sur les données temps-température recueillies au cours d'un essai de pénétration de la chaleur. L'établissement d'une marche à suivre nécessite un bon jugement de même que des données expérimentales justes, qui permettront de déterminer quels sont les facteurs 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 le présent article est longue mais non exhaustive. Des données quantitatives sur la variabilité doivent être consignées au besoin et toutes les données pertinentes doivent être documentées pour permettre de mieux comprendre et expliquer les variations possibles du comportement thermique.

### 4.1 *Produit*

- 4.1.1 La constitution du produit et le dosage des ingrédients doivent correspondre au pire cas susceptible de survenir dans des conditions de production normales. Une modification de ces paramètres peut nécessiter un nouvel essai de pénétration de la chaleur.
- 4.1.2 Le poids du produit au remplissage, dans le cas d'un 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 selon le type et la concentration de l'agent épaississant (amidon, gomme, etc.), la température et la vitesse de frottement. Les modifications peuvent être réversibles ou non, ce qui peut revêtir une importance au moment de la reprise du traitement.

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

- 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 critique 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, ne plus réagir qu'au chauffage 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 le dosage des ingrédients peuvent être à la source d'un changement de comportement thermique d'un produit à une température et à un moment donnés. Il importe donc de bien cerner et de

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

surveiller les caractéristiques spécifiques du traitement et du produit, susceptibles d'influer sur la vitesse d'élévation de la température 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 et sur la résistance microbiologique, et doivent donc être consignées.
- 4.2 *Réceptient*
- 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 réceptient ainsi que sur le traitement proprement dit.
- 4.2.2 Le type (boîte métallique, contenant de verre, sachet stérilisable, contenant semi-rigide), la taille et les dimensions du réceptient doivent également être consignés.
- 4.2.3 Le fait d'emboîter les petits réceptients peut influencer sur le comportement thermique. Dans le cas d'autoclaves à chargement pêle-mêle (sans supports ni séparateurs), des essais de pénétration de la chaleur doivent être effectués et sur des réceptients empilés et sur des réceptients individuels.
- 4.2.4 Dans le cas des réceptients rigides, les renseignements concernant le vide ou l'espace libre doivent être consignés. Dans le cas des réceptients semi-rigides et des emballages souples, il importe de déterminer le volume de gaz résiduels contenus, les gaz piégés pouvant créer une couche isolante dans le réceptient, susceptible de déplacer la zone froide et de réduire la vitesse d'élévation de la température. Des surpressions contrôlées en cours de traitement permettent de diminuer ces effets.
- 4.2.5 L'épaisseur des emballages souples (sacs) a une influence directe sur la température de la zone froide, les emballages les plus épais chauffant plus lentement. Les essais de pénétration de la chaleur doivent être effectués avec des emballages ayant l'épaisseur maximale spécifiée.

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

- 4.2.6 La position (horizontale ou verticale) des récipients dans l'autoclave peut constituer un facteur critique dans le cas de certaines combinaisons produit/emballage, et cet aspect devrait être examiné au besoin. Une modification de la position des récipients peut influencer sur les besoins de ventilation et le délai de mise en régime.
- 4.2.7 Les récipients d'essai doivent être soumis à un examen après traitement aux fins de recherche d'anomalies, une attention particulière étant apportée aux récipients pour lesquels la vitesse d'élévation de la température a été la plus rapide et la plus lente. 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 les paramètres de pénétration de chaleur (temps mort, délai de mise en régime de l'autoclave). Elle peut donc constituer un facteur critique, particulièrement pour les produits présentant une courbe brisée de pénétration de la chaleur.
- 4.3.2 Le poids au remplissage et le poids net du produit peuvent influencer sur la vitesse d'élévation de la température, 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 dossiers 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 contrôler l'espace libre simplement en déterminant le poids net du produit, en raison des variations possibles de la densité de ce dernier. Il importe de veiller à ne pas introduire d'air dans le récipient, qui pourrait avoir une incidence

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

sur le volume non occupé par le produit dans ce dernier. Dans le cas des autoclaves rotatifs, l'espace libre dans les récipients est un facteur critique puisqu'il favorise le mélange du produit pendant l'agitation.

- 4.4 *Fermeture et scellement* : Les récipients doivent être fermés et scellés hermétiquement pendant toute la durée du traitement. Dans le cas des produits en conserve, on recommande que le vide appliqué pour fermer et sceller les boîtes et les pots se situe entre 35 kPa et 70 kPa (10 po et 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 du matériel de fermeture et de scellement influent sur la valeur du 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, la valeur 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 significative sur la vitesse d'élévation de la température des produits traités. Les rapports des essais de pénétration de chaleur doivent faire référence au type d'autoclave ainsi qu'aux 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 de la chaleur. Des autoclaves de laboratoire peuvent être utilisés lorsqu'il s'agit de travaux d'étude 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 contrevérifié dans un autoclave de production approuvé.
- 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

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

circulation pour ces derniers, et garantir que l'épaisseur maximale des sacs 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 la transmission 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)), la position 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 à ce qui se produit dans le cas d'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 la vitesse d'élévation de la température est la plus basse. Une étude détaillée sur la position des récipients dans l'autoclave peut s'avérer nécessaire. Au cours de l'essai initial, on recommande de colliger les données à très courts intervalles (15 s), en particulier dans le cas de fluides visqueux, dont la zone froide peut se déplacer en cours d'agitation, rendant erronés les signaux captés par l'élément thermosensible. Les bagues collectrices doivent être nettoyées et l'étalonnage des thermocouples vérifié à intervalles réguliers. Les facteurs critiques dans le cas des autoclaves rotatifs sont les suivants : l'espace libre, 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 la calandre 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 y colliger des données relatives à la pénétration de

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

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, ou encore à des simulateurs de procédé.

### 5. MESURE DE LA TEMPÉRATURE ET COLLECTE DE DONNÉES

- 5.1 *Système de collecte de données* : La précision du système de collecte de données utilisé pour les essais de pénétration de la chaleur aura une incidence sur les valeurs affichées par les dispositifs de mesure de la température. Les consigneurs 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 l'inexactitude des données relevées.
- 5.2 *Type de thermocouples* : Les DMT les plus couramment utilisés sont des thermocouples doubles de type T (cuivre/constantan), à isolant en téflon, généralement constitués de fils souples (de grosseur 20, 22 ou 24) et d'aiguilles rigides. On trouvera des détails sur les thermocouples et les connexions dans les documents préparés par Bee et Park (1978) et par 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 associées à l'utilisation de connecteurs et de fils de rallonge, notamment l'écart de f.é.m. entre les thermocouples, les connecteurs et les fils de rallonge, la différence de température entre deux jonctions, 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 dégraissant à métaux afin d'assurer un bon contact électrique et prévenir les erreurs de lecture. Les mêmes principes s'appliquent pour les sondes à résistance et les thermistances.

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

- 5.4 *Étalonnage des thermocouples* : Les thermocouples doivent être étalonnés au moyen d'un étalon traçable (thermomètre, sonde à résistance, thermistance). Des imprécisions de mesure de la température peuvent être la cause d'erreurs dans l'évaluation du procédé; pour cette raison, un étalonnage régulier est nécessaire pour assurer l'acquisition de données fiables. Les facteurs susceptibles d'influer sur l'étalonnage sont les suivants : des bagues encrassées ou usées, des jonctions incorrectes, l'oxydation des éléments métalliques, un trop grand nombre de connecteurs sur un fil, une compensation inadéquate des jonctions froides par le consignateur de données. Par conséquent, les thermocouples doivent être étalonnés sur place, comme partie intégrante du système de collecte de données. Voici quelques précautions à prendre lorsqu'on a recours à un système d'acquisition de données avec dispositif thermosensible de mesure de la température : éviter le plus possible les connexions multiples sur un même fil, nettoyer les connexions, assurer la mise à la terre des thermocouples et des dispositifs d'enregistrement, faire une incision dans la gaine isolante des thermocouples, à l'extérieur de l'autoclave, afin d'éviter l'arrosage du consignateur et du dispositif d'enregistrement de données (voir les illustrations dans les documents de référence NFPA 1985 et ASTM 1988), et utiliser des fils 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, ce qui doit être vérifié une fois l'essai terminé. Les jonctions thermosensibles doivent être insérées dans la partie du produit et dans la zone du contenant les plus lentes à se réchauffer. Il importe d'insérer le thermocouple dans le produit de manière à ne pas déplacer 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. Des thermocouples rigides et souples peuvent être introduits 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 flexibles, on trouvera dans le document de référence NFPA 1985 des illustrations montrant le positionnement d'un thermocouple dans un

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

produit constitué de particules solides, de même que divers dispositifs de fixation de thermocouples servant à retenir ces derniers 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 procédant au pesage du contenant avant et après le traitement afin de vérifier s'il y a eu modification du poids brut. Si des fuites causées par un montage défaillant du thermocouple sont décelées, les données colligées relatives au récipient en question doivent être rejetées. Nota : On trouvera dans le document *Correction Factors for Heat Penetration Thermocouples* (Ecklund, 1956) des facteurs de correction des données relatives à la pénétration de la chaleur, établis pour compenser les erreurs associées aux puits thermométriques non saillants, en acier inoxydable. Même si on n'en fait pas mention dans le document, les mêmes principes peuvent s'appliquer dans le cas d'autres types de raccords de montage.

- 5.6 *Type de récipients et leur disposition dans l'autoclave* : Le type et la dimension des récipients utilisés pour les essais de pénétration de la chaleur doivent correspondre à ceux des récipients servant à contenir le produit commercial. Les méthodes de supportage et de chargement des récipients rigides (boîtes métalliques), des récipients semi-rigides (plateaux et gobelets) et des emballages souples (sacs) doivent être similaires aux pratiques commerciales. Les récipients d'essai doivent être disposés, dans l'autoclave, dans la zone où la vitesse d'élévation de la température est la plus lente, ce qui est habituellement déterminé par des essais visant la distribution de la chaleur et le taux de transfert thermique.
- 5.7 *Température du fluide de chauffage* : Les DMT utilisés doivent être placés de manière à ne pas être en contact direct avec les supports ou les récipients, et doivent être repérés 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 : un situé à proximité de l'élément sensible du thermomètre à mercure de l'appareil, l'autre

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

monté près des récipients d'essai. Un troisième thermocouple devrait également être monté 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 dans l'autoclave en cours de traitement auront une incidence sur la dilatation des récipients et emballages du fait qu'elles limiteront la dilatation des gaz contenus dans l'espace libre. Ceci peut, d'une part, favoriser la transmission de la chaleur aux aliments contenus dans des récipients semi-rigides et dans des emballages souples, mais d'autre part, gêner l'agitation dans un autoclave rotatif en limitant le volume de l'espace libre. Dans les autoclaves à mélange vapeur/air, les conditions de surpression sont aussi liées à la teneur en vapeur du fluide de chauffage 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 dans des conditions de pression normale et non de surpression, il peut se produire une dépression à l'intérieur de certains récipients au moment de la réduction de la pression de la vapeur à la fin du traitement, résultant en une diminution accélérée de la température du contenu de ces récipients, lorsqu'il s'agit d'aliments liquides.

5.9 *Détermination de l'emplacement de la zone froide* : L'emplacement de la zone où la vitesse d'élévation de la température est la plus lente, ou zone froide, dans un récipient est un facteur critique à prendre en considération au moment de l'établissement d'un procédé de traitement. Pour un produit à chauffer par conduction, contenu dans une boîte métallique cylindrique avec 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 significatif si le rapport hauteur/diamètre du récipient est faible. Dans des boîtes cylindriques verticales 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 une courbe brisée de pénétration de la chaleur, la zone froide peut se déplacer pendant le

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

traitement thermique en raison de la modification des propriétés physiques du produit. 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 la plus lente à se réchauffer pour toute 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 le thermocouple est introduit à un endroit différent. 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. Il importe de déterminer le «pire cas» susceptible de se produire en cours de production. La détermination de la zone froide d'un produit nécessite un bon jugement, basé sur l'expérience antérieure d'un certain nombre d'essais du même genre.

- 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 (10) thermocouples fonctionnels (voir la norme NFPA 1985). Si l'autoclave utilisé ne peut satisfaire à cette exigence, l'essai devrait être subdivisé en conséquence.
- 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 justifier la variabilité des paramètres, d'un essai, d'un produit, d'un récipient et d'un procédé à un autre. Une fois terminés les essais préliminaires de détermination de l'emplacement de la zone froide et déterminés tous les facteurs critiques, on recommande de reprendre complètement chaque essai au moins deux fois. Si les résultats de ces deux essais montrent 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 du tracé des courbes de chauffage et de refroidissement et/ou des

## LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR

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

On trouvera ci-après une liste non exhaustive des détails et des paramètres relatifs aux essais de pénétration de la chaleur, 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.

#### 6.1 *Avant essai*

##### 6.1.1 Caractéristiques du produit

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

6.1.1.2 Composition du produit, dosage et répartition du 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 de fabrication 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

6.1.2.6 Caractéristiques d'emboîtement

6.1.2.7 Emplacement de la zone froide

##### 6.1.3 Matériel de collecte de données et méthodologie

6.1.3.1 Désignation du système consignateur de 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

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

- 6.1.3.5 Vérification de la précision de mesure des thermocouples montés dans le fluide de chauffage, à l'aide d'un étalon de référence
- 6.1.3.6 Type, longueur, nom du fabricant et code de repérage 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
  - 6.1.4.4 Méthode de remplissage (comparée au procédé commercial)
- 6.1.5 Méthode de scellement
  - 6.1.5.1 Type de matériel de scellement
  - 6.1.5.2 Réglages de durée, de pression, de température et de 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 de chauffage (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 relative à l'évacuation des gaz
  - 6.1.6.8 Numéro de désignation
- 6.1.7 Chargement de l'autoclave
  - 6.1.7.1 Détails de chargement et de supportage
  - 6.1.7.2 Emplacement des récipients d'essai (zone la plus longue à réchauffer)
  - 6.1.7.3 Position des récipients
  - 6.1.7.4 Emplacement des thermocouples servant à mesurer la température à l'intérieur de l'autoclave
  - 6.1.7.5 Données sur l'utilisation de récipients de lestage (dans certains autoclaves)
  - 6.1.7.6 Intervalle de temps retenu pour le système de collecte de données

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

- 6.1.8 Renseignements supplémentaires
  - 6.1.8.1 Date
  - 6.1.8.2 Désignation de l'essai
  - 6.1.8.3 Transformateur et emplacement
  - 6.1.8.4 Responsable(s) de la réalisation de l'essai de pénétration de la chaleur
  
- 6.2 *En cours d'essai*
  - 6.2.1 Identification de l'essai
  - 6.2.2 Température initiale du produit au moment où commence le cycle de stérilisation
  - 6.2.3 Moment où débute le cycle de stérilisation
  - 6.2.4 Moment où l'évent se referme et température connexe, 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 requise pour la stérilisation
  - 6.2.7 Pression affichée sur un manomètre ou sur un transducteur étalonné
  - 6.2.8 Moment où débute le procédé de traitement
  - 6.2.9 Moment où commence le refroidissement (refroidissement par pression d'air, 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 essai*
  - 6.3.1 Poids net et poids brut du récipient (recherche de fuites)
  - 6.3.2 Épaisseur de l'emballage
  - 6.3.3 Emplacement du thermocouple et s'il est inséré ou non 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 position du récipient (chargement pêle-mêle)

**LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LA RÉALISATION  
D'ESSAIS DE PÉNÉTRATION DE LA CHALEUR**

**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. and 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, Institute for Thermal Processing Specialists*, et approuvé pour publication le 10 novembre 1995.

*Institute for Thermal Processing Specialists*  
P.O. Box 2764, Fairfax, VA 22031-0764  
Téléphone: (703) 591-1108 Télécopieur: (703) 591-5903