



# Étude des composés phénoliques de l'arôme des saucisses fumées par micro-extraction en phase solide (SPME)

ANNE-SOPHIE GUILLARD ET CHRISTEL GRONDIN (CTSCCV).

## RÉSUMÉ

Les composés phénoliques apportent l'arôme qui caractérise les produits fumés. L'étude qui fait l'objet de cet article a permis de montrer que la quantité de phénols présents dans un produit dépend de la durée et du type de fumage ainsi que de l'origine de la fumée liquide. La méthode SPME, reconnue pour sa rapidité de mise en œuvre a été utilisée pour l'analyse des quantités totales de phénols extraits et celle de leur répartition dans des fumées liquides et des saucisses fumées.

## LES COMPOSÉS DE L'ARÔME DE FUMÉE ET LEUR ANALYSE

### L'ARÔME DE FUMÉE

Le fumage consiste à soumettre une denrée alimentaire à l'action des produits gazeux qui se dégagent lors de la combustion incomplète de certains végétaux. Il agit sur la conservabilité des produits par une action antioxydante (retarde la dégradation oxydative des lipides) et une action bactériostatique, qui permet de stabiliser la charge microbienne du produit fumé. Le fumage apporte aussi un goût, une odeur et une couleur typiques aux produits fumés.

Les principaux composés phénoliques de la fumée, tels que le phénol (odeur âcre), le crésol (odeur âcre), le 2-méthoxyphénol (guaiacol, odeur douce et de fumée) et le 2,6-diméthoxyphénol (syringol, odeur de fumée), sont connus

pour leur contribution importante à l'arôme typique des produits fumés (Maga, 1988). Selon les conditions de combustion (température, aération, type de bois), les proportions relatives entre ces composés peuvent varier dans la fumée, mais aussi dans les produits, en fonction de leur composition et des conditions de fumage (temps, température, hygrométrie).

### L'ANALYSE PAR SPME

La micro-extraction en phase solide (solid-phase micro-extraction, SPME) couplée à la chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode de choix pour sa rapidité et sa facilité de mise en œuvre. Elle est utilisée de plus en plus fréquemment pour l'analyse de l'arôme des aliments (Kataoka *et al.*, 2000). Une méthode utilisant la SPME a été développée au CTSCCV, pour l'analyse des phénols dans les saucisses de Francfort (Grondin et Guillard, 2001).

# Étude des composés phénoliques de l'arôme des saucisses fumées par micro-extraction en phase solide (SPME)

En effet, le dosage des phénols dans les produits fumés est une opération délicate : ils sont volatils et, de plus, ce sont des substances réactives. Ainsi, dans les produits carnés, ils peuvent réagir avec les groupements aminés libres des protéines, les composés carbonylés et les nitrites du produit. Par ailleurs, même s'ils sont présents en quantité importante dans les condensats de fumée, ils ne sont pas forcément détectables dans le produit fumé, ni présents dans les mêmes rapports de concentration.

La méthode SPME permet de s'affranchir des pertes dues à la volatilité et la réactivité des phénols puisque très peu d'étapes sont nécessaires à la préparation et à l'analyse des échantillons. Elle permet d'analyser rapidement et de façon représentative aussi bien les saucisses fumées que les fumées liquides mises en œuvre.

Cet article décrit les résultats obtenus avec la méthode SPME

- sur l'analyse des quantités totales de phénols ainsi que
- sur leur distribution dans des fumées liquides et dans des saucisses fumées, par fumage traditionnel ou par revaporisation de fumée liquide.

## DESCRIPTION DES PRODUITS ANALYSÉS

Trois marques différentes de fumée liquide ont été analysées (L1, L2, L3), ainsi que des saucisses fumées, soit par revaporisation de ces trois

fumées, soit par fumage traditionnel (T). Les conditions de fumage (durée, température et hygrométrie) ont été préalablement optimisées pour obtenir une coloration standardisée des saucisses, mesurée en coordonnées CIE L\*a\*b\* (Mekhtiche et Martin, 2002, 2003).

Deux niveaux de fumage ont été testés :

- "fumage court": durée de fumage courte, a\* moyen de  $11,4 \pm 1,4$
- "fumage long" : durée de fumage longue, a\* moyen de  $16,4 \pm 1,3$

Les résultats présentés dans cet article sont issus de l'étude d'un ensemble de quatorze fabrications réalisées pour chaque type de fumage, dans le cadre d'un projet réalisé au CTSCCV, concernant la maîtrise de la technologie de la fumée liquide (programme ACTIA 98/16).

## ANALYSE DES PHÉNOLS TOTAUX

La quantité totale de phénols a été déterminée dans les fumées et dans les saucisses fumées, pour les deux durées de fumage (tableau I).

L'analyse des fumées liquides avant fumage (tableau I) indique que leurs teneurs en phénols totaux sont relativement comparables et varient entre 0,86 et 1,95 g/L.

Par contre, les résultats obtenus au niveau des saucisses fumées montrent que l'absorption des phénols dépend fortement du type de fumée uti-

Échantillon	Analyse de la fumée liquide (g/l)	Analyse des saucisses fumées (mg/100 g)	
		Fumage court	Fumage long
Traditionnel (T)	n.d.	11,20 <sup>a B</sup>	29,48 <sup>b B</sup>
Liquide 1 (L1)	1,17	<0,50 <sup>a A</sup>	3,92 <sup>b A</sup>
Liquide 2 (L2)	1,95	10,80 <sup>a B</sup>	40,38 <sup>b C</sup>
Liquide 3 (L3)	0,86	0,73 <sup>a A</sup>	7,32 <sup>b A</sup>

**TABLEAU I.** Quantité de phénols totaux observés dans les fumées et dans les saucisses fumées. Les moyennes repérées avec des lettres différentes indiquent des différences significatives ( $p < 0,01$ , a,b comparaison par ligne, A,B comparaison par colonnes).

n.d. = non déterminé

lisé, en particulier pour le "fumage court". Pour ces essais, la quantité de phénols observée pour 100g de produit varie selon le type de fumée, de 11mg à moins de 0,5mg, alors que les fumées seules ne présentent pas des différences aussi importantes en quantité de phénols.

Par ailleurs, l'allongement de la durée de fumage augmente significativement la quantité de phénols obtenus qui reste très dépendante du type de fumée. Ainsi, le taux de phénols le plus élevé est obtenu avec la fumée L2. Dans les saucisses à "fumage court", le taux de phénols obtenu avec L2 est comparable à celui obtenu par le fumage traditionnel, et supérieur dans le cas du "fumage long". Les quantités de phénols les plus faibles sont obtenues avec la fumée L1.

Dans cette étude, le procédé de fumage était contrôlé par la mesure de la couleur. Ainsi les saucisses comparées avaient deux niveaux identiques de coloration (fumage court,  $a^* \approx 11$  / fumage long,  $a^* \approx 16$ ). Or, la couleur des saucisses fumées est principalement due aux composés carbonylés (Maga, 1988), et très peu aux phénols. Ainsi, pour un même résultat de coloration, les résultats obtenus montrent que la quantité de phénols apportés au produit diffère d'une fumée à l'autre. Le rapport entre composés carbonylés et phénols dans la fumée est donc un facteur important pour la maîtrise à la fois de la couleur et de l'arôme des produits fumés.

### ANALYSE DE LA RÉPARTITION DES PHÉNOLS

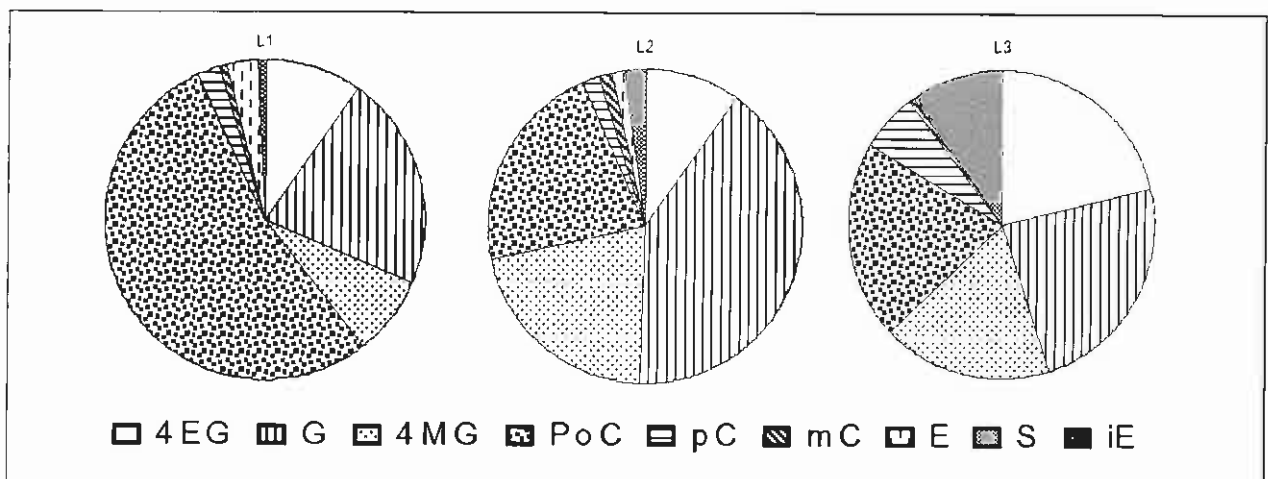
L'analyse des fumées et des saucisses fumées par SPME permet de quantifier et d'observer la répartition des phénols. Les principaux phénols détectés sont le 4-éthyl guaiacol (4EG), le guaiacol (G), le 4-méthyl guaiacol (4MG), le phénol et le *o*-crésol (PoC, non séparés dans les conditions de l'analyse), le *p*-crésol (pC), le *m*-crésol (mC), l'eugénol (E), le syringol (S) et les isomères de l'iso-eugénol (iE).

### ANALYSE DES FUMÉES

Dans les fumées liquides analysées (L1, L2, L3), la répartition des différents phénols est différente selon le type de fumée (Figure 1). Ainsi, L1 est constituée majoritairement de PoC et L2 est riche en G. L3 présente un profil relativement équilibré entre les principaux phénols G, 4EG, PoC et 4MG.

### ANALYSE DES SAUCISSES FUMÉES

Comme cela a été observé dans les fumées, la répartition des phénols dans les saucisses diffère selon le type de fumée liquide (figure 2). Cependant, la répartition de ces phénols dans les produits ne correspond pas exactement au profil de la fumée liquide utilisée. Par exemple, la fumée liquide L3 contient environ 20% de chacun des



**FIGURE 1.** Répartition des phénols dans les fumées liquides (L1, L2, L3) (4-éthyl guaiacol 4EG, guaiacol G, 4-méthyl guaiacol 4MG, phénol+*o*-crésol PoC, *p*-crésol pC, *m*-crésol mC, eugénol E, syringol S, iso-eugénol iE)

# Étude des composés phénoliques de l'arôme des saucisses fumées par micro-extraction en phase solide (SPME)

phénols G, PoC, 4EG et 4MG, et 9% de S. Alors que les saucisses fumées avec L3 contiennent environ 22% de S, et seulement 11% de G, ainsi que respectivement 18%, 31% et 7% de PoC, 4EG et 4MG.

Ces différences observées entre la composition de la fumée et celle du produit fumé pourraient être dues aux propriétés physico-chimiques des fumées (pH, viscosité, ...), et aux réactions différentes des phénols avec les composants du produit (protéines, lipides, ingrédients), ainsi qu'à leurs propriétés physico-chimiques propres. Par exemple, les différences de poids moléculaire existant entre les composés (respectivement 94, 124 et 138 pour P, G et 4MG), et de point d'ébullition (respectivement 182°, 205° et 220°C pour P, G et 4MG) peuvent aussi avoir une influence, ainsi que leur affinité plus ou moins importante pour l'eau ou pour les lipides.

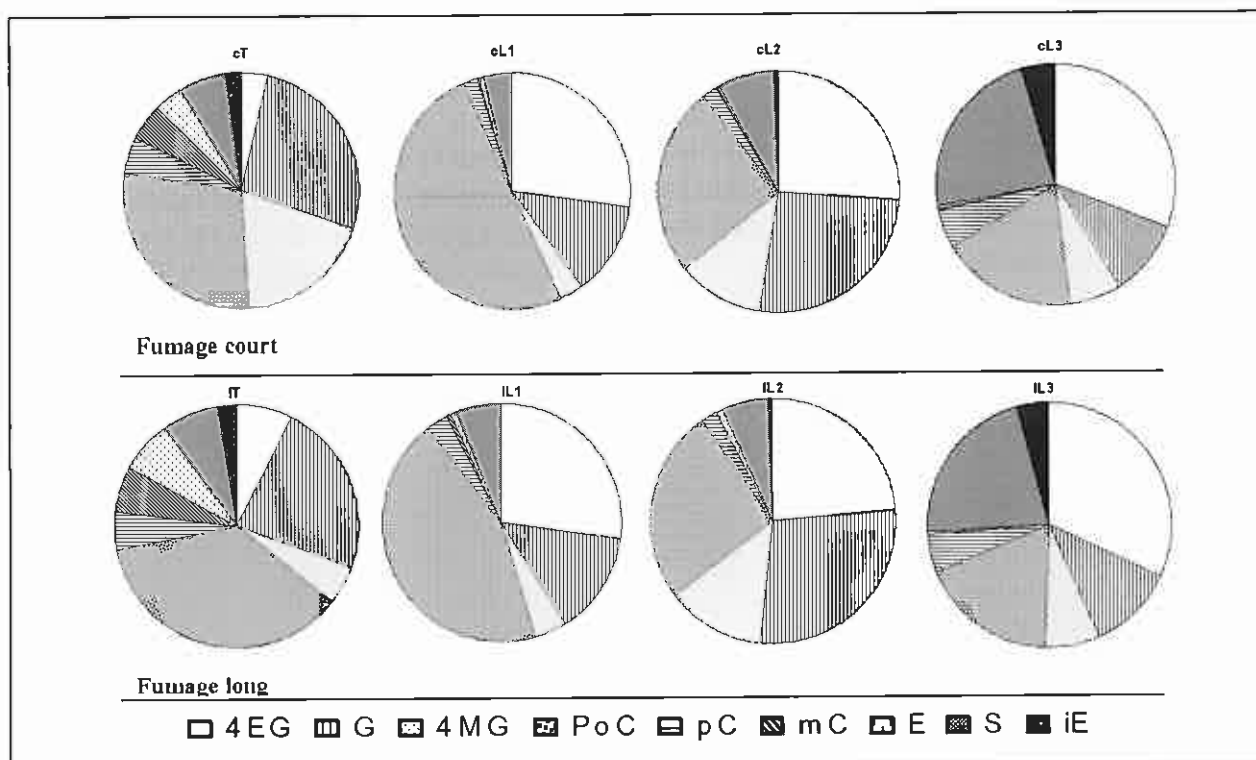
Les produits fumés par fumage traditionnel présentent une répartition différente des phénols, par rapport aux produits fumés par revaporisation de

fumée liquide. Ainsi, dans les conditions de cette étude, le fumage traditionnel conduit à des produits contenant plus de mC et de E, et moins de 4EG. Dans cette étude, la fumée du procédé traditionnel provenait de la combustion de sciure de hêtre, dont la fumée est connue pour être riche en G et S (Maga, 1988). Ainsi, outre le PoC, le principal composé observé dans les produits fumés par fumage traditionnel est le G.

## BILAN DE L'ÉTUDE

Cette étude a permis de mettre en évidence que la quantité totale de phénols retrouvée dans les produits fumés dépend non seulement de la durée du fumage, mais aussi du type de fumage (liquide ou traditionnel) ainsi que de l'origine de la fumée liquide (L1, L2, L3).

De plus, la répartition observée entre les différents phénols analysés montre que la composition du produit diffère en partie de celle de la



**FIGURE 2.** Répartition des phénols dans les saucisses fumées par procédé traditionnel (T) ou par revaporisation de fumée liquide (L1, L, L3), pour une durée de fumage courte (C) et longue (l). (4-éthyl guaiacol 4EG, guaiacol G, 4-méthyl guaiacol 4MG, phénol+o-crésol PoC, p-crésol pC, m-crésol mC, eugénol E, syringol S, iso-eugénol iE)

fumée avant emploi. Par ailleurs, l'augmentation de la durée de fumage semble avoir peu d'effet sur la répartition des phénols dans les produits fumés par revaporisation de fumée liquide, alors qu'elle entraîne une augmentation de la quantité de PoC dans les produits fumés par fumage traditionnel.

Les résultats obtenus montrent aussi que l'augmentation de la durée de fumage modifie peu la répartition des phénols lors du fumage par revaporisation de fumée liquide (L1, L2 et L3). L'augmentation de la durée de fumage par fumage traditionnel (T) entraîne une augmentation significative de la teneur en PoC, au détriment de la teneur en 4MG.



### RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- C. GRONDIN, A.-S. GUILLARD. Analyse des phénols dans les produits fumés : utilisation de la micro-extraction en phase solide (SPME), *Annales des falsifications, de l'exercice chimique et toxicologique*, 2001, (94) 954, 63-68.
- H. KATAOKA, H.L. LORD, J. PAWLISZYN. Applications of solid-phase microextraction in food analysis. *J. Chrom. A*, 2000, 880, 35-62.
- J.A. MAGA. "Smoke in food processing" CRC Press Inc. 1988, 160 p.
- L. MEKHTICHE, J-L. MARTIN. Maîtrise de la technologie de la fumée liquide. Partie I : équivalence fumage traditionnel – fumage par atomisation de fumée liquide. *Bulletin de Liaison du CTSCCV*, 2002, Vol. 12 (5), 3-14.
- L. MEKHTICHE, J-L. MARTIN. Maîtrise de la technologie de la fumée liquide. Partie II : étape 3 - comparaison du fumage traditionnel et du fumage par atomisation de fumée liquide, *Bulletin de Liaison du CTSCCV*, 2003, Vol. 13 (3), 7-13.

**POUR TOUT RENSEIGNEMENT COMPLÉMENTAIRE, CONTACTEZ :**

ANNE-SOPHIE GUILLARD  
 SERVICE RECHERCHE ET DÉVELOPPEMENT  
 TÉL. : 01 43 68 57 85 - FAX : 01 43 76 07 20  
 E-mail : [asguillard@vet-alfort.fr](mailto:asguillard@vet-alfort.fr)

# La charcuterie de poisson et fruits de mer

**EN VENTE  
AU CTSCCV  
88€ TTC**

(FORMAT 21,5 X 30,5 cm)  
336 pages, relié

*Julie Boyer  
Jean Claude Frenzt  
Henryette Michaud  
Guy Aubert*



## EXTRAITS DU SOMMAIRE

### Les matières premières aquatiques

- Biologie, composition,
- Propriétés sensorielles et fonctionnelles,
- Evolution biochimique,
- Conservation, manutention...;

### Les ingrédients et additifs

- Corps gras, liants, conservateurs,
- Antioxydants, agents de saveur ...;

### Les opérations technologiques

- Froid, salage, préparation des mélangés,
- Traitement thermique, fumage ...;

### Les formulations, fabrications, recettes

- Produits à tartiner, à trancher, sous boyaux,
- Terrines, rillettes, quenelles, saucisses,
- Ballottines, paupiettes, plats cuisinés ...

nombreuses  
figures  
et planches  
en couleurs

**ERTI**

ÉDITEUR

Édition 1995, ISBN 2-903524-68-8