

### RÉSUMÉ

Depuis plusieurs années, le conditionnement en sachet plastique des endives a permis de mieux présenter le produit et surtout grâce à l'atmosphère modifiée de limiter les problèmes de verdissement. Pour bien maîtriser ce phénomène, il faut des caractéristiques de film précises et reconnaissables par les différents opérateurs. Un cahier des charges permet de fixer les caractéristiques attendues du film utilisé (fabricants) et ses performances possibles (utilisateurs). La mise en sachet ne résout pas tous les problèmes et il faut ajuster la durée de vie commerciale en fonction des contraintes du produit et du circuit.

### POLYPROPYLENE FILMS FOR WITLOOF-CHICORY PACKAGING: A SPECIFICATION SHEET FOR MODIFIED ATMOSPHERE?

*For several years now, packaging witloof-chicory in plastic bags has improved the presentation of the product and, more importantly, kept it from turning green thanks to modified atmosphere. In order to control this effect, the characteristics of the film should be clearly defined and recognisable for the various operators.*

*A specification sheet would make it possible to draw up the characteristics to be met (manufacturers) and the possible performances (users). Putting witloof-chicory in a bag does not solve all problems, and its commercial life should be adjusted according to the constraints related to the product and the distribution channel.*



Emballage des endives dans les sachets à atmosphère modifiée

Des films en polypropylène pour l'emballage des endives

## Un cahier des charges pour l'atmosphère modifiée ?

L'utilisation de sachets avec des films en polypropylène à perméabilité sélective, dit « sachet fraîcheur » est en forte croissance dans la commercialisation de l'endive et d'autres produits. Il représente aujourd'hui 90 % des sachets mis en marché pour l'endive. Son utilisation est destinée à améliorer la tenue du produit afin de satisfaire à la fois le distributeur et le consommateur.

Cependant, c'est un investissement de la part des producteurs qui peut-être réduit à néant voire provoquer des effets contraires à l'objectif de qualité recherché, en raison du choix d'un

mauvais sachet ou de conditions d'utilisation inadaptées.

Les films plastiques destinés à la réalisation d'atmosphères modifiées ont une perméabilité mesurée qui est utilisée pour l'obtention d'un mélange gazeux défini dans l'emballage (en rapport avec le produit conditionné, sa respiration à la température considérée, son poids, la surface du film ...).

Suivant les procédés de fabrication, la perméabilité des films en polypropylène biorienté (BOPP) micro-perforés est variable et entraîne des résultats différents sur un même produit.

FNPE\* : Fédération nationale des producteurs d'endives (62)



## Les éléments pour un cahier des charges

L'atmosphère modifiée en complément à l'action du froid améliore la conservation de l'endive en limitant les oxydations et les phénomènes de rougissement. À température ambiante, généralement constatée à l'étalage, l'atmosphère modifiée limite la croissance de l'axe et, si la teneur est très basse en oxygène, proche de 2 %, elle retarde le verdissement de l'endive. Cependant, si la teneur en oxygène s'abaisse trop (moins de 1 %), le produit engage un processus fermentaire qui va modifier le goût de l'endive.

Face à ce constat et s'appuyant sur les connaissances acquises par les fabricants et les travaux de recherche notamment menés par l'Inra (équipe de P. Varoquaux à l'Inra d'Avignon) et le Ctifl dans ce domaine, la FNPE a souhaité engager la double démarche suivante :

- Établir en relation avec les fabricants un cahier des charges définissant :
  - les caractéristiques de perméance des films ou sachet pour l'endive ;
  - une ou plusieurs méthodes de mesure et de contrôle de ces caractéristiques ;
  - des exigences de fiabilité de ces films et sachets

Le respect de ce cahier des charges par les fabricants leur permettra d'identifier leurs sachets par l'apposition d'un logo reconnu dans toute la filière endive.

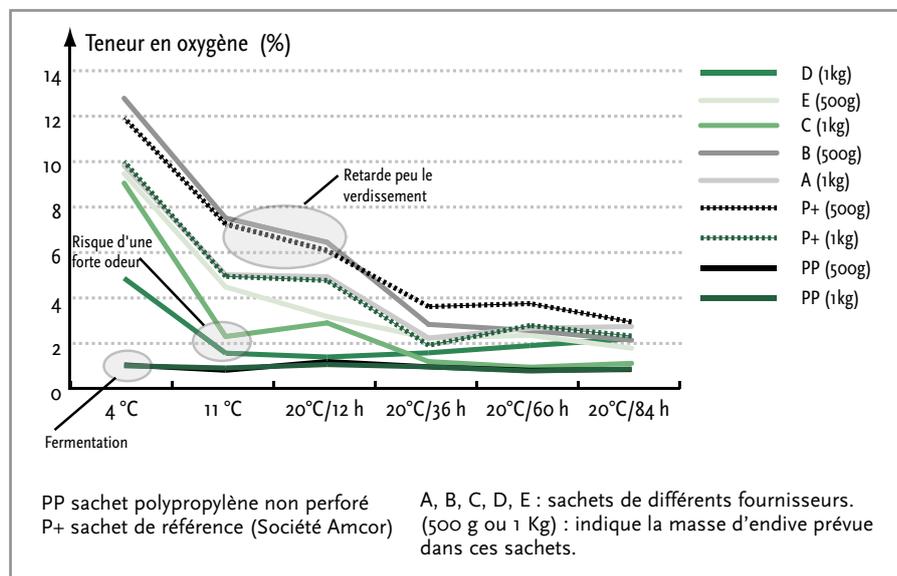
- Établir de manière complémentaire à ce cahier des charges, un Guide de bonne utilisation de ces sachets à tous les stades de la filière de production et de commercialisation des endives, de manière à faire bénéficier les consommateurs des avantages « fraîcheur » permis par ces sachets.

### Caractéristiques de perméance des films pour les endives

La perméance est le flux de gaz en mL diffusant au travers d'une surface de 1 m<sup>2</sup>, en 24 heures et pour une différence de pression partielle de 1 bar.

Dans le cas d'un échange par solubilisation et diffusion, le débit de gaz sera fonction des caractéristiques du polymère mais aussi de l'épaisseur du film. On parlera alors de perméabilité du film. La relation simplifiée est : Perméabilité = Perméance x Épaisseur.

**FIGURE 1**-Teneur en oxygène à l'intérieur de différents sachets selon la température de stockage (4 °C et 11 °C) et évolution à 20 °C. Caractéristiques du comportement des endives dans les sachets selon les teneurs observées



- En l'absence de perforation, l'équilibre gazeux à l'intérieur d'un sachet dépend des caractéristiques de perméabilité du film utilisé c'est-à-dire de son aptitude à laisser passer les gaz selon le différentiel entre l'intérieur et l'extérieur du sachet.
- Dans le cas de films micro-perforés, la perméabilité intrinsèque du film lui-même a moins d'importance car les échanges s'effectuent essentiellement par convection à travers les trous, d'où l'intérêt de la qualité des micro-perforations

### Sachets en polypropylène

La perméabilité du polypropylène est trop faible pour satisfaire la conservation de l'endive sans entraîner des phénomènes de fermentation dès l'élévation de la température. Il est donc nécessaire de réaliser des microperforations.

Pour des problèmes de résistance mécanique et de fiabilité, les sachets seront réalisés à partir de films en polypropylène biorienté (BOPP) d'une épaisseur minimale de 35µ.

Les résultats des recherches faites sur les effets de l'atmosphère modifiée sur la conser-

vation des endives (Marle, Scandella et col.) montrent que pour ces sachets réalisés à partir de films en polypropylène micro-perforés, l'atmosphère à obtenir est d'environ 2 % d'oxygène et 16 à 18 % de gaz carbonique dans un délai de 12 à 24 heures suivant la mise à une température de 20 °C.

L'expérience indique également que l'équilibre gazeux après stabilisation à 11-12 °C doit être compris entre 2,5 et 5 % d'oxygène (FIGURE 1). En dessous de 2,5 % d'oxygène à 11-12 °C, le risque de fermentation et de modification du goût devient trop important lorsque le produit est placé à 20 °C dans les rayons.

La perméance des sachets en polypropylène micro-perforé pour réaliser cette atmosphère sera de :

- 1 000 à 1 150 mL d'O<sub>2</sub>/sachet/jour/atm pour des sachets de 1 kg d'endives ;
- ou de 650 à 800 mL d'O<sub>2</sub>/sachet/jour/atm pour des sachets de 500 g d'endives

Il est également usuel d'exprimer la perméance par unité de surface (TABLEAU 1). Nous avons défini une perméabilité minimale en dessous de laquelle le risque de fermentation existe si les endives sont ex-

**TABLEAU 1**-Perméances optimale et minimale pour les sachets (exprimée en mL d'O<sub>2</sub>/m<sup>2</sup>/jour/atm) selon la masse d'endives

Contenance du sachet	Perméance (mL d'O <sub>2</sub> /m <sup>2</sup> /jour/atm)	
	Optimale	Minimale
1 kg d'endives	de 7 500 à 8 500	6 000
500 g d'endives	de 6 500 à 8 000	5 000

posées plusieurs jours à une température de 20 °C ou plus (TABLEAU 1).

### Autres polymères

L'utilisation de sachets à base d'autres polymères est envisageable notamment des complexes multicouches.

Il n'est par contre pas possible de définir avec précision, l'équilibre gazeux et la perméance souhaitable sans expérimentation préalable.

### Méthodes de mesures

#### des perméances

Les performances des sachets par rapport à ces objectifs peuvent être mesurées au moyen de plusieurs méthodes décrites ci-après.

### Méthode de simulation

Elle consiste à mesurer la composition du mélange gazeux dans le sachet contenant des endives à différentes étapes du circuit. La simulation du circuit thermique comporte :

- une phase de refroidissement du produit et le stockage chez le grossiste en entreposant le produit conditionné, à 4 °C pendant deux à quatre jours ;
- suivie d'un stockage en magasin à 11-12 °C pendant deux à trois jours ;
- et une mise en rayon à 20 °C pendant quatre jours avec des alternances de lumière (douze heures) et d'obscurité (douze heures). L'éclairage est réalisé à l'aide de néons (entre 600 et 700 lux).

La méthode se base sur le contrôle d'un minimum de deux fois dix sachets avec deux lots d'endives dans des conditions standards de simulation.

Les mesures et observations portent sur :

- l'évolution gazeuse (O<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub>) à chaque étape de la simulation : (4 °C, 11-12 °C, et 20 °C) ;
- l'évolution de la couleur des chicons après l'exposition à la lumière ;
- la fermentation du produit par une évaluation de l'odeur à l'ouverture du sachet après quatre jours à 20°C.

Les résultats montrent que le meilleur indicateur pour caractériser un sachet est l'évolution du taux d'oxygène mesuré après stabilisation à 11-12 °C puis durant la phase à 20 °C. L'évolution de la couleur est à l'opposé un très mauvais indicateur car des endives dans un sachet peuvent rester

visuellement très correctes et parfaitement jaune alors que leur qualité gustative est dégradée.

### Mesure de perméabilité

Les méthodes officielles normalisées (ASTMD 3985 et 1434) ne conviennent pas pour les films commerciaux micro-perforés.

On utilise la méthode directe de mesure de perméance appliquée par injection de gaz dans un sachet, mise au point par l'Inra d'Avignon (Reling et Gouble). Elle consiste à injecter dans un sachet commercial un mélange de type 21 % de CO<sub>2</sub> dans de l'azote et à suivre à l'aide d'un chromatographe l'évolution des concentrations en O<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub>. Connaissant le volume et la surface du sachet, on calcule les perméances respectives aux deux gaz.

Les mélanges gazeux choisis sont : 0 % O<sub>2</sub> et 21 % CO<sub>2</sub> pour un film micro-perforé et 0 % O<sub>2</sub> et 7 % CO<sub>2</sub> pour un film polypropylène, par exemple. Les sachets scellés sont ensuite entreposés à 23 °C (température choisie pour permettre la comparaison avec les valeurs de perméance fournies par le fabricant). La composition interne des gaz est contrôlée au temps 0 puis suivie à intervalles de temps réguliers à l'aide d'un micro-chromatographe en phase gazeuse. Conformément à la loi de Fick, il faut ajus-

ter les données expérimentales à un modèle exponentiel en fonction du temps. Pour le CO<sub>2</sub> on obtient, en considérant CO<sub>2e</sub> = 0, [CO<sub>2</sub>] = a.e<sup>-b.temps</sup>, avec a la teneur initiale en CO<sub>2</sub> dans le sachet et b le coefficient directement proportionnel à la perméance. Ce coefficient b est facilement calculé à l'aide d'un logiciel de calcul tel que *Excel* de Microsoft.

Pour l'O<sub>2</sub>, le logiciel *Excel* ne permettant pas l'ajustement exponentiel à partir de 0, on exprime les valeurs sous forme de l'équation [21-O<sub>2</sub>] = a.e<sup>-b.temps</sup> dans laquelle a est la différence 21-[O<sub>2i</sub>] à la fermeture du sachet et b le coefficient proportionnel à la perméance O<sub>2</sub> du sachet (film + fuite).

À partir du coefficient b (b = α A.kco<sub>2</sub>/V ou b = α A.ko<sub>2</sub>/V) on calcule les perméances kco<sub>2</sub> et ko<sub>2</sub> en introduisant le volume (mL) et l'aire (m<sup>2</sup>) du sachet multiplié par 24 pour exprimer les perméances en mL de CO<sub>2</sub> ou O<sub>2</sub>/m<sup>2</sup>/24h/atm.

### Mesure microscopique

Après repérage optique des perforations, on observe les caractéristiques suivantes : forme, dimensions, régularité) au microscope avec un grossissement de 200. Si les perforations sont régulières, un calcul de la perméance est possible connaissant le nombre et la perméance de chaque trou et celle du film.



Évaluation de la perméabilité par mesure de l'évolution gazeuse à l'intérieur d'un sachet



La perméance étant directement liée au nombre de perforations réalisées par unité de surface, c'est l'homogénéité de celles-ci qui est fondamentale.

Perméance du film (Pt) = Perméance intrinsèque (Pi) + Perméance des perforations (Pp)

### Mesure par détecteur de fuite

Cette mesure par variation de pression ou par gaz traceur (CO<sub>2</sub>) permet une détection de micro-fuites liées à la soudure mais peut aussi renseigner sur la perméance intrinsèque du film. La méthode est rapide et suivant la précision du détecteur (pression ou analyseur CO<sub>2</sub>) une approche de la perméance est possible.

### Choix de la méthode

Pour les sachets micro-perforés seule la méthode de mesure par injection de gaz dans les sachets (seconde méthode présentée), permet à la fois de s'affranchir des facteurs de variations liés au produit lui-même, et une mesure directe de la perméance des sachets.

En conséquence, c'est cette méthode qui sera utilisée pour tous les contrôles relatifs au respect du cahier des charges, les autres méthodes pouvant être utilisées à titre indicatif sans valeur contractuelle ni contradictoire.

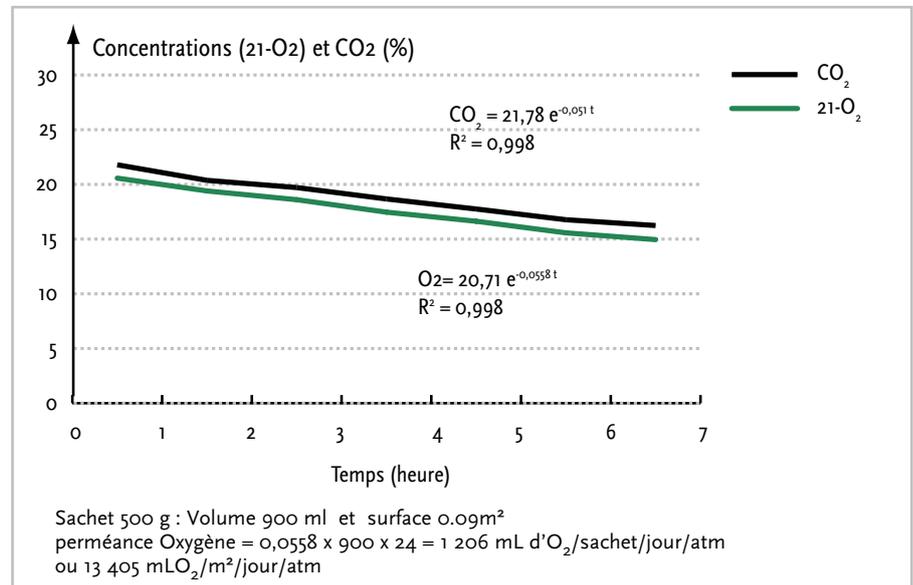
### Exigences de fiabilité

La perméance entre les sachets d'une même fabrication doit être la plus régulière possible. En effet, il n'est pas rare de constater indépendamment des problèmes de soudure, que dans certains sachets provenant d'une même origine, les endives verdissent très rapidement (en 24 heures) alors qu'elles se trouvent en situation d'anoxie dans certains autres.

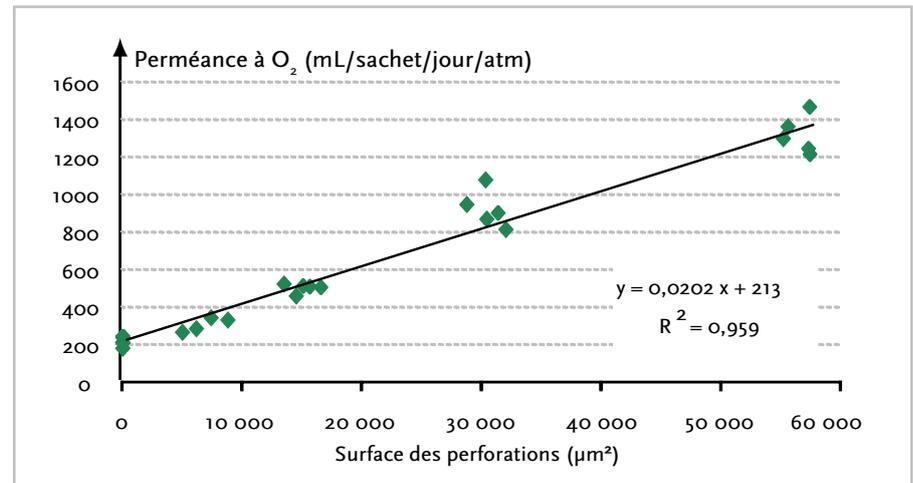
Les travaux de l'Inra d'Avignon, du Ctifl à St-Rémy et de la FNPE à Arras montrent que la qualité des techniques de perforations est responsable des variations de perméance des films et donc de la composition d'atmosphères très diverses dans les sachets.

La technique de perforation à l'aiguille froide provoque des déchirures du film sans enlever de matière ce qui amènera des possibilités d'effet « valve » en fonction de la pression ou tension du film. Avec l'aiguille chaude, des brûlures de forme et taille variables sont possibles.

**FIGURE 2**-Exemple d'évolution de la concentration en (21-O<sub>2</sub>) et CO<sub>2</sub> dans un sachet micro-perforé en fonction du temps à 23 °C, estimation de l'équation de la droite de régression et calcul de sa perméance



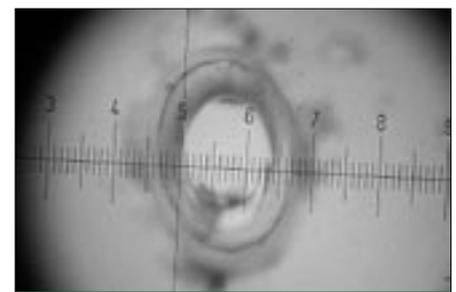
**FIGURE 3**-Perméance à l'oxygène par sachet en fonction de la surface totale des perforations. Courbe établie à partir de sachet de 500g d'endives et des microperforations au laser de 65 à 70 µm de diamètre



La technique « laser » bien calibrée induit une plus grande régularité dans la forme du trou mais cependant avec des circonférences quelquefois aléatoires pour des dimensions importantes (> 100 µm).

La technique laser autorise plus facilement cette performance sans pour autant déconsidérer les autres méthodes.

Le nombre et le positionnement étant déterminant pour la fiabilité des sachets, ces perforations devront être en nombre suffisant et calibrées de manière à ce que des obturations inopinées (étiquette de traçabi-



Mesure d'une perforation laser d'environ 65 µm x 75 µm à l'aide d'un microscope équipé d'un micromètre oculaire (au grossissement de 200 : 1 unité = 50 µm)

lité, anomalie de fabrication ...) ne puissent modifier trop sensiblement la perméance du sachet. Il apparaît qu'il est préférable d'avoir des perforations plus nombreuses par unité de surface et de taille située entre 50 et 80 µm par exemple plutôt que de 100µm (écart type plus faible).

La localisation des perforations peut aussi être importante. Elles sont actuellement réalisées en continu sur le film mais à terme, suivant les machines, elles pourraient constituer une « fenêtre de diffusion » bien identifiée sur le sachet.

En tout état de cause, la technologie utilisée doit permettre une régularité des perforations.

La variabilité entre sachets peut-être évaluée par des mesures sur au moins vingt sachets pris au hasard et sur lesquels on effectue une ou plusieurs mesures de contrôle précisées dans les paragraphes précédents (évolution de la teneur en oxygène, du verdissement, de la perméance par l'injection d'un gaz, ou par l'approche microscopique). Des valeurs seuils concernant les écart-types pourront être définies ultérieurement.

### Autres caractéristiques des sachets

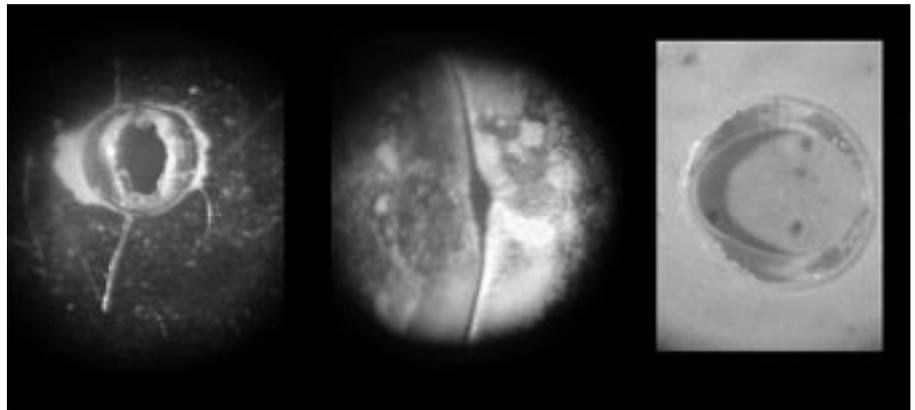
Les sachets devront en plus du respect des consignes de perméance, répondre à d'autres caractéristiques notamment :

- aux normes concernant le contact alimentaire ;
- aux exigences de traçabilité en particulier l'identification des sachets par le fabricant et le moyen de retirer du marché toute fabrication qui se révélerait non conforme ;
- aux exigences spécifiques aux opérateurs en ce qui concerne la forme du sachet, l'impression et la présence d'un anti-buée en s'assurant que ces spécificités ne modifient pas de façon conséquente les caractéristiques de perméance des sachets.

### Contractualisation des engagements

L'engagement des fabricants de sachets dans la démarche qualitative proposée doit être formalisé au moyen d'une convention ou d'un contrat à passer entre chaque fabricant et l'organisme fédérateur des producteurs-conditionneurs.

Cette convention devrait engager le fabricant demandeur :



Micro-perforations selon différentes techniques (à gauche pointe chaude, au centre pointe froide et à droite laser).

- à fournir les résultats des essais et/ou des mesures prouvant que les sachets répondent bien au cahier des charges ainsi que des échantillons qui serviront de référence à des tests éventuels ;
- à fournir pour chaque modèle de sachet répondant au cahier des charges une fiche de caractéristiques des emballages proposés comprenant notamment les éléments suivants (nature et épaisseur du film, perméance intrinsèque du film ; nombre, dimension et positionnement des perforations) ;
- à fournir les caractéristiques et un échantillon pour toute modification de fabrication ;
- à fournir les conditions particulières d'utilisation de leur sachet afin de pouvoir l'introduire dans le guide de bonne utilisation (température de stockage, de scellage ...) ;
- à identifier les sachets de leur fabrication par leur marque et à assurer la traçabilité de leur lot de fabrication.

En contrepartie de ces engagements, l'organisme représentatif des utilisateurs pourrait :

- autoriser le fabricant à apposer sur tous les lots de sachets présentant les caractéristiques requises, un logo attestant du respect du cahier des charges ;
- procéder ou faire procéder à tout moment par un organisme habilité, à tous les contrôles de perméabilité selon la méthode retenue qui lui sembleront nécessaires pour s'assurer du respect du cahier des charges.

Le cas échéant le représentant des producteurs pourra sur la base des contrôles ainsi effectués, exiger du fabricant qu'il rappelle la totalité des lots contrôlés non conformes, voire, lui retirer totalement le droit d'usage du logo. ■

### Bibliographie

- RELING P., GOUBLE B., 2004.  
*Détermination de la diffusion des gaz O<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub> à travers des emballages plastiques.*  
cahier techn. Inra, 2004, 51 15-21
- MORAS P. VALLE S., 2003.  
*L'emballage sous film à perméabilité sélective.*  
Infos-Ctif n°196 27-31
- MARLE M., SCANDELLA D., 19973.  
*Limitation du verdissement des endives sur le rayon de vente.*  
Section Poster XIV<sup>e</sup> Biennale internationale de l'endive 20 juin 1997 Arras (France), 3p
- SCANDELLA D., MARLE M., LAVILLE J., 2001.  
*La conservation des chicons.*  
Infos-Ctif n°176 42-46



L'atmosphère modifiée convient pour différents types d'endives et conditionnement