

EVOLUTION DE CERTAINES CARACTERISTIQUES DES TISSUS ADIPEUX  
DE PORC AU COURS DU STOCKAGE A L'ETAT CONGELE

J.P. GIRARD, Ch. CASTANG, R. GOUTEFONGEA

Station de Recherches sur la Viande  
I.N.R.A. - THEIX  
63110 BEAUMONT

Pour différentes raisons liées aux conditions économiques du moment, de même qu'aux types de production pratiqués dans différents pays, l'industrie de transformation de la viande est amenée à utiliser fréquemment, pour la fabrication des pâtes servant à l'élaboration de produits carnés, des gras qui ont été conservés au moyen de la congélation pendant des durées variables.

De nombreuses recherches (SCHUT, 1968 - SAVIC et al., 1966 - TADIC 1966 - CHRISTIAN and SAFFLE, 1967) ont été entreprises dans le but d'étudier les caractéristiques physico-chimiques de gras de différentes origines (espèce, localisation anatomique) de les relier à leur aptitude à l'émulsification d'une part, et à la stabilité des émulsions obtenues avec ces gras d'autre part. Toutes ces études portant en général sur des tissus adipeux frais, nous nous sommes orientés vers l'étude de l'évolution de ces caractéristiques physico-chimiques en cours de stockage à l'état congelé dans différentes conditions de température et d'atmosphère afin de pouvoir par la suite les relier aux caractéristiques des émulsions élaborées avec des gras stockés dans ces conditions.

I - MATERIEL ET METHODES

1 - Congélation, stockage, décongélation

Les bardières (gras de dépôt dorsal) de porc sont prélevées 24 heures après l'abattage. Après découennage, elles sont découpées en morceaux de dimensions sensiblement égales d'environ 100 g. Une partie des échantillons est stockée sous cette forme tandis qu'une autre partie est broyée au hachoir à grille (trous de 3 mm de diamètre) et le stockage intervient alors sous forme hachée. Les échantillons sont alors placés dans des sacs de polyéthylène ; la moitié des sacs sont scellés sous vide à l'aide d'un ensemble Cryovac permettant d'atteindre une pression résiduelle

de l'ordre de 10 mm de Mercure, les autres échantillons sont conservés tels quels en contact avec l'air; Par la suite ces sacs sont placés dans trois chambres froides dont les températures sont respectivement + 3°C, - 10°C et - 20°C.

Les analyses sont effectuées, au bout des temps de stockage considérés après une période de décongélation de 24 heures à une température de + 5°C.

## 2 - Détermination physico-chimique

Après décongélation et hachage pour les échantillons conservés en morceaux, nous avons été amené, pour effectuer les différentes analyses, à extraire le gras du tissu adipeux par deux méthodes différentes et à comparer les résultats obtenus pour chacun des deux processus d'extraction

a - Méthode de FOLCH (1957), au mélange Méthanol-chloroforme (50/50 V/V) cette méthode présentant l'inconvénient d'être longue à réaliser.

b - Méthode de séparation par fonte de la graisse à une température de 105°C et pendant une période de deux heures.

- L'indice d'acide est déterminé en traitant la prise d'essai par de l'éthanol bouillant et par titration avec une solution de soude (N/10). Le virage est net pour un indice d'acide faible, mais d'appréciation beaucoup plus difficile dans le cas de gras présentant un indice d'acide élevé. L'indice d'acide est exprimé en milligramme de potasse.

- L'indice de peroxyde est déterminé après dissolution de la prise d'essai, dans le mélange chloroforme-acide acétique ( $\frac{1}{2}$  V/V) réaction avec l'iodure de potassium à chaud et dosage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (N/100).

- L'indice d'iode est déterminé après dissolution du gras dans le tétrachlorure de carbone, par la méthode de Wijs (WOLF, 1968), cet indice est exprimé en grammes d'iode par 100 grammes de gras.

- L'indice de benzidine : détermination de la D.O. à 350 m $\mu$  du complexe formé entre acétate de benzidine et composés carbonylés suivant la méthode UICPA (WOLF, 1968).

- L'estérification : une prise d'essai de 500 mg est dissoute par le mélange méthanol-chloroforme-acide sulfurique (47,5 % - 47,5 % - 5 %) est traité 3 h. à reflux à 70°C. Après un lavage à



l'eau pour éliminer l'acide sulfurique résiduel les esters méthyliques sont séchés sur sulfate de sodium anhydre, repris par 10 cc de chloroforme et analysés en chromatographie en phase gazeuse : garnissage de la colonne : B.D.S. (20 %) sur chromosorb W.A.W. longueur de la colonne : 3 m, diamètre : 1/8 pouce, températures : four 200°, injecteur 220°, détecteur 240°. Le chromatographe est un Girdel 3000 MC FF 2E équipé de deux détecteurs à ionisation de flamme permettant de travailler en différentiel.

## II - RESULTATS, DISCUSSION

### 1 - Dosage des acides gras libres présents dans les gras après décongélation

- La mesure de l'indice d'acide a été faite sur du gras broyé stocké à + 3°C pendant 18 jours pour les deux processus d'extraction décrits ci-dessus, et pour un seul mode de conservation : à l'air. La quantité d'acides gras libres formés pendant cette période augmente de manière presque linéaire avec le temps de stockage. La valeur de l'indice d'acide obtenue dans le cas de l'extraction suivant la méthode de FOLCH est toujours supérieure à celle trouvée par la méthode de fonte de la graisse ; l'écart entre les deux mesures étant reproductible et d'environ 0,1 mg de potasse. Ce fait est probablement dû à la perte d'acides gras volatils lors du processus de fusion. (Fig. 1 A).

A la vue des résultats obtenus par les deux précédentes méthodes, nous avons choisi pour les études concernant le stockage à - 20°C et à - 10°C, le processus d'extraction par fonte de la graisse, de mise en oeuvre plus rapide.

- Dans le cas de stockage à - 20°C sur du gras broyé conservé à l'air et sous vide, on constate tout d'abord que la quantité d'acides gras libérée augmente notablement pendant le premier mois de stockage, pour atteindre rapidement un palier et qu'elle évolue par la suite de manière beaucoup plus lente. On constate, que l'importance de la lipolyse est plus élevée dans les échantillons stockés sous-vide que dans ceux stockés à l'air libre (Fig. 2 A).

- Dans le cas du stockage à - 10°C on observe des évolutions du même type que dans le cas du stockage à - 20°C mais la lipolyse est plus importante à cette température plus élevée (Fig. 3 A).

### 2 - Evolution de la teneur en acides gras

On s'est attaché à suivre l'évolution des acides gras constituants majeurs du gras de dépôt : ces acides sont au nombre de six :

- Acide myristique C<sub>14</sub>

- Acide palmitique C<sub>16</sub>
- Acide palmitoléique C<sub>16</sub> 1 Δ
- Acide stéarique C<sub>18</sub>
- Acide oléique C<sub>18</sub> 1 Δ
- Acide linoléique C<sub>18</sub> 2 Δ

La proportion de chacun de ces acides gras constituants principaux de la bardière est variable avec le sexe, l'alimentation, les origines (KOCH et al., 1968); la teneur en chacun de ces acides varie également de la périphérie vers l'intérieur de la bardière. Aussi avons nous déterminé le pourcentage en chacun de ces acides à différents temps de stockage, ceci pour des gras de même origine, homogénéisés par broyage avant extraction et estérification. La surface de chacun des pics a été obtenue par intégration mécanique. Pour effectuer ces dosages dans le temps le plus bref, toutes les caractéristiques déterminées évoluant rapidement après décongélation, nous n'avons pas procédé à une saponification avant l'estérification, traitement préférable, pour l'étude quantitative, à la trans-estérification utilisée.

Nos résultats sont rassemblés dans le tableau I.

On note que le C<sub>18</sub> 2 Δ a tendance à régresser, le C<sub>18</sub> 1 Δ augmentant faiblement. L'atmosphère de conservation à l'air ou sous vide, ne semble pas dans nos conditions expérimentales, influencer sur l'évolution de la composition en acides gras.

### 3 - Indice de peroxyde et composés carbonylés

- Indice de peroxyde (Fig. 4 B)

La valeur de cet indice augmente en fonction du temps de stockage et ceci dans les deux cas (- 10°C et - 20°C), mais nos résultats ne permettent pas de mettre en évidence une différence notable de formation de peroxydes liée au mode de stockage (à l'air ou sous-vide)

- Indice de Benzidine (Fig. 5 C et 6 C)

Cet indice a été déterminé pour des températures de stockage de - 20°C et de + 3°C. Après une période d'évolution lente, la réaction de formation des composés carbonylés tend à s'accélérer dès le 7e jour pour un stockage à + 3°C et dès le 3e mois pour un stockage à - 20°C. La quantité de composés carbonylés formée est plus importante quand le stockage a été réalisé à l'air.

### 4 - Etude de l'insaturation (Indice d'iode) (tableau II)

Cet indice a également été mesuré pour les deux méthodes de stockage et les deux températures de - 20°C et + 3°C. A + 3°C on observe



une diminution du degré d'insaturation à partir du 3<sup>e</sup> mois ; ce fait est à mettre en relation avec la diminution de la proportion de  $C_{18}^2 \Delta$  observée dans l'étude par chromatographie en phase gazeuse.

### CONCLUSION

L'évolution des principales caractéristiques chimiques des constituants du gras de dépôt dorsal de porc en cours de stockage peut se résumer ainsi.

- Le fait quantitativement le plus important est constitué par la libération d'acides gras consécutive à la lipolyse. La quantité d'acides gras libres augmente avec le temps de stockage dans toutes les conditions réalisées, mais est plus importante à  $-10^{\circ}\text{C}$  qu'à  $-20^{\circ}\text{C}$  ; la quantité d'acides gras libérés au cours du stockage sous-vide est supérieure à celle observée au cours du stockage à l'air.

- On note également une diminution du degré d'insaturation des acides gras à longue chaîne qui se traduit globalement par la diminution de l'indice d'iode au cours du stockage et par la réduction de l'importance relative du  $C_{18}^2 \Delta$  parmi les composants du tissu adipeux.

- La formation de composés carbonylés augmente également avec le temps de stockage, après une période de latence. Le stockage à l'air favorise cette formation.

Les résultats de cette étude descriptive des phénomènes chimiques ayant lieu au cours du stockage, s'ils précisent la cinétique de certaines évolutions et l'influence de la température, ne permettent pas de conclusions nettes concernant l'emploi du stockage sous vide.

Ceci est probablement dû à une imperméabilité insuffisante des sachets utilisés qui n'a pas permis de conserver tout au long de la période de stockage, le vide initial. Certains points seront précisés en utilisant un matériau plus imperméable et un vide initial plus poussé.

Cette étude devra être complétée par l'examen de l'évolution de certaines propriétés physiques des tissus adipeux dans les mêmes conditions et nous pourrons alors tenter d'établir les relations existantes entre les caractéristiques physiques et chimiques des gras et les qualités des émulsions élaborées à partir de ces tissus (émulsification et stabilité).

Ce travail a été réalisé avec la collaboration technique de  
C. DENOYER.

TABLEAU I

EVOLUTION EN COURS DE STOCKAGE DE LA COMPOSITION EN ACIDE GRAS DE LA BARDIERE DE PORC

Durée de stockage	Température	Atmosphère	C <sub>14</sub>	C <sub>16</sub>	C <sub>16</sub> <sup>1Δ</sup>	C <sub>18</sub>	C <sub>18</sub> <sup>1Δ</sup>	C <sub>18</sub> <sup>2Δ</sup>
0			1,6	25	1,9	14	45	11
1	- 10°C	Air						
		S/vide						
	- 20°C	Air	1,5	24	1,7	17	45	12
		S/vide	1,5	25	1,8	15	44	12
2	- 10°C	Air						
		S/vide						
	- 20°C	Air	1,5	25	1,9	16,4	43,3	11,2
		S/vide	1,5	25	1,9	15	46	10
3	- 10°C	Air	1,6	24	2,1	13	45	12
		S/vide	1,6	23	2	14	46	12
	- 20°C	Air	1,6	26	2	17	42	12
		S/vide	1,5	25	1,9	14	46	12
6	- 10°C	Air	1	22	2,2	13	48	11
		S/vide	1,4	24	2	14	46	10
	- 20°C	Air	1,2	22	2	14	50	10
		S/vide						
12	- 10°C	Air	1,6	26	2,5	13	46	8
		S/vide						
	- 20°C	Air	1,3	26	2,3	13	47	8
		S/vide	1,3	26	2,2	18	44	8
18	- 10°C	Air						
		S/vide	2	24	1,5	17	42	10
	- 20°C	Air	1,4	24	1	18	44	8,6
		S/vide	1,7	20	1,9	18	47	8,5
22	- 10°C	Air	1,4	22	2,1	12	49	10
		S/vide	2,5	21	3	10	52	8,8
	- 20°C	Air	1,9	24	3,6	12	47	8,6
		S/vide	2,2	21	2,9	11	50	10



TABLEAU II

## INDICE D'IODE

	Temps de stockage	t = 0	t = 1 mois	t = 2 mois	t = 3 mois	t = 6 mois	t = 18 mois	t = 22 mois
Indice d'iode	- 20° Air	66,8	66,9	66,9	66,7	65,8	63,9	64
	- 20°C sous vide		66,5	66,3	66,8	66,2	63,8	63,6
Indice d'iode	Temps de stockage	t = 0	t = 4 jours	t = 7 jours	t = 13 jours	t = 18 jours		
	+ 3°C	66,8	67,1	66,5	66,9	66,2		

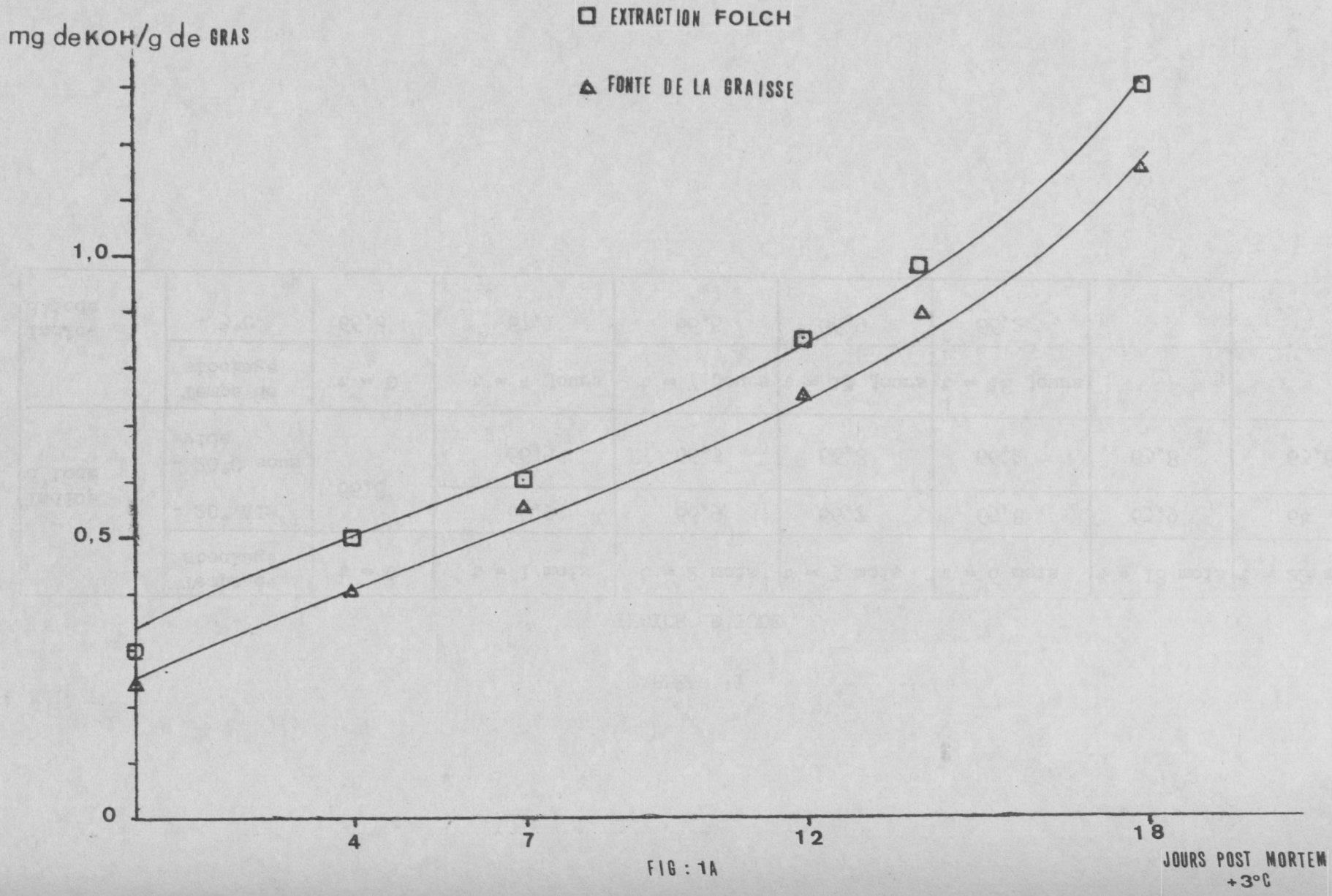


FIG : 1A

JOURS POST MORTEM  
+3°C



- 853 -

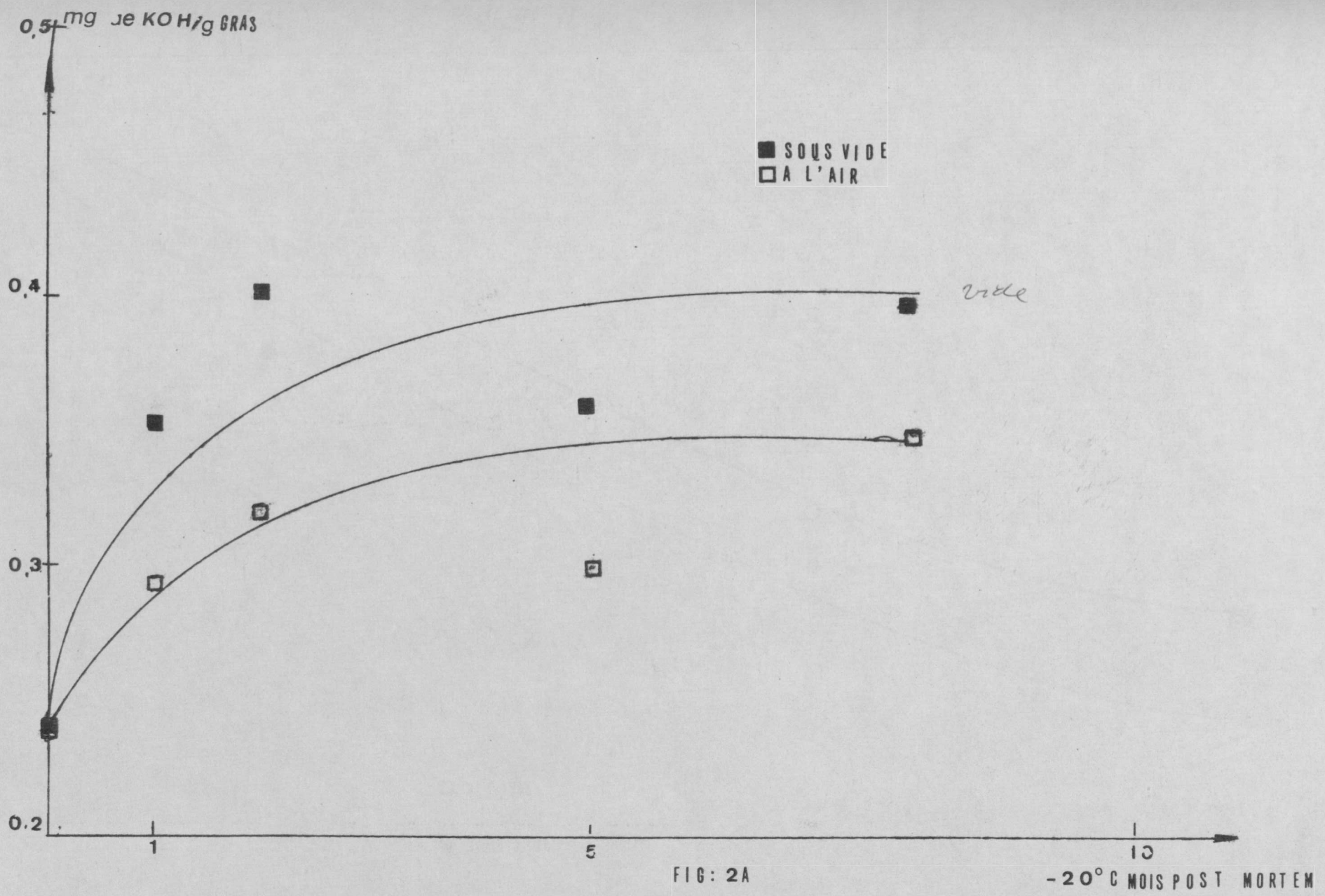


FIG: 2A

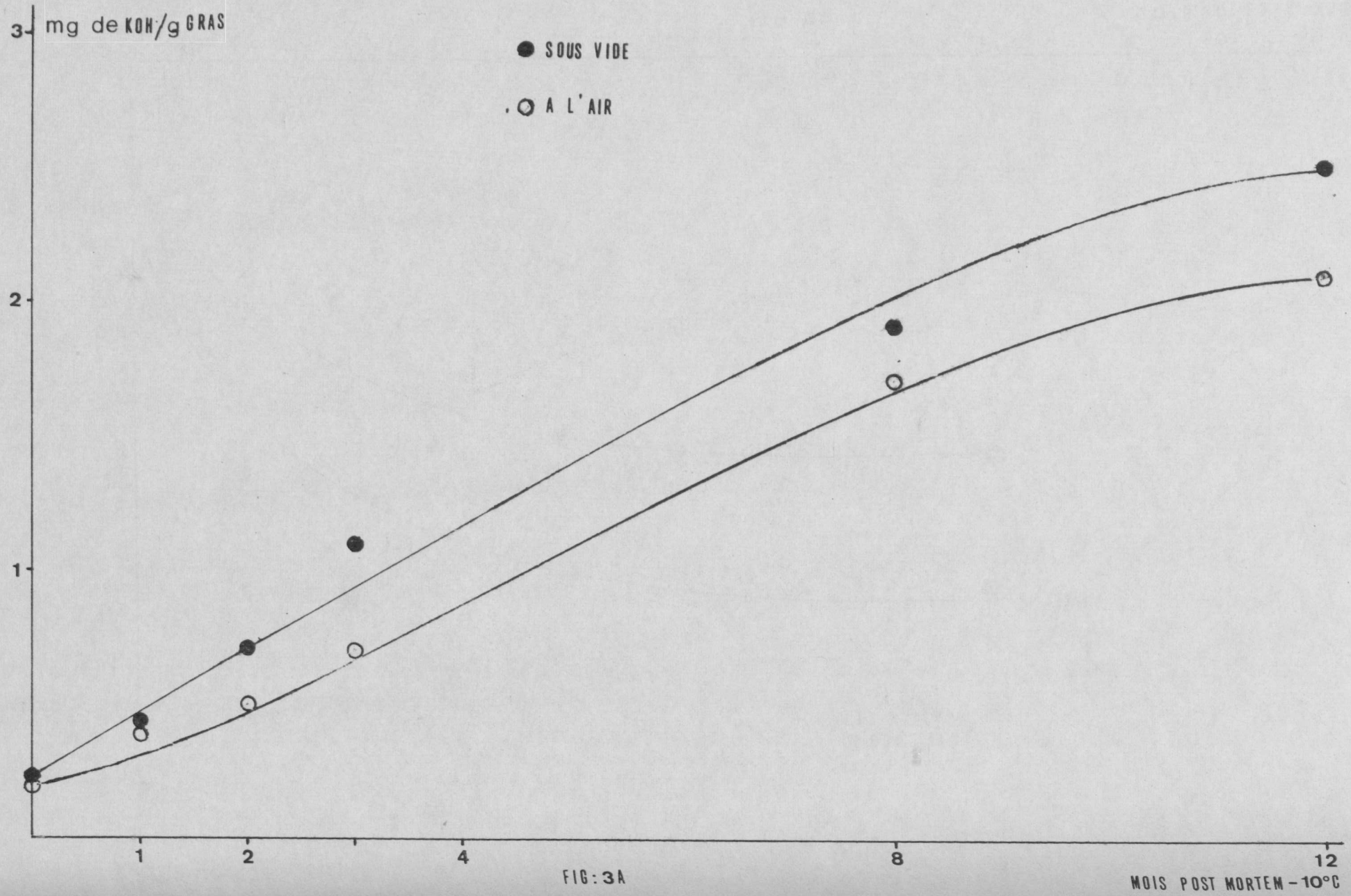


FIG: 3A



INDICE DE PEROXYDE  
millimoles/kg de gras

- 855 -

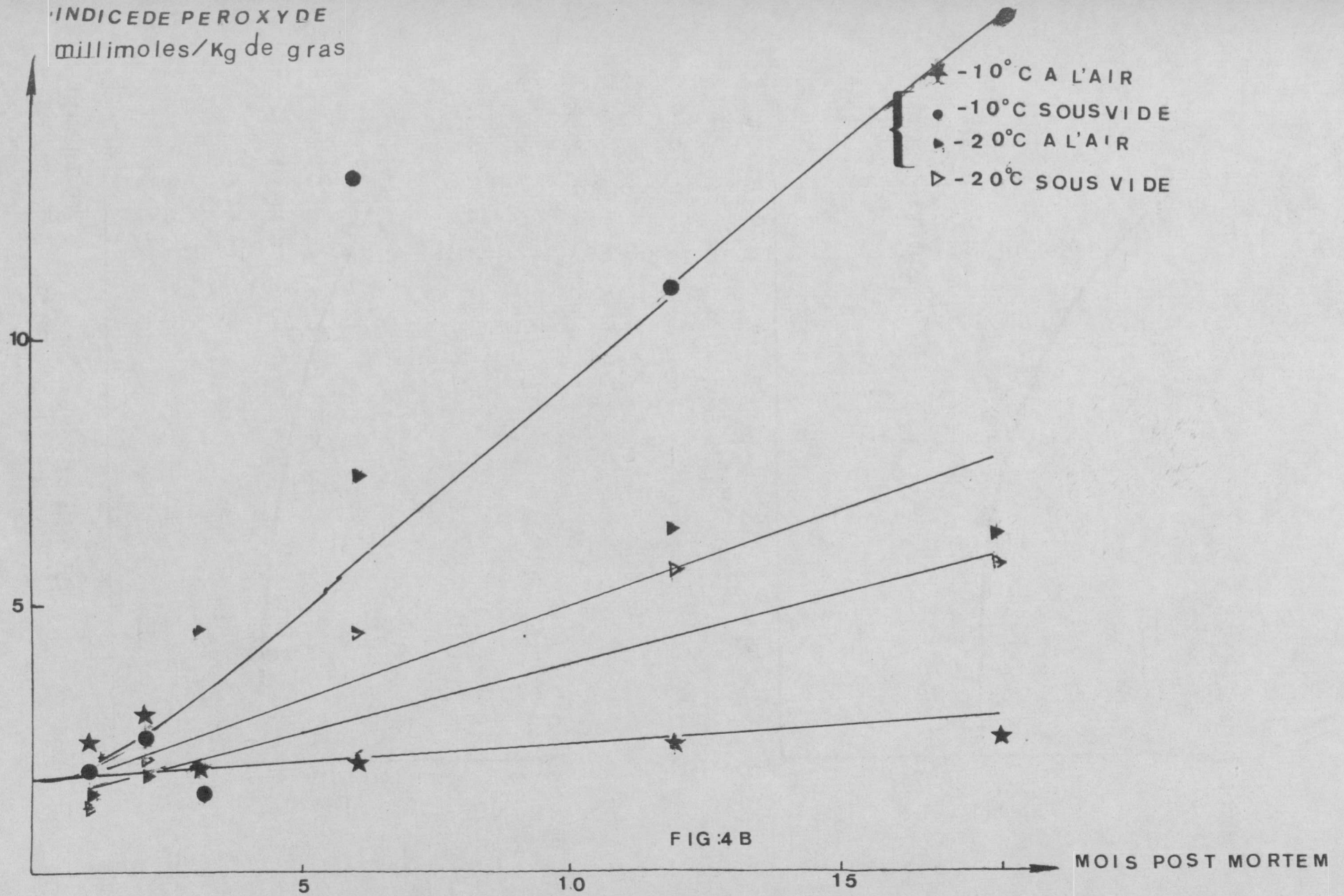


FIG:4 B

MOIS POST MORTEM

INDICE DE BENZIDINE

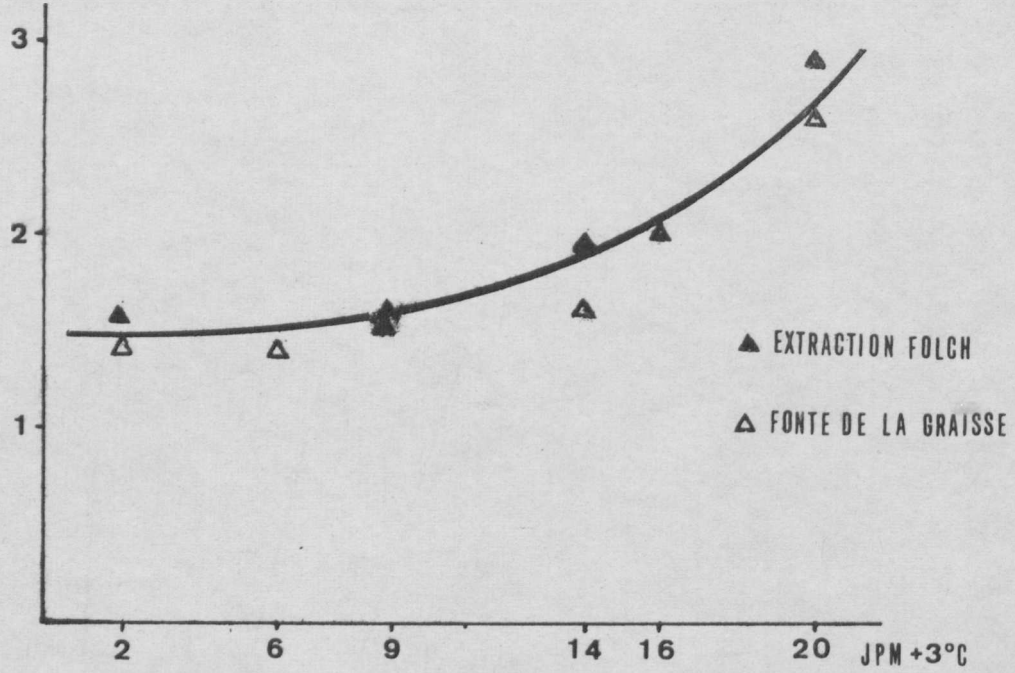


FIG:5C

INDICE DE BENZIDINE

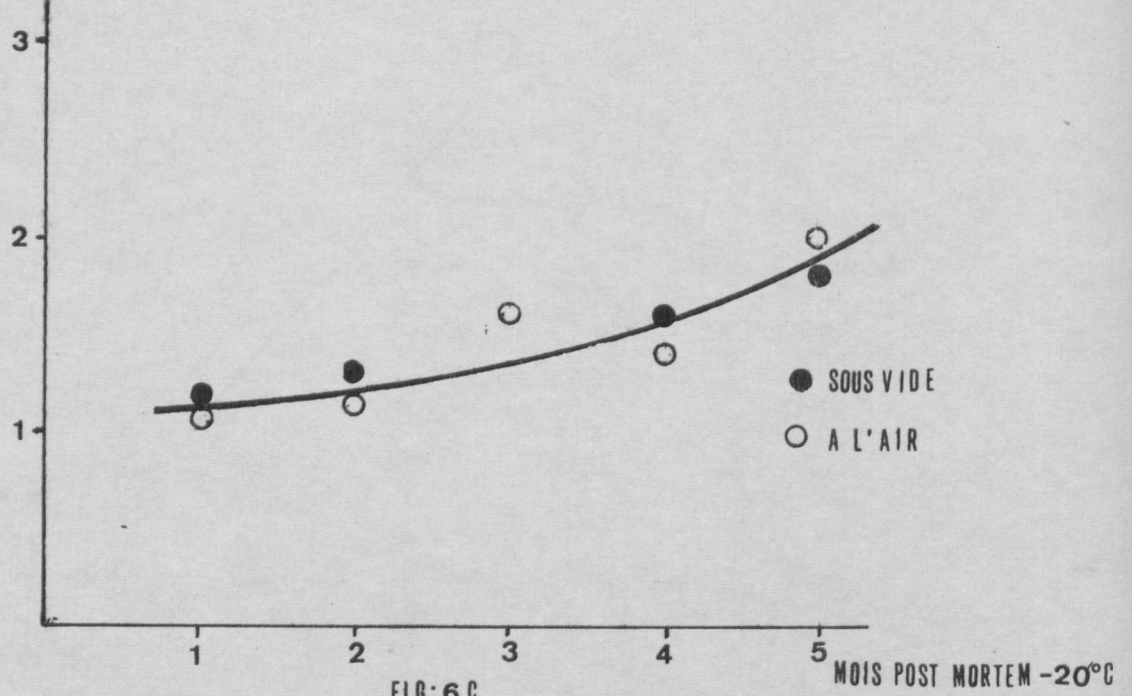


FIG:6C



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- CHRISTIAN J.A. et SAFFLE R.L., 1967 Food Technol., 1024.
- FOLCH J., LEES M., SLOANE-STANLEY Ch., 1957 J. Biol. Chem., 226, 497.
- KOCH D.E., PARR A.F., MERKEL R.A., 1968 J. Food Sci., 33, 176.
- SAVIC J.K., MARINKOW M., PETKOW S., 1966 Fleischwirtschaft, 46, 152.
- SCHUT J., 1968 Fleischwirtschaft, 46, 1201.
- TADIC R.M., 1966 Acta Veterinaria, 16, 119.
- WOLF J.P., 1968 Manuel d'analyse des Corps Gras. Azoulay - Paris.

## RESUME

----

Nous avons étudié l'évolution des caractéristiques chimiques des constituants de la bardière de porc stockés dans différentes conditions de température : + 3°C, - 10°C, - 20°C et d'atmosphère : à l'air libre, sous-vide (10 mm de mercure). L'augmentation de la lipolyse avec le temps de stockage est le fait le plus marquant. La quantité d'acides gras libres formée est plus importante sous-vide qu'à l'air, à - 10°C qu'à - 20°C. On note également une diminution d'acides gras insaturés à longue chaîne  $C_{18}$  et de la valeur de l'indice d'iode. La quantité de composés carbonylés formée est plus importante à l'air que sous-vide. Les résultats seront exploités en relation avec les caractéristiques physiques et physicochimiques des émulsions préparées avec des gras conservés dans les mêmes conditions.



#### SUMMARY

-----

We have studied the changes of the chemical characteristics of the porcine backfat stored at different temperatures (+ 3°, - 10°, - 20°) under vacuum or not. During storage the release of free fatty acids is more or less important depending on the temperature and the type of packaging. The largest lypolitic activity is observed under vacuum at the temperature of - 10°, but the quantity of carbonyl compounds is more important with storage under gaz permeable films. In anycase were observed a decrease of the concentration of unsaturated long chain fatty acids ( $C_{18}^2 \Delta$ ) and of the iodine number.

## ZUSAMMENFASSUNG

-----

Die Merkmalwandlung der aufbewahrten, in dem Kühl (+ 3°C) und Gefrier-Raum (- 10°C, - 20°C), in freier Luft und unter Vakuum, Rückenfetten ist geprüft worden. Die Lipolyseerhöhung ist das merkwürdigste Resultat. Der Gehalt an freien Fettsäuren ist größer unter Vakuum als in freier Luft, bei - 10°C als bei - 20°C. Man hat ein Minderung der ungesättigten langkettigen Fettsäuren (C<sub>18</sub> 2 Δ), und der Jodzahl festgestellt. Die Menge an carbonylen Verbindungen ist größer in freier Luft als unter Vakuum. Diese Resultate werden in Beziehung mit physikalischen un chemischen Merkmalen von Emulsion hergestellten mit, aufbewahrten in gleichen Bedingungen, Netten benutzen.