

PROTOCOLE

PRISE EN MAIN DU VIEILLISSEMENT ACCÉLÉRÉ

Besoins produits & optimisation des emballages
CITEO x LIBio-ENSAIA

Introduction au vieillissement accéléré

Définition et intérêt

Le vieillissement accéléré consiste à exposer un aliment à des **conditions spécifiques** afin de reproduire, en un temps réduit, les altérations potentielles liées au vieillissement naturel. Cette technique permet d'anticiper les altérations que subira le produit durant sa conservation, tout en raccourcissant considérablement la durée d'observation nécessaire.

Cette méthode est particulièrement utile en phase de R&D, pour tester **de nouveaux emballages** ou pour évaluer le comportement **de nouveaux produits**. Elle est essentielle pour les denrées à longue durée de conservation dont l'évolution en conditions ambiantes peut nécessiter plusieurs mois, voire plusieurs années.

- Le vieillissement accéléré est un levier stratégique dans une démarche d'éco-conception. Il permet d'optimiser le couple produit-emballage, tout en réduisant de manière significative les délais d'observation.

Applications et limites du vieillissement accéléré

✓ Le vieillissement accéléré :

- Fonctionne pour des produits avec une DDM (Durée Durabilité Minimale) > à 4 semaines
- Se base sur des tests physico-chimiques ou sensoriels
- Nécessite 2 températures de conservation à minima
- Donne une réponse fiable en 3 à 6 semaines de conservation

✗ Le vieillissement accéléré ne fonctionne pas :


- Pour des produits avec une DLC (Date Limite de Consommation) < à 4 semaines, concernés par des problèmes microbiologiques ;
- Pour des produits normalement conservés à basse température (au froid) et/ou subissant un changement d'état dans les conditions de conservation accélérée (ex : fusion, transition vitreuse, etc.)

Facteur d'accélération

La méthodologie de vieillissement accélérée repose sur le calcul d'un **facteur d'accélération** (FA). Ce facteur exprime la **vitesse de vieillissement dans des conditions accélérées par rapport à des conditions normales**. Il varie en fonction des paramètres appliqués et du **type de dégradation** que l'on souhaite étudier (perte d'humidité, oxydation, brunissement, etc.).

Par exemple, un « facteur d'accélération de 5 » signifie :

5 semaines de conservation en conditions ambiantes = 1 semaine de vieillissement en conditions accélérées.

 **A noter** - Le facteur d'accélération est dépendant du produit analysé et de sa composition. Chaque produit a un facteur d'accélération spécifique.

RECOMMANDATION

- » Il est conseillé de ne pas dépasser un facteur d'accélération de 10. Au-delà la vitesse d'altération du produit risque d'être trop dénaturée et les résultats ne seront plus représentatifs du vieillissement normal du produit en conditions ambiantes.

La méthode pour obtenir un facteur d'accélération est détaillée à l'étape 5.

Protocole de mise en vieillissement accéléré

Prérequis : Matériel

Pour mettre en place une méthodologie de vieillissement accéléré, il est nécessaire d'avoir une **étuve** ou une **chambre de stockage régulée** en température et en hygrométrie.

Si l'équipement n'est pas disponible en interne, il est possible de faire appel à un laboratoire externe.

La méthodologie ci-dessous ne peut se faire que sous humidité et température contrôlées.


Etape 1 : Définir les objectifs de l'expérimentation

Il est essentiel de définir les objectifs des essais. Ils orienteront les choix des conditions techniques des essais pour la suite du protocole : tests analytiques, durée des essais, paramètres de vieillissement, etc.

Il est possible de simuler l'évolution d'un produit dans le temps pour 3 objectifs principaux :

- **Évaluer l'influence des performances barrières d'un emballage sur le comportement d'un produit** : il s'agit ici de comprendre comment un emballage influence la conservation du produit, en particulier sa sensibilité à l'humidité, à l'oxygène ou à la lumière.

- **Évaluer et ajuster la date de durabilité minimale (DDM) d'un produit** : cela permet d'affiner la durée de conservation affichée, éviter une DDM trop courte (générant un risque de gaspillage) ou trop longue (risquant une perte de qualité).
- **Tester une nouvelle formulation de produit** : dans le cas d'une modification de recette ou du développement d'un nouveau produit, cela permet d'évaluer la stabilité du produit, sa texture, sa sensibilité à l'oxydation, etc.

 Pour optimiser son **emballage** afin de répondre au juste besoin des produits, le protocole se concentre sur le vieillissement accéléré utilisé dans un but **d'étudier le comportement du produit en fonction des performances barrières apportées par l'emballage**.

Etape 2 : Elaborer le plan expérimental

Le plan expérimental permet de définir les paramètres techniques :

- Le nombre de produits et d'emballages à tester ;
- Les conditions de conservation choisies ;
- La fréquence des prélèvements (ex. : hebdomadaire, mensuelle, ...);
- La durée totale des essais, en fonction de la DDM et des prélèvements ;
- Les indicateurs de vieillissement à suivre, selon différents tests, comme :
 - Tests physico-chimiques (perte d'humidité, oxydation, texture, ...),
 - Tests sensoriels (notes de goût, odeur, texture, ...),
 - Tests microbiologiques.

Exemples de questionnements à se poser :

- Quel type de vieillissement je veux observer sur mon produit ? Quel test me permet d'observer ce vieillissement ?
- Combien d'emballages avec différentes perméabilités je veux tester ? Quelle quantité sera nécessaire pour conditionner tous mes produits ?
- Si je fais des tests sensoriels, quel sera l'effectif de mon panel – de combien ai-je besoin de produits pour chaque prélèvement ?
- Quelle est la durée de mon vieillissement (en fonction de la DDM pour la condition ambiante) ? A quelle fréquence je veux observer des changements ? Combien de prélèvements sont nécessaires ?

EXEMPLE SUR LE PROJET BEBAP (Besoins Barrières Produits)


Avec l'ENSAIA, nous avons mené une étude sur les besoins barrières des produits du secteur « Biscuits – Gâteaux – Panification ». Pour cela, nous avons établi un protocole de vieillissement accéléré, comme suit à titre d'exemple pour 1 référence produit :

- Nombre de référence produit testé : exemple → 1 référence de cookie
- Nombre d'emballages à perméabilités variables : 3 emballages
- Conditions de conservation : 2 (ambiante et accélérée)

Nombre de conditions différentes = 1 x 3 x 2 = 6

- Durée de vie des produits : 6 mois (DDM produit)
- Nombre et fréquence des prélèvements : mesure à J0 + 10 prélèvements à répartir sur 3 mois de vie du produit :
 - Ambiante à 20°C : t0j ; t14j ; t28j ; t40j ; t65j ; t90j.
 - Accélérée à 35°C : t7j ; t14j ; t30j ; t45j ; t60j.
- Analyse pour définir le facteur d'accélération : Mesure du gain ou de la perte de poids du produit à chaque prélèvement (exprimé en % (g/100g))
→ soit 3 produits pour chaque mesure (en triplicat), chacun emballé dans 3 emballages différents

**Nombre d'échantillons pour cette mesure de variation de poids
= 11 prélèvements x 3 échantillons x 3 emballages = 99 échantillons**

 **A noter** – D'autres analyses peuvent être réalisées afin d'observer plusieurs paramètres de vieillissement. Pensez à multiplier par le nombre d'échantillons nécessaires à chaque analyse.

- Tests complémentaires : 5 séances d'analyses sensorielles avec un panel de 15 jurés

**Nombre d'échantillons pour cette mesure
= 5 séances x 15 personnes x 6 conditions = 450 échantillons**

Total d'échantillons produits = 99 + 450 = 549 cookies

Etape 3 : Déterminer les conditions de vieillissement

Les conditions de vieillissement (température, humidité, etc.) doivent être définies en fonction du type de produit et ce que l'on souhaite étudier. Pour définir les conditions :

- Il est nécessaire d'avoir à minima 2 températures pour la comparaison. Idéalement pour définir le facteur d'accélération de son produit dans un premier temps, il est recommandé de tester avec 3 températures, par exemple : 25°C, 35°C et 45°C.
- Il est recommandé de ne pas dépasser une température de 45°C, au risque de fausser l'altération du produit.


EXEMPLE SUR LE PROJET BEBAP (Besoins Barrières Produits)

Nous avons défini des conditions spécifiques pour favoriser le vieillissement accéléré des produits du [secteur Biscuiterie - Gâteaux – Panification](#).

Ces paramètres mettent en jeu un **double effet d'accélération** du vieillissement avec la température et l'hygrométrie. Les conditions recommandées sont les suivantes :

- **Conditions ambiantes :**
 - Température : 20 °C
 - Humidité relative (HR) : 30 %
- **Conditions accélérées :**
 - Température : 35 °C (qui est un été chaud en France)
 - Humidité relative (HR) :
 - Faible 10 à 20 % va favoriser le dessèchement (rétrogradation, cristallisation) des produits humides ($a_w > 0,5$: ex. pain, madeleines, ...)
 - Forte 50 à 60 % va favoriser l'absorption d'humidité et le phénomène de plastification d'amidon sur des produits secs ($a_w < 0,5$: ex. cookies, biscuits, ...)

La valeur a_w , « water activity », est un paramètre qui traduit la proportion d'eau libre dans un produit.

 **A noter** - Ces conditions présentées sont différentes des conditions normées couramment utilisées pour les tests de caractérisation des emballages (25°C - 75% HR ; 38°C - 90% HR ; ...). L'objectif du projet était de définir des conditions adaptées aux produits testés.

Etape 4 : Procéder à la mise en vieillissement

Une fois l'ensemble des paramètres définis, il est possible de passer à **la partie opérationnelle de mise en vieillissement des produits** :

1. S'approvisionner en produits et en emballages selon les quantités définies ;
2. Conditionner les produits dans les différents emballages aux propriétés barrières variables ;
3. Mettre en vieillissement les produits en chambre de stockage sous température et humidité contrôlées ;
4. Assurer le suivi des indicateurs au cours du temps et réaliser les prélèvements selon le planning défini pour les tests analytiques ou les évaluations sensorielles.

L'ensemble des données collectées permettra de **définir un facteur d'accélération** spécifique à un produit ou une famille de produit avec une composition proche (ex : famille des produits biscuits à 5% d'humidité de type cookies).

Etape 5 : Déterminer le facteur d'accélération d'un produit

Pour déterminer le facteur d'accélération dans le cadre d'une optimisation d'emballage, il faut :

- Comparer l'évolution des dégradations des produits, en fonction des 2 températures et hygrométries choisies.

La majorité des cas en alimentaire ont une cinétique de dégradation d'ordre zéro (0) ou d'ordre un (1).


- Cas des cinétiques d'ordre zéro (0) : on observe une évolution linéaire.
Ex. en Annexe I avec une cinétique d'ordre 0 et le type de droites observées
- Cas des cinétiques d'ordre un (1) : l'évolution n'est pas linéaire, il faut basculer les données en log afin d'obtenir des droites.

- Calculer le facteur d'accélération (FA), selon la formule d'ordre 0 suivante :

$$FA = \frac{y \text{ T}^\circ \text{ accélérée}}{y \text{ T}^\circ \text{ ambiante}}$$

y : correspond à la pente des droites

Ex. en Annexe I


 **A noter** – Le facteur d'accélération intègre les notions d'énergie d'activation développées dans le modèle d'Arrhenius. Il est possible d'utiliser le modèle d'Arrhenius si l'hygrométrie n'est pas modifiée dans les tests de conservation accélérée, afin d'évaluer les effets de la température sur la vitesse de réaction.

Se référer à l'Annexe II

Etape 6 : Intégrer le vieillissement accéléré comme un outil dans vos travaux R&D

Une fois le facteur d'accélération déterminé pour un produit ou une famille de produit donné (avec une composition proche et non modifiée) et des conditions d'accélération données (T° et HR), il est réutilisable et **applicable pour tous les essais de vieillissement accéléré**.

L'intégration du vieillissement accéléré dans une démarche d'écoconception ouvre plusieurs perspectives :

- **Réduire les délais de tests** : en passant de plusieurs mois de vieillissement à quelques semaines pour simuler l'acceptabilité de différents emballages sur la conservation du produit.
- **Identifier le juste besoin en barrière du produit** : en observant l'influence des niveaux de barrières de l'emballage sur la conservation du produit, pour identifier les niveaux de barrières idéales à rechercher.
 *Ex. issu du projet BeBaP. – Le besoin de barrière à la vapeur d'eau du cookie pour se conserver 6 mois est inférieur à $10 \text{ g.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$*
- **Optimiser les emballages en fonction du besoin barrière** : en croisant les résultats des essais avec les données de perméabilités des matériaux, il est possible de choisir des emballages plus fins, plus simple, plus recyclage, etc.

Le vieillissement accéléré s'intègre à votre démarche d'optimisation des emballages et s'inscrit dans un enjeu global de réduction de l'impact environnemental.

Ce protocole vise à vous aider à mettre en place des travaux de R&D en simulant le comportement de couples produits-emballages dans un temps réduit : n'hésitez pas à le partager à vos équipes !

Annexe I – Exemple de détermination du facteur d'accélération

Exemple de calcul du facteur d'accélération pour des tranches de pain de mie

- Type de dégradation observée : changement de poids (exprimé en %)
- Températures/hygrométries de conservation : 20°C/30%HR et 35°C/10%HR
- Suivi dans le temps et prélèvement : 26 jours

Suivi dans le temps de l'indicateur de vieillissement des produits, à température ambiante et accélérée, et obtention d'une cinétique linéaire d'ordre zéro (Figure 1 et 2) :

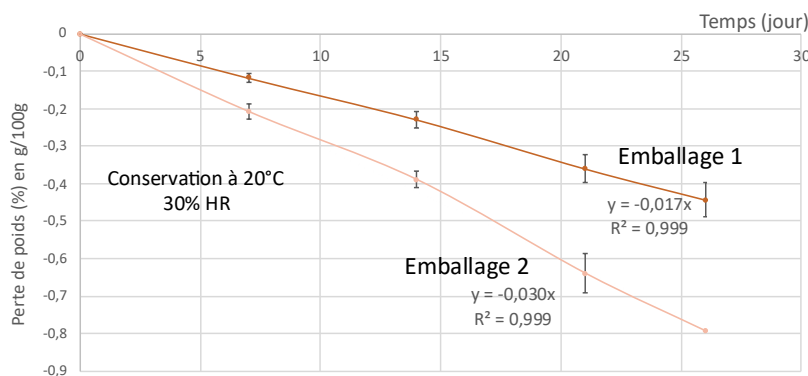


Figure 1 : Perte de poids du pain de mie dans deux emballages différents (1 et 2), conservé en conditions ambiantes à 20° C et 30% d'humidité relative (HR)

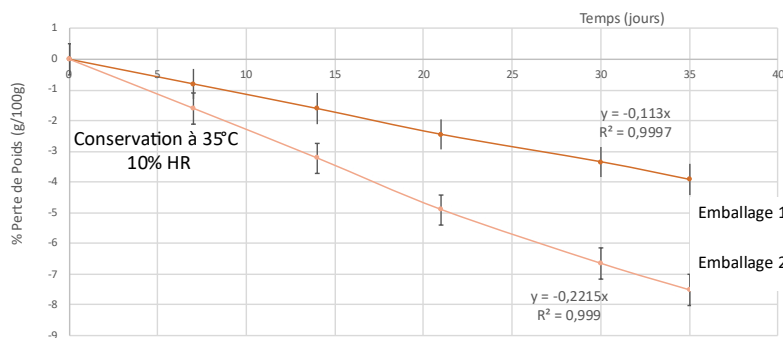


Figure 2 : Perte de poids du pain de mie dans deux emballages différents (1 et 2), conservé en conditions accélérées à 35° C et 10% d'humidité relative (HR)

Une comparaison des pertes de poids entre la conservation ambiante et accélérée révèle qu'après 26 jours de stockage, les échantillons de pain de mie sous emballage ont subi des pertes de masse en conditions ambiante (20°C) et accélérée (35°C).

Nous observons ainsi une perte d'eau plus importante par l'élévation de la température et la réduction de l'hygrométrie.

Pour calculer le facteur d'accélération, il faut utiliser la formule suivante :

$$FA = \frac{y \text{ T}^\circ \text{ accélérée}}{y \text{ T}^\circ \text{ ambiante}}$$

y : correspond à la pente des droites

Les pentes des droites de pertes de poids des produits sont :

- Produits dans l'emballage 1 : à 20°C 0,017%/j ; et à 35°C 0,113%/j
- Produits dans l'emballage 2 : à 20°C 0,03%/j ; et à 35°C 0,2215%/j

Dans ces conditions, le vieillissement du pain de mie est accéléré et le facteur d'accélération est le suivant :

$$FA_{\text{Emballage 1}} = 0,113/0,017 = 6,6$$

$$FA_{\text{Emballage 2}} = 0,2215/0,03 = 7,4$$

Nous pouvons en conclure que le facteur d'accélération moyen des pertes d'eau du pain de mie obtenu par la conservation accélérée est de 7. **Cela signifie qu'une semaine de conservation à 35°C/10%HR correspond à 7 semaines de conservation à 20°C/30%HR.**

Ce facteur d'accélération traduit à la fois l'effet de l'augmentation de température (réactions plus rapides) et de la diminution de l'hygrométrie de la salle de conservation (déshydratation plus rapide).

Annexe II – Modèle d'Arrhenius

Le modèle d'Arrhenius est un modèle voisin du calcul du facteur d'accélération si seule la température de conservation est modifiée (même hygrométrie dans les conditions de conservation normales et accélérées). Ce modèle permet de modéliser l'évolution d'une vitesse de réaction en fonction de la température.

Le modèle d'Arrhenius permet le calcul de l'énergie d'activation (E_a).

La vitesse de la réaction d'altération du produit $k(T)$ est définie, par la loi d'Arrhenius, comme suit :

$$k(T) = k_0 \exp (E_a/RT)$$

Avec : T = température ; k_0 = coefficient ; E_a = Energie d'activation ; R = Constante des gaz parfaits = 2 Cal.K⁻¹.mol⁻¹ dans l'air sec.

La détermination de l'énergie d'activation au moyen de tests de conservation à différentes températures permet de prévoir la vitesse d'altération à toute température comprise dans la gamme étudiée. Ce modèle est très utilisé dans les centres R&D d'entreprise et les laboratoires pour des conservations peu sensibles à l'humidité ambiante mais surtout à la température.

Direction IECR / R&D Ecoconception | Auteur : Florine Rollin | Février 2026

Le présent document demeure la propriété de CITEO Emballages Ménagers et Papiers Graphiques. Il est transmis à titre purement informatif et n'a pas valeur d'avis ou de recommandation technique et/ou juridique. Bien que tous les efforts aient été consentis pour s'assurer que les informations contenues dans ce document sont correctes et à jour, CITEO Emballages Ménagers et Papiers Graphiques décline toute responsabilité pour toute erreur ou omission. CITEO Emballages Ménagers et Papiers Graphiques ne garantit ni la pérennité ni l'exhaustivité des informations contenues dans ce document, au regard notamment, des évolutions et interprétations réglementaires en vigueur, de l'état de l'art et des dispositifs de la REP Emballages Ménagers et Papiers Graphiques. À ce titre, les détenteurs restent seuls responsables de l'utilisation de ce document.