

## Chapitre 7

### Revue critique des méthodes d'analyse

Cette revue critique des méthodes d'analyse présente une évaluation de leurs possibilités et limites d'application, ainsi que des ressources nécessaires à leur mise en œuvre. L'objectif de cette étude est d'établir des recommandations en vue de sélectionner les méthodes compatibles les mieux adaptées à la détermination des nutriments et constituants. Les progrès continus de la chimie analytique rendent presque impossible une prise en compte de toutes les avancées les plus récentes. De plus, cette étude ne fournit pas de détails sur les modes opératoires, c'est pourquoi le lecteur intéressé devra consulter les textes spécialisés pour obtenir ces informations.

Les méthodes disponibles pour chaque nutriment (ou groupe de nutriments) seront résumées dans des tableaux. Les estimations des coûts sont classées selon trois catégories:

1. **faible**, quand la méthode exige les équipements de base que l'on trouve habituellement dans un laboratoire;
2. **modérée**, quand une instrumentalisation spécialisée de moins de 5 000 € est nécessaire; enfin,
3. **élevée**, quand le besoin en équipements spécialisés coûte plus de 10 000 €.

#### Système d'analyse des constituants majeurs

L'analyse systématique des constituants majeurs des aliments pour animaux a été initiée au milieu du XIX<sup>e</sup> siècle à la Station expérimentale de Weende en Allemagne (Henneberg et Stohmann, 1860, 1864). Elle a été conçue selon une approche très globale permettant d'établir une classification des constituants alimentaires. Le système comprenait la mesure par voie analytique de l'eau (humidité), des cendres, de la matière grasse totale (extraite par l'éther), des protéines totales et de la fibre brute. L'extrait non azoté était calculé par différence plutôt que mesuré directement par analyse et représentait plus ou moins les sucres et les amidons.

Bien que certaines des méthodes historiquement utilisées dans l'analyse de ces constituants majeurs ne soient pas recommandées pour la constitution des banques de données sur la composition des aliments (par exemple la fibre brute), il est utile de considérer les concepts

Tableau 7.1 Les méthodes d'analyse de l'eau

Procédure	Applicabilité	Limites	Investissements	Références
<b>Élimination physique de l'eau</b>				
Étude à l'air chaud à 100-105 °C	La plupart des aliments, sauf ceux riches en sucres et graisses.	Caramélisation des sucres, dégradation des graisses insaturées, et autres pertes d'éléments volatils	Faibles	AOAC International, 2002; Anklam, Burke et Isengard, 2001; Nielsen, 1998
Étude sous vide à 60 °C	La plupart des aliments	Pertes volatiles	Faibles	Voir ci-dessus
Lyophilisation	La plupart des aliments	Lente, eau résiduaire dans les échantillons	Moyens	Voir ci-dessus
Four à micro-ondes	Humidité moyenne et élevée	Carbonisation	Faibles	Voir ci-dessus
Distillation Dean et Stark	Aliments à haute teneur en volatils	Sécurité des solvants utilisés	Faibles	Voir ci-dessus
<b>Réaction chimique</b>				
Karl Fischer	Légère humidité, aliments hygroscopiques		Faibles	Voir ci-dessus
<b>Méthodes physiques</b>				
RMN	La plupart des aliments	Besoin d'un étalonnage pour des aliments spécifiques	Élevés	Bradley, 1998; Hester et Quine, 1976
SPIR	Validé pour les céréales et pour d'autres aliments	Besoin d'un calibrage important pour des aliments spécifiques. Influence de la taille des particules	Élevés	Williams, 1975
<b>Chromatographie</b>				
CPG	Viandes et produits à base de viande		Élevés	Reineccius et Addis, 1973
CGS	Quelques produits à base de viande		Élevés	Khayat, 1974
<i>Notes:</i>				
Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.				
RMN = résonance magnétique nucléaire; SPIR = spectroscopie proche infrarouge; CPG = chromatographie en phase gazeuse; CGS = chromatographie gaz-solide. Les investissements Faibles, Moyens ou Élevés sont décrits dans le texte.				

alors développés car ils ont été importants pour la connaissance de la composition des aliments. Ce système fut développé à un moment où la chimie de la plupart des constituants alimentaires n'était que partiellement comprise. L'évolution des études nutritionnelles a montré que l'analyse alimentaire exige une approche plus détaillée et plus orientée vers la biochimie. Néanmoins, l'analyse des constituants majeurs, basée sur ces méthodes historiques, est toujours utilisée dans beaucoup de pays pour l'analyse des aliments pour animaux et pour la réglementation alimentaire.

Dans la littérature anglo-saxonne, le terme «proximate» désigne l'ensemble des «constituants majeurs» des aliments. Beaucoup de gens trouvent ce concept très utile pour représenter les principaux composants des aliments; les méthodes d'analyse modernes devenant alors indépendantes du but recherché. D'autres pensent que le concept de *proximate* est lié aux méthodes historiques décrites par Henneberg et Stohmann, et que le remplacement d'une méthode, par exemple la fibre brute par la fibre alimentaire, rend caduque l'utilisation de ce terme.

## Eau et humidité

La teneur en eau reste une information essentielle pour une table de composition des aliments parce que c'est une des données les plus variables, particulièrement dans les aliments d'origine végétale. Cette variabilité affecte la globalité de la composition de l'aliment. Les méthodes de l'analyse de l'eau sont résumées au tableau 7.1.

Les méthodes sont basées, soit sur une mesure directe ou indirecte de l'eau extraite de l'aliment, soit sur des changements de propriétés physiques qui dépendent du contenu en eau ou, enfin, sur la mesure de la réactivité chimique de l'eau (Egan, Kirk et Sawyer, 1987; AOAC International, 2002; Sullivan et Carpenter, 1993; Southgate, 1999; Bradley, 1998).

Pour la plupart des aliments entrant dans les banques de données de composition des aliments, les méthodes par séchage sont bien adaptées et, même si de légères différences méthodologiques sont observées, elles sont rarement significatives. Les méthodes officielles AOAC recommandent pour les aliments d'origine végétale une température de séchage basse (70 °C) afin de minimiser la destruction des glucides. Quand cela arrive, il est habituellement conseillé d'utiliser un séchage sous vide ou par lyophilisation.

Le séchage sous vide est plus efficace si un courant d'air sec balaye lentement le four. Cette méthode permet de laisser les prises d'essai sans surveillance pendant de longues périodes. Le séchage sous vide à 60-70 °C est préférable à un séchage au four à air, spécialement pour les aliments riches en sucres. Cependant, pour la plupart des aliments, les résultats obtenus par séchage au four à air sont de qualité satisfaisante pour les tables de composition des aliments.

La lyophilisation est plus chère mais a l'avantage de sécher les aliments dans des conditions très douces. Le matériel séché par lyophilisation est léger, facile à transporter et peut aussi être assez facilement broyé. Cette procédure laisse, cependant, habituellement des poches

Tableau 7.2 Méthodes d'analyses de l'azote et de la protéine

Procédure	Applicabilité	Limites	Investissements	Références
<b>Azote total</b>				
Kjeldahl	Manuelle, tous les aliments	Interférences mineures de l'azote inorganique	Faibles	AOAC International, 2002; Sullivan et Carpenter, 1993
	Plusieurs niveaux de d'automatisation	Interférences mineures de l'azote inorganique	Modérés	
Dumas	Automatique, tous les aliments	Inclut l'azote inorganique. Taille de la prise d'essai	Élevés	AOAC International, 2002
Méthodes radiochimiques	La plupart des aliments	Instrumentation dédiée	Très élevés	Pomerantz et Moore, 1975
<b>Protéines</b>				
N total x facteur	Tous les aliments	Variations en ANP	Faibles	FAO/WHO, 1973
N protéinique x facteur	Préférable pour les légumes, quelques poissons, les aliments à base de levure ou insectes, le lait maternel	Choix des procédures pour la mesure de l'ANP. Il est préférable d'utiliser le N des acides aminés	Faibles	Koivistoinen <i>et al.</i> , 1996; Bell, 1963
<b>Méthodes applicables à des aliments spécifiques</b>				
Titrage au formol	Produits laitiers	Spécificité	Faibles	Taylor, 1957; AOAC International, 2002; Chang, 1998
Biuret	Voir formol	Spécificité	Faibles	Noll, Simmonds et Bushuk, 1974; voir formol
Réactif de Folin	Voir formol	Spécificité	Faibles	Lowry <i>et al.</i> , 1951; Huang <i>et al.</i> , 1976, voir formol
Distillation alcaline	Céréales	Spécificité	Faibles	Chang, 1998
Fixation par un colorant	Aliments spécifiques, quelques céréales, quelques légumes	Spécificité	Faibles	Voir ci-dessus
SPiR	Validée pour quelques aliments	Nombre d'échantillons de calibration	Élevés	Hunt <i>et al.</i> , 1977a

Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation. ANP = azote non protéique; SPiR = spectroscopie proche infrarouge

d'humidité dans le produit séché, qui doivent être éliminées pour fournir des résultats comparables à ceux d'autres méthodes de séchage.

Le séchage dans un four micro-ondes est très rapide mais exige une surveillance continue pour éviter une carbonisation. Le séchage par lampes à infrarouge a été automatisé avec succès (Bradley, 1998). Ces deux méthodes sont toutefois plus adaptées à des contrôles de la qualité de routine.

Toutes les méthodes décrites jusqu'ici ne sont pas adaptées aux aliments riches en composés volatils car ceux-ci disparaissent avec l'eau. La méthode de Dean et Stark peut être utilisée pour mesurer l'humidité dans ce type d'aliments. Dans cette méthode, l'eau est distillée en formant un mélange azéotrope avec un solvant non miscible tel que le toluène, le xylène ou le tétrachloroéthylène. La méthode a été approuvée par l'AOAC pour les épices et les fromages, et a atteint de bons niveaux de fidélité (AOAC International, 2002).

La méthode Karl-Fischer est spécialement utilisée pour des aliments à très faible teneur en humidité et pour les aliments hygroscopiques qui sont difficiles à sécher avec les méthodes conventionnelles. Les niveaux d'exactitude ainsi obtenus sont rarement nécessaires pour les banques de données sur la composition des aliments.

Les méthodes physiques de mesure de la teneur en eau exigent des instruments chers et très spécialisés et sont surtout adaptées aux analyses à haut débit, sur des séries d'échantillons similaires.

La méthode par spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est largement appliquée, par exemple pour l'analyse des céréales. Elle exige un étalonnage préalable, basé sur un grand nombre d'échantillons pour lesquels l'humidité a été mesurée par une méthode conventionnelle et qui servent à construire un modèle de prédiction. Les méthodes de résonance magnétique nucléaire (RMN), de chromatographie en phase gazeuse (CPG) et de chromatographie gaz-solide (CGS) exigent aussi un étalonnage complexe. Ces méthodes sont les mieux adaptées à l'identification et à la mesure des différentes formes d'eau dans les viandes.

## Azote et constituants azotés

L'étude de Lakin (1978) fournit toujours une revue détaillée de l'analyse de l'azote et des constituants azotés. Les méthodes sont discutées brièvement par Sullivan (1993) dans l'étude des méthodes officielles AOAC, par Chang (1998) et par Southgate (1999). Ces méthodes sont résumées au tableau 7.2.

### **Azote total**

Dans le système dit des «constituants majeurs (ou proximate)», la teneur en protéines continue à être mesurée à partir de l'azote total multiplié par un facteur spécifique, et à dominer les études sur la composition des aliments. Les teneurs en protéines les plus souvent disponibles dans les bases de données sur la composition des aliments sont en fait dérivées de la teneur en azote total ou en azote organique total. Dans la majorité des cas, l'azote total est mesuré en utilisant des

variantes de la méthode Kjeldahl (1883) (qui mesure l'azote organique total). Dans cette méthode, la matière organique est «digérée» avec de l'acide sulfurique concentré chaud. Un «catalyseur», contenant souvent un véritable agent catalytique (mercure, cuivre ou sélénium) et du sulfate de potassium, est ajouté à l'acide pour élever son point d'ébullition. Tout l'azote organique est converti en sulfate d'ammoniaque habituellement mesuré par titrage ou, plus rarement, par colorimétrie. Dans la méthode originale, on fait une prise d'essai relativement grande (1-2 g) mais cela exige un grand volume d'acide. Les méthodes micro-Kjeldahl sont plus communément utilisées car elles produisent moins de vapeurs d'acide et exigent également moins d'acide et de catalyseur. Des considérations de protection de l'environnement exigent une élimination (recyclage) propre du mercure et même une réduction des volumes d'acide employés.

La méthode micro peut être automatisée à plusieurs niveaux (Egan, Kirk, Sawyer, 1987; Chang 1998). L'automatisation des étapes de distillation et de titrage fonctionne bien mais l'automatisation de la digestion s'est montrée assez difficile.

La méthode de Dumas mesure l'azote total sous la forme d'azote gazeux, après une calcination complète de l'aliment. La comparaison des résultats obtenus par cette méthode avec ceux de la méthode Kjeldahl montre une bonne concordance (King-Brink et Sebranek, 1993). La méthode a été automatisée avec succès et, bien que l'instrumentation soit chère, le traitement d'une grande quantité d'échantillons est possible avec une bonne fidélité. De petites prises d'essai sont utilisées et mais exigent un broyage fin.

La SPIR peut aussi être utilisée pour mesurer l'azote dans quelques aliments bien qu'un grand nombre de données d'étalonnage soient nécessaires.

### Protéines

Depuis la mise en place du système d'analyse des constituants majeurs, les teneurs en protéines totales étaient calculées en multipliant l'azote total (N) par un certain facteur. Ce facteur était au départ 6,25, en se basant sur l'hypothèse que les protéines contenaient 16 pour cent d'azote. On a longtemps cru que les protéines d'origine végétale (et la gélatine) contenaient plus d'azote et, par conséquent, nécessitaient un facteur plus bas. Jones, Munsey et Walker (1942) ont mesuré le contenu en azote d'un grand nombre de protéines isolées et ont proposé des séries de facteurs spécifiques pour différentes catégories d'aliments. Ces facteurs ont été largement adoptés et sont utilisés dans le rapport FAO/OMS (1973) sur les besoins en protéines. Ils sont énumérés au tableau 7.3. Plusieurs auteurs ont critiqué l'utilisation de ces facteurs traditionnels pour des aliments individuels (par exemple Tkachuk, 1969). Heidelbaugh *et al.* (1975) ont évalué trois méthodes différentes de calcul (l'utilisation du facteur 6,25, l'utilisation des facteurs traditionnels et la somme des acides aminés). Ils ont observé des différences allant jusqu'à 40 pour cent. Sosulski et Imafidon (1990) ont trouvé un facteur moyen de 5,68 dans une étude sur les acides aminés et ont recommandé l'utilisation de 5,70 comme facteur général pour les aliments complexes.

En principe, il serait plus approprié de baser la mesure des protéines sur celles des acides aminés (Southgate, 1974; Greenfield et Southgate, 1992; Salo-Väänänen et Koivistoinen, 1996). Cette approche est proposée dans le document consensus sur la définition des nutri-

Tableau 7.3 Facteurs de conversion des valeurs de l'azote en protéine (par g N)\*

<i>Denrées alimentaires</i>	<i>Facteur</i>	<i>Denrées alimentaires</i>	<i>Facteur</i>
<b>Produits d'origine animale</b>		<b>Produits d'origine végétale</b>	
Viandes et poissons	6,25	Blé	
Gélatine	5,55	Entier	5,83
Lait et produits laitiers	6,38	Son	6,31
Caséine	6,40	Germe	5,80
Lait maternel	6,37	Endosperme	5,70
Œuf		Riz et farine de riz	5,95
Entier	6,25	Seigle et farine de seigle	5,83
Blanc	6,32	Orge et farine d'orge	5,83
Jaune	6,12	Avoine	5,83
		Millet	6,31
		Mais	6,25
		Haricots	6,25
		Soja	5,71
		Noix variées	
		Amande	5,18
		Noix du Brésil	5,46
		Arachide	5,46
		Autres	5,30

\* Là où un facteur spécifique n'est pas mentionné, 6,25 sera utilisé jusqu'à ce qu'un facteur plus approprié soit déterminé.

Source: FAO/OMS, 1973

ments rédigé lors de la Deuxième Conférence internationale sur les données alimentaires, qui s'est tenue à Lahti, en Finlande, en 1995 (Koivistoinen *et al.*, 1996).

Si ces recommandations devaient être adoptées, les données sur les acides aminés devraient inclure les teneurs en acides aminés libres en plus de celles en acides aminés protéiques parce qu'elles sont nutritionnellement équivalentes. Mais les calculs exigent des mesures très fiables sur les acides aminés (faites dans l'aliment) comme il est indiqué ci-dessous. Cela implique certaines hypothèses sur les proportions en acides aspartique et glutamique présents sous forme d'amides et une correction de l'eau accumulée pendant l'hydrolyse. Il apparaît clairement que cette approche ne serait pas aussi économique que l'approche classique.

Actuellement, il est raisonnable de retenir la méthode traditionnelle de calcul, tout en reconnaissant qu'elle ne donne que des teneurs conventionnelles en protéines, et que ces valeurs ne représentent pas la vraie teneur en protéines au sens biochimique. Cependant, il est important de signaler que cette méthode n'est pas valide pour les aliments riches en azote non aminé et non protéique, par exemple les poissons cartilagineux, les mollusques et les crustacés, et surtout le lait maternel qui contient une concentration importante d'urée.

Il existe des méthodes d'analyse directe des protéines qui ont été développées pour des aliments spécifiques et qui sont basées sur des réactions impliquant des groupements chimiques fonctionnels spécifiques d'acides aminés présents. Par conséquent, elles ne sont en général pas applicables à la mesure des protéines. Elles incluent le titrage du formol (Taylor, 1957) et la réaction biuret (Noll, Simmonds et Bushuk, 1974). Un groupe de méthodes colorimétriques très utilisées est basé sur la réaction avec le réactif de Folin. Ce sont les méthodes les plus utilisées en biochimie et dans l'industrie laitière (Lowry *et al.*, 1951; Huang *et al.*, 1976). Elles sont habituellement étalonnées avec de l'albumine sérique de bovin, qui est disponible avec une grande pureté.

Des méthodes basées sur la fixation par un colorant sont très utilisées dans l'industrie laitière (Udy, 1971); leur sensibilité peut être améliorée en extrayant le composé chromophore (McKnight, 1977) et ces méthodes ont été incluses dans les méthodes officielles AOAC. La plupart de ces méthodes exigent un étalonnage par la méthode Kjeldahl. Pomeranz, Moore et Lai (1977) ont publié une comparaison de la mesure des protéines dans l'orge et le malt entre le biuret, la SPIR, la colorimétrie et la distillation alcaline. Ribadeau-Dumas et Grappin (1989) ont publié une étude des mesures des protéines dans le lait. En général, les méthodes basées sur la fixation par un colorant sont largement appliquées pour les contrôles de routine et pour les grandes séries d'échantillons similaires (Van Camp et Huyghebaert, 1996).

## Acides aminés

Avant le développement de la chromatographie d'échange d'ions (CEI), des acides aminés individuels étaient mesurés par des méthodes colorimétriques ou microbiologiques. Bien que ces méthodes aient produit des résultats acceptables, elles sont aujourd'hui supplantées par la chromatographie (Moore et Stein, 1948). Elles utilisent des systèmes automatisés qui donnent rapidement une analyse complète avec des niveaux acceptables de fidélité.

Les acides aminés contenus dans les protéines doivent d'abord être libérés par hydrolyse et cela constitue l'étape la plus critique de la procédure. D'habitude, la plupart des acides aminés sont complètement libérés par une hydrolyse acide HCl 6M en absence d'oxygène. Mais le tryptophane est complètement dégradé dans ces conditions acides alors que la thréonine, la sérine et les acides aminés soufrés sont aussi partiellement dégradés. Des conditions alternatives d'hydrolyse doivent par conséquent être utilisées pour mesurer le tryptophane. La cystine et la méthionine sont d'habitude protégées par une oxydation spécifique avant hydrolyse. Les pertes en thréonine et sérine dépendent du temps, et il est nécessaire de procéder à des séries d'hydrolyse pour estimer le pourcentage de dégradation et corriger les valeurs. Inversement, les acides aminés à chaîne ramifiée sont libérés lentement par hydrolyse et des séquences d'hydrolyses sont nécessaires pour une extraction complète (Neitz, A., communication personnelle). Williams (1982) a étudié la mise au point de techniques CEI et discute de l'utilisation de la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) comme alternative.



Les conditions pour l'hydrolyse acide exigent un acide pur et un ratio important d'acide par rapport à la prise d'essai de l'aliment. Les aliments riches en glucides réagissent souvent avec les acides aminés pendant l'hydrolyse conduisant à des pertes difficiles à quantifier (Silvestre, 1997). Une hydrolyse en phase vapeur a été suggérée pour minimiser ces pertes par dégradation. Dans cette méthode, l'échantillon séché de l'aliment (ou de la protéine) est hydrolysé par de l'acide concentré. HCl 6M correspond à un acide fumant (De Geeter et Huyghebaert, 1992).

Les acides aminés soufrés sont d'habitude oxydés avec de l'acide performique avant hydrolyse. Une chloration de la tyrosine peut se produire et l'addition de phénol à l'acide permet d'en réduire l'effet. L'hydrolyse doit être réalisée sous courant azote ou, mieux, dans des tubes scellés.

L'hydrolyse doit être conduite en trois durées différentes – 24, 36 et 48 heures – pour permettre des corrections liées à un dégagement trop lent ou des pertes par dégradation. Si l'on utilise l'albumine sérique de bovin pure comme étalon, elle doit aussi être hydrolysée sur les mêmes périodes.

Le tryptophane est mesuré après une hydrolyse alcaline (KOH, Ba(OH)<sub>2</sub> ou LiOH) (Landry et Delhave, 1993). Il est classique de mesurer la leucine dans l'hydrolysate pour ajuster les valeurs et les rendre cohérentes avec celles de l'hydrolyse acide. Malgré son instabilité, la ninhydrine reste probablement le réactif le plus employé, bien qu'un certain nombre de réactifs alternatifs ou de réactifs de dérivatisation pré- et postcolonne aient été proposés. La plupart de ces autres réactifs ont une sensibilité très variable. La chromatographie capillaire en phase gazeuse a aussi été utilisée, mais la plupart des réactifs ont des taux de rendement variables, en fonction des différents acides aminés.

En exprimant les résultats des analyses en acides aminés, il est important de le faire en milligrammes d'acides aminés par gramme d'azote déposé sur la colonne. À fin de vérification des résultats, il est important de calculer le taux de récupération de l'azote en faisant un bilan des acides aminés et de l'ammoniac des acides aminés mesurés. Il y aura souvent quelques pertes pendant l'hydrolyse et la chromatographie. Si les pertes dépassent 10 pour cent, une répétition de l'hydrolyse doit être effectuée.

Depuis 1990, dans la plupart des laboratoires les méthodes CLHP sur les acides aminés dérivatisés ont remplacé la CEI pour l'analyse des hydrolysats de protéines. En effet, elles offrent des temps réduits d'analyse et améliorent les limites de détection d'à peu près 1 picomole (pmol) (Cohen et Strydom, 1988; Davey et Ersser, 1990; Sarwar et Botting, 1993).

La CLHP peut être utilisée pour séparer les acides aminés, soit sur des colonnes d'échange d'ions avec dérivatisation postcolonne en présence de ninhydrine ou d'OPA (o-phthaldialdéhyde) (Ashworth, 1987), soit avec une dérivatisation précolonne suivie d'une séparation en phase inverse sur octyl- ou octadécyl silice (Cohen et Strydom, 1988). Pour l'analyse des acides aminés dans les hydrolysats de protéines, l'utilisation de la CLHP en phase inverse avec une dérivatisation précolonne par le PITC (phénylisothoniocyanate) devient une solution moins coûteuse que des analyses commerciales utilisant la CEI. Quant à la méthode de dérivatisation par le PITC, elle permet de déterminer avec précision, en 12 minutes tous les acides

Tableau 7.4 Méthodes d'analyses des acides aminés

Procédure	Applicabilité	Limites	Investissements	Références
Chromatographie d'échange d'ions après hydrolyse acide	Tous les aliments	Pertes par hydrolyse des acides aminés labiles et libération lente des acides aminés à chaîne ramifiée	Élevés	AOAC International, 2002; De Geeter et Huyghebaert, 1992
Chromatographie liquide haute performance après hydrolyse acide	Tous les aliments	Voir ci-dessus	Élevés	Voir ci-dessus
Chromatographie en phase gazeuse après hydrolyse acide et dérivatisation	La plupart des aliments	Le choix de produits dérivatisés est difficile	Modérés à élevés	Voir ci-dessus
(Acides aminés sulfurés) Hydrolyse acide après oxydation des acides aminés sulfurés	La plupart des aliments	Pertes hydrolytiques	Élevés	Voir ci-dessus
(Tryptophane) Hydrolyse alcaline et chromatographie par échange d'ions	La plupart des aliments	Pertes hydrolytiques d'autres acides aminés	Élevés	Moore et Stein, 1948; Landry et Delhave, 1993
(Tryptophane, acides aminés sulfurés) Colorimétrie	La plupart des aliments		Faibles	Blackburn, 1968 Christie et Wiggins, 1978
(Lysine disponible) Colorimétrie	La plupart des aliments		Faibles	Carpenter, 1960; Booth, 1971

Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.

aminés nutritionnellement importants sauf le tryptophane. On peut déterminer le tryptophane en à peu près 8 minutes par une méthode en chromatographie liquide qui ne nécessite pas de dérivation (Sarwar et Botting, 1993).

L'ensemble des méthodes est résumé au tableau 7.4.

### Lysine disponible

La lysine peut devenir nutritionnellement indisponible notamment quand son groupe  $\epsilon$ -aminé réagit avec des glucides. Cette réaction réduit la valeur biologique des protéines. La lysine disponible peut être mesurée en utilisant sa réaction avec le 2,4-fluorodinitrobenzène selon la méthode de Carpenter (1960). Cette méthode a fait l'objet de plusieurs modifications (Williams, 1982). La séparation par CLHP de la lysine  $\epsilon$ -DNP est décrite par Peterson et Warthesen (1979).

### Autres composés azotés

Plusieurs groupes d'aliments, tels que les poissons, certains produits de la pêche, les viandes, les champignons et les légumes contiennent un grand nombre de matières azotées, d'amines (Steadman, 1999) et d'acides nucléiques. Beaucoup d'entre eux réagissent avec la ninhydrine et peuvent être déterminés par CEI. Les méthodes pour les acides nucléiques ont été revues par Munro et Fleck (1966). Elles peuvent aussi être séparées par CLHP et détectées grâce à leur forte absorption dans l'ultraviolet (UV).

## Constituants lipidiques

Dans un rapport, la FAO et l'OMS (1994) ont recommandé que des données validées sur la composition des lipides soient largement accessibles et que des méthodes normalisées et des matériaux de référence soient utilisés pour l'analyse des acides gras, ainsi que pour la préparation des banques de données de composition. Ce rapport propose une bonne couverture de ces constituants et des thèmes d'intérêts nutritionnels. Christie (2003) est une référence fondamentale pour l'analyse des lipides.

Dans le système dit des «constituants majeurs», les lipides sont assimilés à la fraction de l'aliment extractible par des solvants organiques. Mais, cet extrait contient différentes classes de substances. Dans une optique nutritionnelle, la mesure des lipides totaux n'a qu'une valeur limitée, néanmoins elle est toujours largement effectuée et utilisée pour l'étiquetage des aliments et les réglementations sur la composition des aliments.

Les méthodes sont résumées au tableau 7.5.

### Lipides totaux

La teneur en lipides totaux ou l'extrait total obtenu après extraction dans un solvant organique est très dépendant de la méthode. Carpenter, Ngeh-Ngwainbi et Lee (1993) ont décrit la nature des problèmes rencontrés dans leur revue critique des méthodes d'étiquetage nutri-

Tableau 7.5 Méthodes d'analyse des lipides

Procédure	Application	Limites	Investissements	Références
<b>Lipides totaux</b>				
Extraction continue (solvant unique)	Aliments peu humides (échantillons séchés)	Extraction incomplète pour beaucoup d'aliments. Temps long. Extraits non utilisables pour l'analyse des acides gras	Faibles	Sullivan et Carpenter, 1993
Hydrolyse acide	Tous les aliments sauf les produits laitiers ou riches en sucre	Quelques hydrolyses de lipides. Extraits non utilisables pour l'analyse des acides gras	Faibles	AOAC International, 2002; Sullivan et Carpenter, 1993
Hydrolyse et CPG capillaire	Plupart des aliments (conformes au NLEA)		Elevés	Ngeh-Ngwainbi, Lin et Chandler, 1997; House, 1997
Extraction par mélange de solvants	Rapide, efficace pour beaucoup d'aliments. L'extrait peut être utilisé pour la mesure des acides gras	Extraction complète pour la plupart des aliments. Les extraits nécessitent souvent des opérations de nettoyage	Faibles	Bligh et Dyer, 1959; Hubbard <i>et al.</i> , 1977
Hydrolyse alcaline	Produits laitiers	Validée seulement pour les produits laitiers	Faibles	AOAC International, 2002
SPIR	Validée pour les céréales	Nécessite une calibration extensive contre les autres méthodes	Elevés	Hunt <i>et al.</i> , 1977a
<b>Triglycérides</b>				
Plusieurs méthodes chromatiques	Tous les aliments	Des acides gras libres peuvent gêner. Un contrôle CCM peut être utile	Modérés	Gurr, Harwood et Frayn, 2002

(suite)

Tableau 7.5 (fin)

Procédure	Application	Limites	Investissements	Références
<b>Acides gras</b>				
CPG	Tous les aliments après transméthylation	Validée pour la plupart des aliments	Elevés	Voir ci-dessus
CLHP	En développement	A présent, pas d'avantages trouvés par rapport à la GPG	Élevés	Voir ci-dessus
<b>Acides gras trans</b>				
CPG avec détection infrarouge	Tous les aliments	Disponibilité d'étalons pour quelques isomères	Modérés à élevés	Voir ci-dessus
Absorption infrarouge	Tous les aliments	Quelques interférences	Elevés	Voir ci-dessus
CPG	Tous les aliments	Des techniques capillaires sont nécessaires	Elevés/modérés	Voir ci-dessus

Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.  
 CPG = chromatographie en phase gazeuse; NLEA = Acte sur l'étiquetage et l'éducation nutritionnelle; SPIR = spectroscopie proche infrarouge;  
 CCM = chromatographie sur couche mince; CHLP = chromatographie en phase liquide à haute performance.

tionnel de l'AOAC. Gurr (1992) et Gurr, Harwood et Frayn (2002) examinent en détail les méthodes disponibles pour séparer les différentes classes de lipides.

Une méthode classique est basée sur une extraction continue, opérée dans un extracteur Soxhlet sur des échantillons secs d'aliments, quelquefois précédée par une hydrolyse acide. Cette technique prend beaucoup de temps et expose les lipides extraits à de hautes températures sur de longues périodes. Cependant, son inconvénient principal est que l'extraction des lipides soit incomplète pour beaucoup d'aliments surtout pour les produits de boulangerie et pâtisserie et ceux contenant une quantité considérable de graisse de structure. Le solvant d'extraction utilisé est souvent l'éther de pétrole (qui est moins inflammable que l'éther diéthylique et donc moins susceptible de former des peroxydes). Cela nécessite des prises d'essai complètement séchées et indemnes de mono- et disaccharides. Les résultats obtenus en utilisant cette méthode demandent un examen minutieux avant leur incorporation dans une banque de données et leur utilisation est déconseillée.

D'autres solvants, comme le trichloroéthylène, sont utilisés dans un certain nombre de systèmes automatisés du type «Foss-Let»; ils se révèlent donner des extractions plus complètes (Pettinati et Swift, 1977).

On a démontré que l'utilisation d'un mélange de solvants polaires et non polaires permettait d'extraire pratiquement tous les lipides de la plupart des aliments. Toutefois, on peut observer une extraction incomplète avec les produits de boulangerie et de pâtisserie. L'extraction dans le chloroforme-méthanol est bien connue (Folch, Lees et Stanley, 1957; Bligh et Dyer, 1959). Elle combine la capacité de pénétration de l'alcool dans les tissus avec le pouvoir dissolvant du chloroforme pour les lipides. Les extraits qui en résultent sont complets, mais peuvent contenir des matières non lipides et exigent une extraction supplémentaire pour les éliminer. Cette méthode d'extraction est préférable quand l'extrait est utilisé pour mesurer les acides gras et les stérols (Shepherd, Hubbard et Prosser, 1974). La méthode est efficace pour les aliments complexes et fait partie des méthodes officielles AOAC. Il a été démontré qu'elle est applicable à des aliments tels que la cervelle et l'œuf qui sont riches en phospholipides (Hubbard *et al.*, 1977). La mesure des lipides après un traitement acide (méthodes Weibull et Schmid) ou par l'ammoniaque (méthode Röse-Gottlieb) fournit aussi de bons résultats pour beaucoup d'aliments. Ces techniques sont reconnues comme méthodes officielles AOAC et normes de l'Union européenne. Les méthodes alcalines sont exclusivement utilisées pour les aliments laitiers et sont des méthodes normalisées pour ces aliments. Cependant, ces extraits obtenus après un traitement acide ou alcalin ne sont pas adaptés pour l'analyse des acides gras, car une oxydation et des pertes dues à l'hydrolyse (acide) des lipides peuvent se produire. L'AOAC a normalisé une méthode pour déterminer les lipides totaux (incluant les acides gras saturés, insaturés et monoinsaturés) dans les aliments, basée sur une hydrolyse acide suivie d'une chromatographie capillaire en phase gazeuse (Ngeh-Ngwainbi, Lin et Chandler, 1997) pour se conformer à la définition légale des lipides de la loi américaine d'étiquetage et d'éducation nutritionnelle (NLEA) selon laquelle, cette teneur est la somme des acides gras exprimée en triglycérides.

En spectroscopie proche infrarouge, les lipides présentent de fortes bandes d'absorption du carbonyle. La SPIR a donc été utilisée pour les légumineuses (Hunt *et al.*, 1977a) et pour plusieurs autres denrées alimentaires (Cronin et McKenzie, 1990). L'efficacité de cette méthode dépend de l'importance de l'étalonnage réalisé sur des matrices comparables et l'utilisation d'une méthode de calibrage approuvée. Pour cette raison, c'est la méthode la plus couramment utilisée pour les analyses de routine en grandes séries sur des aliments similaires comme les céréales ou les produits laitiers.

### Triglycérides

Bien qu'il soit probable que la composition qualitative en triglycérides ait une signification nutritionnelle importante, peu de banques de données contiennent ces informations. Les méthodes de séparation des composés individuels n'ont pas été très développées (Gurr, Harwood et Frayn, 2002). La chromatographie en couche mince en combinaison avec la chromatographie est utilisable. Des teneurs totales peuvent être obtenues en séparant les acides gras libres des lipides totaux et les deux valeurs sont utilisées pour donner une valeur par différence. Des techniques basées sur la CLHP ont aussi été proposées pour un fractionnement complet des triglycérides (Patton, Fasulo et Robbins, 1990a, b; Gonzalez *et al.*, 2001).

### Acides gras

La méthode de choix est la séparation par CPG qui sépare les esters méthyliques des acides gras obtenus par transméthylation de l'extrait lipidique total. Cette méthode a pu être étendue à la séparation des formes isomères des acides gras à longue chaîne grâce au développement de nouveaux matériaux de remplissage des colonnes, de colonnes capillaires et de systèmes de détection amplifiés. La technique publiée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA) (Paquot et Hautfenne, 1987) constitue la méthode de base.

Le choix de la méthode dépendra de l'aliment et des acides gras à analyser. Beaucoup d'utilisateurs seront particulièrement intéressés par les acides gras n-3 et n-6, les acides *trans* et les acides gras à longues chaînes tels que l'acide eicosapentaénoïque (EPA) et l'acide docosahéxaénoïque (DHA). Le coût d'une automatisation de l'injection de l'échantillon et de l'informatisation des chromatographes vient s'ajouter au coût de l'appareil mais améliore fortement l'exactitude, la fidélité et le débit analytique. Les méthodes normalisées par l'American Oil Chemists' Society (1998) sont:

- la méthode n° Ce 1-62, par chromatographie sur colonne remplie pour les esters méthyliques d'acides gras C9 à C24 et les graisses animales;
- la méthode n° Ce 1b-89, par chromatographie capillaire pour les huiles de poissons et les esters éthyliques ou méthyliques des acides gras C14 à C24 (pourcentage en valeurs relatives et en mg/g d'EPA et DHA);
- la méthode n° Ce 1c-89, par chromatographie capillaire pour les acides gras, les isomères *trans* et *cis*, *cis* isomères branchés de méthylène dans les huiles végétales;

- la méthode n° Ce 1e-91, par chromatographie capillaire pour les acides gras C4 à C24;
- et la méthode n° Ce 1f-96, par chromatographie capillaire pour les acides gras *cis* et *trans* des huiles et des graisses hydrogénées et raffinées.

La mesure des acides gras *trans* peut se faire avec un détecteur infrarouge (AOAC, 2002). La difficulté majeure est d'obtenir une identification correcte des isomères. Cela exige de bons étalons ou de combiner la séparation par CPG avec la spectrométrie de masse (Beare-Rogers et Dieffenbacher 1990), ce qui peut rendre la méthode inabordable dans des pays en développement.

La spectrométrie infrarouge par absorbance est actuellement la méthode de choix pour la mesure des acides gras *trans* dans les huiles de poissons hydrogénées. La mesure en CPG des acides gras *trans* dans les huiles végétales partiellement hydrogénées utilisant un détecteur à ionisation de flamme (FID) sous-estime souvent la teneur en acide gras *trans*, même avec des colonnes capillaires très longues et à haute polarité (Aro *et al.*, 1998).

Un laboratoire d'analyse des aliments ne disposant pas d'une instrumentation CPG ne peut pas mesurer les acides gras, mais peut coopérer avec un laboratoire disposant des ressources nécessaires. Les échantillons peuvent être transférés à ce laboratoire sous forme de matière grasse extraite (qui exige un stockage et un transport à froid ainsi que l'addition d'un antioxydant) ou d'esters méthyliques (qui exigent aussi d'être protégés contre l'oxydation). Il est important de vérifier ces modalités avec le laboratoire d'analyse pour éviter l'interférence d'antioxydants pendant la chromatographie.

Le taux d'insaturation des lipides peut être estimé par une détermination de l'indice d'iode (UICPA, 1979; AOAC International, 2002); cela reste une technique utile quand l'analyse de tous les acides gras n'est pas effectuée.

### Stéroïds

Dans le passé, les analyses nutritionnelles mettaient l'accent sur la mesure du cholestérol mais, à présent, une attention croissante est accordée à la mesure d'autres stéroïds, particulièrement les phytostéroïds.

**Cholestérol.** Les techniques les plus anciennes, qui utilisaient des méthodes gravimétriques et colorimétriques, sont maintenant considérées comme obsolètes et ne sont plus conseillées. Les méthodes de choix sont chromatographiques, l'utilisation de la CPG est possible mais sur des dérivés qui peuvent être séparés sur des colonnes à faible polarité (Punwar, 1975; Hubbard *et al.*, 1977). Le problème dans l'analyse des stéroïds est la présence en grandes quantités d'autres lipides dans la plupart des aliments qui gênent une application directe de la méthode sur l'extrait lipidique.

Une saponification avant la préparation des dérivés méthylés est nécessaire. L'utilisation de dérivés triméthylsilyliques (TMS) pour l'application à des aliments complexes a satisfait les normes de l'AOAC (Carpenter, Ngeh-Ngwainbi et Lee, 1993). Les procédures sont un peu délicates à réaliser et des méthodes simplifiées demandant des temps de préparation de l'échantillon plus réduits ont été proposées (Thompson et Merola, 1993).



Les améliorations de la CPG capillaire fournissent les bases au développement de procédures sans dérivation dont les résultats sont conformes aux normes (Jekel, Vaessen et Schothorst, 1998).

**Autres stérols.** La méthode décrite ci-dessus peut aussi être utilisée pour la séparation et la mesure de plusieurs phytostérols alimentaires (Jonker *et al.*, 1985) de même que la dérivation avec le TMS (Phillips, Tarrogo-Trani et Stewart, 1999).

### Phospholipides

Une revue exhaustive sur les phospholipides avait été publiée en 1973 (Ansell, Hawthorne et Dawkins) et décrivait les procédures analytiques disponibles. Maintenant, des techniques CLHP ont été mises au point (Hammond, 1982; Patton, Fasulo et Robbins, 1990a, b) et forment des méthodes de choix. Gunstone, Harwood et Padley (1994) ont fourni une étude sur ces méthodes de mesure des phospholipides.

## Glucides

Les divers glucides que l'on trouve dans un régime alimentaire humain (voir tableau 4.3) illustrent l'ampleur de la tâche pour un analyste qui désirerait suivre les recommandations publiées par la FAO et l'OMS (1998) pour la mesure individuelle des glucides. Heureusement, tous les types de glucides ne sont pas simultanément présents dans tous les types d'aliments.

Les diverses propriétés métaboliques et physiologiques des différentes classes de glucides justifient le fait que, dans une optique nutritionnelle, on ne peut pas les considérer comme un constituant unique des aliments.

Le calcul des «glucides totaux par différence» utilisé par le système des «constituants majeurs» (proximates) de Weende a été décrit au début de ce chapitre. Il reflétait l'état de la connaissance de la chimie des glucides de l'époque. De plus, ce système avait été conçu pour des aliments pour animaux (particulièrement pour les ruminants) et, par conséquent, la plupart des glucides (sauf la cellulose-lignine pour laquelle la fibre brute était une mesure approximative) étaient digérés dans la panse.

En nutrition, les glucides peuvent être divisés en trois classes selon leur degré de polymérisation:

1. les sucres (mono- et disaccharides);
2. les oligosaccharides (polymères de trois à neuf monosaccharides ou unités d'acide uronique);
3. les polysaccharides (polymères contenant plus de neuf unités) qui se subdivisent en deux grandes catégories:  $\alpha$ -glucanes (amidons, produits à base d'amidon hydrolysé et de glyco-gène) et un groupe beaucoup plus disparate de non- $\alpha$ -glucanes, (les polysaccharides non amyliques [NSP], qui sont les composants principaux des fibres alimentaires).

Ces vastes groupes de molécules identifiées par les chimistes ne correspondent pas exactement à des propriétés physiologiques ou à des fractions analytiques. L'analyste faisant face

Tableau 7.6 Méthodes d'analyses des sucres

Procédure	Application	Limites	Investissements	Références
Gravité spécifique	Sucres en solutions	Précis pour le saccharose	Faibles	AOAC International, 2002; Southgate, 1991
Indice de réfraction	Sucres en solutions	Étalonnage empirique exigé	Faibles	Voir ci-dessus
Polarimétrie	Sucres simples, mélanges simples	Grande attention aux méthodes normalisées essentielles	Faibles	Voir ci-dessus
Réductimétrie	Sucres réducteurs	Sucres non réducteurs, saccharose, mélanges de sucres invertis	Faibles	AOAC International, 2002
Colorimétrie	Sucres simples, mélanges simples	Spécificité	Faibles	Southgate, 1991; Hudson <i>et al.</i> , 1976; Hudson et Bailey, 1980
Méthodes spécifiques enzymatiques	Glucose, mélanges complexes	Les réactifs peuvent être chers	Faibles	Bergmeyer, 1974
CPG	Mélanges complexes	Besoin de dérivés	Modérés	Englyst, Quigley, et Hudson, 1994
CLHP	Mélanges complexes	Choix de colonne, et de détecteurs	Modérés à élevés	Southgate, 1991; Shaw, 1998; Englyst, Quigley et Hudson, 1994

Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation. CPG= chromatographie en phase gazeuse; CLHP= chromatographie en phase liquide à haute performance.

à une analyse de glucides, en particulier les NSP, est «obligé de faire un compromis entre un idéal qui serait la séparation et la détermination de la plupart des composés et une approche analytique qui serait entièrement empirique» (Southgate, 1969). Dans plusieurs cas, un aliment contient une gamme limitée de glucides et des procédures plus simples peuvent être utilisées pour son analyse (Southgate, 1991).

Les méthodes sont résumées aux tableaux 7.6 à 7.8.

### Sucres

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour l'analyse des sucres libres dans un aliment. Le choix dépend essentiellement de leur composition quantitative. Là où une seule espèce de glucide est présente, pratiquement n'importe quelle procédure s'applique, mais la plupart des aliments contiennent un mélange de trois ou plus de composés et leur séparation est indispensable pour obtenir des résultats exacts. Des méthodes enzymatiques spécifiques sont disponibles pour l'analyse sans séparation de certains mélanges courants.

Les méthodes d'analyse des sucres libres (et acides uroniques) représentent l'étape finale de l'analyse de la plupart des polymères glucidiques complexes, après leur hydrolyse et la séparation des divers composés.

L'évolution des méthodes a suivi de très près le développement des techniques analytiques et la pression des demandeurs de résultats analytiques. Ainsi, des techniques physiques ont été initialement développées pour l'analyse de solutions de saccharose dans l'industrie sucrière. Puis des méthodes pour les sucres réducteurs ont aussi été développées pour cette industrie: elles ont été améliorées et leurs protocoles ont été normalisés sous l'égide de la Commission internationale pour l'unification des méthodes d'analyse du sucre (ICUMSA, 1982). Ces méthodes donnent toujours des résultats satisfaisants dans la mesure où les protocoles sont scrupuleusement suivis.

Des techniques colorimétriques ont été développées plus tardivement, avec l'avènement de techniques améliorées de mesure de la densité optique (alors que les premières mesures étaient réalisées par un appariement visuel des solutions). Les divers réactifs chromogènes applicables aux différentes classes de monosaccharides et d'acides uroniques nécessitent l'emploi d'acides concentrés bien que ces méthodes colorimétriques soient basées sur le pouvoir réducteur des glucides et quelques types de réactions (Hudson *et al.*, 1976). Ces méthodes ne sont pas particulièrement robustes mais elles fournissent malgré tout des résultats acceptables sur des mélanges simples de sucres dans le cadre d'un contrôle de qualité. Mais elles ne sont pas très spécifiques, ce qui empêche leur utilisation pour l'analyse des mélanges (Hudson et Bailey, 1980).

Des méthodes enzymatiques spécifiques ont été développées, la plus intéressante étant la méthode avec la glucose-oxydase qui se termine par une mesure colorimétrique. Une série de réactions couplées avec NADPH-NADP utilisant des enzymes spécifiques permet l'analyse des mélanges de glucose/fructose, de glucose/fructose/saccharose et de maltose/galactose (Southgate, 1991).

La chromatographie, initialement sur papier ou sur plaques de silice, fournissait de bonnes séparations semi-quantitatives et les techniques avec des colonnes d'échange d'ions n'ont pas été difficiles à introduire.

Tableau 7.7 Méthodes d'analyse des polyols et des oligosaccharides

Procédure	Application	Limites	Investissements	Références
<b>Polyols</b>				
Méthodes spécifiques enzymatiques	Limitées à quelques alcools	Spécificité des enzymes	Modérés	
CLPH	Mélanges complexes	Manque de procédures standardisées; choix de colonne	Modérés à élevés	Southgate, 1991
<b>Oligosaccharides</b>				
Méthodes spécifiques enzymatiques	Hydrolyse sélective et séparation	Spécificité des enzymes	Modérés à élevés	Bergmeyer, 1974
CPG	Mélanges complexes	Choix de la colonne	Modérés à élevés	Quigley, Hudson et Englyst, 1997

*Notes:* Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation. CPG= chromatographie en phase gazeuse.

Les analyses par chromatographie en phase gazeuse dépendent de la préparation convenable des dérivés volatils. Initialement, la triméthylesilylation procurait des dérivés acceptables pour l'analyse des mélanges de sucres bien que les chromatogrammes fussent très complexes. La méthode la plus largement utilisée et efficace pour l'analyse des mélanges comprend une réduction des monosaccharides en alditols suivie d'une acétylation.

Des colonnes CLHP sont maintenant disponibles qui donnent une bonne séparation des mélanges de sucre sans qu'une préparation de dérivés soit nécessaire. Les premiers détecteurs utilisaient l'indice de réfraction pour quantifier les pics ainsi élués, mais ils sont relativement peu sensibles et ont été remplacés par des détecteurs ampérométriques à courant pulsé qui améliorent la sensibilité.

### **Polyols (polyalcools)**

Les polyols sont normalement absents des aliments. Quelques-uns peuvent être mesurés par des méthodes enzymatiques spécifiques mais les méthodes CLHP sont plus couramment utilisées.

### **Oligosaccharides**

Ils sont largement présents dans les aliments, surtout les légumes. Les malto-oligosaccharides se retrouvent en particulier dans les aliments qui contiennent des hydrolysats partiels d'amidon ou des préparations de sirop de glucose. Les malto-oligosaccharides sont hydrolysés par des enzymes de la bordure en brosse des cellules intestinales et sont des «glucides glycémiques». Ils ont besoin d'être mesurés séparément.

Les fructo-oligosaccharides sont de plus en plus utilisés comme ingrédients et peuvent être mesurés après une hydrolyse par des hydrolases spécifiques des fructanes. Les galactose-oligosaccharides peuvent être mesurés après une hydrolyse enzymatique spécifique. Les techniques de séparation par CPG et plus particulièrement par CLHP, offrent des méthodes performantes pour l'analyse de ces oligosaccharides (Quigley, Hudson et Englyst, 1997).

### **Polysaccharides**

C'est suite à des considérations nutritionnelles qu'on les classe de préférence en deux grandes rubriques: les amidons et les polysaccharides non amylicés (NSP).

**Amidon.** Cette catégorie comprend tous les  $\alpha$ -glucanes, les amidons, les amidons partiellement hydrolysés et le glycogène. Ce dernier est un composé mineur de la plupart des produits animaux; on le retrouve à des concentrations significatives dans le foie frais, la viande de cheval et comme traces dans les muscles maigres.

Les méthodes par polarimétrie sont limitées à quelques céréales, mais avec un étalonnage et une standardisation adaptés, elles peuvent donner des résultats satisfaisants. (Fraser, Brendon-Bravo et Holmes, 1956; Southgate, 1991).

L'hydrolyse par un acide dilué est applicable aux aliments hautement raffinés avec une faible concentration en NSP; ensuite, pratiquement toutes les méthodes applicables aux monosaccharides peuvent être utilisées pour mesurer le glucose récupéré.

Tableau 7.8 Méthodes d'analyse des polysaccharides

Procédure	Application	Limites	Investissements	Références
<b>Amidon</b>				
Polarimétrie	Quelques aliments céréaliers	Besoins d'un étalonnage très soigneux	Faibles	Fraser, Brendon-Bravo et Holmes, 1956
Hydrolyse par un acide dilué et utilisation d'une méthode générale pour le sucre	Aliments très raffinés, faibles en NSP	Interférences si NSP présents	Faibles	Southgate, 1991; Dean, 1978
Hydrolyse par un acide dilué et méthode spécifique pour le glucose	Aliments faibles en $\beta$ -glucanes	Présence de $\beta$ -glucanes	Faibles	Voir ci-dessus
Hydrolyse enzymatique et méthode spécifique pour le glucose	Tous les aliments	Choix des enzymes et des conditions	Modérés	Wills, Balmer et Greenfield, 1980
Amidon facilement digestible		Choix des conditions	Modérés	Englyst, Kingman et Cummings, 1992
Amidon difficilement digestible		Choix des conditions	Modérés	Voir ci-dessus
<b>Amidon résistant</b>				
Hydrolyse enzymatique d'amidon avant et après le traitement avec l'alcali ou le DMSO		Choix des enzymes et des conditions	Modérés	Champ, 1992; Englyst, Kingman et Cummings, 1992
<b>Polysaccharides non amylacés (NSP)</b>				
Hydrolyse enzymatique et élimination de l'amidon. Hydrolyse acide de NSP. CPG, séparation des monosaccharides par CLHP. Analyse colorimétrique des monosaccharides	Quasiment tous les aliments	L'amidon résistant doit être traité avant l'hydrolyse. Le CPG demande une préparation des produits dérivés. Donne seulement valeurs totales	Modérés à élevés	Englyst, Quigley et Hudson, 1994; Southgate, 1995
<p><i>Notes:</i> Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.  DMSO = diméthylsulfoxyde; NSP = polysaccharides non amylacés; CLHP= chromatographie en phase liquide à haute performance; CPG= chromatographie en phase gazeuse.</p>				

L'utilisation d'une méthode spécifique pour le glucose tel que le glucose-oxydase élargit la gamme des aliments pour lesquels cette méthode est utile (Dean, 1978; Southgate, 1991).

La méthode la plus satisfaisante et la plus largement appliquée consiste en une hydrolyse enzymatique avec des amylases spécifiques, suivie d'une précipitation des NSP résiduels par l'éthanol et la mesure du glucose produit. Le choix des enzymes et des conditions d'hydrolyse représentent les points les plus importants. Si l'on veut des teneurs en amidon total, l'amidon résistant aux enzymes doit préalablement être traité par le diméthylesulfoxyde (DMSO) avant l'hydrolyse (Southgate, 1991).

**Taux de digestibilité.** Englyst et ses collègues (1999) ont suggéré que le taux de digestibilité de l'amidon est le principal facteur expliquant les variations dans les réponses glycémiques des aliments. Ils ont proposé de distinguer trois classes d'amidon: l'amidon rapidement digestible, l'amidon lentement digestible et l'amidon résistant. Le taux peut être mesuré *in vivo* alors que la simulation analytique est difficile (Vonk *et al.*, 2000).

**Amidon résistant.** La résistance de l'amidon aux enzymes a d'abord été observée d'un point de vue analytique. On la définit maintenant comme une résistance physiologique, c'est-à-dire une résistance à une hydrolyse dans le tractus gastro-intestinal (Gudmand-Hoyer, 1991). Englyst, Kingman et Cummings (1992) ont distingué trois formes de résistances dû à la rétention physique de l'amidon, la structure du granule d'amidon et la rétrogradation. Cette dernière forme est plus courante dans les aliments transformés. Des études interlaboratoires sont démontré qu'une fidélité raisonnable peut être obtenue (Champ, 1992).

**Indice glycémique.** Il y aurait un grand intérêt à inclure des valeurs d'indice glycémique (IG) dans les banques de données sur la composition des aliments et une série de valeurs a déjà été publiée (Foster-Powell et Miller, 1995). Les valeurs d'IG (à proprement parler, un classement des glucides dans les aliments) sont basées sur leurs effets glycémiques comparés à ceux d'aliments de référence. L'IG est défini comme «la surface sous la courbe de la glycémie dans le sang cumulée en fonction du temps, exprimée en pourcentage de réponse d'un aliment de référence ayant le même taux de glucides assimilés par un même sujet» (FAO/OMS, 1998). L'aliment de référence est généralement le pain blanc ou le glucose. La FAO et l'OMS (1998) ont publié un mode opératoire utilisant 6 sujets ou plus et ont défini les glucides comme les «glucides glycémiques (disponibles)». Le principal laboratoire australien qui réalise des mesures d'IG a proposé une définition possible des glucides comme «glucides totaux par différence après soustraction de la somme des fibres alimentaires et de l'amidon résistant (s'il est connu), ou comme la somme de l'amidon et des sucres, incluant les polyols et les autres dérivés de sucres lentement absorbables» (Brand-Miller et Holt, communication personnelle).

En Australie, l'utilisation du symbole IG sur les étiquettes d'aliments est autorisée et un site Internet est disponible pour consultation ([www.glycemicindex.com](http://www.glycemicindex.com)). L'IG des repas peut

être calculé mais pas pour les plats cuisinés parce que l'IG d'un aliment est affecté par sa cuisson ou sa transformation.

L'estimation des différents taux de digestibilité de l'amidon dans les aliments indique une certaine corrélation avec les indices glycémiques mesurés *in vivo*. Elle exige un panel de sujets humains pour mesurer les taux sanguins de glucose à plusieurs reprises pendant les trois heures après la consommation d'une dose fixe (50 g) de glucides glycémiques. L'espace situé au-dessous de la courbe de référence est comparé avec la surface sous la courbe pour une charge de 50 g de glucose ou, mieux encore, pour 50 g de glucides glycémiques obtenus à partir de pain blanc. Le pain blanc est préférable parce que les charges en glucose peuvent être lentement libérées de l'estomac grâce aux effets osmotiques. Une étude interlaboratoires (Wolever *et al.*, 2003) a montré que la variabilité interindividus de la mesure de l'IG a besoin d'être réduite pour réduire l'incertitude de la méthode.

Une méthode *in vitro*, publiée par Englyst *et al.* (1999), sur le glucose rapidement disponible a montré qu'il était fortement corrélé avec la réponse glycémique.

**Polysaccharides non amylacés.** Les méthodes d'analyse des NSP requièrent un prétraitement par l'hydrolyse enzymatique de l'échantillon pour éliminer les sucres libres et l'amidon. Les NSP qui ne sont pas modifiés sont alors récupérés par précipitation par l'éthanol (80 pour cent v/v), puis lavés et séchés. Les NSP sont hydrolysés selon l'une des deux méthodes suivantes: soit, par de l'acide dilué qui hydrolyse la plupart des polysaccharides non cellulotiques (NCP), puis avec  $H_2SO_4$  12 M qui hydrolyse la cellulose; soit, les NSP sont totalement hydrolysés en utilisant de l'acide 12 M (voir Mesure des NSP ci-dessous pour plus de détails).

Les monosaccharides sont analysés soit individuellement par CPG ou CLHP, après dérivatisation (comme les acétates d'aliditols [Englyst, Wiggins et Cummings, 1982]), soit globalement par colorimétrie (Englyst, Quigley et Hudson, 1994). Ces méthodes ne sont pas très robustes (Southgate, 1995) bien que des essais interlaboratoires aient démontré que, si le protocole est soigneusement suivi, elles peuvent fournir une fidélité acceptable.

### Choix de méthodes pour les glucides

En fait, aucune méthode ne remplit toutes les exigences du rapport FAO/OMS (1998). L'idéal serait, lorsque l'on décide de mesurer les glucides dans les aliments, de mesurer l'une après l'autre les différentes espèces de glucides en utilisant une seule prise d'essai. Cette approche éviterait la possibilité de mesures redondantes pour certains constituants appartenant à plusieurs compartiments.

Les principes d'une telle approche sont schématiquement présentés dans la figure 7.1.

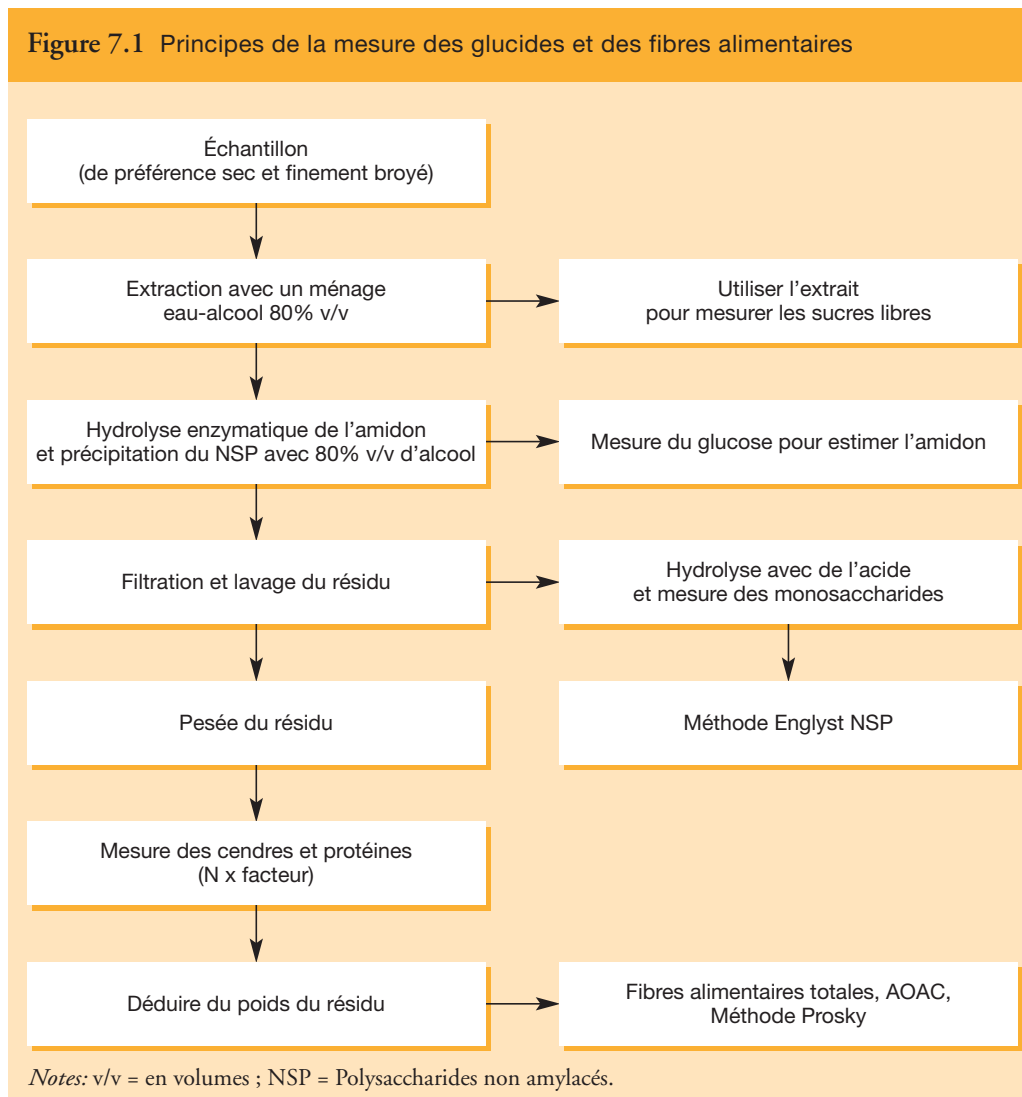
**Extraction des sucres libres, polyols et oligosaccharides.** Cela peut être fait par extraction aqueuse, mais les protéines sont aussi extraites, ce qui rend les étapes suivantes plus complexes. L'élimination des lipides est souhaitable pour des raisons techniques, car elle facilite une extraction plus complète des sucres. L'extraction avec de l'alcool aqueux est l'approche la plus couramment utilisée: le plus souvent un mélange éthanol-eau 80-20 v/v est utilisé, mais on



peut aussi choisir 85 pour cent de méthanol ou d'isopropanol. Les extractions sont d'habitude effectuées à ébullition. Par conséquent, il faut faire attention de protéger les analystes contre les vapeurs de solvants. Si l'extrait est susceptible d'être acide, il est aussi important de le neutraliser pour éviter toute hydrolyse des disaccharides ou des saccharides de degré de polymérisation plus élevé.

Les solutions aqueuses d'alcools extrairont aussi des polysaccharides de plus petit poids moléculaire – des saccharides à chaîne courte, comme définis par Englyst et Hudson (1996). Ceux-ci doivent être de préférence déterminés après une hydrolyse enzymatique spécifique. Les nouvelles technologies de production des enzymes fournissent une large gamme de réactifs spécifiques à haute activité. Plusieurs sociétés commerciales se sont spécialisées dans ce

Figure 7.1 Principes de la mesure des glucides et des fibres alimentaires



domaine, comme Boehringer-Mannheim en Allemagne; Megazyme en Irlande, Nova au Danemark et Sigma aux États-Unis. Plusieurs de ces compagnies proposent des méthodes enzymatiques en «kits». Le rythme de développement des technologies de production d'enzymes est tel qu'on peut prévoir un rôle de plus en plus important de ces méthodes enzymatiques sélectives pour l'analyse des aliments, grâce à la bonne spécificité obtenue (McCleary et Prosky, 2001).

**Hydrolyse de l'amidon.** L'étape suivante consiste à éliminer l'amidon par une hydrolyse enzymatique sélective. Un certain nombre d'enzymes peuvent être utilisés dans ce but. Un mélange d'amylase et de pullulanase a été utilisé pour une hydrolyse complète de l'amidon jusqu'au glucose mais aussi plusieurs glucoamylases permettent une hydrolyse quasi complète jusqu'au glucose. Les conditions de l'hydrolyse enzymatique sont importantes pour assurer à la fois l'hydrolyse rapide et complète de l'amidon et minimiser l'hydrolyse des NSP, particulièrement des  $\beta$ -glucanes. Les NSP non hydrolysés sont récupérés par précipitation avec de l'éthanol à 80 % v/v.

**Mesure des NSP.** Les NSP précipités sont lavés, délicatement séchés puis hydrolysés. Cela peut être fait à ébullition en présence  $H_2SO_4$  1 M, suivi d'une hydrolyse acide 12 M à une température ambiante. Cette méthode entraîne d'abord une hydrolyse des monosaccharides du NCP et, ensuite, des monosaccharides provenant de la fraction cellulosique. Alternativement, les NSP peuvent être hydrolysés par l'acide 12 M suivi par l'acide dilué, ce qui fournit un hydrolysate de monosaccharides provenant de NSP. Les acides uroniques ne sont pas complètement hydrolysés par ces méthodes et l'analyse colorimétrique est largement utilisée (Englyst, Quigley et Hudson, 1994). Une hydrolyse enzymatique spécifique de l'acide uronique contenant des polymères est maintenant possible (Quigley et Englyst, 1994).

## Fibres alimentaires

Les fibres alimentaires doivent être considérées comme faisant partie de la fraction glucidique dans les aliments. Le problème principal dans le choix de la méthode d'analyse réside dans leur définition et dans son interprétation dans une optique analytique. Le terme a d'abord été utilisé en 1953 au Royaume-Uni par Hipsley pour décrire la somme des hémicelluloses, de la cellulose et de la lignine dans les aliments, en d'autres termes, les composantes des parois cellulaires de plantes. Trowel, en 1972, a repris ce terme pour identifier les «composants des parois végétales cellulaires indigestes des aliments». Ces deux termes restaient trop vagues pour être utilisés pour élaborer une stratégie analytique. En 1976, Trowel *et al.* ont proposé que les fibres alimentaires soient définies comme «la somme des polysaccharides végétaux et de la lignine qui ne sont pas digérés par les enzymes du tractus gastro-intestinal». Cela était quasiment analogue aux «glucides indisponibles» définis par McCance et Lawrence (1929) et mesurables par les méthodes décrites par Southgate (1969).

Dans cette méthode, le but est de mesurer spécifiquement les glucides en utilisant des techniques colorimétriques. Englyst développa cette approche en utilisant des méthodes CPG plus spécifiques qui permettaient de mesurer les polysaccharides non amylacés et en ajoutant une étape complémentaire pour convertir l'amidon résistant en amidon résistant non enzymatique. La procédure a été validée dans une série d'analyses interlaboratoires et les modes opératoires les plus récents sont décrits par Englyst, Quigley et Hudson (1994) et Southgate (1995). Cette méthode mesure seulement les NSP mais n'inclut pas la lignine.

Dans d'autres pays d'Europe (surtout en Suède et en Suisse) et aux États-Unis, l'accent a été mis sur «l'indigestion des polysaccharides et des lignines». Une méthode gravimétrique a été développée dans laquelle les résidus sont pesés, après l'extraction de l'amidon, afin de fournir une mesure des fibres alimentaires totales (TDF). C'est devenu la méthode officielle AOAC 982.29 (Prosky *et al.*, 1992). La méthode exige une correction pour tenir compte des protéines non digérées et de la concentration minérale. L'azote total et les cendres sont mesurés et soustraits pour donner les valeurs TDF qui incluent la lignine, l'amidon résistant et d'autres glucides non digestibles (Guillon *et al.*, 1998). Une modification a aussi été introduite pour inclure la mesure des oligosaccharides non digestibles.

Les procédures du NSP de Englyst et celles de AOAC TDF ne sont pas très robustes, particulièrement pour les faibles concentrations (Southgate, 1995). La méthode NSP demande des prises d'essai de 100-200 mg; la préparation et l'homogénéisation de ces aliquotes sont très importantes. Les étapes de mélange exigent aussi un soin particulier pendant la réalisation des mesures.

La procédure gravimétrique AOAC demande une grande expérience pour mesurer les concentrations basses mais, pour les aliments au contenu élevé en fibres tels que le son et les aliments complets, on obtient une bonne fidélité. Le résidu inclut aussi d'autres artefacts produits par les traitements thermiques.

Dans beaucoup de pays, le choix d'une méthode pour l'étiquetage nutritionnel des aliments est défini par la législation. En général, on préfère des mesures spécifiques des différentes fractions de glucidiques. Les mesures des fractions solubles et insolubles sont très largement dépendantes des méthodes et une étude FAO/OMS (1998) a conclu qu'il n'est pas justifié au plan physiologique de fournir des valeurs séparées, basées sur la solubilité.

Il est important prendre en compte que les hypothèses sur les effets protecteurs des fibres alimentaires sont largement basés sur les différences entre régimes (Burkitt et Trowell, 1975); c'est-à-dire que c'était une recommandation sur les effets protecteurs des régimes contenant beaucoup d'aliments riches en parois cellulaires et peu transformés. À côté des fibres alimentaires, ces régimes contiennent aussi beaucoup d'autres composants.

## Alcool

Pour mesurer l'alcool dans les boissons, la méthode classique est une distillation de la boisson dégazée et une mesure de la gravité spécifique du distillat. Alors que cette approche reste toujours valide et exacte, la mesure par CPG (qui est plus simple et plus rapide) ou l'emploi de l'alcool

déshydrogénase (enzyme spécifique) (Bergmeyer, 1974) sont les méthodes de choix car d'autres constituants volatils peuvent interférer avec des méthodes basées sur une distillation.

## Acides organiques

De nombreuses méthodes enzymatiques spécifiques de chaque acide organique (Bergmeyer, 1974) ont été validées, mais ces techniques sont souvent dépassées par les méthodes CLHP (Wills *et al.*, 1983a). Dans une denrée alimentaire contenant de l'acide acétique, une simple méthode de titrage acido-basique peut aussi être utilisée (Sadler et Murphy, 1998).

## Constituants inorganiques (minéraux)

Avant qu'elles ne puissent être appliquées, la majorité des méthodes d'analyse des constituants inorganiques requièrent, soit une étape d'extraction et de concentration, soit une étape de destruction de la matrice organique. La destruction de la matrice supprime un grand nombre de sources potentielles d'interférence et permet de récupérer la fraction inorganique d'intérêt dans une forme concentrée. Avec les analyses classiques de constituants majeurs, la matrice organique était minéralisée par voie sèche (d'habitude dans un four à moufle, à une température contrôlée) et le résidu inorganique pesé pour donner une valeur de la teneur en cendres. Mais, la matrice organique peut aussi être minéralisée par voie humide en présence d'acides concentrés à chaud. Par rapport à la voie sèche, ce mode opératoire minimise les pertes et évite les combinaisons possibles entre les constituants inorganiques recherchés et le récipient utilisé pour la minéralisation.

Une fois la matrice organique détruite, les constituants minéralisés peuvent être mesurés par différentes techniques. Les méthodes classiques sont la gravimétrie, la volumétrie, la polarimétrie, les électrodes spécifiques, les méthodes colorimétriques (qui peuvent être ou non hautement spécifiques) et les méthodes instrumentales (qui augmentent la rapidité d'analyse, l'automatisation et la fidélité). Plusieurs méthodes instrumentales ont été proposées pour l'analyse de nombreux analytes minéraux. Lorsqu'on les applique, il est important de veiller à ce que les interférences provenant d'autres constituants soient éliminées. Il est essentiel d'utiliser des matériaux de référence (externes ou internes) les plus proches possible de la matrice étudiée et de faire diverses mesures de contrôle de la qualité. Cette approche est d'une importance fondamentale pour la mesure des oligoéléments.

## Cendres totales

Sur le plan nutritionnel, il y a peu d'intérêt à connaître la teneur en cendres totales sauf pour fournir une estimation approximative de la matière inorganique totale et de vérifier si la

matrice organique a été bien détruite. La teneur en cendres totales est cependant essentielle pour calculer des glucides totaux «par différence».

Lors de la minéralisation par voie sèche, l'aliment est déposé dans un creuset, usuellement en silice, bien que la porcelaine puisse être utilisée (tout en étant moins bien adaptée) ou en platine (très cher mais le plus inerte). La matrice alimentaire est détruite dans un four à moufle d'abord par chauffage doux pour carboniser l'échantillon et ensuite à 500 °C pour empêcher les lipides (et sucres) de former des mousses (Wills, Balmer et Greengate, 1980) jusqu'à ce qu'un résidu blanc (ou gris clair) se forme. Une perte en métaux alcalins peut résulter d'un chauffage supérieur à 500 °C. Une procédure générale est décrite par Osborne et Voogt (1978) et dans les méthodes officielles AOAC (voir Sullivan et Carpenter, 1993).

Dans le cas de la digestion par voie humide, l'échantillon est chauffé avec un mélange d'acides – habituellement nitrique et sulfurique. L'acide perchlorique est parfois ajouté à ce mélange bien que cela puisse comporter des risques d'explosion; la minéralisation doit alors être conduite sous une hotte adaptée à l'utilisation de l'acide perchlorique. La minéralisation par voie humide offre l'avantage de réduire, voire supprimer, les réactions avec le creuset susceptibles de conduire à une formation de silicates insolubles. La digestion peut se faire dans un matras Kjeldahl mais cela exige une plus grande quantité d'acide. En particulier pour les oligoéléments, la minéralisation est facilitée par l'utilisation de flacons hermétiquement clos. Des flacons adaptés à cet usage sont en vente chez la plupart des distributeurs d'équipements de laboratoire. Ils sont faits de verre borosilicaté résistant et possèdent une capsule avec un joint plastique qui assure une fermeture étanche. La prise d'essai et l'acide sont introduits dans le flacon qui est alors fermé puis chauffé dans un four traditionnel ou un four à micro-ondes. Le tube est ensuite refroidi complètement avant de libérer les gaz avec soin.

Pour l'analyse des oligoéléments, les acides à utiliser doivent être de haute pureté analytique; il convient de faire des mesures sur des échantillons blancs et d'inclure dans la digestion des matériaux de référence.

Les instruments les plus utilisés sont des spectrophotomètres d'absorption atomique qui conviennent assez bien à la mesure de la plupart des cations intéressants pour une analyse nutritionnelle. De simples photomètres de flamme peuvent être utilisés pour les analyses de Na et K.

Des spectrophotomètres d'émission plasma, tels que les spectromètres d'émission à plasma induit (ICP-ES), sont disponibles et permettent l'analyse d'une large gamme d'éléments. Ils ont la capacité suffisante pour traiter un grand nombre d'échantillons et d'analytes (McKinstry, Indyl et Kim, 1999). Financièrement, ils nécessitent néanmoins un investissement initial important ainsi que des coûts de maintenance de routine élevés. Inhat (1982, 1984) donne une revue détaillée de l'application de ces méthodes aux aliments. Sullivan (1993) commente l'utilisation de ces techniques dans les *Méthodes AOAC d'analyse pour l'étiquetage nutritionnel* (Sullivan et Carpenter, 1993).

**Préparation de l'échantillon à analyser.** Le résidu obtenu après minéralisation par voie sèche est classiquement repris dans une solution d'acide dilué et est amené à un volume final avant

Tableau 7.9 Méthodes d'analyse des cations

Méthode	Application	Limites	Investissements	Références
Photométrie de flamme	Na <sup>a</sup> , K <sup>a</sup> , Ca, Mg	Interférences	Modérés	Dvorak, Rubeska et Rezac, 1971
SAA en four au graphite	Na, K, Ca <sup>a</sup> , Mg <sup>a</sup> , Fe <sup>a</sup> , Cu <sup>a</sup> , Zn <sup>a</sup> , Mn <sup>a</sup> , Co <sup>a</sup> , Cr <sup>a</sup>	Interférences provenant des anions; techniques spéciales d'élimination	Modérés à élevés	Osborne et Voogt, 1978; AOAC, 1984
SAA à génération d'hydrures	Se <sup>a</sup>		Modérés à élevés	Foster et Sumar, 1996; Murphy et Cashman, 2001
Spectrométrie d'émission à plasma induit	Quasiment tous les cations	Les effets de matrice doivent être contrôlés	Très élevés	AOAC, 1984; McKinstry, Indry et Kim, 1999; Sullivan, 1993; Coni <i>et al.</i> , 1994; Suddendorf et Cook, 1984
Colorimétrie	K <sup>b</sup> , Mg, Fe, Cu, Zn <sup>b</sup>	Exactitude des techniques	Faibles à modérés	Sandell, 1959; Paul et Southgate, 1978; Sullivan et Carpenter, 1993
Précipitation et titrage classique	Ca, Mg	Taille de l'échantillon; techniques qualifiées	Faibles	Paul et Southgate, 1978

*Notes:* Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.  
 SAA = spectrométrie d'absorption atomique.  
<sup>a</sup> Méthode de choix.  
<sup>b</sup> Méthode difficile et non régulière.

analyse. Les solutions provenant de la minéralisation par voie humide ont souvent besoin d'être diluées jusqu'à un volume approprié avant l'analyse.

Les tableaux 7.9 et 7.10 montrent respectivement les méthodes d'analyse pour les cations et les anions dans les aliments.

## Cations

**Sodium et potassium.** La photométrie de flamme et la spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) sont les techniques les plus adaptées. Des interférences croisées peuvent se produire, et des interférences provenant du phosphore ont été observées. Ce problème peut classiquement être résolu en utilisant des solutions étalons appropriées.

**Calcium.** La photométrie de flamme et les techniques de SAA ont des limites de détection comparables. Une interférence avec le phosphore peut se produire, mais on peut la supprimer par l'addition de sels de lanthane ou par l'utilisation d'une flamme  $N_2O$ . Des méthodes de titrimétrie et de complexométrie ont été utilisées et des méthodes gravimétriques classiques peuvent aussi être appliquées aux aliments riches en calcium.

**Magnésium.** La SAA est la méthode de choix car elle a une plus grande sensibilité que les autres, à l'exception de l'analyse par activation neutronique.

**Fer.** Celui-ci peut être mesuré par SAA ou par spectrométrie d'émission à plasma induit (ICP-ES). Il existe néanmoins de bonnes méthodes colorimétriques.

**Zinc.** Même s'il existe des méthodes colorimétriques, la SAA et l'ICP restent les meilleures techniques à utiliser.

**Sélénium.** La SAA à génération d'hydrures a été largement utilisée et reste probablement la méthode de choix actuelle (Foster et Sumar, 1996; Murphy et Cashman, 2001). La polarimétrie par redissolution cathodique a aussi été proposée comme méthode (Inam et Somer, 2000).

**Cuivre et autres oligoéléments.** Ceux-ci peuvent être mesurés de façon satisfaisante par SAA, mais peuvent exiger l'utilisation de conditions spéciales. L'ICP, quand elle est disponible, reste une technique satisfaisante (Conni *et al.*, 1994). Les méthodes colorimétriques sont aussi appropriées pour le cuivre (Sullivan et Carpenter, 1993).

## Anions

**Phosphore.** Il peut être mesuré par ICP mais la méthode colorimétrique classique reste la méthode préférée quand elle est appliquée à des échantillons minéralisés par voie humide

Tableau 7.10 Méthodes d'analyse des anions

Application	Méthode	Limites	Investissements	Références
Phosphore	Colorimétrie		Faibles	Fiske et Subbarow, 1925
Chlore	Titrimétrie		Modérés	Coilove, Trantham et Bowman, 1958
	Électrode spécifique	Interférences	Modérés	De Clercq, Mertens et Massart, 1974
	Conductimètre automatisée		Élevés	Silva <i>et al.</i> , 1999
Iode	Microdistillation	Contamination du laboratoire	Modérés	AOAC, 1984
	Électrode spécifique		Modérés	Hoover, Melton et Howard, 1971
	Incinération par voie sèche alcaline		Modérés	AOAC, 1984
	CPG		Élevés	Mitsuhashi et Kaneda, 1990; Sullivan et Carpenter, 1993
Fluor	Microdistillation	Durée longue	Modérés	AOAC, 1984
	Électrode spécifique		Modérés	Ferren et Shane, 1969; Malde, Bjorvatn et Julshamn, 2001
	Polarographie		Modérés	Guanghan <i>et al.</i> , 1999
Soufre	Gravimétrie		Faibles	Paul et Southgate, 1978
	Fluorescence de rayons X		Élevés	Isherwood et King, 1976
Nitrite	Colorimétrie		Faibles	AOAC, 1980
	Électrode spécifique		Modérés	Pfeiffer et Smith, 1975; Choi et Fung, 1980
Nitrate	CLHP		Élevés	Wootton, Kok et Buckle, 1985

Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation. CPG= chromatographie en phase gazeuse; CLPH= Chromatographie en phase liquide à haute performance.



(Fiske et Subbarow, 1925). Si des échantillons minéralisés par voie sèche sont utilisés, les pyrophosphates formés pendant la phase de transformation en cendres doivent être préalablement hydrolysés.

**Chlore.** Une gamme de méthodes peut être utilisée. L'analyse par électrode spécifique représente l'approche la plus simple, mais la réaction classique par titrage est aussi satisfaisante (Cotlove, Trantham et Bowman, 1958). Les procédures utilisant un conductimètre automatisé donnent aussi de bons résultats (Silva *et al.*, 1999).

**Iode.** Il est considéré comme l'un des éléments minéraux le plus difficile à mesurer. La méthode utilisant la minéralisation par voie sèche, suivie d'un titrage ou d'une chromatographie en phase gazeuse (CPG), est proposée par l'AOAC (Sullivan et Carpenter, 1993). Les électrodes spécifiques offrent quelques possibilités.

**Fluor.** Des méthodes polarographiques ont été développées et présentent une très bonne sensibilité (Guanghan *et al.*, 1999). Les méthodes utilisant des électrodes spécifiques donnent aussi de bons résultats (Kjellefold-Malde, Bjorvatn et Julshamn, 2001).

**Soufre.** Le soufre peut être mesuré après conversion en sulfate de baryum (Paul et Southgate, 1978) ou par fluorescence de rayons X (Isherwood et King, 1976).

**Nitrate et nitrite.** Les méthodes incluent la colorimétrie (AOAC, 1980), la CLHP (Wooton *et al.*, 1985) et l'électrophorèse capillaire. On peut aussi utiliser une méthode par électrode spécifique (Marshall et Trenerry, 1996).

## Vitamines

«Vitamine» est un terme physiologique plutôt qu'un terme chimique, exprimant une certaine activité physiologique qui se rapporte aux substances chimiques responsables de cette activité. L'activité d'une vitamine peut être liée à un groupe de molécules chimiques ayant d'habitude des rapports structurels entre elles (vitamères).

L'analyse des vitamines propose de nombreux défis à l'analyste et des améliorations méthodologiques ont été, et sont encore aujourd'hui, réalisées dans le but de développer une méthode idéale fournissant les mesures chimiques qui prédisent au mieux l'activité physiologique des vitamines chez les hommes. Une méthode idéale permettrait de mesurer séparément les différents vitamères pour ensuite calculer une activité totale de la vitamine (Brubacher, Müller-Mulot et Southgate, 1985). Cet objectif est rarement atteint, en partie à cause de la présence de substances interférentes sans activité vitaminique.

La revue des méthodes, pour chaque vitamine, mettra l'accent sur la manipulation et la préparation des échantillons; ce sont des facteurs cruciaux du fait de la fragilité de certaines

Tableau 7.11 Méthodes d'analyse des vitamines liposolubles

Vitamine	Méthode	Limites	Investissements	Références
Vitamine A et caroténoïdes	Chromatographie	Faibles récupérations des rétinoides; surestimations de caroténoïdes	Faibles	AOAC, 1984; Carr et Price, 1926
	CLHP	Identification des caroténoïdes	Modérés à élevés	Scott, 1992; Scott et Hart, 1993; Scott <i>et al.</i> , 1996; Wills et Rangga, 1996; Taungbodhitham <i>et al.</i> , 1998
Vitamine D	Test biologique	Seulement pour des niveaux faibles; animalerie nécessaire	Faibles à modérés	Kodicek et Lawson, 1967; AOAC International, 1995
	Colorimétrie	Manque de précision et de sensibilité	Faibles	Nield, Russell et Zimmerli, 1940; Eisses et De Vries, 1969
	CPG		Modérés	Bell et Christie, 1974; Koshy, 1982
Vitamine E	CLHP	Interférence des lipides; deux étapes, préparation et séparation analytique, sont nécessaires pour la plupart des aliments	Élevés	Mattila <i>et al.</i> , 1993, 1994, 1995; MAFF, 1997
	Radio-immunologie		Élevés	Bates, 2000
Vitamine K	Colorimétrie	Composés interférents	Faibles	Tsen, 1961; Christie et Wiggins, 1978
	CPG		Modérés à élevés	Christie, Dean et Millburn, 1973
Vitamine K	CLHP	Techniques d'extraction	Élevés	Piironen <i>et al.</i> , 1984, 1987
	Colorimétrie	Manque de spécificité	Faibles	Irreverre et Sullivan, 1941; Hassan, Abd El Fattah et Zaki, 1975
	Chromatographie sur colonne		Faible	Matschner et Taggart, 1967
CPG			Modérés à élevés	Dialameh et Olson, 1969; Seifert, 1979
	CLHP	Interférence des lipides	Élevés	Cook <i>et al.</i> , 1999; Indyk et Woollard, 1997; Piironen et Koivu, 2000; Koivu <i>et al.</i> , 1999

**Notes:**

Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.

CLHP= chromatographie en phase liquide à haute performance; CPG = chromatographie en phase gazeuse.

vitamines. Beaucoup de vitamines sont sensibles à la lumière et d'autres peuvent s'oxyder très rapidement. Un traitement thermique peut augmenter le taux d'oxydation et ainsi conduire, par isomérisation, à des formes inactives; par conséquent, il faut éviter tout réchauffement inutile.

De nombreuses revues détaillées sur l'analyse des vitamines dans les aliments sont disponibles (Bates, 2000; Eitenmiller et Landen, 1998; Machlin, 1984; Christie et Wiggins, 1978; Van Niekirk, 1982). La publication de Brubacher, Müller-Mulot et Southgate (1985) fut le résultat d'un projet de collaboration européen qui essaya d'établir un manuel sur les méthodes testées. Une étude des méthodes officielles AOAC sur les vitamines est fournie par Sullivan et Carpenter (1993). Le tableau 7.11 résume les méthodes pour les vitamines liposolubles et le tableau 7.12 résume celles des vitamines hydrosolubles.

### Vitamines liposolubles

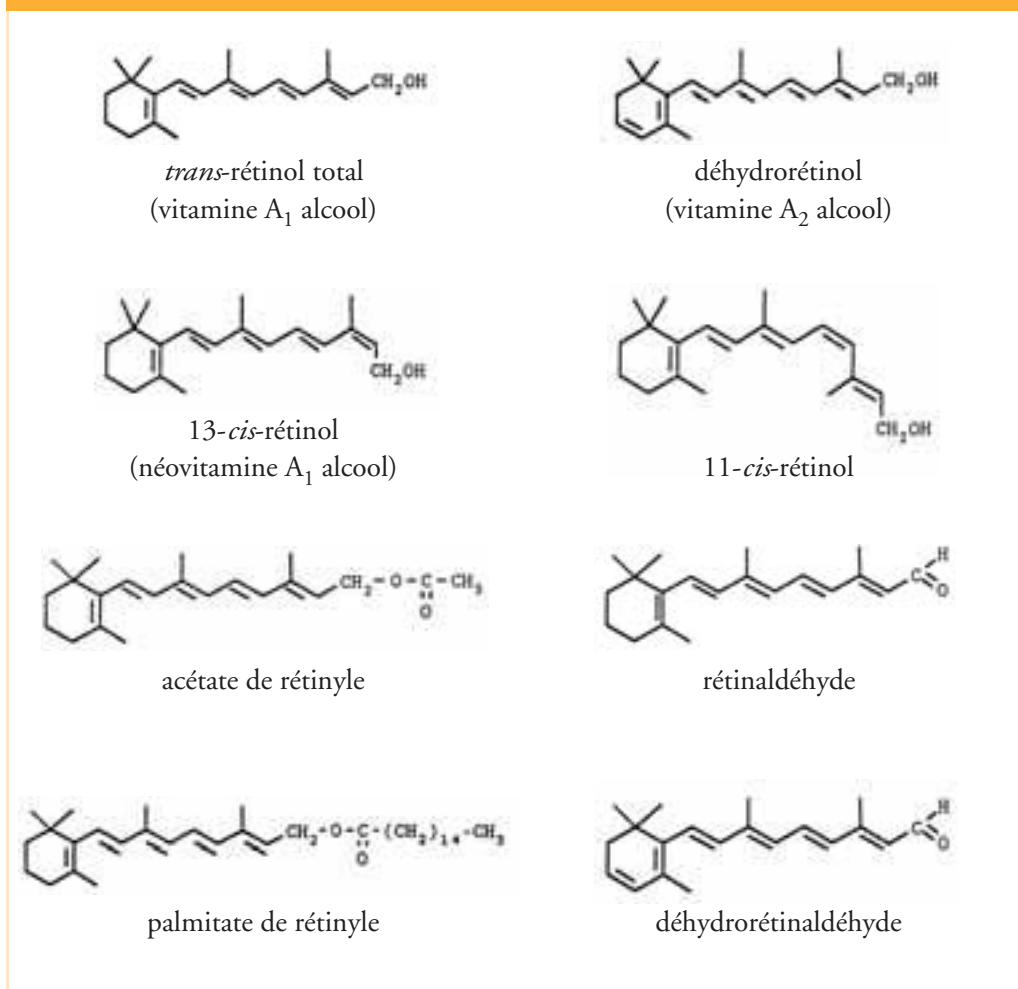
Ce sont les vitamines A, D, E, K et les caroténoïdes ayant une activité provitamine A. Puisque à présent l'intérêt en nutrition se porte aussi sur les caroténoïdes sans activité provitamine A, il est souhaitable de couvrir plusieurs de ces caroténoïdes.

**Vitamine A.** La vitamine A est un terme générique qui inclut le rétinol, ses esters et certains isomères. La référence internationale pour la vitamine A est le *trans*-rétinol total, pour lequel l'unité internationale de référence UI a été fixée à 0,3 µg de rétinol (= 0,344 µg acétate de rétinol). D'autres rétinoïdes montrent quelque activité, y compris les isomères *cis* du rétinol, le rétinaldéhyde, l'ester rétinolique, le déhydrorétinol et le déhydrorétinaldéhyde. Les structures chimiques de ces substances sont données à la figure 7.2. L'activité des vitamines est largement similaire et, par convention, on leur donne une activité égale à celle de la vitamine A exprimée en rétinol *trans* total.

Les méthodes anciennes étaient basées sur la réaction colorimétrique de Carr-Price après séparation sur une colonne d'échange d'ions. Cette réaction ayant une forte probabilité d'être sujette à des interférences, la méthode de choix est maintenant la séparation par CLHP couplée à une mesure spectrophotométrique. La vitamine A est très sensible à la lumière et toutes les préparations des échantillons doivent être effectuées en lumière tamisée, de préférence sous éclairage doré. Les échantillons d'aliments sont saponifiés par de la potasse alcoolisée avec addition d'un antioxydant, comme l'acide ascorbique, l'hydroxytoluène butylé (BHT) ou le pyrogallol. Les vitamines sont extraites dans un solvant organique approprié. L'extrait est évaporé par addition de BHT à une température contrôlée. La CLHP, tant en phase normale qu'en phase inverse, peut être utilisée pour la séparation. Dans les séparations en phase normale, la mesure se fait d'habitude par fluorescence; dans les séparations en phase inverse, la détection et la mesure UV sont préférables. Des solutions de contrôle doivent être ajoutées tout au long des étapes de préparation et d'analyse de l'échantillon et contrôlées régulièrement pour leur pureté (Brubacher, Müller-Mulot et Southgate, 1985).

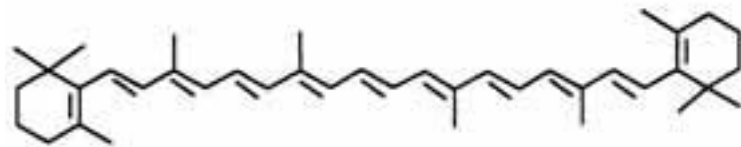
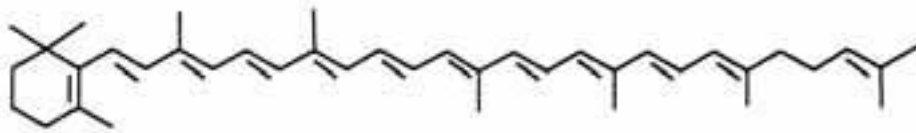
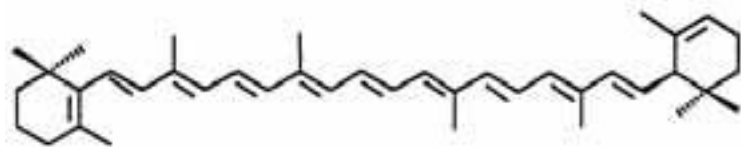
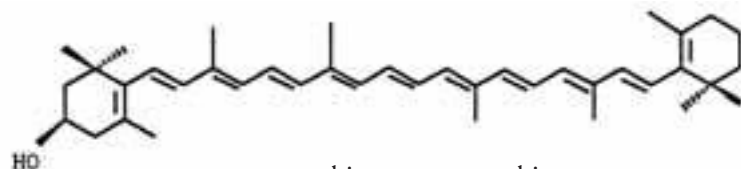
L'intérêt nutritionnel s'est d'abord focalisé sur les caroténoïdes qui présentent une activité en provitamine A, c'est-à-dire, qu'ils sont convertis dans l'organisme en vitamine A. Ce

Figure 7.2 Structures des principaux rétinoïdes ayant une activité vitaminique A



sont les  $\beta$ -carotènes,  $\gamma$ -carotènes,  $\alpha$ -carotènes et  $\beta$ -cryptoxanthine (figure 7.3). Dans les années 90, on a démontré que beaucoup d'autres carotènes étaient biologiquement actifs comme antioxydants et, par conséquent, ce livre indique aussi les méthodes qui permettent de mesurer plusieurs caroténoïdes. Il y a quelques 600 isomères de caroténoïdes (Bauernfeind, 1972) mais beaucoup d'entre eux sont rarement présents ou alors en faibles quantités dans les aliments les plus courants. Le débat se poursuit sur la façon de présenter les différents carotènes et leurs activités relatives dans une banque de données.

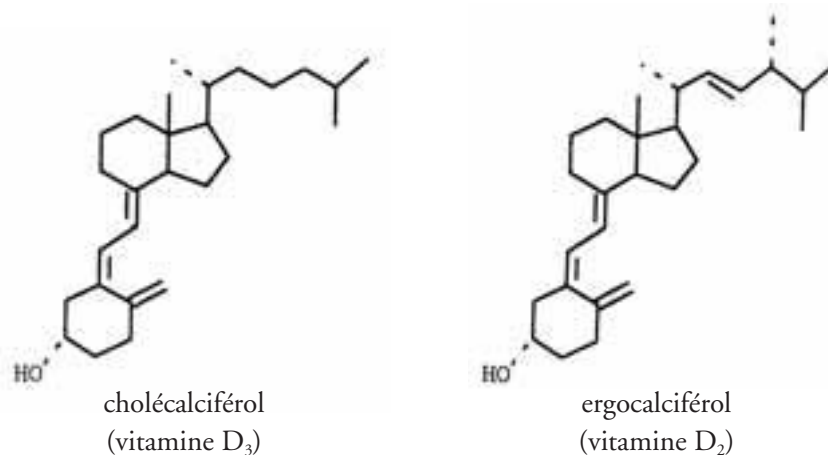
La méthode initiale consistait en une séparation simple chromatographique des carotènes qui étaient alors considérés comme un groupe et quantifiés par spectrophotométrie en se rapportant à un étalon commun le  $\beta$ -carotène (Brubacher, Müller-Mulot et Southgate, 1985). Elle a été remplacée par une séparation mieux résolue utilisant des colonnes d'échange

**Figure 7.3** Structures des principaux caroténoïdes ayant une activité vitaminique A $\beta$ -carotène $\gamma$ -carotène $\alpha$ -carotène $\beta$ -cryptoxanthine, cryptoxanthine

d'ions et la CLHP. Les conditions appliquées lors de la saponification sont très critiques et ont besoin d'être contrôlées avec soin en utilisant des mélanges étalons. Si l'on prend cette précaution, des valeurs comparables à celles d'autres méthodes peuvent être obtenues (Mangels *et al.*, 1993), avec un degré de confiance suffisant pour élaborer une banque de données sur les caroténoïdes provitamines (Chug-Ahuja *et al.*, 1993).

La CLHP est actuellement la méthode préférée et la plus utilisée. Scott (1992) et ses collègues (Scott et Hart, 1993; Scott *et al.*, 1996) ont réalisé une série d'études approfondies sur les différentes étapes de la saponification et des analyses CLHP dans le cadre d'un projet

## 7.4 Structure des principaux constituants alimentaires ayant une activité vitaminique D



financé par l'Union européenne, destiné à développer un mélange de matériaux de référence certifiés (MRC) de caroténoïdes. D'autres analystes ont aussi effectué des études détaillées de cette méthode (Wills et Rangga, 1996; Taungbodhitham *et al.*, 1998). Ces études fournissent une base solide pour obtenir de bonnes valeurs analytiques pour les caroténoïdes les plus importants. En tenant compte de ces études, un système d'évaluation pour la révision des valeurs publiées des carotènes a été proposé. On étudie actuellement la mise en place d'un système de codes de la qualité des mesures.

**Vitamine D.** On trouve deux formes de vitamine D dans les aliments: le cholécalciférol (D<sub>3</sub>) et l'ergocalciférol (D<sub>2</sub>). Une UI est équivalent à 0,025 µg de cholécalciférol ou d'ergocalciférol. La vitamine D<sub>3</sub> est la mieux répartie (par exemple dans les huiles de poisson, de nombreux tissus de poissons gras, les œufs, le beurre et les fromages frais). Dans la nature, la vitamine D<sub>2</sub> se trouve en faible concentration dans les huiles de poissons et les champignons; c'est sous cette forme qu'on l'utilise en supplémentation alimentaire. Quelques viandes contiennent aussi du 25-hydroxy-cholécalciférol à des concentrations qui contribuent à l'activité de la vitamine D et doivent donc être prises en compte. La figure 7.4 résume les formes chimiques de la vitamine D. L'estimation des activités relatives du cholécalciférol, de l'ergocalciférol et de leurs métabolites est variable. On considère généralement que l'activité du 25-hydroxy-cholécalciférol est cinq fois celle du cholécalciférol (Chan *et al.*, 1995, 1996). Par conséquent, les valeurs des différentes formes chimiques doivent toujours être reportées séparément dans les rapports d'analyse ou dans les banques de données de référence.

La vitamine D se trouve dans les aliments à de très faibles concentrations, ce qui rend son analyse difficile. Les premières méthodes étaient biologiques et utilisaient des poussins

ou de jeunes rats (par exemple la méthode n° 936.14 [AOAC International, 1995]). Ces méthodes sont difficiles à mettre en œuvre et ont, en général, une mauvaise limite de détection. Le principal problème de l'analyse de la vitamine D est que la plupart des aliments contiennent des lipides qui tendent à interférer (Ball, 1998).

L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse a été discutée par Koshy (1982), mais on préfère maintenant la CLHP et plusieurs méthodes ont été publiées (cholécalférol et 25-hydroxycholécalférol dans le jaune d'œuf [Mattila *et al.*, 1993], ergocalciferol et 25-hydroxyergocalciferol dans les champignons comestibles [Mattila *et al.*, 1994] et le cholécalférol, l'ergocalciferol et leurs 25 métabolites hydroxyliques dans le lait et les viandes [Mattila *et al.*, 1995]). Des méthodes similaires (non publiées) ont été utilisées pour les viandes dans les tables de composition des aliments au Royaume-Uni (Chan *et al.*, 1995, 1996) (V. Grace, Agence des normes alimentaires du Royaume-Uni, communication personnelle). La méthode la plus pratique implique une phase préliminaire en CLHP semi-préparative qui élimine une grande part des interférences avec d'autres lipides. Les échantillons sont saponifiés par de l'hydroxyde de potassium alcoolique sous azote, en présence d'un antioxydant, d'acide ascorbique, d'hydroquinone, de pyrogallol ou de BHT ajouté avant saponification. Les lipides non saponifiés sont extraits avec un solvant organique adéquat. Un étalon interne de la forme de la vitamine D, mais non présent dans l'échantillon, est ajouté. Les lipides non saponifiés sont concentrés dans un évaporateur rotatif à basse température. L'extrait est repris dans le même solvant que celui utilisé comme phase mobile pour la CLHP semi-préparative. Les conditions sont soigneusement contrôlées pour recueillir des données précises sur la vitamine D.

La séparation peut être effectuée par CLHP en phase normale ou inverse, suivie d'une détection UV. La phase inverse est recommandée pour la séparation, si l'on a utilisé la phase normale pour l'étape semi-préparative.

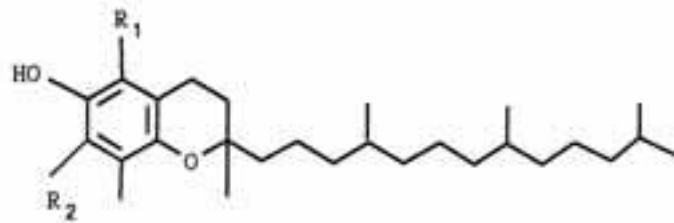
Le 25-hydroxycholécalférol peut être mesuré par CLHP, comme mentionné plus haut (MAFF, 1997), mais l'emploi d'une méthode radio-immunologique (RIA) est probablement le meilleur choix lorsque les moyens financiers et les équipements nécessaires le permettent (Bates, 2000).

**Vitamine E.** L'activité en vitamine E est la résultante naturelle de 8 molécules dont les structures dérivent de celles des tocophérols et les tocotriénols (voir figure 7.5). Chaque vitamère a une activité vitamérique différente, comparée à celle de l' $\alpha$ -tocophérol qui est considérée comme la forme primaire. La méthode d'analyse préférée est par conséquent celle qui sépare et mesure les différents vitamères.

Les échantillons sont saponifiés en utilisant l'hydroxyde de potassium alcoolique. Les vitamères de la vitamine E sont susceptibles de s'oxyder à haute température en conditions alcalines. Ils doivent être protégés par la saponification sous azote avec addition d'antioxydants. Les conditions de saponification sont similaires à celles utilisées pour les vitamines A et D.

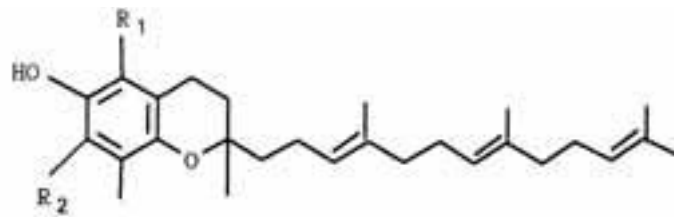
On peut employer une méthode colorimétrique s'appuyant sur la réaction Emmerie-Engel et la réduction du chlorure ferrique mais aussi sur la réaction avec  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -dipyridine ou 4,7-diphénanthroline. Les complexes formés sont plutôt instables et donnent une valeur du

Figure 7.5 Structures des principaux constituants ayant une activité vitaminique E



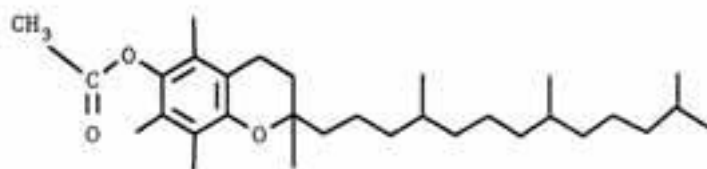
Tocophérols

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	α-tocophérol (α- T)
CH <sub>3</sub>	H	β-tocophérol (β- T)
H	CH <sub>3</sub>	γ-tocophérol (γ- T)
H	H	δ-tocophérol (δ- T)



tocotriénols

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	α-tocotriénol (α- T <sub>3</sub> )
CH <sub>3</sub>	H	β-tocotriénol (β- T <sub>3</sub> )
H	CH <sub>3</sub>	γ-tocotriénol (γ- T <sub>3</sub> )
H	H	δ-tocotriénol (δ- T <sub>3</sub> )



α-tocophérol acétate



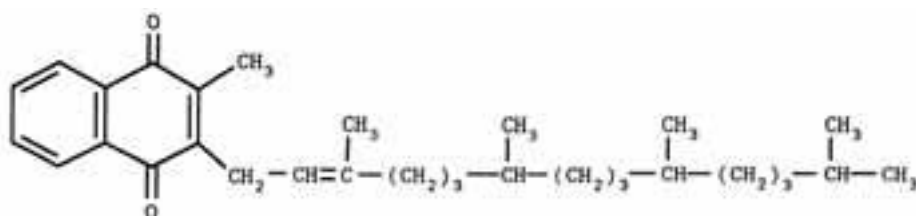
tocophérol total. La méthode colorimétrique a été remplacée d'abord par le CPG, puis par la CLHP qui est maintenant la méthode préférée.

Deux phases CLHP, normale ou inverse, peuvent être utilisées mais la phase normale représente la meilleure approche et permet de séparer tous les vitamines. La détection utilise la fluorescence (Piironen *et al.*, 1984, 1987). Des étalons externes sont utilisés et exigent une vérification par spectrophotométrie.

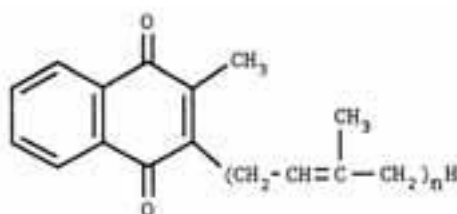
**Vitamine K.** L'activité de la vitamine K est assurée par le phylloquinone ( $K_1$ ), les ménaquinones (groupe  $K_2$ ) et la ménadione ( $K_3$  synthétique). Leurs structures sont présentées à la figure 7.6.

La vitamine K est sensible aux bases et aux radiations UV et des précautions appropriées doivent être prises durant l'analyse. Des méthodes colorimétriques sont disponibles, mais elles manquent de spécificité et ont donc été abandonnées comme méthodes de choix. Les efforts ont surtout porté sur la mesure de la vitamine  $K_1$ . Un problème majeur de la méthode est la présence de lipides qui doivent être éliminés par une digestion en présence de lipase avant l'extraction à l'hexane (Indyk et Woolard, 1997). Le solvant est évaporé sous un courant d'azote et le résidu dilué dans du méthanol, puis injecté dans une colonne CLHP en phase inverse. L'éluat est réduit en postcolonne par du zinc et enfin la mesure s'effectue par spectrofluorescence.

**Figure 7.6** Structures des principaux constituants naturels ayant une activité vitaminique K



phylloquinone (vitamine  $K_1$ )



mesquinone-n (MK-n, vitamine  $K_2$ )

On a aussi décrit des méthodes de séparation semi-préparative accompagnées de digestions (Cook *et al.*, 1999), ainsi que des systèmes de détection à double électrode (Piironen et Koivu, 2000).

La majorité des auteurs soulignent la grande variabilité des valeurs obtenues et insistent sur le besoin de faire un échantillonnage et des mesures en double (Piironen *et al.*, 1997; Jakob et Elmadfa, 1996).

### Vitamines hydrosolubles

Elles comprennent la vitamine C et plusieurs vitamines du groupe B. L'étude de la vitamine C a une longue histoire (Carpenter, 1986) que l'on abordera en premier.

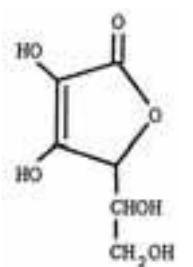
**Vitamine C.** Deux substances ont une activité vitaminique C: l'acide L-ascorbique et sa forme oxydée l'acide L-déhydroascorbique (figure 7.7). Le D-isomère (acide érythorbique), qui est utilisé comme additif alimentaire antioxydant, n'est pas biologiquement actif. L'acide ascorbique est un agent réducteur très puissant qui s'oxyde très rapidement, surtout à des températures élevées et dans des solutions alcalines. Pendant la préparation pour analyse des échantillons, il est particulièrement important de réduire les pertes dues à cette oxydation (Brubacher, Müller-Mulot et Southgate, 1985).

Dans la plupart des aliments frais, la concentration en acide déhydroascorbique est très faible et, dans beaucoup de cas, la mesure du seul acide ascorbique peut suffire. Dans ce cas, la méthode par réduction du 2,6-dichlorophénolindophénol est la plus simple et la plus fiable (méthodes AOAC n° 967.21 et 985.33 [Sullivan et Carpenter, 1993]).

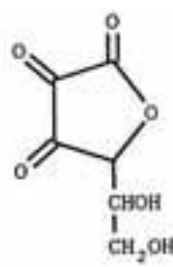
La méthode colorimétrique de Roe et Kuether (1943) basée sur une réaction avec le 2,4-dinitrophényl hydrazine mesure simultanément l'acide ascorbique et l'acide déhydroascorbique.

La méthode de Deutsch et Weeks (1965) mesure aussi les deux formes actives par spectrofluorimétrie après oxydation; c'est la méthode officielle AOAC, tant dans sa forme d'ori-

Figure 7.7 Structures des composants courants ayant une activité en vitamine C



acide ascorbique



acide déhydroascorbique

Tableau 7.12 Méthodes d'analyse des vitamines solubles dans l'eau

Vitamines	Méthodes	Limites	Investissements	Références
Vitamine C	Titrage colorimétrique	Mesure seulement acide ascorbique; Interférences pigmentaires	Faibles	AOAC, 1984
	Colorimétrie	Mesure également des composants inactifs	Faibles	Roe and Kuether, 1943
	Fluorimétrie	Ne sépare pas l'acide ascorbique de l'acide déhydroascorbique	Faibles	Deutsch et Weeks, 1965
	CPG		Modérés	Schlack, 1974
Thiamine	CLHP	Opérations longues d'extraction et de séparation des homologues	Élevés	Keating et Haddad, 1982; Wimalasiri et Wills, 1983; Speek, Schrijver et Schreurs, 1984; Schüep et Keck, 1990
	Microbiologie	Temps	Faibles	Bell, 1974
	Fluorimétrie		Faibles	AOAC, 1984
Riboflavine	CLHP		Élevés	Fellman <i>et al.</i> , 1982; van den Berg <i>et al.</i> , 1996; Wimalasiri et Wills, 1985
	Microbiologie	Temps	Faibles	Osborne et Vooght, 1978; AOAC, 1984
	Fluorimétrie		Faibles	AOAC, 1984
	CLHP		Élevés	Fellman <i>et al.</i> , 1982; Wimalasiri et Wills, 1985; Wills, Wimalasiri et Greenfield, 1985; Schüep et Steiner, 1988; van den Berg <i>et al.</i> , 1996
Niacine	Microbiologie	Temps	Faibles	Osborne et Vooght, 1978; AOAC, 1984; Sullivan et Carpenter, 1993
	Colorimétrie	Réactifs dangereux	Faibles	AOAC, 1984; Sullivan et Carpenter, 1993
	CLHP		Élevés	Finglas et Faulks, 1987; Lahély, Bergaentzli et Hasselmann, 1999; Rose-Sallin <i>et al.</i> , 2001

(suite)

Tableau 7.12 (fin)

Vitamines	Méthodes	Limites	Investissements	Références
Vitamine B <sub>6</sub>	Microbiologie	Temps de réponse aux différents complexes vitaminiques variables; Mesure globale seulement	Faibles	Osborne et Voogt, 1978; Guiliarte, McIntyre et Tsan, 1980; Sullivan et Carpenter, 1993
	CHPL		Élevés	van den Berg et al., 1996; Ndaw et al., 2000;
	Radiométrique-Microbiologique		Élevés	Guiliarte, Shane and McIntyre, 1981
Vitamine B <sub>12</sub>	Microbiologie		Faibles	Thompson, Dietrich et Elvehejem, 1950; Jay, 1984; AOAC, 1984; Sullivan et Carpenter, 1993
	Radio-isotope		Élevés	Casey et al., 1982; Bates, 2000
Folates (folacine)	Microbiologie	Réponses variables aux différents complexes; Mesure globale seulement	Faibles	Wright et Philipps, 1985; AOAC, 1984; Shrestha, Arcot et Paterson, 2000
	CLHP	Tous les complexes vitaminiques ne sont pas mesurés convenablement	Élevés	Finglas et al., 1999; Vahteristo et al., 1996
Acide pantothénique	Microbiologie		Faibles	Bell, 1974; AOAC, 1984; Sullivan et Carpenter, 1993
	CLHP		Elevés	Woolard, Indyk et Christiansen, 2000
Biotine	Microbiologie		Faibles	Bell, 1974
	Dilution isotopique		Élevés	Hood, 1975
	Radiométrique-microbiologique		Élevés	Guiliarte, 1985
	Radio-immunologie avec fixation de protéines		Élevés	Bates, 2000
	CHPL		Élevés	Lahély et al., 1999

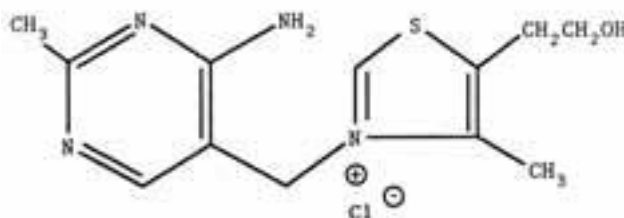
Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation. CPG= chromatographie en phase gazeuse; CLHP = chromatographie liquide à haute performance.

gine que dans sa version semi-automatisée (méthodes n<sup>os</sup> 984.26 et 967.22 [Sullivan et Carpenter, 1993]). Lorsque la présence d'acide érythorbique n'est pas suspectée, la méthode par spectrofluorimétrie est probablement la méthode la mieux adaptée. Les techniques par CLHP développées dans les années 80 (Finley et Duang, 1981; Rose et Nahrwold, 1981; Keating et Haddad, 1982; Wimalasiri et Wills 1983) pour mesurer séparément les acides ascorbique, déhydroascorbique et érythorbique sont maintenant largement utilisées et donnent des résultats tout à fait satisfaisants (Schüep et Keck, 1990).

**Vitamines du groupe B.** Ce groupe de vitamines consiste en un grand nombre de molécules structurellement distinctes mais initialement regroupées du fait de leur caractère hydrosoluble. L'approche initiale pour mesurer ces vitamines, dont quelques-unes sont présentes à des concentrations très faibles, était basée sur des méthodes microbiologiques sélectives (Bell, 1974; Ball, 1994). Pour certaines vitamines, comme les folates totaux et la vitamine B<sub>12</sub>, les analyses microbiologiques restent encore les seules méthodes praticables. Pour les autres vitamines du groupe B, des méthodes plus spécifiques, particulièrement par CLHP, ont été développées et validées par des essais interlaboratoires.

**Thiamine.** La structure de la molécule montrant une activité thiamine (B<sub>1</sub>) est illustrée à la figure 7.8. La thiamine est sensible à la chaleur et aux conditions alcalines, par conséquent des précautions spéciales doivent être prises pour son analyse. La thiamine peut être directement mesurée par une technique microbiologique en utilisant *Lactobacillus viridescens* ou *L. fermentum*. Cependant, la plupart des analyses impliquent une oxydation préalable en thiochrome, suivie d'une mesure directe par spectrofluorimétrie. En complément, on procède généralement à une séparation par CLHP pour éliminer les composants interférents. La thiamine, la riboflavine et la vitamine B<sub>6</sub> sont présentes dans les aliments comme cofacteurs enzymatiques combinés au phosphate et doivent, par conséquent, être hydrolysés par une phosphatase avant analyse. Dans les premières méthodes publiées pour ces vitamines, différents modes d'extraction ont été décrits mais de nombreuses études interlaboratoires (van den Berg

Figure 7.8 Structure de la thiamine (vitamine B<sub>1</sub>)

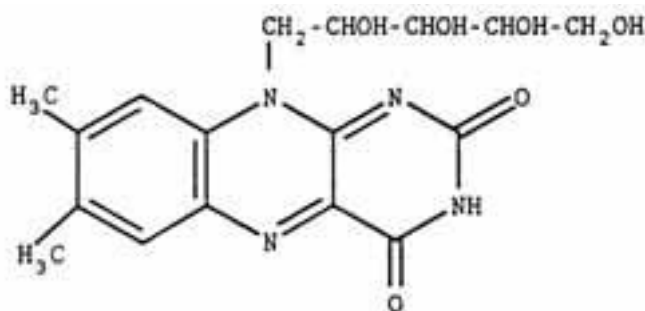


*et al.*, 1996; Ndaw *et al.*, 2000) ont montré qu'une méthode commune de préparation des échantillons pouvait être utilisée.

L'échantillon est hydrolysé avec de l'acide et traité avec une takadiastase ou une phosphatase. Quelques auteurs préconisent aussi une précolonne d'échange d'ions (Bognar, 1981). L'extrait est ensuite oxydé avec du ferricyanate de potassium pour former du thiochrome; celui-ci est alors analysé en utilisant une colonne CLHP en phase inverse couplée à un spectrofluorimètre. La quantification est réalisée en utilisant un étalon externe. Une oxydation postcolonne peut aussi être appliquée. Dans la large étude interlaboratoires rapportée par van den Berg *et al.* (1996), on a montré que les variations entre les différents modes opératoires des laboratoires n'affectaient pas la performance globale de la méthode. Les résultats des méthodes microbiologiques ont aussi montré qu'ils étaient en accord avec ceux obtenus avec les méthodes à CLHP.

**Riboflavine.** La figure 7.9 montre la structure de la riboflavine (vitamine B<sub>2</sub>). On la trouve dans les aliments sous forme de riboflavine libre, de riboflavine 5'-phosphate (FMN) ou de flavine adénine dinucléotide (FAD). Cette vitamine est très sensible à la lumière et aux rayons UV mais relativement stable à la chaleur et à l'oxygène atmosphérique. Les différentes étapes de l'analyse doivent être conduites dans des conditions qui réduisent le risque d'exposition à la lumière. La vitamine est extraite des aliments par un traitement à l'acide et par une phosphatase appropriée. La riboflavine peut alors être mesurée directement en utilisant des méthodes spectrofluorimétriques, bien que beaucoup d'aliments contiennent des substances interférentes. C'est pourquoi une séparation par une méthode CLHP représente une approche mieux adaptée (Wimalasiri et Wills, 1985; Schüep et Steiner, 1988; Arella *et al.*, 1996). La séparation CLHP en phase inverse, suivie d'une détection par spectrofluorimétrie, est la méthode la plus couramment utilisée. Dans une étude interlaboratoires rapportée par van den Berg *et al.* (1996), les variations mineures observées entre les différentes méthodes des participants n'ont pas affecté la performance. L'analyse microbiologique utilisant *Saccharomyces carls-*

Figure 7.9 Structure de la riboflavine (vitamine B<sub>2</sub>)



*bergensis* et *S. uvarum* tend à donner des résultats légèrement plus élevés que ceux par CLHP, comme indiqué précédemment par Hollman *et al.* (1993).

**Niacine.** L'activité de la niacine provient de l'acide nicotinique et de la nicotinamide (figure 7.10). Ces deux formes sont stables en présence d'oxygène atmosphérique, de lumière et de chaleur, qu'elles soient à état sec ou en solution aqueuse. Un certain nombre de formes combinées ont été trouvées dans les céréales et peuvent être extraites par de l'ammoniaque, mais elles ne sont probablement pas biodisponibles. Le tryptophane est aussi métabolisé en niacine et l'activité de la niacine totale doit inclure la contribution du tryptophane (Paul, 1969).

La niacine peut être mesurée microbiologiquement avec *Lactobacillus plantarum* (méthodes AOAC n<sup>os</sup> 960.46, 944.13 et 985.34 [Sullivan et Carpenter, 1993]). Les méthodes colorimétriques basées sur la réaction Konig utilisant une oxydation par du bromure de cyanogène et la réaction avec le p-amino-benzoyl-diethylaminoéthanol ont été aussi utilisées (méthodes AOAC n<sup>os</sup> 961.14, 981.16 et 975.41 [Sullivan et Carpenter, 1993]) mais, de par la nature toxique du bromure de cyanogène, il est difficile de les recommander pour une utilisation de routine.

Une méthode CLHP a été proposée et semble bien fonctionner (Finglas et Faulks, 1987). Après hydrolyse acide, l'échantillon est filtré, traité avec l'ammoniaque, autoclavé et microfiltré avant CLHP en phase inverse et une détection par spectrofluorimétrie. Un protocole d'extraction simplifié a été proposé (Lahély, Bergaentzlé et Hasselmann, 1999; Lahély *et al.*, 1999) et on a démontré qu'il convient à une grande variété d'aliments (Rose-Sallin *et al.*, 2001).

**Vitamine B<sub>6</sub>.** Il y a cinq composés qui ont toutes une activité vitaminique B<sub>6</sub>: la pyridoxamine, la pyridoxine, le pyridoxal et les esters phosphatés correspondants. Leurs structures sont présentées à la figure 7.11.

L'activité de la vitamine B<sub>6</sub> ne peut donc pas être mesurée en utilisant une méthode destinée à un seul analyte. L'analyse microbiologique utilisant la *Saccharomyces carlsbergensis* fournit une mesure de l'activité totale (méthodes AOAC n<sup>os</sup> 960.46, 961.15 et 985.32 [Sullivan et Carpenter, 1993]). L'analyse est exécutée après une hydrolyse acide et une hydrolyse enzymatique des phosphates et les mêmes procédures d'extraction que pour la thiamine et la ribo-

Figures 7.10 Structures de la niacine et de la niacinamide (vitamine B<sub>3</sub>)



flavine peuvent être utilisées (van den Berg *et al.*, 1996; Ndaw *et al.*, 2000). L'hydrolyse acide hydrolyse aussi des glycosides, qui sont présents dans les aliments végétaux et qui peuvent être ou non biodisponibles pour l'homme.

Une comparaison entre la CLHP et l'analyse microbiologique montre qu'il reste du travail à faire (van den Berg *et al.*, 1996; Bergaentzlé *et al.*, 1995). Ndaw *et al.* (2000) ont utilisé une procédure d'extraction excluant l'étape d'hydrolyse acide et la méthode CLHP de Schüep et Steiner (1988) et la procédure a bien fonctionné sur des matériaux de référence.

**Vitamine B<sub>12</sub>.** Un groupe à molécules complexes possède une activité vitaminique B<sub>12</sub> (figure 7.12). Classiquement, il est mesuré par une méthode microbiologique avec *Lactobacillus leichmanii*.

Les niveaux de vitamine B<sub>12</sub> dans les aliments sont très faibles. La B<sub>12</sub> est extraite avec de l'eau chaude ou dans un tampon en présence de cyanure de potassium qui convertit la vitamine dans sa forme cyanurée (méthodes AOAC n<sup>os</sup> 960.46, 952.20 et 986.23 [Sullivan et Carpenter, 1993]).

De nombreuses méthodes sensibles ont été développées pour la biologie clinique (Bates, 1997; 2000) utilisant un essai radio-immunologique impliquant une protéine compétitive, mais celles-ci n'ont pas été évaluées sur un grand nombre d'aliments.

Figure 7.11 Structures des composés les plus courants ayant une activité en vitamine B<sub>6</sub>

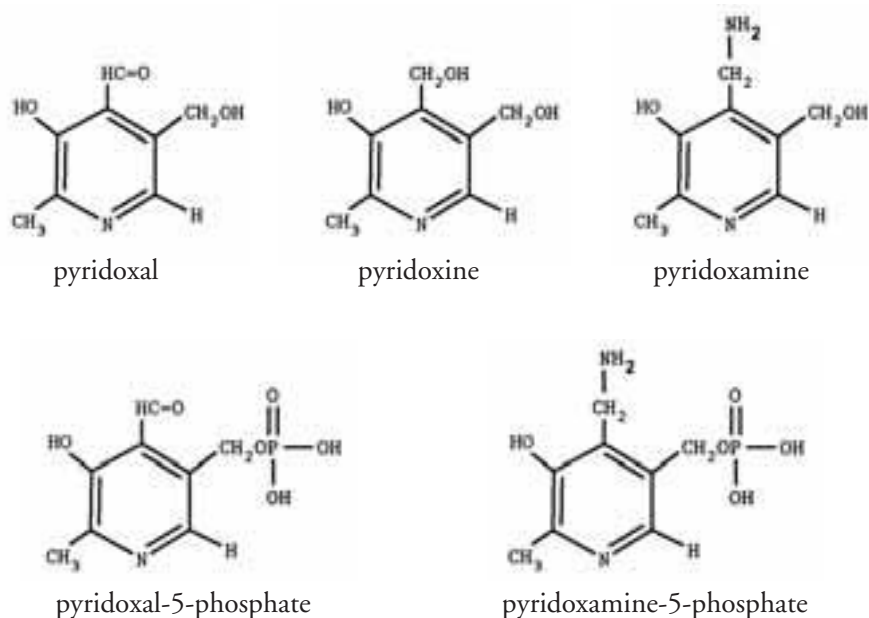
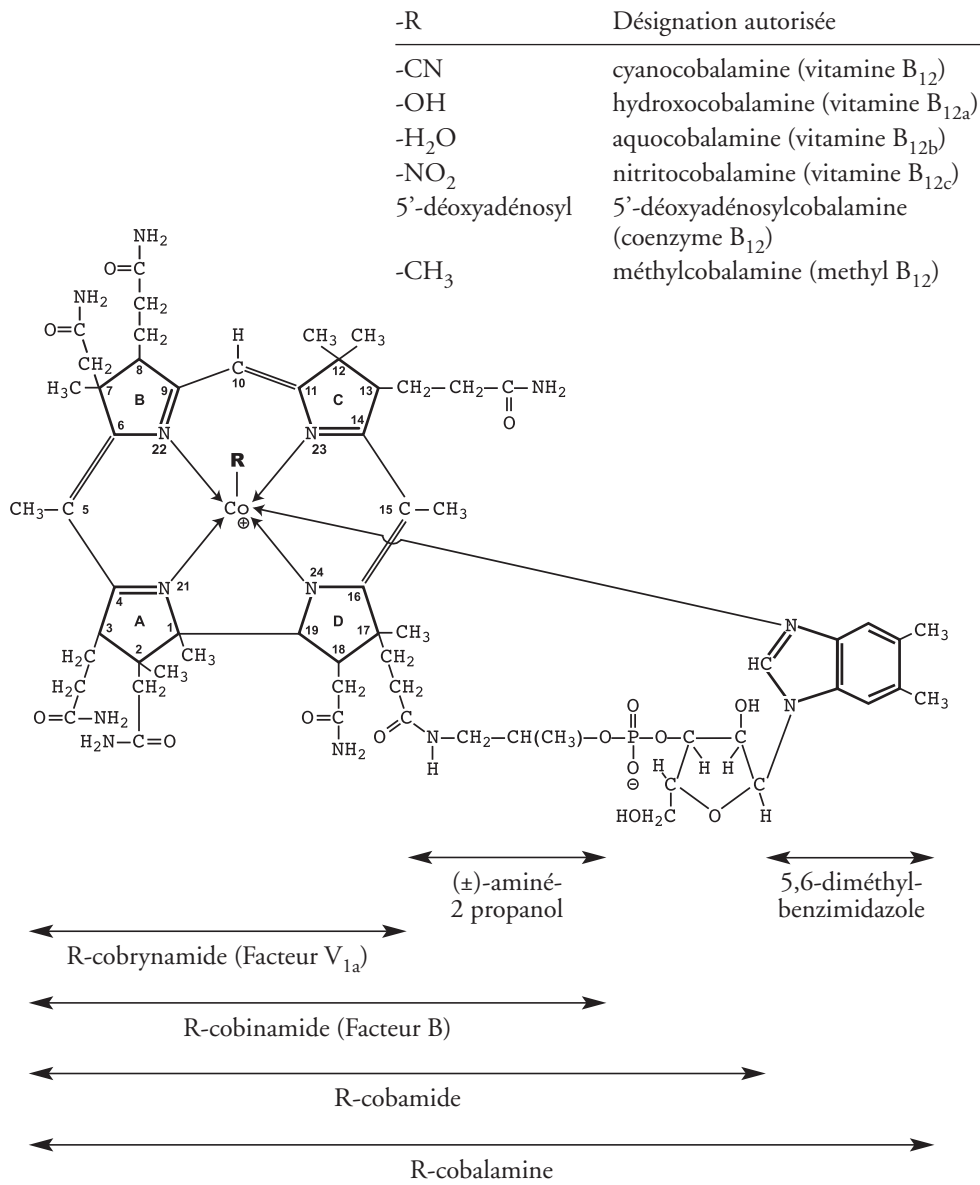


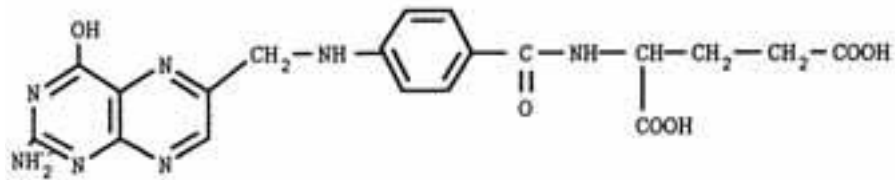


Figure 7.12 Structures de la vitamine B<sub>12</sub> et de ses analogues



Source: Modifié par autorisation de Brown, G.M et Reynolds, J.J, *Annual Review of Biochemistry*, 32: 419-62 © 1963 in Annual Reviews Inc.; reproduction, autorisée, à partir de Shils, M.E. et Young, V. (1988) *Modern nutrition in health and disease*. 7<sup>e</sup> ed. Lea et Febiger, Philadelphie, PA, États-Unis d'Amérique.

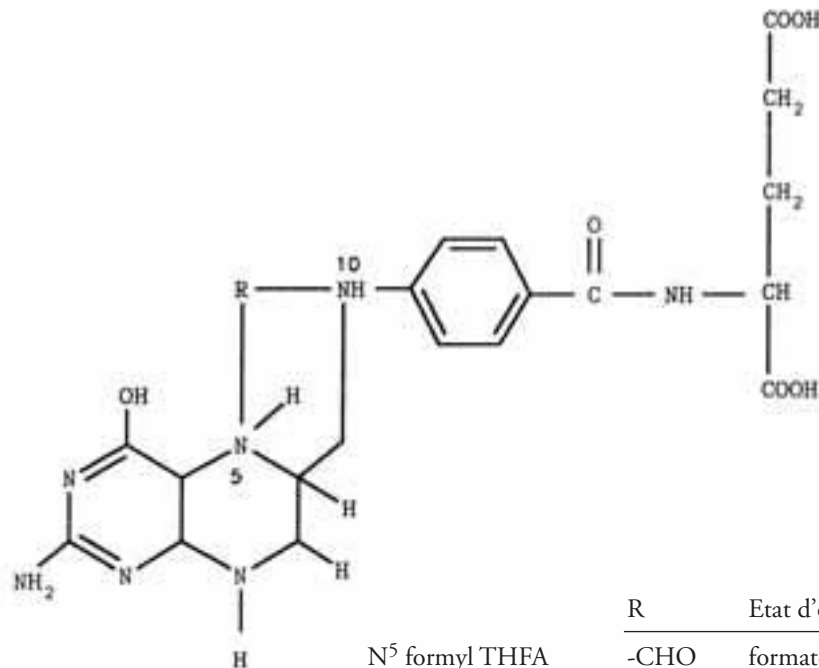
Figure 7.13 Structures de la folacine (folates)



← 2-amino-4-hydroxyptéridine-6-yl      acide para-aminobenzoïque      acide glutamique →

← acide ptéroïque →

← l'acide ptéroïl monoglutamique (acide folique) →



	R	Etat d'oxydation
N <sup>5</sup> formyl THFA	-CHO	formate
N <sup>10</sup> formyl THFA	-CHO	formate
N <sup>5</sup> formimino THFA	-CH=NH	formate
N <sup>5,10</sup> méthényle THFA	>CH	formate
N <sup>5,10</sup> méthylène THFA	>CH <sub>2</sub>	formaldéhyde
N <sup>5</sup> méthyl THFA	-CH <sub>3</sub>	méthanol

**Folates.** Les folates comprennent un groupe de molécules dérivées de l'acide folique (l'acide ptéroyl monoglutamique). L'acide folique n'apparaît pas naturellement dans les aliments, mais il est largement utilisé comme additif ou supplément alimentaire. La plupart des folates qui apparaissent naturellement sont des dérivés des acides 5,6,7,8-tetrahydrofoliques et existent dans des formes monoglutamate et polyglutamate. Leurs structures sont résumées à la figure 7.13.

L'activité biologique des formes diffère, par conséquent la procédure analytique nutritionnelle idéale doit pouvoir mesurer les différents vitamères.

Les teneurs en folates totaux sont correctement obtenues par un essai microbiologique utilisant *Lactobacillus rhamnosus (caseii)*. La majorité des organismes ne peuvent pas utiliser les formes polyglutamates et la déconjugaison par une enzyme appropriée (extraite du rognon de porc, du pancréas de volaille ou du plasma humain) est une étape préliminaire de l'analyse. L'extraction est exécutée en présence d'acide ascorbique afin de minimiser l'oxydation. L'extrait est traité par un mélange de protéase, lipase et d'enzymes amylolytiques qui améliore l'efficacité de l'extraction. Ces différentes conjugases donnent des performances similaires. Il fut un temps où l'on supposait que la mesure des folates avant et après la déconjugaison donnerait des valeurs pour les folates «libres» et les folates totaux. Les organismes répondent de différentes manières aux dérivés du glutamate et le concept est inadapté. Les conditions pour l'essai microbiologique ont été étudiées par Phillips et Wright (1982, 1983); Wright et Phillips (1985); et Shrestha, Arcot et Paterson (2000); ces procédures ont donné une quantification satisfaisante.

La séparation des différents vitamères des folates par une technique CLHP est maintenant largement adoptée (Finglas *et al.*, 1999) et certaines tables fournissent ces valeurs. Des études comparatives ont montré que les valeurs pour le 5-méthyl tétra-hydrofolate étaient acceptables, ce qui n'était pas le cas pour d'autres vitamères (Vahteristo *et al.*, 1996). Des études ultérieures sur l'harmonisation des méthodes de la CLHP ont montré que même s'il est possible de mesurer la forme 5-méthyl avec un certain niveau de confiance, les autres vitamères ne sont pas toujours correctement mesurés par les méthodes existantes qui utilisent la détection spectrofluorimétrique. Un kit existe pour l'acide folique et une évaluation a été publiée par Arcot, Shrestha et Gusanov (2002).

**Acide pantothénique.** La figure 7.14 donne la structure de l'acide pantothénique. L'acide pantothénique dans sa forme libre est instable et extrêmement hygroscopique. Il est habituellement présent sous une forme liée aux protéines ou sous la forme de sels. Seule la forme dextrogyre est active. La méthode classique est microbiologique en utilisant *Lactobacillus plantarum* comme organisme test (Bell, 1974; méthode AOAC n<sup>os</sup> 960.46 et 945.74 [Sullivan et Carpenter, 1993]). L'aliment est extrait avec de l'eau et, si l'aliment est riche en lipides, ceux-ci doivent être correctement éliminés avant analyse. L'extrait aqueux est habituellement traité en autoclave et on ajuste le pH à 6,8 avec de l'acide ou une base. Le mélange est soumis à des traitements thermiques après une nuit d'incubation pour arrêter le développement et la solution est mesurée par turbidimétrie.

Figure 7.14 Structure de l'acide pantothénique

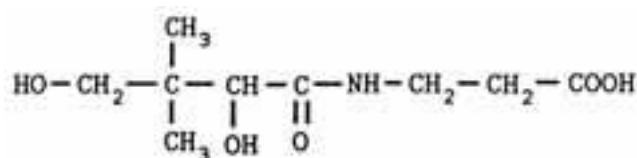
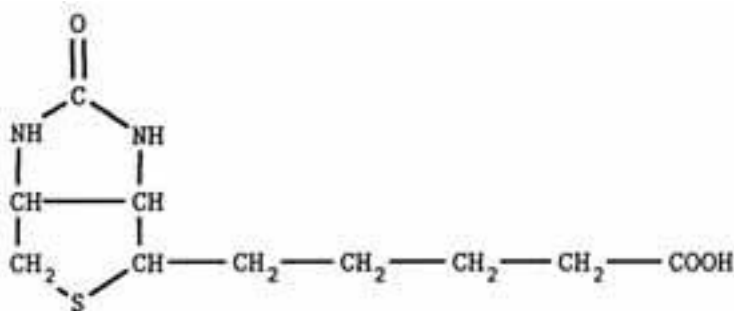


Figure 7.15 Structure de la biotine



**Biotine.** La biotine se trouve dans les aliments sous des formes libre et liée aux protéines. La figure 7.15 montre la structure de cette vitamine. La méthode classique est microbiologique en utilisant *Lactobacillus plantarum* (Bell, 1974; méthode AOAC n° 960.46 [Sullivan et Carpenter, 1993]). Une méthode CLHP a été décrite (Lahély *et al.*, 1999). Une extraction préliminaire avec de l'acide, suivie d'un traitement par papaïne, est nécessaire pour extraire la vitamine de l'aliment. La méthode CLHP utilise une séparation en phase inverse, une dérivation post-colonne avec de l'avidine-fluorescence-5-isocyanate et une détection par spectrofluorimétrie.

Des essais radio-immunologiques ont été décrits, utilisant une protéine de liaison spécifique (Bates, 2000).

### Composés alimentaires bioactifs

Pennington (2002) a publié un rapport exhaustif sur les bases de données de composition relatives aux composés alimentaires bioactifs, à savoir les flavonoïdes, les tannins, les allyles sulfurés, la capsaïcine, les indoles, les lignanes, les monoterpènes, les acides phénoliques, les stérols de plantes et les probiotiques, comprenant un classement par catégories d'aliments et de composés et une bibliographie annotée de plus de 400 pages sur les composés individuels

(Pennington, 2001). Étant donné le nombre et la diversité de ces composés, il n'est pas possible de passer en revue toutes les méthodes mises au point pour chacun d'entre eux (Speijers et van Egmond, 1999). Cette section se limitera donc aux méthodes de mesure des flavonoïdes, des isoflavonoïdes, des lignanes et l'activité antioxydante totale du fait de l'intérêt qui s'est fait jour au cours de ces dernières années pour ces composés. Les méthodes pour les stérols végétaux ont été décrites au début de ce chapitre.

**Flavonoïdes.** Une méthode rapide basée sur une CLHP en phase inverse avec détection UV a été développée par Hertog, Hollmann et Venema (1992) pour la mesure quantitative des cinq principaux aglycones flavonoïdes (quercétine, kœmpférol, myricétine, lutéoline et apigénine) contenus dans des fruits et légumes lyophilisés après une hydrolyse acide des glycosides parentaux. Plus récemment, Merken et Beecher (2000) ont publié une méthode CLHP pour les 17 principaux aglycones flavonoïdes monomériques, représentant cinq catégories classiques de flavonoïdes, avec un gradient d'élution et une quantification par un détecteur à barrette de diodes.

**Phytoœstrogènes.** Les principaux composés végétaux ayant une activité œstrogénique connue ou supposée sont les lignanes, les isoflavones, les coumestans et les lactones d'acides résorcycliques (Price et Fenwick, 1985). Les modes d'action de ces œstrogènes sont discutés par Clarke *et al.* (1996). Les principaux isoflavonoïdes sont la génistéine, la daidzéine, la formononétine, la biochanine A et la glycitéine. La génistéine, le daidzéine et la glycitéine apparaissent dans les aliments en forme de glycosides qui sont tous biologiquement inactifs. Les aglycones libres sont formés par l'action métabolique de la microflore de l'intestin humain bien que cette hydrolyse varie considérablement d'une personne à une autre (Xu *et al.*, 1994). La bioactivité totale est mesurée par l'analyse des aglycones. Cependant, c'est une activité potentielle, obtenue par l'analyse séparée des substances conjuguées et des aglycones. L'œstrogène végétal le plus actif est connu sous le nom de coumestrol (un coumestan). La zéaralénone est une lactone de l'acide résorcyclique et elle correspond à un métabolite secondaire de divers espèces de champignons, principalement du genre *Fusarium* (et est, par conséquent, considérée comme un contaminant). Les lignanes matairesinol, sécoisolaricirésinol, pinorésinol et isolaricirésinol sont des phytoœstrogènes puissants et sont des précurseurs des lignanes, entérolactone et entérodiol de mammifères.

Il existe beaucoup de méthodes d'analyse mais peu sont d'accord sur celle qui est la meilleure, dans la mesure où la question est de savoir s'il faut analyser les formes conjuguées et libres en même temps ou les aglycones seulement (après l'hydrolyse). Aucune méthode n'existe pour séparer et quantifier tous les composés intéressants qu'ils soient libres ou liés. La méthode pour les aglycones probablement la plus complète est celle décrite par Adlercreutz et ses collaborateurs (Mazur *et al.*, 1996) qui comprend une dilution isotopique et une chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-MS). Elle permet la détermination, sous la forme de dérivés silylés, de la daidzéine, la génistéine, la biochanine A, la formononétine, le coumestrol, le sécoisolaricirésinol et le matairesinol mais pas de la glyci-

téine. Cette méthode est onéreuse et nécessite l'accès à un spectromètre de masse (SM). Une autre méthode globale pour les aliments est la CLHP-SM, originellement développée pour le plasma et l'urine. Elle permet d'analyser la daidzéine, la génistéine, la biochanine A, la formononétine, le coumestrol, le sécoisolaricirésinol et le matairésinol, mais non la glycitéine (Horn-Ross *et al.*, 2000; Coward *et al.*, 1996; Horn-Ross *et al.*, 1997; Barnes *et al.*, 1998).

**Isoflavones et coumestrol.** La méthode de référence de Murphy *et al.* (1997), choisie pour constituer la banque de données sur les isoflavones (2002) de l'USDA et de l'Université de l'État de l'Iowa, comprend un gradient d'élution linéaire qui sépare la daidzéine, la génistéine, la glycitéine et leurs conjugués dans des substituts de lait maternel à base de soja. Hutabarat, Greenfield et Mulholland (2000) ont publié une méthode CLHP en mode isocratique, complètement validée pour la génistéine, la daidzéine, la formononétine, la biochanine A et le coumestrol (mais non la glycitéine) alors que King et Bignell (2000) ont publié une méthode CLHP pour la daidzéine, la génistéine, la glycitéine et leurs aglycones. Une étude interlaboratoire publiée par Klump *et al.* (2001) a conduit à une recommandation pour l'adoption comme méthode AOAC n° 2001.10 pour la détermination des isoflavones présents dans le soja et dans quelques aliments contenant du soja. Cette méthode utilise une chromatographie en phase liquide inverse afin de séparer et de mesurer la génistéine, la glycitéine, la daidzéine et leurs glucosides, et fournit aussi des valeurs pour les isoflavones totaux, exprimés en aglycones.

**Lignanes.** Meagher *et al.* (1999) a mesuré l'isolaricirésinol, le pirorésinol, les secoisolaricirésinol et le matairésinol en utilisant la CLHP avec une détection par barrette de diodes. Liggins, Grimwood et Bingham (2000) ont publié une méthode GC-SM pour la détermination du matairésinol, du secoisolaricirésinol et de la shonanine dans les aliments sous forme de dérivés triméthylsilylés.

**Activité antioxydante totale.** On observe une demande croissante pour exprimer les différentes activités antioxydantes totales des aliments. De nombreuses méthodes ont été utilisées, mais aucune norme n'existe et, à ce jour, l'inclusion des valeurs d'activité antioxydante totale des aliments dans les banques de données n'est pas recommandée. Le sujet a été discuté par Frankel et Meyer (2000).

## Énergie

Le contenu en énergie brute d'un aliment peut être déterminé à titre expérimental dans une bombe calorimétrique (Brown, Faulks et Livesey, 1993). Une bombe adiabatique est préférable pour obtenir des mesures précises mais la bombe balistique calorimétrique (Miller et Payne, 1959) donne aussi une fidélité adéquate pour la plupart des études nutritionnelles. Les valeurs obtenues en utilisant une bombe adiabatique calorimétrique sont corrigées de la chaleur générée par l'oxydation de l'azote et du soufre de l'aliment. Les calori-

**Tableau 7.13** Valeur énergétique de quelques nutriments<sup>a</sup>

<i>Constituant</i>	<i>kcal/g</i>	<i>kJ/g<sup>b</sup></i>
Protéine	4	17
Graisse	9	37
Glucides disponibles exprimés en monosaccharides	3,75	16
Glucide disponible (en poids et par différence)	4	17
Glucide total	4	17
Monosaccharides	3,75	16
Disaccharides	3,94	16
Amidon et glycogène	4,13	17
Alcool éthylique	7	29
Glycérol	4,31	18
Acide acétique	3,49	15
Acide citrique	2,47	10
Acide lactique	3,62	15
Acide malique	2,39	10
Acide quinique	2,39	10

*Notes:*

<sup>a</sup> Chaque pays peut individuellement utiliser des facteurs complémentaires définis dans sa réglementation nationale.

<sup>b</sup> Le facteur de conversion: 1 kcal = 4.184kJ; les équivalents en kJ ont été arrondis à deux chiffres (Royal Society, 1972).

*Source:* Adapté à partir de Paul et Southgate (1978).

mètres sont habituellement étalonnés avec l'acide benzoïque, considéré comme référence thermochimique.

Les valeurs obtenues sont des chaleurs brutes de la combustion et ne sont ni utilisées par les nutritionnistes ni dans les tables de composition des aliments; on leur préfère l'énergie métabolisable. C'est l'énergie qui est disponible pour le métabolisme. Les valeurs de l'énergie métabolisable sont calculées par des facteurs de conversion d'énergie (Atwater et Bryant, 1900; Southgate et Durnin, 1970; Merrill et Watt, 1973; Allison et Senti, 1983) appliqués aux concentrations en protéines, lipides, glucides et alcool. Récemment, Livesey (2001) a affirmé qu'un meilleur système de calcul des valeurs d'énergie dans les aliments serait le système d'énergie métabolisable net (Blaxter, 1989).

De même, les contributions de la fibre alimentaire, des polyols et des oligosaccharides ont été largement discutées (Livesey, 2001; FAO/OMS, 1998) mais la plupart des banques de données ne contiennent pas encore les facteurs de conversion d'énergie pour ces constituants.

Dans beaucoup de pays, le Système international d'unités (SI) (BIPM, 1998, 2003) est utilisé pour exprimer les valeurs de l'énergie des aliments et des régimes, c'est-à-dire le joule (J) (travail): 1 kcal équivaut à 4,184 kJ (équivalent thermochimique) (Royal Society, 1972). Pour exprimer la valeur énergétique des aliments, on ne doit pas utiliser plus de trois chiffres significatifs. Quel que soit le système choisi pour le calcul de l'énergie, il doit être clairement indiqué.



## Chapitre 8

### Assurer de la qualité des données analytiques

*Sans un programme défini d'assurance de la qualité tous les résultats analytiques doivent être suspects.*

*(Harnly et Wolf, 1984)*

Une bonne utilisation des données de composition des aliments repose sur la fiabilité de ces données; c'est pourquoi leur fiabilité doit être démontrée par une revue systématique et documentée comment on y est parvenu. À ce jour, il existe une littérature complète sur le contrôle de la qualité analytique de l'analyse des aliments. Des efforts ont été faits au niveau international pour améliorer et normaliser la qualité des analyses grâce à des organisations telles que l'Organisation internationale pour la standardisation (ISO, 2003) et par l'application de principes formalisés tels que les bonnes pratiques de laboratoire (BPL) (OECD, 1992, 1999) et la gestion totale de la qualité (Parkany, 1995).

Les critères pour autoriser l'enregistrement de données dans des banques de données sur la composition des aliments ont été discutés au Chapitre 1. En résumé, les échantillons doivent être représentatifs des aliments tels qu'ils sont consommés, tels que disponibles à la consommation, ou tels qu'ils sont produits (par exemple, les teneurs dans les aliments crus). Les valeurs doivent représenter exactement les échantillons analysés (voir tableau 8.1). Il s'en-

**Tableau 8.1** Actions assurant la qualité des données

<i>Actions</i>	<i>Objectif</i>
Préparation du protocole d'échantillonnage Exécution du protocole d'échantillonnage Préparation des échantillons et prises d'essai	Les échantillons sont représentatifs des aliments «tels qu'ils sont consommés», ou «disponibles à la consommation» ou tels qu'ils sont produits (p. ex. pour les données de composition des matières premières)
Choix des méthodes d'analyse Exécution des procédures analytiques avec le nombre approprié d'échantillons et de répétitions Évaluation des résultats d'analyse	Les analyses fournissent des résultats fiables sur la composition d'échantillons représentatifs

suit que les principes fondamentaux pour la production de données de bonne qualité exigent de prendre en compte:

- a. la collecte et la préparation de l'échantillon (voir le premier groupe d'actions du tableau 8.1);
- b. le choix de la méthode d'analyse et sa validation au sein du laboratoire exécutant les analyses;
- c. l'exécution appropriée de la méthode (ce qui exige l'utilisation de procédures de contrôle de la qualité);
- d. la revue critique des valeurs obtenues.

L'échantillonnage et les méthodes d'analyse ayant été traités aux Chapitres 5, 6 et 7; ce chapitre traite des deux derniers thèmes.

## Définitions

Les définitions de la qualité des données, du contrôle de la qualité et de l'assurance de la qualité utilisées dans ce texte (tableau 8.2), sont tirées de celles proposées par l'Organisation internationale pour la standardisation (ISO, 2003) applicables soit à un produit, soit à un service.

En termes concrets, l'«assurance de la qualité» est la somme de toutes les activités entreprises pour s'assurer que l'information générée par le laboratoire est correcte (Wilcox *et al.*, 1978). Cela doit être un processus réfléchi et non laissé au hasard ou seulement introduit dans les opérations lorsque des non-conformités sont identifiées. Un bon programme d'assurance de la qualité (PAQ) doit fournir aux techniciens du laboratoire et aux agents de maîtrise des mesures objectives de performance et des indications sur la réalisation des objectifs du laboratoire.

Le contrôle de la qualité a une signification beaucoup plus restreinte que l'assurance de la qualité. Il se réfère d'habitude aux procédures qui sont conçues pour s'assurer de la qualité des données dans les limites prédéfinies. Cela inclut des spécifications sur la fidélité et la

**Tableau 8.2** Terminologie pour l'évaluation de la qualité

<b>Qualité des données</b>	Résumé de tous les éléments qui rendent les mesures appropriées à un usage attendu
<b>Contrôle de la qualité</b>	Modes opératoires et activités utilisés pour satisfaire les exigences de qualité
<b>Assurance de la qualité des données</b>	Ensemble de toutes les actions planifiées et systématiques nécessaires pour obtenir l'assurance suffisante qu'un produit, un processus ou un service satisfasse aux exigences de qualité
<b>Bonnes pratiques de laboratoire</b>	Procédure organisationnelle et conditions sous lesquelles les études de laboratoire sont planifiées, exécutées, surveillées, enregistrées et présentées

justesse des méthodes d'analyse qui soient directement liées aux besoins des utilisateurs et des compilateurs de banques de données. Les exigences de qualité établies par les analystes peuvent être inutilement contraignantes pour la plupart des buts nutritionnels; cependant, le contrôle de la qualité est toujours vital pour s'assurer que des biais ne sont pas introduits.

Le but du contrôle de la qualité est alors de produire des données sur la composition des aliments qui atteignent les spécifications exigées tout en respectant des obligations d'efficacité et d'économie. Cet objectif implique l'intégration de plusieurs étapes interdépendantes: la spécification claire de la qualité exigée des données; la production de données qui atteignent la spécification désirée; l'évaluation des données pour déterminer si la spécification est atteinte; et le contrôle de l'utilisation des données pour fournir des éléments de révision des spécifications.

Le terme contrôle de la qualité est souvent entendu dans son sens étroit (c'est-à-dire le contrôle de la performance des méthodes d'analyse) (Büttner *et al.*, 1975); or, il doit couvrir tous les aspects du processus analytique de la collecte de l'échantillon d'aliments, de la manipulation et du traitement des échantillons de travail, de la préparation des étalons, de la mesure du signal et de la validation de la méthode, au traitement des données et à leur interprétation (Harnly et Wolf, 1984; Garfield, 1984).

## Portée et mise en œuvre de l'assurance de la qualité

L'assurance de la qualité est mise en œuvre dans un laboratoire selon trois modes principaux:

1. **Préventif.** Des étapes précèdent l'analyse, destinées à assurer l'exactitude de la mesure analytique (par exemple la maintenance et l'étalonnage des instruments, la vérification des réactifs, la formation du personnel).
2. **Évaluation.** Des procédures effectuées pendant la mesure pour vérifier si les systèmes fonctionnent correctement (par exemple utilisation d'étalons et de témoins; maintenance des courbes d'étalonnage, etc.).
3. **Correctif.** Action prise pour corriger le système quand une erreur observée ou possible est détectée (par exemple le nouveau réglage de l'équipement, le remplacement des réactifs, etc.) (selon Wilcox *et al.*, 1978).

La caractéristique majeure d'un programme d'assurance de la qualité est la documentation correcte de toutes les activités impliquées dans la production des données de composition, de la conception du protocole d'échantillonnage à la production finale des données analytiques.

Les activités impliquées dans l'assurance de la qualité doivent inclure:

1. la formation du personnel aux méthodes appropriées et la mise à disposition de locaux et d'équipements adaptés;
2. le contrôle de la qualité des réactifs, de la verrerie et des solvants, et du fonctionnement des instruments et autres équipements;
3. la maintenance correcte d'un système d'enregistrement des données;

4. l'attention soutenue sur tous les aspects de l'échantillonnage (chapitre 5);
5. l'utilisation appropriée des matériaux de contrôle et de référence;
6. la répétition de l'échantillonnage et de l'analyse;
7. l'examen minutieux des résultats, y compris la comparaison avec ceux d'autres laboratoires, et la sélection des analyses à répéter;
8. la préparation et l'examen des rapports.

L'assurance de la qualité est effectuée à travers les BPL qui couvrent trois domaines principaux: la gestion, le contrôle de la qualité de l'échantillonnage et le contrôle des performances de la méthode d'analyse.

## Gestion du laboratoire

La gestion est la fonction globale qui doit permettre au laboratoire d'analyse d'atteindre ses buts. Elle n'implique pas seulement des fonctions administratives, mais détermine comment le laboratoire fonctionne, ce qu'il doit accomplir et s'il remplit ou non le rôle qui lui a été assigné.

Les tâches de gestion dans ce contexte sont les suivantes:

1. déterminer et expliquer la politique qualité du laboratoire à tous ceux qui sont impliqués dans l'échantillonnage et l'analyse;
2. développer le plan d'action et les politiques du laboratoire. Cela implique la définition des mesures nécessaires pour assurer la qualité du travail, les établir et organiser leur mise en œuvre;
3. organiser et intégrer le personnel, les locaux, les équipements et les matériaux afin que le laboratoire puisse atteindre ses objectifs au jour le jour;
4. évaluer la performance du laboratoire et effectuer des changements ou des innovations reconnues comme nécessaires pour la correction ou l'amélioration des buts poursuivis.

Une gestion efficace est requise dans trois domaines très importants au niveau du laboratoire: l'environnement, le personnel et l'administration.

### Environnement et locaux

Beaucoup de laboratoires d'analyse des aliments ne possèdent pas de locaux et d'installations idéals. Cependant, même dans un contexte peu favorable, beaucoup peut être fait si les locaux sont bien organisés et qu'une attention est accordée à la sécurité. Horwitz *et al.* (1978) ont fait la liste des besoins spéciaux pour un laboratoire d'analyses alimentaires qui sont: une ventilation et des hottes très efficaces pour permettre une utilisation intensive de solvants et une élimination des fumées toxiques et corrosives; une puissance adéquate pour les systèmes de chauffage et les instruments; une eau distillée (ou permutée) de haute qualité et en quantités suffisantes pour la préparation des réactifs et les dilutions; l'absence de contaminations d'origine environnementale (plomb, amiante, etc.), générées par le laboratoire (mercure, fumées, etc.) ou provenant d'activités internes (poussière, insectes, souris, etc.); une grande

capacité de stockage des échantillons et des réactifs, y compris dans les réfrigérateurs et les congélateurs. Des locaux spécialisés peuvent aussi être nécessaires pour l'analyse de certains nutriments, comme une salle propre pour les oligoéléments et une lumière spéciale pour les nutriments sensibles à la lumière. Peu de laboratoires disposent d'équipements aussi spécialisés, mais la liste présentée ci-dessus peut aider à la planification de la modernisation d'un laboratoire existant. Des conseils pratiques sont aussi disponibles dans une étude préparée par Rappoport *et al.* (1978).

En ce qui concerne les équipements, beaucoup de laboratoires n'ont pas la possibilité de faire un choix. Le critère essentiel est que l'équipement soit capable d'exécuter les tâches établies. Les équipements spécialisés et/ou automatisés peuvent conduire à des niveaux élevés de fidélité et, en général, améliorer le niveau de qualité des analyses, mais ne sont pas des éléments indispensables à un travail analytique de qualité.

Des programmes pour des révisions régulières, des essais et des remplacements d'équipements sont utiles et une attention doit être accordée à la sécurité; ces points sont discutés en détail par Wilcox *et al.* (1978).

### Personnel

La sélection et la formation initiale du personnel sont importantes, mais aussi la mise à jour de leurs connaissances. L'idéal serait que chaque employé ait une fiche de fonction ou de poste claire, ainsi que des rapports hiérarchiques bien définis. Un haut niveau de motivation est essentiel pour un travail de bonne qualité. On y parvient plus facilement en établissant des objectifs clairs et en s'assurant que les analystes comprennent correctement leur rôle dans l'organisation globale. Dans tout travail de laboratoire, le technicien est le facteur déterminant principal de la qualité analytique et ce fait doit être compris par le technicien concerné et par tous ceux qui sont responsables à divers niveaux. L'idéal serait que chaque employé sente que son travail compte et qu'un travail de qualité n'est pas seulement une responsabilité d'équipe mais l'accomplissement d'une équipe.

Beaucoup de laboratoires conduisent des travaux d'analyse alimentaire en employant un personnel sous contrat à courte durée. Le soutien des motivations de ce personnel, bien que difficile, doit rester un objectif important du programme.

### Administration

L'administration comprend tous les aspects bureaucratiques du travail de laboratoire. Toutes les procédures du laboratoire doivent être incluses dans un Manuel d'assurance de la qualité (MAQ) qui contient des instructions sur l'échantillonnage, les méthodes d'analyse et les procédures de contrôle de la qualité. De plus, un système d'enregistrement doit être mis en place pour tous les échantillons alimentaires qui arrivent dans le laboratoire. Ce registre contient toutes les informations indispensables pour l'identification de l'échantillon (voir Chapitre 5) et est connecté à l'enregistrement des résultats analytiques finaux. Le système doit permettre de rassembler tous les échantillons arrivant dans le laboratoire. En quelque sorte, la rédaction du MAQ formalise les procédures et, si les employés du laboratoire sont encouragés pour

faire des commentaires et suggestions, on arrive facilement au développement d'une bonne pratique de laboratoire.

Il est important que le manuel soit utilisé par le personnel devant travailler selon les procédures qu'il contient. Le danger est que le MAQ soit vu comme une fin en soi et non plus comme un outil utilisable. Dans ce cas, il n'atteindra pas les objectifs qui ont conduit à sa préparation.

Le personnel doit être encouragé à garder des cahiers de laboratoire bien organisés; des modèles de feuilles de données doivent être développés pour l'enregistrement des valeurs analytiques finales. Le processus de développement des documents d'enregistrement permet d'identifier des problèmes potentiels et d'indiquer les évolutions nécessaires. Il est néanmoins prudent de valider tout nouveau document dans le cadre d'une étude pilote et avant sa mise en œuvre afin d'identifier si les modifications n'entraînent pas des heures de travail supplémentaires. Un bon système permet de retrouver facilement les calculs et les mesures afin d'identifier et corriger toutes les erreurs qui peuvent exister dans l'enregistrement.

## Contrôle de la qualité de l'échantillon

L'échantillonnage a été discuté en détail au Chapitre 5. Ici, il est seulement nécessaire d'insister sur le fait que le contrôle de la qualité de l'échantillonnage est une première étape cruciale dans tout programme d'assurance de la qualité et que le personnel chargé de l'analyse doit être impliqué dans la conception des plans d'échantillonnage. En effet, une participation directe à la collecte des échantillons donne à l'analyste une meilleure idée des problèmes pratiques liés à l'échantillonnage. La nécessité de mettre en place des procédures bien définies pour la manipulation des échantillons au laboratoire doit aussi être considérée comme faisant partie des préoccupations de l'analyste.

### **Contrôle de la qualité des performances de la méthode d'analyse**

(adapté avec l'autorisation de Horwitz *et al.* [1978])

La troisième priorité essentielle dans la mise en œuvre d'un programme d'assurance de la qualité dans un laboratoire est le contrôle de la qualité des performances des méthodes d'analyse. Dans les études sur la composition des aliments une grande attention doit être accordée à cela puisque tous les échantillons reçus pour analyse doivent en principe être traités comme ayant une composition inconnue.

La performance d'une méthode d'analyse exige une validation de tout le système (Horwitz *et al.*, 1978): le laboratoire avec tout son environnement, équipements et réactifs; l'analyste avec ses aptitudes individuelles, expériences et connaissances; et la méthode avec toutes ses particularités et caractéristiques.

Une méthode est sélectionnée soit sur la base de l'importance relative de ces différentes caractéristiques, soit en tenant compte d'expériences antérieures, soit d'après la littérature. Le choix d'une méthode est discuté aux Chapitres 6 et 7. Néanmoins, il est essentiel pour le laboratoire de vérifier que, dans la pratique, la méthode s'applique de façon satisfaisante. Comme

indiqué dans les Chapitres 6 et 7, chaque matrice alimentaire peut présenter une série de problèmes entièrement différents quel que soit le constituant. La sélection ou la production d'une matrice de référence appropriée peut demander des connaissances et un savoir-faire considérables.

### Spécifications des valeurs analytiques

Le niveau de qualité nécessaire pour une donnée analytique doit être spécifiée à l'avance. Ces spécifications sont basées sur des critères de fiabilité discutés en détail aux Chapitres 6 et 7 (spécificité, exactitude, fidélité, sensibilité [Büttner *et al.*, 1975]) et dépendront de l'analyte et de la matrice dans laquelle il est recherché.

Par exemple, en établissant les critères de spécificité pour l'analyse de la vitamine C, il est essentiel que la méthode ne mesure que l'acide ascorbique et l'acide déhydroascorbique, seules ces deux molécules possédant une activité vitaminique. Les interférences dans la plupart des méthodes d'analyse de la vitamine C sont raisonnablement bien comprises par les chimistes et peuvent être évitées. Pour d'autres nutriments, des méthodes qui mesurent une grande gamme de substances peuvent être adéquates (Chapitre 7). Quelques composés sont difficiles à définir sur le plan analytique et pour ceux-ci les méthodes d'analyse actuellement disponibles sont probablement obsolètes.

Le niveau d'exactitude selon lequel une analyse est conduite et rapportée doit être établi avec un certain nombre de chiffres significatifs dépendant de la fidélité de la méthode. Trois chiffres significatifs sont (dans la plupart des cas) le maximum requis dans une banque de données sur les aliments, mais plus de chiffres significatifs (souvent faux) sont générés par beaucoup de systèmes analytiques. Dans les analyses de nutriments, l'idée qu'il faudrait avoir des teneurs avec quatre à cinq chiffres significatifs repose sur une idée fautive au plan analytique parce qu'aucune méthode ne possède ce degré d'exactitude. Elle peut aussi entraîner une mauvaise utilisation des ressources disponibles.

Le niveau de fidélité recherché ne doit pas seulement être fonction de la méthode, mais également de la concentration du nutriment. Comme pour l'exactitude, souvent il ne sera pas judicieux d'améliorer la fidélité si la concentration du nutriment dans l'aliment est faible en rapport à l'apport nutritionnel dans son ensemble, ou si l'aliment est rarement consommé. Il est essentiel d'établir des critères réalistes pour des niveaux acceptables de fidélité; l'amélioration des valeurs qui se situent à moins de 10 pour cent de la moyenne ne semble pas nécessaire. Stewart (1980) a suggéré des valeurs de référence de la fidélité et de l'exactitude acceptables pour les études sur la composition des nutriments.

Wilcox *et al.* (1978) a établi une liste de problèmes qui sont les causes d'erreur majeures dans les performances d'une méthode:

- a. un choix inapproprié de la méthode d'analyse;
- b. un manque de compétences et d'expérience de l'analyste;
- c. des erreurs dans les performances de la méthode qui ne sont pas liées aux compétences de l'analyste (par exemple des réactifs défectueux);
- d. une attention insuffisante accordée à l'étalonnage des instruments et à l'intégrité des standards de référence.

### Techniques de validation des performances d'une méthode

La vérification des performances d'une méthode – une démarche essentielle quand une nouvelle méthode est introduite dans le laboratoire – peut être faite en utilisant les techniques suivantes (les Chapitres 6 et 7 discutent des procédures utilisées pour valider les méthodes lorsqu'on les sélectionne):

**1. Échantillons de référence.** L'idéal serait que des étalons puissent être préparés avec des quantités connues du constituant concerné, sous la même forme physico-chimique et dans une matrice alimentaire similaire à celle qui sera analysée. Il est clair que cet idéal est pratiquement impossible à réaliser, mais différentes alternatives existent pour obtenir des échantillons de référence.

Les matériaux de référence (MR) et les matériaux de référence certifiés (MRC) contribuent à l'exactitude et à la comparabilité des mesures, en certifiant et en procurant des échantillons dont la teneur est bien connue. Ces matériaux sont utilisés pour réaliser l'étalonnage *in situ* des instruments comme partie intégrante des programmes d'assurance qualité, pour vérifier l'exactitude des mesures spécifiques et pour contribuer au développement de nouvelles méthodes de mesure. Les MR et les MRC sont utilisables pour déterminer les teneurs en nutriments d'aliments complexes et de matrices alimentaires individuelles. Les MRC sont certifiés pour des constituants nutritionnels tels que les cendres, les protéines, les glucides, les lipides, l'énergie, le cholestérol, quelques acides gras, les vitamines, quelques minéraux et des oligo-éléments. Aux États-Unis, l'Institut national pour les standards et la technologie (NIST, 2003a) offre plusieurs MRC.

En Europe, l'Institut des matériaux de mesure de référence (Institute for Reference Materials and Measurements) (IRMM, 2003) opère comme une partie du Centre de recherche mixte de l'Union européenne (Directorate-General Joint Research Centre). Il fournit des matériaux de référence certifiés (MRC) dans une variété de matrices alimentaires pour des macronutriments, des minéraux et oligoéléments, 15 vitamines, cinq méthodes différentes de fibres et d'autres composés présents dans les aliments.

Les MRC et les MR sont d'habitude assez chers; ils peuvent être considérés comme trop coûteux pour être utilisés dans des analyses de routine et une autre approche doit donc être préférée.

C'est pour cette raison qu'ASEANFOODS a développé, en collaboration avec des laboratoires experts à l'intérieur et à l'extérieur de la région Asie-Pacifique, des matériaux de référence agroalimentaires avec des valeurs pour différents nutriments (Puwastein, Sungpuag et Judprasong, 1999; Puwastein, 2000). Quatre matériaux de référence ont été préparés et sont maintenant disponibles au Centre de données régionales ASEANFOODS, à savoir une farine de riz (AS-FRM1), une farine de soja (AS-FRM2), un mélange céréale-soja (AS-FRM3) et de la farine de poisson-1 (AS-FRM4) avec des valeurs certifiées pour les principaux nutriments et minéraux. Ces matériaux de référence ont été utilisés en laboratoire dans des programmes de contrôle de la qualité et comme matériaux tests pour des études sur la performance de laboratoire dans l'ASEAN (Association des Nations de l'Asie du Sud-Est) et d'autres pays en développement.



Pour certains nutriments contenus dans une matrice alimentaire complexe, il peut être impossible de produire des matériaux de référence. On peut leur substituer un mélange de substances pures, mais il ne permet pas de simuler les propriétés physiques ou les interrelations des autres constituants de l'aliment. En l'absence d'un MRC, un laboratoire, qui réalise certains types de déterminations en routine, doit avoir à sa disposition des matériaux de référence internes (préparés sur place). De tels matériaux consistent en une grande quantité d'un produit homogène (préparé et broyé avec grand soin pour assurer son homogénéité) placé dans de petites bouteilles scellées et stockées sous certaines conditions pour prévenir la détérioration (Southgate, 1995). Des prises d'essai de ce matériel sont mesurées périodiquement avec chaque analyse ou séries d'analyses et les résultats surveillés par l'utilisation de cartes de contrôle. Torelm *et al.* (1990) décrivent un exemple d'un matériau de référence interne, réalisé en Suède, à partir d'un aliment «frais», à savoir une viande en boîte de conserve, avec des valeurs garanties pour l'humidité, les cendres, les lipides, l'azote, le sodium, le chlorure de sodium et l'hydroxyproline. Des matériaux de référence internes peuvent aussi être développés et validés par rapport à des MR achetés ce qui, lorsque le prix des ces MR est élevé, est hors de portée.

Une carte de contrôle se présente souvent comme une ligne centrale accompagnée de limites de contrôle basées sur une mesure statistique pour des séries d'analyses (American Society for Quality Control, 1973). Tous les résultats du laboratoire sont reportés sur la carte selon l'axe vertical et, en fonction du temps (jours, heures, etc.) reportés selon l'axe horizontal. L'échelle horizontale devrait fournir suffisamment d'espace pour trois mois de contrôle. La carte doit être régulièrement vérifiée pour contrôler s'il n'y a pas de dépassement au-dessus ou au-dessous des lignes de contrôle, ce qui indiquerait des erreurs non aléatoires (Mandel et Nanni, 1978; Taylor, 1987). Théoriquement, les valeurs doivent être réparties au hasard autour de la ligne centrale. Quand elles sont constamment au-dessus (ou au-dessous) de la ligne centrale, elles indiquent un biais systématique possible de la méthode et doivent alors être examinées.

Les matériaux préférés pour la constitution de matériaux de référence internes sont des poudres non ségrégantes telles que le lait en poudre écrémé, la gélatine, la farine. Des mélanges de poudres pour l'alimentation parentérale sont utilisés pour des travaux de routine réalisés par au moins un laboratoire chargé d'un programme national de contrôle de la qualité (Ekstrom *et al.*, 1984).

Les constituants présents dans les corps gras créent des problèmes car ils ne sont pas stables sur une longue durée, même stockés à basse température, et les antioxydants ajoutés pour stabiliser les composés de lipidiques peuvent interférer dans les analyses. Une solution est de stocker ces aliments à haute teneur en lipides dans de l'azote. Néanmoins, le MR doit être périodiquement renouvelé, en analysant simultanément les anciens et les nouveaux matériaux comme contrôle additionnel.

Quand un MRC ou un matériau interne est disponible, il fournit la méthode la plus efficace pour maîtriser les performances de la technique. L'inclusion d'un MR dans une série d'échantillons est généralement la plus simple des techniques décrites ici. Les MR introduits dans le flux

régulier des échantillons traités en routine par le laboratoire alerteront instantanément le personnel si quelque problème surgit, et permettront ainsi une action corrective immédiate.

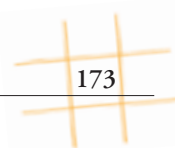
**2. Échantillons normaux (de routine).** Si une analyse doit être faite sur un type de matrice nouveau pour le laboratoire, le mode opératoire sélectionné doit être appliqué à une série d'échantillons de routine présentant une assez large gamme de concentrations pour le constituant concerné. Si cette gamme n'est pas disponible, on peut préparer un mélange artificiel par ajout des quantités voulues du constituant dans un échantillon de composition connue. Il ne faut pas essayer de procéder par une addition directe d'un petit volume de constituant dans un grand volume de l'aliment. Les concentrations les plus basses peuvent être obtenues par une série de dilutions en commençant, de préférence, avec la solution étalon. La nature du solvant, qu'il soit ou non retiré, dépendra de la nature de l'analyte et de la matrice. Si l'échantillon brut ne peut pas être enrichi, l'addition des quantités connues du constituant doit être faite le plus tôt possible au cours de l'analyse. La procédure la plus simple pour produire cette série est de préparer deux d'échantillons de même granulométrie (dans le cas des solides), l'un avec le plus haut niveau du constituant concerné et l'autre avec le niveau le plus bas. Les échantillons analytiques contenant des concentrations intermédiaires sont préparés en pesant et en mélangeant des quantités appropriées des deux échantillons extrêmes.

**3. Contrôle analytique de séries d'échantillons.** Certains organismes fournissent de façon régulière et sous forme de souscription des échantillons permettant de vérifier la stabilité et la fiabilité des analyses faites dans les laboratoires membres. Quelques-uns de ces échantillons peuvent faire l'objet d'une utilisation particulière par des analystes chargés de travailler sur la composition des aliments; ils sont présentés en détail par Horwitz *et al.* (1978) et Wolf et Ihnat (1985a).

**4. Échantillons authentiques.** Il est parfois utile d'analyser des séries d'échantillons qui peuvent être considérés comme des représentants authentiques des aliments concernés et dont la composition est entièrement décrite dans la littérature, par exemple le lait de vache, la farine de blé, etc.

**5. Échantillons alimentaires préalablement analysés avec une autre méthode.** Quand on introduit une méthode nouvelle non encore maîtrisée, il est utile d'analyser à nouveau des échantillons qui ont déjà été analysés par une autre méthode bien maîtrisée. Ces échantillons doivent être d'abord directement analysés plusieurs fois, puis analysés à nouveau, après une dilution exacte réalisée avec un matériel inerte tel que l'eau, l'huile ou le sable. Si les répétitions et les différences entre les échantillons dilués sont satisfaisantes, on peut alors adopter sans danger la méthode.

**6. Méthodes internes de contrôle de la fiabilité.** Habituellement, la grande variété d'aliments analysés dans le cadre des études sur la composition des aliments ne permet pas de disposer dès le départ de matériaux de référence, d'échantillons analysés auparavant, d'échantillons



authentiques et même d'échantillons normaux. C'est un véritable défi pour l'analyste qui doit quand même prouver la validité des résultats qu'il obtient. Faire des répétitions est une solution évidente. La bonne répétabilité de ces mesures, particulièrement si les prises d'essai sont de tailles différentes, indique d'habitude qu'aucun biais important n'existe, bien que cela n'exclut pas l'existence d'erreurs importantes. D'autres méthodes internes de contrôle des performances peuvent s'organiser autour de la préparation d'une série d'échantillons synthétiques, la méthode d'additions standard et des analyses de contrôle réalisées par des analystes, des méthodes ou des laboratoires différents. Quelques-unes de ces méthodes internes sont discutées en détail dans les Chapitres 6 et 7 et ci-dessous.

**Répétition des mesures.** Tant la fidélité que l'exactitude sont évaluées à l'aide de répétitions effectuées sur plusieurs prises d'essai du même échantillon (que l'on suppose stable et homogène en ce qui concerne l'analyte qui est en train d'être analysé). Selon la terminologie statistique, une série de répétitions est considérée comme un échantillon<sup>1</sup> aléatoire d'une population hypothétique de répétitions; la moyenne (aussi bien que d'autres statistiques de position ou de tendance centrale) de cet échantillon reflète la performance de la méthode eu égard à l'exactitude et l'écart-type (ainsi que d'autres statistiques de dispersion) reflète sa fidélité.

Les analyses en double constituent normalement le minimum nécessaire pour des études sur la composition des aliments. Les valeurs des doubles doivent être comprises dans la fourchette de fidélité de la méthode. Dans le cas contraire, des répétitions additionnelles sont nécessaires. La moyenne est alors calculée sur la base de tous les résultats, à moins qu'il existe des raisons assez convaincantes pour exclure certaines valeurs. Il n'est pas possible d'établir des règles strictes pour la fidélité; des recommandations doivent être développées pour chaque nutriment, aux concentrations attendues dans chaque matrice alimentaire.

**Études sur le taux de récupération.** Quand un constituant est disponible en tant que matériau bien caractérisé et de pureté connue, il est possible de conduire des études sur le taux de récupération dans lesquelles une quantité définie du constituant est ajoutée aux prises d'essai à analyser. Les mesures dans l'aliment seul et avec l'analyte ajouté permettent de calculer un taux de récupération du constituant ajouté. Si une gamme d'ajouts est faite, un effet des concentrations peut être mesuré. Cependant, le taux de récupération d'un ajout peut souvent donner une indication fallacieuse sur la teneur réelle du constituant dans la matrice. Mais, si aucun matériau n'est disponible pour un enrichissement, il est alors nécessaire d'enrichir des prises d'essai de l'échantillon lui-même en utilisant la méthode des ajouts dosés (voir ci-dessous).

Dans les deux cas – une série d'échantillons avec le constituant ajouté ou un échantillon enrichi par une série d'ajouts –, les concentrations calculées après mesure des concentrations retrouvées doivent être dans un rapport linéaire. Pour être classées comme satisfaisantes, des taux de récupération de plus de 90 pour cent sont nécessaires.

<sup>1</sup> Attention, le terme échantillon possède donc deux significations un peu différentes, d'une part c'est une sous-population (en statistiques) et d'autre part tout ou une portion d'un matériau soumis à l'analyse (en analyse).

Wolf (1982), en disant que la méthode des ajouts dosés «est utilisée comme une panacée pour des effets de matrice» mentionne aussi «qu'il faut veiller à ce que cette technique ne soit pas utilisée de manière abusive. Une hypothèse élémentaire... est que l'élément ajouté à l'échantillon s'échange chimiquement et complètement avec l'élément endogène, et que les deux réagissent identiquement avec la matrice. Il est souvent difficile de valider ce présupposé. De plus, la méthode des ajouts dosés ne corrige pas les interférences spectrales, lorsque la matrice produit un signal non spécifique dans le système de détection... Elle suppose aussi une réponse en relation linéaire des ajouts». Il conclut cependant que «la méthode des ajouts dosés peut être utile quand l'effet de la matrice a été identifié comme étant de nature purement chimique» et que l'hypothèse concernant l'échange avec les éléments endogènes est validée.

L'enrichissement direct de l'échantillon est aussi inapplicable (malgré des taux de récupération apparemment satisfaisants) si l'analyte est facile à récupérer après avoir été ajouté sous forme pure, mais si dans son état naturel il est physiquement ou chimiquement lié à d'autres constituants de l'échantillon, ceux-ci le rendent difficile à récupérer. Ce problème se présente souvent en présence de protéines, ce qui est le cas pour la plupart des aliments. Alors, le problème de l'extraction de l'analyte devient très délicat.

En conclusion, les essais de récupération ont de sérieuses limites en tant que mesures de l'exactitude du recouvrement. Une récupération pauvre indique que la méthode ne fonctionne pas correctement, mais une bonne récupération ne garantit pas toujours une performance satisfaisante.

**Vérification des calculs et des résultats.** La procédure de vérification la plus utile dans les études de composition des aliments est peut-être de vérifier les calculs et le rapport d'analyse.

La première démarche est de confier à un autre analyste le soin de vérifier indépendamment tous les calculs d'un premier analyste. Ces vérifications doivent inclure toutes les opérations secondaires telles que les formules de calcul, la préparation des solutions de réactifs, la construction de courbes d'étalon, la mesure des hauteurs de pics et le réglage des instruments. Cette pratique est l'une des opérations les plus rentables qui soit dans la gestion d'un laboratoire à cause des nombreuses erreurs de calcul et autres fautes grossières.

Une seconde pratique efficace revient à préparer une nouvelle courbe étalon, à partir de solutions étalons fraîchement préparées. La nouvelle courbe doit se superposer assez correctement avec la première. Une mauvaise préparation des solutions étalons à partir de calculs de dilution inexacts, de pesages ou d'aliquotes faux est une source fréquente d'erreurs. Parce qu'elles ne sont pas stables, les solutions étalons diluées doivent être préparées extemporanément, à partir de solutions plus concentrées.

La meilleure forme de vérification d'un résultat est qu'un second analyste, de préférence plus expérimenté, répète l'analyse par la même méthode sur une prise d'essai séparée du même échantillon. Cette deuxième analyse ne peut pas être considérée comme une analyse de vérification si elle commence après l'étape initiale, comme une solution obtenue par digestion humide. La meilleure façon est de préparer un nouvel échantillon à partir de l'échantillon

d'origine, parce qu'elle permet une estimation de l'erreur introduite durant la préparation de l'échantillon analytique.

Toutefois, la répétition par la même méthode n'est pas satisfaisante lorsque cette méthode contient des biais systématiques, ou si un biais est introduit par quelques caractéristiques du produit analysé. Dans ce cas, une analyse de vérification utilisant une autre méthode basée sur différents principes (si elle existe) est souhaitable. Cette approche est généralement et seulement utilisée quand des aliments rares sont analysés et qu'on remarque qu'ils contiennent un nutriment à un niveau exceptionnellement haut ou bas. Cependant, elle ne révélera pas les erreurs éventuelles introduites par la préparation de l'échantillon.

Une autre possibilité, qui devrait être utilisée plus fréquemment et non comme dernier recours, serait d'envoyer un échantillon de l'aliment à un autre laboratoire afin qu'il l'analyse comme échantillon inconnu. L'ordre de grandeur du constituant peut être indiqué de façon à éliminer le recours à des analyses exploratoires. L'analyse par un second laboratoire par envoi occasionnel d'échantillons normaux (voir ci-dessus) est aussi un bon moyen pour contrôler le niveau de compétence des deux laboratoires. L'échange d'aliments ou d'échantillons analytiques est particulièrement utile quand un nouveau laboratoire ou une nouvelle méthode sont mis en place.

**Analyses en aveugle.** L'idéal serait que tous les échantillons alimentaires soient codés et, afin que l'analyse soit libre de biais, qu'une série de répétitions soient réalisée de façon cachée, en aveugle, par un autre analyste qui ne réalisera pas les déterminations.

### **Variabilité analytique permise**

La variabilité permise entre les répétitions pour un même analyste et entre plusieurs analystes dans le même laboratoire doit être établie pour chaque procédure analytique de routine et pour chaque type d'aliment. Dans le cas d'une méthode bien documentée, les résultats d'études interlaboratoires fournissent des valeurs suffisantes pour interpréter les mesures ainsi faites. Les variations au sein d'un laboratoire doivent être plus petites, ou du moins, pas plus grandes que les variations entre laboratoires. En principe, il n'y a pas de raisons pour qu'elles diffèrent, mais en pratique des variations se présentent aux niveaux des équipements, des réactifs et des compétences individuelles des analystes.

Lors de l'étude d'une méthode ou d'analyses de vérification, les répétitions doivent être analysées par lots séparés et sur différents jours. La comparaison des résultats obtenus dans ces conditions révèle quelquefois des erreurs systématiques.

### **Techniques pour détecter et corriger des erreurs dans les calculs et les enregistrements**

L'enregistrement correct des résultats peut être facilité si des documents normalisés de saisie des données ont été mis en place dans le laboratoire. Des formulaires de recueil de données peuvent être imprimés ou photocopiés et fournis pour être utilisés par les techniciens. Dans les laboratoires où des ordinateurs sont accessibles pour l'acquisition directe des données à

partir des instruments, un système informatisé peut être utilisé. Toutes les données de laboratoire doivent être archivées de façon systématique et accessible afin de pouvoir effectuer un audit de traçabilité ou une recherche rétrospective sur les fichiers afin d'identifier, si nécessaire, les sources d'erreurs.

Horwitz *et al.* (1978) mentionne les problèmes rencontrés par les experts de l'AOAC chargés de conduire des études interlaboratoires sur des méthodes d'analyse nouvelles ou modifiées. Ces auteurs soulignent le grand nombre de rapports erronés provenant de participants qui calculent de façon incorrecte les résultats, se trompant dans des tâches aussi simples qu'une mesure exacte des hauteurs de pics ou l'introduction d'une valeur correcte dans une règle de trois.

Pour répondre au besoin évident de simple justesse arithmétique des calculs, les manuels opératoires du laboratoire doivent décrire les fondements des calculs et donner des exemples; cet effort de clarté améliore les chances que les données soient enregistrées puis passées correctement dans les équations et formules.

Si le calcul des surfaces des pics est réalisé manuellement, chaque enregistrement papier doit être clairement libellé, accompagné de l'identification des pics, du mode d'identification, de la surface du pic, etc., afin de permettre de retrouver l'information dans les cahiers de laboratoire. Dans ce contexte, les tampons en caoutchouc sont commodes et pour quelques analyses un tampon spécifique peut aussi servir à inscrire le nom du pic identifié, etc., sur l'enregistrement papier.

Pour éliminer les erreurs de calcul, l'idéal serait qu'une seconde personne soit chargée de réviser les données brutes – enregistrements papier, lectures d'appareils, volumes, poids et temps – et de vérifier les calculs. Pour les chromatogrammes ou les spectrogrammes, le repérage correct des pics doit aussi être contrôlé et comparé à celui des pics étalons. Si l'on utilise des intégrateurs informatisés, il est préférable que le rapport de calcul soit séparé du graphique lui-même. Les surfaces de pic fournies par le calculateur doivent être validées avec l'enregistrement papier et les temps de rétention vérifiés.

Les enregistrements graphiques doivent aussi être contrôlés pour s'assurer que les instruments fonctionnent correctement, qu'il n'y a pas eu de matérielles interférents, que les pics ont été résolus ou séparés de façon adéquate, que des sensibilités appropriées ont été atteintes et que les blancs et contrôles ont été correctement choisis et utilisés.

Quand un seul aliment ou peu d'échantillons sont examinés, il est difficile de juger la fiabilité des résultats. Il est d'autant plus important de réaliser les contrôles appropriés à chaque étape.

Une revue finale de la fiabilité et de la pertinence des résultats obtenus peut être faite en examinant leur accord avec des valeurs obtenues antérieurement, avec la littérature et avec les caractéristiques connues de la performance de la méthode.

### **Interprétation des valeurs analytiques**

Une fois le résultat analytique obtenu, avec une méthode adaptée correctement appliquée sur une prise d'essai homogène, plusieurs démarches peuvent être entreprises pour s'assurer

que les résultats sont correctement interprétés dans le contexte de l'objectif pour lequel l'analyse a été faite.

Toutes les valeurs, qu'elles soient attendues et exceptionnelles, doivent être soumises à un examen minutieux. Bien que la pratique classique qui revient à comparer une nouvelle donnée avec des valeurs précédemment publiées pour le même aliment soit utile, elle peut être source d'erreurs si les analyses sont répétées uniquement pour les valeurs qui s'écartent; il peut donc y avoir une tendance à accepter seulement les données qui sont en conformité avec des valeurs antérieures. Néanmoins, tous les échantillons produisant des résultats exceptionnels doivent être à nouveau analysés en même temps que des échantillons ayant fourni des valeurs attendues.

Si les échantillons inhabituels sont confirmés analytiquement, leur collecte, manipulation et préparation doivent faire l'objet d'une enquête. Par exemple, une teneur élevée en minéraux peut être due à une contamination du laboratoire (peut-être à cause d'un mélangeur ou d'un broyeur). Dans ce cas, l'analyse doit être répétée de telle façon que la contamination ne se reproduise plus. Si l'on constate que toutes les étapes de traitement au sein du laboratoire sont exemptes de contaminations, on peut alors considérer comme source possible de pollution l'environnement du végétal ou de l'animal à partir duquel l'échantillon a été obtenu. Si l'échantillon a été reçu au laboratoire sous une forme préparée, on peut aussi envisager comme sources potentielles de contamination la cuisson (par exemple une casserole métallique, une brochette en acier, une plaque ou un grill en fer). Si l'échantillon a été préparé et recueilli de façon à représenter un aliment dans la forme où il est consommé par un groupe humain, alors cette «contamination» peut être considérée comme représentative de l'aliment. Cependant, une contamination provenant de l'environnement ou de la préparation ne représente pas nécessairement la composition habituelle de l'aliment et il faut attirer l'attention sur ces valeurs inhabituelles et sur leur signification nutritionnelle dans un rapport écrit.

Quelques calculs simples peuvent être utilisés pour vérifier approximativement si ces données sont appropriées. Par exemple, la somme des constituants individuels des cendres ne doit pas excéder la teneur en cendres totales, de même la somme des constituants majeurs ne doit pas excéder 100 pour cent du poids de l'échantillon (des valeurs se situant dans une fourchette allant de 97 pour cent à 103 pour cent du poids de l'échantillon sont généralement acceptables). Quand les teneurs en constituants majeurs sont disponibles, ces vérifications basées sur le bon sens peuvent aider à déterminer la fiabilité ou plus fréquemment la non-fiabilité des résultats.

## Compte rendu final des données analytiques

Tous les rapports de données analytiques, qu'ils soient ou non publiés, doivent indiquer les procédures qui ont été appliquées au laboratoire pour s'assurer de leur qualité (par exemple les taux de récupération, l'utilisation de MRC ou autres étalons).

En règle générale, les facteurs de correction ne doivent pas être appliqués pour calculer le résultat rapporté. D'habitude, la valeur effectivement trouvée et les facteurs de correction

appliqués tout le long de l'analyse doivent être tous indiqués. Les facteurs de correction ne sont souvent pas constants d'une série à l'autre et leur variabilité est un critère important de performance, utilisable pour l'interprétation des résultats. Quand le facteur de correction varie avec le type d'aliment, la valeur appropriée doit être appliquée et le résultat exprimé comme «corrigé du taux de récupération». Comme indiqué auparavant, le moyen le plus efficace pour éviter les erreurs et ambiguïtés est de fournir les valeurs effectives, les facteurs de correction et les valeurs corrigées.

### Remarques finales

Un système de contrôle continu de la qualité est difficile à maintenir, mais essentiel. Dans un laboratoire qui traite en routine une grande variété d'aliments pour un large catalogue de constituants, il faut s'efforcer à mettre en place autant de procédures de contrôle de la qualité qu'il est possible. Cette objectif requiert l'utilisation de matériaux de référence, d'une collection d'échantillons analysés auparavant ou d'échantillons analysés dans d'autres laboratoires que l'on utilisera comme contrôles simultanés, et la participation fréquente à des essais d'aptitude ou des études interlaboratoires. Les analystes et les laboratoires qui ont à cœur de participer fréquemment et régulièrement à des essais d'aptitude ou des études interlaboratoires sont susceptibles de produire des résultats plus fiables dans leur travail de routine que des laboratoires qui ne peuvent pas fournir la preuve de leur performance réelle.

Les conséquences graves qui découlent d'une mauvaise mise en place du système d'assurance de la qualité justifient le temps et les dépenses nécessaires qu'il faut y consacrer. Des données inexactes peuvent avoir des conséquences importantes pour les consommateurs et pour les programmes de collecte des données de composition; si les données d'un laboratoire sont de plus en plus fréquemment rejetées par des compilateurs de banques de données attentifs, celui-ci y perdra sa crédibilité.



## Chapitre 9

# Principes et modes d'expression des données de composition des aliments

**O**n rencontre, une large variété de systèmes d'unités et de modes d'expression dans une banque de données sur la composition des aliments en fonction des divers usages spécifiques. En général, les résultats bruts d'analyse sont exprimés en quantité de matière, pour laquelle le kilogramme (kg) constitue l'unité de base (Bureau international des poids et mesures [BIPM], 2003; NIST, 2003b). En ce qui concerne la composition des aliments, par convention, les données sont souvent rapportées à 100 g de portion comestible. Néanmoins, les données peuvent aussi être exprimées sur d'autres bases comme la taille de la portion, une mesure ménagère, 100 ml ou 1 kg ou rapportées à l'énergie (par exemple nutriments par 1000 kJ), les protéines (acides aminés par 100 g de protéine), l'azote (acides aminés par g N), les lipides totaux (acides gras par g total d'acides gras) et autres constituants.

En principe, toutes bases de données utilisateur peut être dérivées d'une base de données de référence. Les procédures selon lesquelles les données sont gérées, puis traitées dans un système informatisé de gestion des données, dépendent du système d'exploitation choisi ou des procédures de gestion en routine et ne seront pas discutés ici. Néanmoins, les compilateurs d'une banque de données de composition des aliments doivent être avertis de plusieurs problèmes relatifs à la saisie des données et à leur documentation.

## Types de données

Les suggestions suivantes sont relatives aux divers types de données.

### **Données analytiques**

Celles-ci doivent être documentées avec soin afin que la source originale des données puisse être retrouvée et les méthodes d'analyse utilisées identifiées.

### **Données manquantes**

Il est pratiquement impossible d'avoir des séries de données complètes pour tous les nutri-

**Tableau 9.1** Modes d'expression des données pour les bases de données de composition de référence et utilisateur (rapportés à 100 g d'aliment consommés)

Constituant	Unité	Nombre de chiffres significatifs	Limites suggérées pour la base de données		Traces = inférieures à
			Valeur	Limite	
Energie	kJ (kcal)	3	1-999	±1	0,6
			>1000	±10	6
Constituants majeurs (eau, protéines, lipides, glucides, fibres alimentaires, alcool, acides organiques)	g	3		±0,1	0,06
Acides aminés	mg	3		±0,1	0,06
Acides gras	g	3		±0,1	0,06
	mg	3		±0,1	0,06
Cholestérol	mg	3		±1	0,6
Constituants minéraux	mg	3	1-9	±0,1	0,06
	mg	3	10-99	±1	
	mg	3	>100	±10	
	µg	2	100-1000	±10	6
<b>Vitamines</b>					
Vitamine A					
Rétinol	µg	3		±1	0,6
Carotènes	µg	3		±1	0,6
Vitamine D	µg	2		±0,1	0,06
Vitamine E					
Tocophérols	mg	2		±0,01	0,006
Vitamine K	µg	2		±0,1	0,06
Vitamines du groupe B					
Thiamine	mg	2		±0,01	0,006
Riboflavine	mg	2		±0,01	0,006
Niacine	mg	2		±0,01	0,006
Vitamine B <sub>6</sub>	mg	2		±0,01	0,006
Acide pantothénique	mg	2		±0,01	0,006
Biotine	mg	2		±0,01	0,006
Vitamine B <sub>12</sub>	µg	2		±0,01	0,006
Folates	µg	2		±0,1	0,06
Vitamine C	mg	3		±0,1	0,06

ments. Il est essentiel que les valeurs manquantes soient identifiées dans la banque de données et que l'utilisateur soit alerté chaque fois que celles-ci sont sélectionnées pour un enregistrement ou une extraction. Ceci est particulièrement important lorsque les apports en nutriments (ou la composition en nutriments d'une recette) sont réalisés par un logiciel de calcul; les valeurs manquantes doivent être indiquées à l'utilisateur. La valeur zéro ne doit jamais être mise à la place d'une valeur manquante.

### Valeurs zéro

La valeur zéro peut être utilisée quand il est analytiquement démontré qu'un constituant n'est pas présent dans l'aliment. A strictement parler, l'utilisation du «zéro» signifie que la concentration est au-dessous des limites de détection ou de quantification de la méthode utilisée. Bien que le zéro puisse être utilisé pour indiquer que la teneur est en-dessous d'un niveau nutritionnel significatif, il est néanmoins préférable d'utiliser la désignation «traces» dans ce contexte. Cependant, il faut faire une exception si l'on a une bonne raison de penser que ce constituant n'est jamais présent, par exemple la vitamine B<sub>12</sub> dans des végétaux. Dans ce cas, les analyses deviennent inutiles et la source ou l'origine de la valeur peut être désignée comme «supposée» ou «présumée» égale à zéro.

### Traces

Traces signifie que le constituant est présent mais à un niveau que l'on ne peut pas quantifier de façon correcte. On peut aussi l'utiliser lorsque la teneur est jugée nutritionnellement insignifiante. Il est souhaitable de définir ces limites dans la documentation de la banque de données. Dans plusieurs tables de composition des aliments, les traces sont représentées par le symbole «T» ou «tr» et représentent souvent la seule donnée non numérique qui peut être saisie dans le champ de donnée. Le tableau 9.1 contient quelques suggestions concernant des limites plus formelles pour différents constituants, en se référant aux méthodes actuellement reconnues.

### Données imputées

Dans certaines circonstances, une valeur estimée ou imputées d'un aliment similaire peut se substituer à une donnée manquante (voir Chapitre 1). Chaque valeur imputée doit être complètement documentée en ce qui concerne son origine et son type.

### Données calculées

Des teneurs obtenues par calcul sont souvent utilisées pour les plats composés, les recettes et quelques aliments transformés. On doit distinguer ces types d'aliments par une note insérée à cet effet dans la description et une zone doit être consacrée à la liste des ingrédients utilisés pour le calcul. Chaque valeur doit être complètement documentée en ce qui concerne l'origine et le type de donnée.

## Modes d'expression

Si l'on veut que les tables de composition des aliments soient compatibles entre elles, il faut formaliser le mode d'expression des données (Klensin *et al.*, 1989). Dans la plupart des cas, on se base sur des conventions nutritionnelles ou sur un code d'usage international. Dans le cas où aucun accord n'a été trouvé, les recommandations suivantes décrivent les conventions les plus largement répandues. L'échange et la compatibilité des données seraient facilités si les données étaient exprimées de façon plus uniforme dans les sources originales des données.

### Base d'unités

La base d'unités doit être choisie en fonction de l'utilisation spécifique de la banque de données. La base la plus utilisée est par 100 g de portion consommable de l'aliment, bien que l'expression en termes de taille de portion, ou de mesures ménagères soit utilisables pour des banques de données à usage spécial. La représentation par kg est moins commode pour les utilisateurs et peut amener à écrire des chiffres plus grands que justifié (voir ci-dessous). Il est proposé que la base des 100 g soit systématiquement utilisée dans les banques de données sur la composition des aliments, exception faite des tables créées à des fins spéciales et quelques cas identifiés ci-dessous.

La portion consommable est en elle-même une donnée qui doit être enregistrée dans la banque de données. Elle représente la proportion de la partie consommable d'un aliment cru tel qu'il est collecté ou acheté, exprimé en fonction du poids total. La proportion de la matière consommable dans l'aliment préparé est souvent exprimée à partir de l'aliment cuit.

### Aliments liquides

Puisque les aliments liquides sont souvent mesurés en volume, on peut utiliser au choix la base de 100 g ou 100 ml. Il est souhaitable d'enregistrer la densité de ce type d'aliments afin de pouvoir faire d'éventuelles conversions. Les liquides qui ont une haute viscosité sont souvent mesurés par poids, faisant de celui-ci le mode d'expression préféré.

### Chiffres significatifs

Le dernier chiffre de la donnée devrait refléter la fidélité de l'analyse et les données ne devraient pas être écrites de façon à créer une fausse impression de précision avec laquelle un constituant peut être mesuré. Dans la mesure où la composition des aliments varie naturellement, il est aussi fallacieux de fournir des valeurs qui portent à croire que la composition a été obtenue avec un niveau de précision plus élevé que cette variation naturelle. Les nombre de chiffres significatifs ne doit pas être confondu avec le nombre de places décimales: par exemple, les nombres 123; 12,3; 1,23; et 0,0123 ont tous trois des chiffres significatifs.

### Procédures d'arrondi

Les valeurs pour les nutriments peuvent être indiquées dans la source des données avec plus de chiffres significatifs qu'il n'est nécessaire pour la banque de données. Lors de leur saisie

informatique, les nombres sont entrés sans arrondi. À des niveaux supérieurs de gestion des données, il peut être souhaitable de conserver plus de chiffres significatifs qu'il n'apparaîtra dans la banque de données utilisateur, comme le montre le tableau 9.1. Lorsque les données sont combinées à des fins statistiques, des conventions d'arrondi conventionnelles s'appliquent pour éviter des biais significatifs: les nombres pairs se terminant par 5 sont arrondis vers le bas (ainsi 0,25 devient 0,2) alors que les nombres impairs le sont vers le haut (ainsi 0,55 devient 0,6) (Snedecor, 1956). On doit néanmoins souligner que des nombres de chiffres significatifs qui vont au-delà de ceux indiqués dans le tableau 9.1 peuvent avoir une signification analytique réduite et sont d'une importance nutritionnelle minime.

## Classification des aliments

Bien que la classification des aliments ait une importance fondamentale (Chapitre 3), ce sujet est beaucoup trop vaste pour être traité ici. La nomenclature, la classification et la description alimentaire sont incluses dans Eurocode (Arab, Wittler et Schettler, 1987), LanguaL (McCann *et al.*, 1988; Feinberg, Ireland-Ripert et Favier, 1991) et INFOODS (Truswell *et al.*, 1991). Plusieurs auteurs ont évalué et comparé ces différents systèmes en fonction de leurs avantages et de leurs inconvénients (Burlingame, 1998; Ireland et Møller, 2000). Des systèmes de classification des aliments peuvent aussi être basés sur ceux du Codex Alimentarius, des banques de données des statistiques agricoles de la FAO, du Système harmonisé du commerce et sur le Système des Nations Unies pour la classification de la consommation individuelle selon l'objectif (COICOP). La description et les liens Internet pour tous ces nomenclatures et systèmes de classification se trouvent sur le site de INFOODS (INFOODS, 2003).

## Nomenclature et conventions pour les constituants

La nomenclature des nutriments est formalisée pour la plupart d'entre eux (Chapitres 4, 6 et 7); les recommandations qui suivent s'inspirent de conventions internationales.

*La portion comestible* est définie comme la proportion de matière consommable dans l'aliment cru tel qu'il est collecté ou acheté, exprimée en fonction du poids. La proportion de la matière consommable dans l'aliment cuit est souvent exprimée à partir de l'aliment cuit.

Les valeurs de *la teneur en eau* (teneur en humidité) dépendent du type de méthode employée (Chapitres 6 et 7), mais en général les différences ont une signification nutritionnelle minime. La lyophilisation est une exception; la teneur résiduelle en eau pour cette méthode peut affecter l'exactitude des autres résultats exprimés sur la base du poids frais.

*L'azote* (total) est d'habitude mesuré par les méthodes de Kjeldahl ou Dumas ou par une forme modifiée de ces méthodes.

*Les protéines* sont d'habitude calculées à partir de la teneur en azote total multipliée par un facteur de conversion. Des facteurs spécifiques du type d'aliments ont été établis en fonc-

tion de la nature et de la composition des protéines contenues dans la matrice (Jones, 1931). Le facteur spécifique pour les amandes est de 5,18, alors que le facteur spécifique pour le lait est de 6,38. Les facteurs de Jones sont toujours largement utilisés dans les études de composition des aliments (voir tableau 7.3). En l'absence de facteurs spécifiques pour un aliment, on applique un facteur universel de 6,25. Quelques banques de données sur la composition des aliments utilisent exclusivement ce facteur universel pour le calcul de toutes les protéines et, dans beaucoup de pays/régions, les textes réglementaires sur l'étiquetage exigent l'utilisation du facteur universel (CE, 1990). Toutes les autres méthodes de mesure des protéines sont toujours étalonnées sur cette valeur. Il est parfois utile d'inclure dans la banque de données sur la composition des aliments, les teneurs en protéines calculées à la fois avec un facteur spécifique et le facteur 6,25. Pour quelques applications, comme la formulation de régimes alimentaires à des fins diététiques, le facteur 6,25 est plus approprié parce que c'est celui qui est utilisé pour établir les besoins en protéines (FAO/OMS/UNU, 1985).

En plusieurs occasions, on a proposé (Southgate, 1974; Southgate et Greenfield, 1992; Salo-Väänänen et Koivistoinen, 1996) de réviser la définition et les méthodes de mesure des protéines. Beaucoup d'auteurs estiment que la somme des acides aminés serait le mode d'expression de la teneur en protéines le plus approprié (Salo-Väänänen et Koivistoinen, 1996). En tous les cas, le facteur de conversion et la teneur en azote total doivent être inclus dans la banque de données.

*Les lipides* (totaux) se réfèrent aux lipides totaux contenus dans un produit alimentaire y compris les triglycérides. Les valeurs sont très dépendantes de la méthode utilisée. À des fins d'étiquetage nutritionnel aux États-Unis, le NLEA (Federal Register, 1990) et le FDA (Federal Register, 1993) ont proposé de définir les «lipides totaux» comme la somme des acides gras exprimés en triglycérides (FDA, 2001).

*Les glucides totaux* (totaux «par différence») représentent un mode d'expression insatisfaisant qui devrait être éliminé (FAO/OMS, 1998). Il s'agit d'une valeur interpolée, obtenue en soustrayant les pourcentages d'eau, de protéines, de lipides et des cendres pour donner le pourcentage de glucides «par différence». Cette donnée comprend tous les composés non glucidiques qui ne sont pas analysés par les autres méthodes et les erreurs cumulées faites pour chaque mesure intervenant dans le calcul. Cependant, dans certaines tables de composition on soustrait aussi la teneur en alcool pour certains types d'aliments.

*Les glucides disponibles* sont définis par la somme des sucres libres (glucose, fructose, saccharose, lactose, maltose), de l'amidon, des dextrines et du glycogène. Dans la banque de données de référence, il est utile d'inclure séparément les teneurs en glucides individuels à côté de celle des glucides disponibles (glycémiques). De plus, dans les banques de données utilisateur, les teneurs individuelles en glucides doivent être fournies en complément des glucides disponibles. Les glucides disponibles et leurs composantes peuvent être exprimés directement en unités de masse (c'est-à-dire, dans leur forme anhydre) ou en équivalents monosaccharides (c'est-à-dire incluant l'eau d'hydratation). Les glucides disponibles peuvent aussi être calculés «par différence», en soustrayant les fibres alimentaires – de préférence «les fibres alimentaires totales» – aux glucides totaux par différence.

*Les fibres alimentaires* sont l'objet d'un débat scientifique intense, en rapport avec la technique de mesure. Comme les résultats dépendent de la méthode, ils ont donc besoin d'être identifiés en fonction de la méthode employée. La méthode la plus fréquemment utilisée est probablement la méthode AOAC pour les fibres alimentaires totales (TDF), (voir Chapitre 7), mais des définitions plus spécifiques ont aussi été proposées, comme la somme des polysaccharides non amylacés et de la lignine. Si on choisit cette définition basée sur les polysaccharides non amylacés, il est préférable d'utiliser cette terminologie pour identifier les valeurs dans la base de données.

*Les cendres* (totales) se réfèrent au résidu après calcination de la matière organique. Les valeurs dépendent de la méthode, mais les différences ne sont pas significatives d'un point de vue nutritionnel.

Comme l'on n'arrive rarement à mesurer les constituants majeurs à une incertitude inférieure à 1 pour cent, le nombre de chiffres significatifs des données peut être limité à 3, soit 0,1 g/100 g, avec «les traces» définies à 0,06 g/100 g.

Pour *les constituants inorganiques*, on peut employer les noms des éléments ou leurs symboles. Les identificateurs des composants de l'INFOODS sont équivalents aux symboles atomiques des éléments. Une incertitude relative  $\pm 1\%$  est extrêmement satisfaisante, mais peut être difficile à atteindre pour certains oligoéléments. Les limites suggérées au tableau 9.1 sont basées sur les limites analytiques observées, pondérées par des niveaux de signification nutritionnelle acceptables.

*Vitamine* est le terme utilisé quand il y a plusieurs formes actives d'un agent biologique ayant une activité physiologique définie, «les vitamères» (voir Chapitre 7). Le système proposé par l'Union internationale des sciences nutritionnelles (UISN, 1978) devrait être utilisé pour enregistrer les molécules correspondantes. Dans une banque de données de référence, les teneurs doivent être indiquées séparément pour chaque vitamère (par exemple les caroténoïdes individuels). Les valeurs de l'activité de la vitamine A totale et de la vitamine D totale sont des valeurs calculées et sont pour cela limitées aux banques de données utilisateur et les facteurs utilisés dans le calcul doivent être clairement indiqués. À l'avenir, ces facteurs de conversion de l'activité des vitamères sont susceptibles de changer et les données individuelles de chaque vitamère seront indispensables pour refaire le calcul. Les équivalences fournies au des Chapitre 7 peuvent être utilisées pour une conversion des unités internationales. En général, la précision des méthodes d'analyse des vitamines est moins bonne que celle des méthodes pour les éléments inorganiques. Les limites d'expression sont indiquées au tableau 9.1. L'utilisation de trois chiffres significatifs est considérée comme un bon niveau de saisie.

On se réfère aux *acides aminés* par leurs noms communs ou leurs abréviations à trois lettres qui sont ceux des identificateurs des composants de l'INFOODS. Au niveau de la banque de données de référence, les acides aminés sont souvent exprimés en mg/g d'azote ou g/16 g d'azote (approximativement 100 g de protéines), mais dans la banque de données utilisateur, l'expression en mg/100 g d'aliment est préférable. Comme pour les acides gras, il est souvent utile d'avoir les deux modes d'expression disponibles en vue d'évaluations comparatives à tous les niveaux du système de la banque de données.

**Tableau 9.2** Facteurs de conversion à appliquer aux lipides totaux pour obtenir les acides gras totaux contenus dans la matière grasse

<i>Aliment</i>	<i>Facteur</i>	<i>Aliment</i>	<i>Facteur</i>
Blé, orge, seigle <sup>1</sup>		Bœuf <sup>3</sup>	
grain entier	0,72	maigre	0,916
farine	0,67	gras	0,953
son	0,82	Agneau voir le bœuf	
Avoine, entier <sup>1</sup>	0,94	Porc <sup>4</sup>	
Riz, moulu <sup>1</sup>	0,85	maigre	0,910
Lait et produits laitiers	0,945	gras	0,953
Œufs <sup>2</sup>	0,83	Volaille	0,945
Graisses et huiles, toutes sauf la noix de coco	0,956	Cervelle <sup>4</sup>	0,561
Huile de noix de coco	0,942	Cœur <sup>4</sup>	0,789
Légumes et fruits	0,80	Rognon <sup>4</sup>	0,747
Avocat	0,956	Foie <sup>4</sup>	0,741
Noix/fruits secs	0,956	Poisson <sup>5</sup>	
		Gras	0,90
		Maigre	0,70

*Sources:*  
<sup>1</sup>Weihrauch, Kinsella et Watt, 1976.  
<sup>2</sup>Posati, Kinsella et Watt, 1975.  
<sup>3</sup>Anderson, Kinsella et Watt, 1975.  
<sup>4</sup>Anderson, 1976.  
<sup>5</sup>Exler, Kinsella et Watt, 1975.

Si les teneurs en acides aminés dans la base de données de référence sont exprimées en rapport avec l'azote total, il est utile que l'azote non protéique et non acide aminé soit déduit de l'azote total pour pouvoir exprimer les valeurs en mg/100 g d'aliment. L'expression à trois signes significatifs est considérée comme appropriée pour les acides aminés exprimés en mg.

*Les acides gras* sont répertoriés en fonction de la longueur de leur chaîne aliphatique avec le nombre de double liaison. Pour les isomères, des noms systématiques peuvent être nécessaires. Quelques-uns des isomères les plus importants, par exemple les isomères *trans*, doivent apparaître dans la banque de données utilisateur. Aux niveaux de la source des données et de la base des données de référence, les teneurs en acides gras individuels sont d'habitude exprimées en pourcentage des lipides totaux puisque c'est la forme la plus courante de présentation du résultat d'analyse. Au niveau de la banque de données utilisateur, il faut fournir les valeurs pour 100 g d'aliment. A tous les niveaux de la gestion des données les deux modes d'expression sont utiles pour l'évaluation comparative. Pour convertir les pourcentages de lipides totaux en acides gras par 100 g d'aliment, il faut appliquer un facteur de conversion dérivé de la proportion des acides gras contenus dans les lipides totaux (Paul et Southgate,



1978) (tableau 9.2). Pour des acides gras exprimés en g par 100 g d'acides gras totaux, la précision est limitée à 0,1 g/100g avec une teneur <0,06 g/100 g d'acides gras totaux considérée comme des traces.

On se réfère aux *autres constituants* en utilisant leurs désignations chimiques reconnues, soit les noms communs, soit les noms systématiques selon l'usage courant.

*La valeur énergétique* se réfère à l'énergie métabolisable, obtenue par calcul à partir des constituants fournissant de l'énergie, en utilisant des facteurs de conversion adéquats (voir Chapitre 7). La valeur énergétique des aliments dans la banque de données utilisateur est calculée à l'aide des concentrations en constituants majeurs ou de celles des constituants fournissant de l'énergie par application des facteurs de conversion. La détermination de l'énergie globale (c'est-à-dire la chaleur de combustion) peut être utile dans quelques cas; néanmoins, ces valeurs ne peuvent pas être comparées avec celles de l'énergie métabolisable qui est utilisée par les nutritionnistes.

En général, on ne peut pas accorder une grande confiance aux valeurs de l'énergie. En effet, la convention permettant leur calcul est basée sur les hypothèses suivantes mal vérifiées:

- a) L'énergie globale (chaleur de combustion) des protéines, lipides et glucides est constante quel que soit l'aliment.
- b) Les mesures de digestibilité apparente donnent une indication fiable de l'énergie disponible.
- c) Les coefficients de digestibilité apparente sont constants quel que soit l'aliment.
- d) La digestibilité ne varie pas de façon significative entre les individus.

Des efforts ont été réalisés pour proposer des facteurs de conversion spécifiques d'aliments individuels ou de groupes d'aliments, en acceptant les propositions a) et c) (Merrill et Watt, 1955), mais pas b) ou d) (Southgate et Durnin, 1970).

Les valeurs en énergie ne doivent pas être indiquées avec plus de trois chiffres significatifs avec une limite de 1 kcal ou kJ.

## Chapitre 10

# Considerations sur la qualité des résultats lors de la compilation d'une banque de données sur la composition des aliments

Ce chapitre décrit les différentes étapes de ce que nous avons appelé la compilation de la banque de données, à savoir les étapes allant de la collecte des données brutes à leur enregistrement dans la banque informatisée (ou publiées). Dans la plupart des programmes de banque de données, l'étape importante est celle où l'on va être amené à fusionner des données obtenues selon un plan d'échantillonnage et des méthodes d'analyse bien identifiées avec d'autres, recueillies par des opérations indirectes de recensement de la littérature.

Une procédure de compilation n'est pas une simple tâche consistant juste à assembler des données numériques dans un format convenable. L'opération comprend aussi une appréciation critique de toutes les informations entrant dans le système de gestion de la base. Lors de ce processus, chaque donnée est confrontée à une série de critères. Dans bien des cas, les compilateurs doivent consulter des personnes ayant une bonne connaissance des aliments et des nutriments et une compréhension des méthodes d'analyse avant de décider d'inclure ou non certaines données.

L'évaluation des données est un processus itératif qui intervient aux différentes étapes du logiciel de gestion de la banque de données (Chapitre 1). Bien que le compilateur passe en revue les données à tous les niveaux, des questions sont fréquemment soulevées au fur et à mesure que la compilation se poursuit, exigeant de temps à autre un retour à la source primaire des données. Il est donc nécessaire que ce processus d'évaluation soit entièrement documenté.

Plusieurs expériences de compilation reliées à des programmes nationaux d'étude de la composition des aliments ont été décrites par leurs auteurs et publiées dans les rapports des Centres de données régionaux INFOODS (comme, Aalbersberg, 1999) ou dans des actes de conférences nationales et internationales sur les banques de données, ainsi que dans des numéros spéciaux de journaux scientifiques sur des conférences nationales et internationales de données alimentaires (Greenfield, 1995; *Food Chemistry*, 1996; *Journal of Food Composition and Analysis*, 2000, 2001, 2002, 2003a).

## Sources de données

Avant de définir des critères d'appréciation des données, il est nécessaire de considérer les diverses

Tableaux 10.1 Sources de données de composition

<i>Source</i>	<i>Description</i>
Publications primaires	Articles dans la littérature scientifique contenant des données de composition
Publications secondaires	Revue ou compilations publiées contenant des données de composition
Rapports non publiés	Rapports contenant des résultats d'analyse préparés pour un usage interne mais non publiés formellement
Rapports analytiques	
spécifiques	Analyses exécutées spécifiquement pour un programme de base de données
non spécifiques	Travail analytique exécuté pour d'autres objectifs

sources de données brutes. On peut les classer en quatre grandes catégories (tableau 10.1), chacune ayant ses caractéristiques propres que le compilateur doit prendre en compte. Bien que toutes les données soient examinées avec les mêmes critères, il faut reconnaître qu'il n'en existe pas un qui soit parfait, couvrant pleinement toutes les informations existantes sur la composition des aliments. Ces quatre grands types de sources de données sont présentés ci-dessous.

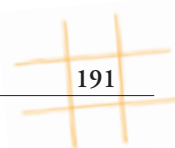
### Publications primaires

Cette catégorie inclut des données de composition publiées dans des journaux scientifiques. Cela comprend les journaux sur la science des aliments et de la nutrition, l'analyse de denrées alimentaires, les études sur le traitement des sols, les productions animale et végétale et le développement des méthodes d'analyse.

Ces documents sont soumis au système habituel de révision par un comité de lecture, qui les évalue généralement en fonction de l'objectif annoncé de l'étude et non pas selon des exigences de qualité propres aux données incorporables dans une banque de données de composition. Par conséquent, les paragraphes relatifs aux méthodes ou au matériel peuvent ne pas contenir suffisamment de détails pour permettre une appréciation des données basée sur les critères formels décrits ci-dessous. Néanmoins, ce sont des sources de données claires et sans équivoque qui permettent habituellement de les relier à des aliments et à une approche analytique spécifiques.

### Publications secondaires

Cette catégorie comprend des revues, des compilations de données déjà publiées (y compris des tables de composition et des extractions de banques de données informatisées) ou des textes publiés dans des livres ou des journaux sans comité de lecture. Les données de cette catégorie sont plus délicates à évaluer selon des critères formels. Par exemple, les données provenant d'autres tables de composition devraient permettre au compilateur de remonter aux sources des données, qu'elles soient publiées ou non, mais le plus souvent la seule origine



connue conduit simplement à d'autres tables. Quand les données de composition sont publiées dans des journaux sans comité de lecture, le compilateur peut être obligé de consulter les auteurs ou les fournisseurs de la banque de données afin que les valeurs puissent être correctement évaluées.

Certaines tables de composition des aliments publient les données dans leur forme d'origine, comme «La composition des aliments» (*The Composition of foods*) (McCance et Widdowson, 1940, 1946, 1960; Paul et Southgate, 1978), où des données analytiques brutes sont fournies. Dans son édition de 1960, les emprunts à la littérature étaient complètement référencés. L'édition de 1978 indiquait les noms des laboratoires ayant spécialement fourni les résultats d'analyse pour cette édition, les méthodes utilisées et les références des valeurs empruntées à la littérature. Dans les éditions suivantes (Holland *et al.*, 1991; Food Standards Agency, 2002) et leurs suppléments à la table de composition des aliments du Royaume-Uni (qui constitue la base des données nutritionnelles primaires du Royaume Uni) (Holland, Unwin et Buss, 1992; Holland, Welch et Buss, 1992; Holland, Brown et Buss, 1993; Chan, Brown et Buss, 1994; Chan *et al.*, 1995, 1997; MAFF, 1998), les références ont été supprimées pour des raisons économiques, mais ces informations sont toujours disponibles chez les éditeurs. Plusieurs pays continuent de publier les détails et la documentation sur les échantillons et les méthodes, sous forme abrégée ou complète et cela doit être encouragé. Qu'ils diffusent leurs données sous une forme imprimée ou non, tous les centres de compilation doivent être en mesure de fournir aux utilisateurs et, selon leurs besoins, les détails sur la documentation des données.

### Rapports non publiés

Cette catégorie regroupe les données de composition qui ont été réunies dans un document à diffusion limitée, le plus souvent pour un usage interne dans des sociétés commerciales, des instituts ou des ministères. L'application d'un critère d'appréciation formel à ces données est souvent difficile et dépend de la nature du document. Le plus souvent, ces rapports contiennent des résultats analytiques bruts et, par conséquent, peuvent être une source de données de composition précieuse. Sinon, ces données peuvent être utilisées pour en confirmer d'autres ou pour procurer une indication sur la variabilité d'un constituant particulier. Lorsque c'est possible, les auteurs doivent être consultés s'il y a doute ou confusion.

### Données non publiées

Cette catégorie comprend deux types de données. Premièrement, il y a les données analytiques qui n'ont pas été spécifiquement produites pour une banque de données sur la composition des aliments (par exemple, le plan d'échantillonnage n'a pas été conçu pour être représentatif et les analyses n'ont pas été contrôlées ou inspectées par l'organisation ou le groupe responsable de la banque de données). Dans ces cas, le compilateur doit contrôler soigneusement le plan d'échantillonnage, les méthodes d'analyse utilisées et s'assurer que des procédures appropriées de contrôle de la qualité ont été suivies. Un accès direct à l'enregistrement des échantillons et aux cahiers de laboratoire est très efficace. Une bonne évaluation peut aussi

Tableau 10.2 Critères de d'évaluation des données

<i>Paramètres</i>	<i>Critères</i>
Identification	Identification claire et sans ambiguïté de l'aliment
Protocole d'échantillonnage	Collecte d'un échantillon représentatif
Préparation des échantillons d'aliments	Méthode de cuisson Précautions prises Déchet rejeté comme non comestible
Préparation des échantillons de laboratoire et d'analyse	Nature du matériau analysé Méthodes de préparation des échantillons
Procédures analytiques	Choix de la méthode Compatibilité Procédures d'assurance de la qualité pour les données
Mode d'expression	Cohérence avec ce qui est utilisé dans la base de données

être faite si le compilateur peut discuter des valeurs avec la personne responsable de l'échantillonnage et de l'analyse.

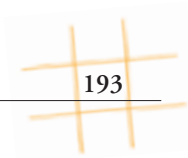
Un second type concerne des données non publiées, spécifiquement obtenues dans le cadre du programme de création de la banque de données. Ces valeurs doivent être examinées en profondeur, bien que l'organisation responsable de la compilation ait défini le plan d'échantillonnage et les méthodes d'analyse de façon contractuelle. Strictement parlant, ces nouvelles données se fondent dans l'ensemble des données déjà existantes et doivent être comparées à d'autres sources de données. Si l'on a de bonnes raisons de suspecter que l'aliment a changé (par exemple, une nouvelle variété a été introduite ou des changements se sont produits dans les pratiques agricoles ou de transformation secondaire) ou que des procédures analytiques améliorées ont été utilisées, alors les valeurs les plus anciennes peuvent être rejetées (voir les sections Mise à jour des données et Aliments). Si l'on observe des différences non liées à ces facteurs, il est souvent souhaitable de répéter l'échantillonnage et les analyses pour confirmation.

### Critères formels d'appréciation des données

Les fondements de ces critères ont été présentés dans les chapitres précédents. Ils sont résumés au tableau 10.2.

#### Identification de l'aliment

Le compilateur doit être certain de l'identité de l'aliment échantillonné pour analyse. Les aliments végétaux bruts doivent être identifiés par leur nom d'espèces et de cultivar, alors que les poissons et viandes peuvent être identifiés au niveau de l'espèce seule. L'âge et l'état de



maturité peuvent aussi être nécessaires pour une identification correcte. Quand l'aliment consiste en une sous-partie d'un végétal ou d'un animal, cette information doit être clairement indiquée. Les produits de marque et les plats préparés sont particulièrement difficiles à identifier. Les aliments qui sont identifiés avec des ambiguïtés doivent être signalés dans la banque de données. Dans le futur, l'ajout d'une photo ou d'un dessin devrait faciliter une identification plus directe (Burlingame *et al.*, 1995b).

### **Nature de l'échantillon**

Les échantillons doivent être représentatifs. Ainsi, l'appréciation des données inclut l'évaluation du plan d'échantillonnage utilisé en fonction du nombre, du poids des aliments collectés, de la date, de l'époque de collecte, de la zone géographique, du mode de combinaisons des prélèvements, etc. (Chapitre 5).

### **Nature du matériau analysé**

La nature du matériau analysé doit être clairement spécifié: cru ou préparé (avec la méthode), le mode de préparation (avec ou sans épiluchures), la description de la partie comestible et de son poids, la description des déchets et de leur poids, la description de la portion typique (par exemple, la tranche de pain) et de son poids.

### **Préparation de l'échantillon et méthodes d'analyse**

La préparation de l'échantillon et les procédures analytiques sont souvent décrites ensemble dans les rapports. Leur évaluation demande une bonne connaissance des méthodes d'analyse des nutriments. Premièrement, le protocole de préparation de prise d'essai doit être revu soigneusement pour vérifier s'il remplit les critères discutés au Chapitre 5. Ensuite, les méthodes d'analyse doivent être évaluées. La préférence sera donnée aux résultats obtenus avec des méthodes validées, compatibles avec les méthodes utilisées au niveau international (Chapitres 6 et 7) et avec des données dont on indique que les procédures appropriées d'assurance de la qualité ont été respectées (Chapitre 8).

### **Modes d'expression**

Le compilateur doit être capable d'identifier clairement le mode d'expression utilisé et spécifiquement les principes selon lesquels les résultats d'analyse sont exprimés. C'est extrêmement important lorsque les données retenues sont dérivées de résultats d'analyse à l'aide d'un facteur de conversion.

Une approche de la formalisation des critères indiqués ci-dessus est donnée au tableau 10.3.

## Processus de compilation

### **Combinaison de sources de données**

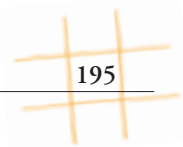
La première étape consiste à combiner diverses sources de données, y compris celles des tables

Tableau 10.3 Critères d'acceptation des données pour la base de données

Critères	Clairement acceptable	Acceptabilité décroissante	Habituellement inacceptable <sup>1</sup>
<b>Critères d'échantillonnage</b>			
Identification des aliments	Non ambiguë	Deviens moins claire	Ambiguë
Représentativité	Propre à la population couverte par la base de données	Moins représentative des aliments consommés	Non fournie
Nombre d'échantillons	Protocole prévu pour atteindre les limites de confiance définies	Nombre choisi de manière arbitraire en nombre	Echantillonnage sélectif ou en nombre réduit
Nature du matériau analysé	Définie clairement	Définitions moins claires	Pas déclarée ou pas clairement
Préparation des échantillons analytiques	Décrite en détail et connue pour préserver les analytes	Décrite brièvement mais toujours connue pour préserver les analytes	Pas déclarée ou nécessité de préserver les analytes non pris en compte
<b>Critères analytiques</b>			
Choix de la méthode analytique	Bien établi et reconnu internationalement	Moins bien établi ou modifications non publiées	Non fourni
Performance de la méthode	Validée par des essais interlaboratoires	Établie, mais pas validée dans le laboratoire	Non déclarée ou adéquation inconnue. Probablement dépassée par une meilleure méthode
Assurance de la qualité	Décrite, ou référencée. Utilisation convenable d'étalons et de matériaux de référence	Pas d'enregistrements d'assurance de la qualité, seulement des analyses répétées	Non fournie
Mode d'expression	Unité et méthodes de calcul clairement décrites	Progressivement moins clairement décrits	Unités et facteurs non fournis

**Note:**

<sup>1</sup> Là où les valeurs sont les seules disponibles, il peut être utile d'archiver les données.



déjà publiées. Une revue rigoureuse de la littérature est alors essentielle. Un soin particulier doit être accordé à la conception de la stratégie de recherche quand on utilise des requêtes informatisées car elles sont hautement dépendantes des mots clés employés et des recherches manuelles complémentaires peuvent se révéler utiles. On ne doit pas inclure les résumés comme sources de données; seuls les documents complets doivent être examinés. Les recherches dans la littérature commencent d'habitude par les bases de données bibliographiques et chaque référence extraite conduit normalement à d'autres recherches. Les publications les plus récentes devraient être identifiées pour une consultation régulière des services associés aux bases de données bibliographiques. Les journaux qui ne sont pas couverts par un service bibliographique sont à consulter directement. Il est souhaitable d'établir des contacts avec les sources dont les données ne sont pas publiées: universités, ministères, laboratoires privés, instituts de recherche, centres techniques et producteurs de denrées alimentaires.

Lorsque l'on recherche des informations sur des aliments peu connus ou plus classiques, il est particulièrement recommandé de visiter le site Web de l'INFOODS (2003) pour obtenir des informations. Ce site donne accès à des forums de discussion en ligne qui traitent régulièrement de ce sujet.

Avant de fournir leurs données, les industriels peuvent exiger la confidentialité et demander que leurs informations soient traitées de manière anonyme. Néanmoins, les données peuvent être valables pour confirmer des informations obtenues à partir d'autres sources.

Si les données apparaissent dans les sources sous la forme d'une valeur moyenne calculée à partir de répétitions, il est nécessaire de demander, lorsque c'est possible, d'accéder aux données individuelles.

### Étape d'archivage

Toutes les informations jugées intéressantes doivent être systématiquement enregistrées en utilisant un de ces nombreux systèmes de gestion des banques de données (SGBD) disponibles. L'exigence principale est que ce système permette d'avoir un nombre variable de champs et que l'on puisse facilement échanger les données avec d'autres logiciels. Des protocoles internationaux d'échange de données sur la composition des aliments ont été proposés (Klensin, 1992; Schlotke *et al.*, 2000) et ils connaissent un développement continu grâce aux efforts internationaux de l'INFOODS.

Les données de chaque source doivent être évaluées pour s'assurer de leur qualité et de leur cohérence, puis saisies dans le système pour un accès ultérieur plus facile. Les logiciels doivent être en mesure de gérer toutes les données et métadonnées spécifiques sous la forme de tables relationnelles, y compris les sources détaillées, les notes sur les méthodes d'analyse, les procédures, l'échantillonnage, etc.

À ce stade, une compilation complète est importante pour garantir la qualité de la banque de données. Elle consiste en un archivage ou un stockage de toutes les données de composition recueillies. Il est important de garder des données historiques parce qu'elles fournissent des informations qui peuvent aider à vérifier si la composition d'un aliment a changé au fil du temps et si sa composition est stable. S'il y a eu une évolution méthodologique, on peut



aussi vérifier son influence par référence avec des données plus anciennes. Plusieurs utilisateurs étudient l'évolution dans le temps des consommations alimentaires et ont besoin d'avoir accès à des données de composition de l'époque. Dans ce contexte, la banque de données d'archivage peut être considérée comme un vaste répertoire informatisé de toutes les données disponibles, des plus récentes aux plus anciennes.

Toutes les informations sur l'identité des aliments, l'échantillonnage, l'analyse, les procédures d'assurance de la qualité et les modes d'expression ont besoin d'être disponibles pour chaque enregistrement parce qu'il sera utilisé à l'étape suivante. Les données brutes, enregistrées à partir de la source, doivent être converties dans les formes où elles se présenteront dans les banques de données de référence et utilisateur.

Le fait de rassembler toutes les données collectées pour un même aliment met en évidence des désaccords éventuels et oblige le compilateur à retourner aux sources primaires et à réexaminer les données brutes. Très souvent, ce ne sont que des erreurs de transcription mais, même après qu'elles soient éliminées, des écarts peuvent subsister. Ceux-ci peuvent être dus à des incohérences dans l'identification des aliments, comme différentes variétés de plantes. On peut se faire une idée sur la confiance à accorder à une source par une comparaison croisée des données qu'elle fournit pour d'autres aliments avec celles rapportées dans d'autres sources.

Néanmoins, même après un examen très minutieux, des divergences peuvent encore persister; elles peuvent représenter des artefacts analytiques ou refléter des variations naturelles de la composition. Dans ce cas, l'idéal est de mettre en place un nouveau protocole d'échantillonnage et d'analyse pour confirmer les résultats, si le budget le permet. Si c'est impossible, on peut quand même conserver la donnée douteuse et lui assigner un code de confiance bas (Exler, 1982).

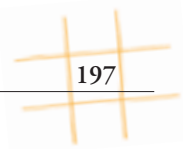
### Étape de référencement et d'agrégation

L'étape d'archivage sert de point de départ à la préparation d'une banque de données de référence. Pour chaque aliment, toutes les données acceptables provenant de divers enregistrements bruts sont combinées entre elles et mises dans un format commun et compatible qui permet un lien entre les enregistrements archives et les métadonnées.

Dans ce but, le compilateur va revoir toutes les données dont il dispose pour un aliment donné. En effet, il est rare qu'une seule source couvre tous les constituants référencés dans la banque de données et, par conséquent, ne couvre qu'une gamme restreinte de molécules. Les compilateurs doivent donc décider si l'on peut fusionner différents échantillons. Dans ce but, on procède à une comparaison des teneurs en eau et en lipides afin de décider si un éventuel réajustement des données est justifié. Chaque étape de cette évaluation des données doit être documentée afin que la logique de chaque décision ou que chaque calcul effectué pour construire la banque de données de référence puissent être tracés.

Ce contrôle peut exiger un retour aux sources de données brutes pour vérifier certains points ou confirmer que les valeurs ont été correctement enregistrées.

Il est aussi nécessaire de décider quelle méthode statistique sera appropriée pour agréger les données brutes.



Les enregistrements d'archives de toutes les données acceptables sont extraits et identifiées et le principe du calcul statistique employé est noté à côté de la moyenne (si appropriée), la médiane ou toute valeur choisie comme estimation fiable de la donnée de référence (Paul et Southgate, 1978). Cette dernière méthode peut sembler subjective mais, s'il n'y a pas assez de données pour conduire une analyse statistique satisfaisante, le compilateur peut y recourir car l'objectif est bien d'avoir une banque de données opérationnelle. À ce niveau, un certain degré de désagrégation des données peut être utile. Par exemple, une seule entrée pour «Pomme» serait inappropriée si des données pour différentes variétés sont disponibles. Il est nécessaire ensuite de faire des contrôles complémentaires pour s'assurer de la cohérence globale.

## Préparation des bases de données utilisateur

Les diététiciens peuvent avoir besoin d'une base de données contenant certains types d'aliments, présentés de façon spécifique; les professionnels de l'agriculture et de l'industrie alimentaires peuvent demander un autre type de base de données. Ces différentes banques de données et tables pour les utilisateurs finaux peuvent toutes être préparées à partir d'une seule et même banque de données de référence bien pensée. La préparation d'une base de données utilisateur requiert un examen des enregistrements de la banque de données de référence, leurs recombinaisons (si nécessaire) et des contrôles complémentaires pour s'assurer de la cohérence globale. Dans bien des cas, la banque de données de tous les aliments fait partie de la banque de données de référence d'un pays ou d'une zone géographique. Dans ce texte, on entend par «banque de données utilisateur» celle qui contient pour chaque aliment une seule série de données par nutriment ou autre composant. Dans certains cas, deux séries de données ou plus peuvent être nécessaires, par exemple, lorsque des différences saisonnières de composition sont suffisantes pour justifier plusieurs entrées séparées. La préparation d'une banque de données utilisateur ne devrait pas entraîner la saisie de nouvelles données. Toutes les informations utiles à sa préparation devraient déjà avoir été incluses dans le système durant les étapes d'archivage et/ou de référencement.

### **Examen approfondi des données**

D'abord, il faut soumettre les données de chaque couple nutriment-aliment à un réexamen minutieux, qui est au moins aussi exigeant que celui utilisé dans l'étape de compilation de la banque. Ces données sont spécialement examinées pour s'assurer de leur cohérence. Si l'on dispose de suffisamment de données, l'utilisation de méthodes statistiques est de loin préférable. Des données discordantes peuvent provenir de mesures aberrantes qui se sont produites durant l'échantillonnage ou l'analyse. Les tests de rejet des observations aberrantes (Youden et Steiner, 1975) sont conçus pour éliminer deux catégories de données: celles situées en dehors d'un intervalle de variation défini par l'ensemble des autres données et celles pour lesquelles les mesures elles-mêmes ont une variance excessive. Une fois ces observations aberrantes identifiées et éliminées, la moyenne et la médiane peuvent être calculées ainsi que la variance.

Cependant, les données aberrantes ne doivent pas être physiquement supprimées de la banque de données. Elles peuvent tout simplement être marquées comme exclues du calcul de la moyenne des bases de données de référence ou utilisateur. En remontant aux sources pour réexaminer les données, le compilateur peut s'apercevoir que les observations aberrantes sont systématiquement distinctes et en fait préférables, peut-être parce qu'elles proviennent d'une méthode d'analyse plus spécifique ou parce que l'échantillon a été mieux traité (par exemple, un conservateur avait été ajouté).

### **Agrégation de données**

Comme les sources de données individuelles incluent rarement toute la gamme des nutriments d'un aliment, il est souvent nécessaire de combiner des valeurs provenant de plusieurs sources. En combinant ces valeurs, il est vital de s'assurer que les différentes sources sont compatibles et qu'il y a une cohérence interne.

### **Utilisation des moyennes**

Quand pour le même couple aliment-nutriment plusieurs données existent, le compilateur doit recenser dans les enregistrements bruts quelles méthodes d'analyse ont été utilisées et décider quelle sera la meilleure façon de les ramener à une valeur unique dans la banque de données. Quand on dispose d'un grand nombre de données, l'approche préférable consiste à calculer la moyenne arithmétique mais la médiane est aussi valable.

Si l'on ne dispose que d'un petit nombre de données et que celles-ci ont une variance importante ou forte, la situation est beaucoup plus délicate. La variabilité peut être due à la présence de données aberrantes, à une mauvaise qualité de l'échantillonnage ou à sa non-représentativité. Dans ce cas, le compilateur doit décider quelles données sont les plus fiables (par exemple, les échantillons les mieux documentés, le choix de la méthode la plus approprié ou l'existence évidente d'un programme d'assurance de la qualité). Dans les tables de composition des aliments du Royaume-Uni, ce type de données est dit «données sélectionnées» (Paul et Southgate, 1978). Il faut alors que le compilateur note et documente le raisonnement qu'il a suivi pour sélectionner ces données afin que ses décisions puissent être réévaluées indépendamment.

Dans quelques cas, on peut employer une méthode de calcul de la moyenne pondérée. Par exemple, si une donnée provient d'un aliment dont on sait qu'il présente des variations saisonnières de consommation ou de composition, la donnée finale censée refléter la composition globale peut être calculée en pondérant les données en fonction des niveaux de consommation. Une fois encore, la documentation de cette pondération est essentielle.

### **Calculs à partir des résultats d'analyse**

Une banque de données comprend quelques données dérivées, calculées à partir de résultats analytiques. Elles ont été discutées au Chapitre 7. Néanmoins, il est nécessaire d'insister encore davantage sur quelques points.

**Valeurs en énergie.** Dans toutes les tables de composition ces valeurs sont des estimations de l'énergie métabolisable, calculées à l'aide de facteurs de conversion et des teneurs des constituants énergétiques de l'aliment – protéines, glucides, lipides, alcool et, quelquefois, acides organiques ou autres constituants. Les facteurs souvent utilisés sont ceux d'Atwater dans leurs versions générales ou spécifiques (Merrill et Watt, 1955; Southgate et Durnin, 1970; Allison et Senti, 1983). Au départ, ceux-ci étaient exprimés en kcal, mais maintenant ils sont souvent indiqués en kJ. Les facteurs kcal ont été arrondis par Atwater (Merrill et Watt, 1955) et, par conséquent, l'utilisation directe des facteurs kJ est préférable afin que l'arrondi ne soit pas fait deux fois. Dans beaucoup de banques de données, l'énergie est une valeur calculée dynamiquement plutôt que saisie. Cela permet au compilateur de proposer différentes valeurs d'énergie en fonction des banques de données utilisateur. Par exemple, un diététicien peut préférer des valeurs en énergie calculées à partir de facteurs spécifiques d'Atwater, alors que pour l'étiquetage alimentaire, les industriels peuvent demander que l'énergie soit calculée à partir des facteurs d'Atwater généraux. En outre, les recommandations pour le calcul de l'énergie peuvent changer au cours du temps, exigeant de recalculer toutes les valeurs de l'énergie de la banque de données. Les recommandations de la Consultation d'experts FAO/OMS sur les glucides dans la nutrition humaine (1998) suggèrent que l'on applique aussi des facteurs d'énergie aux fibres alimentaires. Ces remarques indiquent que le calcul de l'énergie n'est qu'une simple tâche de gestion des données nécessitant des algorithmes facilement programmables dans le système pour refaire les calculs, si nécessaire. Les facteurs de conversion d'énergie peuvent être traités de la même façon que les autres données numériques et stockés dans la banque de données de référence avec leurs identificateurs des composants de l'INFOODS.

**Protéines.** La teneur en protéines est conventionnellement calculée par application de facteurs de conversion à la teneur en azote organique total. Des valeurs plus précises des facteurs sont disponibles si la conversion se fait à partir de l'azote des acides aminés (voir Chapitre 9) ou par addition des acides aminés. Toutes ces données et les facteurs utilisés dans les calculs doivent être stockés dans la banque de données de référence.

**Équivalents d'activité vitaminique.** Les recommandations pour calculer les équivalents d'activité vitaminique ont été décrites à propos des conventions de nomenclature (IUNS, 1978).

**Activité de la vitamine A.** Les valeurs de l'activité vitaminique A sont obtenues par un algorithme à partir des teneurs en vitamine A préformée (rétinol et ses dérivés) et en provitamines caroténoïdes. La convention est de calculer l'activité de la vitamine A, exprimée en  $\mu\text{g}$  d'équivalents rétinol, en additionnant le rétinol en  $\mu\text{g}$ , le  $\beta$ -carotène en  $\mu\text{g}$  divisé par 6 et le total des autres carotènes en  $\mu\text{g}$  divisé par 12 (FAO/OMS, 1967). D'autres modes de calcul permettent de tenir compte de différents facteurs de conversion. Les teneurs en rétinol et en caroténoïde de la provitamine A ainsi que les valeurs de tous les facteurs de conversion doivent être enregistrées dans la banque de données de référence avec leurs identificateurs des compo-

sants de l' INFOODS. Il faut noter que des travaux de recherche récents remettent en question les facteurs de conversion conventionnels (van het Hof *et al.*, 2000) et que de nouveaux facteurs ont déjà été adoptés par quelques pays (Murphy, 2002).

Un recalcul de l'activité de la vitamine A avec des facteurs mis à jour est simple si toutes les données de base ont été conservées, comme dans le cas de l'énergie, et la préférence doit être donnée aux teneurs individuelles en caroténoïdes exprimées en  $\mu\text{g}$ . La conversion des vitamines A et D en unités internationales est expliquée au Chapitre 7. La convention choisie pour le calcul de l'activité de la vitamine A doit être incluse dans la documentation de la banque de données.

**Activité de la niacine.** Les valeurs de l'activité en équivalents niacine sont abondamment utilisées et incluent la contribution du tryptophane. La convention est d'exprimer l'activité de la niacine (mg) comme la somme de la teneur en niacine (ou acide nicotinique) en mg et en tryptophane en mg divisée par 60.

**Acides gras.** Le calcul des acides gras par 100 g d'aliment à partir des acides gras exprimés pour 100 g de lipides totaux est donné à l'Annexe 5.

### Calcul de la composition des aliments composés

En l'absence de données analytiques sur des échantillons représentatifs de plats composés, des données de composition estimées peuvent être obtenues à l'aide de recettes et de la composition de chaque ingrédient. Le rendement ou la variation de poids suite à la cuisson (c'est-à-dire le poids du plat non cuit et du plat préparé) doit être connu. Beaucoup d'auteurs ont publié des directives sur les procédures de calcul (Rand *et al.*, 1991; Bognar et Pikarski, 2000). Le calcul le plus simple ne tient pas compte du gain en lipides (par exemple de l'huile de friture) ou d'une perte durant la préparation parce que le calcul présume que les changements en poids reflètent seulement une perte ou un gain en eau. Les estimations des pertes en vitamines peuvent être faites en utilisant des facteurs de rétention de ces nutriments (Bergström, 1994; USDA, 2003c) mais ces valeurs ainsi obtenues devraient avoir un indice de confiance plus bas que celui des données analytiques. Un algorithme pour ce calcul peut suivre les étapes suivantes:

1. calculer les quantités d'eau et de nutriments présentes dans l'aliment cru avant la cuisson, à partir du poids des ingrédients crus;
2. additionner les nutriments;
3. diviser les totaux des nutriments par le poids du plat préparé pour obtenir la composition de l'aliment préparé par 100 g. La teneur en eau de l'aliment préparé est calculée (eau totale des ingrédients crus moins la perte de poids durant la cuisson).

Un exemple de ce calcul est présenté à l'Annexe 6. Le tableau 3.3, à la pag 43, donne des informations complémentaires qui peuvent aider dans le développement des variantes de ce calcul.

### Vérification interne des données choisies

La vérification interne de ce que l'on peut appeler le profil en nutriments de chaque aliment est importante, surtout si l'on utilise pour un même aliment des données combinant plusieurs sources.

La somme des constituants majeurs doit idéalement faire 100 g; en pratique, une tolérance allant de 97 à 103 est permise. Si cette somme est en dehors de cette intervalle, on doit d'abord scrupuleusement revoir le calcul de la teneur en protéines (est-ce que le facteur approprié a été utilisé?) et le mode d'expression de l'amidon (en g d'amidon ou en g de monosaccharides?). Si la nouvelle somme se situe toujours en dehors de 97 à 103 g, on doit suspecter les données analytiques spécifiquement recueillies et les réviser aux niveaux de l'archive ou de leur source des données.

Les acides gras ne doivent pas excéder 95 pour cent quand ils sont exprimés par rapport aux lipides totaux (à cause du glycérol présent dans les triglycérides), ni dépasser la teneur en lipides totaux multipliée par le facteur approprié, s'ils sont exprimés en g par 100 g d'aliment (voir tableau 9.2).

Les acides aminés totaux (incluant la correction du gain en eau du fait de l'hydrolyse) ne doivent pas dépasser 6,25 g par g d'azote (voir Chapitre 7). Pour les aliments riches en azote non protéique ou ayant de fortes teneurs en amides, ce total doit être considérablement plus petit. Le contrôle du taux de récupération des acides aminés peut demander un réexamen des données brutes, parce que beaucoup de publications ne fournissent pas cette donnée analytique, spécialement pour l'azote mesuré avec une colonne d'échange d'ions.

## Résumé du processus de compilation

Une vue d'ensemble du processus de compilation est donnée au tableau 10.4. Chaque étape de ce processus demande un examen détaillé des étapes précédentes et requiert un retour fréquent aux sources de données brutes. Tout au long de ce processus de compilation, les exigences de qualité deviennent de plus en plus évidentes et utiles.

## Création d'un indice synthétique de qualité des données

Plusieurs utilisateurs de données ont besoin qu'on leur donne des indications sur la qualité des données publiées dans les différentes banques de données pour s'assurer que les données soient de qualité équivalente d'une base à l'autre. Cette exigence est aussi particulièrement importante si les données sont échangées entre banques de données par voie électronique.

Produire un indice synthétique de qualité des données requiert toute une série de jugements sur la valeur de la source et sur les informations relatives à l'aliment.

Bien qu'il soit utile de prendre en considération tant le plan d'échantillonnage que les performances analytiques, le plus simple, en pratique, est souvent de commencer avec les aspects analytiques.

L'utilisation d'une méthode bien documentée peut conduire à un jugement positif, alors qu'une méthode sans description ni référence mène à la position contraire. De plus, si l'on a

Tableau 10.4 Récapitulatif du processus de compilation

Étapes	Récapitulatif des opérations	Type d'examen appliqué	Format
Sources de données	Fusion de sources contenant des données de composition	Analogue à la revue d'un article scientifique; contrôle de la cohérence des données; évaluation préliminaire de la qualité	Dans les formes publiées: sur papier ou document électronique
Base de données d'archives	Compilation d'informations à partir de sources de données	Examen des sources de données par rapport à des critères établis; affinage de l'évaluation de la qualité de données	Format de la base de données auquel s'ajoutent des documents sur le protocole d'échantillonnage; les méthodes analytiques et les modes d'expression adoptés
Base de données de référence	Compilation de données à partir de la base de données d'archives pour chaque aliment	Comparaison des données provenant de différentes sources; nouvel examen des sources d'archives et des données pour évaluer les incohérences; calcul des mesures statistiques	Dans le format de la base de donnée avec collecte de toutes les données acceptables pour chaque aliment; documents sur toutes analyses statistiques; évaluations de la qualité des données
Base de données utilisateur	Sélection et compilation de séries de données pour chaque aliment dans la base de données	Combinaison de valeurs pour obtenir une valeur par nutriment et aliment; moyenne ou médiane et statistiques de dispersion	Dans le format exigé par les utilisateurs de la base de données

la preuve que la méthode a été contrôlée par un programme d'assurance de la qualité accompagné d'étalons appropriés ou de MRC lorsqu'ils sont disponibles, le jugement est amélioré d'autant, alors que l'absence de telles preuves a aussi l'effet inverse.

Un mauvais score ne signifiera pas que les données sont incorrectes en elles-mêmes, mais tout simplement que les auteurs (ou le document) n'ont pas su apporter les preuves qui inspireraient confiance.

Un plan d'échantillonnage clairement défini et planifié donne aussi une indication sur les limites de confiance, par exemple un taux de 95 pour cent (cela signifie que 95 pour cent des échantillons ont des teneurs situées à 5 pour cent autour du résultat rapporté) indique un échantillonnage de très haute qualité. Cependant, en pratique, de tels plans sont extrêmement rares et ne peuvent être mis en œuvre que pour quelques nutriments. La norme la plus élevée à laquelle on peut raisonnablement s'attendre est probablement un plan d'échantillonnage avec des limites de confiance à 90 pour cent mais, pour des raisons budgétaires, ce type de plan n'est disponible que pour des aliments majoritaires dans la diète.

**Tableau 10.5** Codes et critères de confiance tels qu'utilisés par Exler (1982) et adaptés

<i>Note</i>	<i>Documentation de la méthode d'analyse</i>	<i>Préparation des échantillons et méthode d'analyse appropriée</i>	<i>Contrôle de la qualité</i>
0	Aucune	Préparation totalement incorrecte	Pas de prises d'essai en double
1	Non publiée mais décrite	Pas de documentation	Prises d'essai en double
2	Publiée mais modifiée, description des modifications	Raisnable, documentée, technique largement utilisée	Prises d'essai en double
3	Documentation complète, publiée	Largement documentée, testée et validée	Matériaux de référence, taux de récupération et répétitions en aveugle

*Notes:* Pour chaque critère, la plus petite valeur devient l'indice limitant de la qualité de chaque jeu de données. Les codes de confiance sont assignés à partir de la somme des indices de qualité, comme indiqué au tableau 10.6.

**Tableau 10.6** Codes et critères de confiance d'Exler (1982) et leur adaptation

<i>Somme des indices de qualité</i>	<i>Code de confiance</i>	<i>Signification du code de confiance</i>
>6	a	L'utilisateur peut avoir confiance dans la moyenne
3-5	b	L'utilisateur peut avoir une certaine confiance dans la moyenne mais la façon de l'obtenir a soulevé des questions
1-2	c	Des questions sérieuses ont été soulevées à propos de la moyenne qui ne doit être considérée que comme une estimation acceptable

La majorité des plans d'échantillonnage présentent des limites de confiance assez basses. Les tailles d'échantillons se situant entre 10 et 20 peuvent donner une confiance raisonnable, sauf pour les nutriments qui sont très variables ou instables comme la vitamine C, les folates et beaucoup d'oligoéléments.

Les analyses sur des échantillons uniques, prélevés sans planification pour la seule raison qu'ils sont commodes à obtenir, présentent un très bas niveau de confiance. Toutefois, pour un aliment ou un nutriment peu représenté dans la diète, beaucoup d'utilisateurs considèrent qu'il est préférable d'avoir «au moins une donnée» plutôt que rien. Ainsi, on pourrait dire que des données sur quelques échantillons de caviar ou de champagne peuvent être incor-



**Encadré 10.1** Niveaux et critères d'évaluation**1. Plan d'échantillonnage****Critères d'évaluation**

- Sélection aléatoire des points d'échantillonnage
- Nombre des régions représentées
- Nombre de villes/régions
- Nombre d'échantillons collectés
- Nombre de saisons couvertes

**2. Nombre d'échantillons**

(Note: il s'agit du nombre d'échantillons individuels, analysés indépendamment et non pas du nombre d'échantillons collectés.)

**Critères d'évaluation:**

- Nombre d'analyses indépendantes
- Analyses répétées d'un échantillon composite ou d'un échantillon compté comme un seul

**3. Manipulation des échantillons****Critères d'évaluation**

- Homogénéisation
- Équipement utilisé
  - Vérification de l'homogénéité
- Analyse des parties comestibles
- Conditions de stockage
- Données sur la teneur en humidité

**4. Méthode d'analyse****Critères d'évaluation**

- Validation de la méthode
  - Évaluation de la méthode par des critères standards
- Validation de la méthode telle qu'elle est utilisée dans le laboratoire
  - Démonstration de la capacité du laboratoire à utiliser la méthode avec succès par l'analyse de matériaux de référence certifiés.

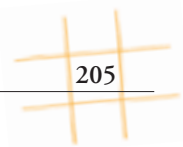
**5. Contrôle de la qualité de l'analyse (CQ)****Critères d'évaluation**

- Résultats du CQ d'un matériau dans une série analytique
- Coefficient de variation (CV) pour un matériau CQ
- Fréquence d'utilisation du matériau CQ
  - Dans chaque série, chaque jour ou semaine, ou occasionnellement
- Mesures du taux récupération des séries.

porées dans une banque de données. De même, quelques analyses sur un produit de marque, sujet à un contrôle rigoureux de qualité, peut être considéré comme ayant un bon niveau de confiance.

## Estimation de la qualité et codes de qualité

Originellement suggérés par Exler (1982) et présentés dans les tableaux 10.5 et 10.6, les codes de qualité ou de confiance représentent une formalisation de l'appréciation des données (voir tableau 10.3) Selon cette approche, des scores numériques sont accordés à une donnée d'après une série de critères, puis ils sont combinés et retraduits en un code de confiance. Comme beaucoup de systèmes de ce genre, celui-ci est arbitraire et, par conséquent, ne doit être utilisé que comme indication. L'approche la plus élaborée est basée sur les statistiques: un nombre correct d'échantillons ont été collectés et analysés avec des méthodes bien documentées (dont les critères de performance sont bien définis) et testées par des études interlaboratoires. Holden, Bhagwat et Patterson (2002) ont proposé une révision de l'approche d'Exler. Selon cette nouvelle méthode, la qualité est définie comme une synthèse de l'échantillonnage et de l'analyse, évalués par une



séquence de questions objectives réparties en cinq catégories: le plan d'échantillonnage, le nombre d'échantillons, la préparation des échantillons, la méthode d'analyse et le contrôle de qualité (voir encadré 10.1). Il faut souligner que la documentation relative au calcul du code de qualité doit être disponible dans la banque de données d'archive et/ou de référence.

À chaque catégorie de critères d'évaluation correspondent des questions claires et objectives conduisant à des réponses, telles que «oui/non/inconnu». Le score maximal de chaque catégorie est de 20, noté sur une échelle continue, aboutissant à un score total maximal de 100 pour les cinq catégories. Les aspects pratiques de cette méthode s'inspirent des recommandations de groupes d'experts. Le score final est utilisé pour établir les codes de qualité.

Il semble évident que la mise en place d'un tel système d'évaluation est un processus continu qui repose largement sur une bonne gestion de la documentation des études de composition. Il est important de se rappeler que ces codes de qualité ne sont pas de nombre réels mais seulement des guides destinés aux utilisateurs finaux. En finale, la confiance que l'on peut accorder à une donnée pour correctement refléter le contenu d'un aliment dépend de l'exactitude avec laquelle on l'a recueillie. C'est pourquoi, une caractérisation statistique de la composition de l'aliment est essentielle. À retenir cependant que ces indices sont des catégorisations qui ne prêtent pas à des combinaisons arithmétiques comme s'ils étaient des nombres réels.

## Mise à jour des données

Une fois la banque de données utilisateur diffusée et les données rendues accessibles, il est important de maintenir le fichier des données, surtout s'il y a des évolutions. Burlingame (1992) décrit l'importance dans le logiciel de la fonction de mise à jour de la banque de données néozélandaise de composition des aliments. Il y a au moins trois raisons pour mettre à jour les données d'une banque de données: la saisie de nouvelles données entrant dans le calcul d'une moyenne; la correction d'une valeur identifiée comme erronée; enfin une modification profonde due à de réels changements dans la composition d'un aliment (par exemple, à la suite d'une nouvelle réglementation sur la supplémentation). Dans tous les cas, il est utile de documenter les raisons de la mise à jour et d'archiver les anciennes valeurs dans une banque des mises à jour représentant ainsi une trace pour un audit de la banque de données. La réalisation régulière d'enquêtes nationales sur les consommations alimentaires illustre l'utilité de cette procédure. Si l'apport en nutriments de la population varie d'une enquête à l'autre, la banque de données des mises à jour permettra d'identifier les changements effectifs dans les modes de consommation par rapport à ceux tout simplement dus aux corrections et mises à jour des données de composition.

## Aliments supprimés

Comme dans le cas des mises à jour, il est important de garder une trace de tous les enregistrements individuels, même s'ils se rapportent à un aliment qui n'entrerait plus dans les

consommations alimentaires. Le code de l'aliment est souvent utilisé comme «clé unique» dans le système de gestion relationnel de la banque de données. Or, ces mêmes codes sont fréquemment utilisés pour les recueils alimentaires, les logiciels d'application et d'autres travaux où des données de composition interviennent. Par conséquent, il est prudent de conserver en permanence tous les codes d'aliments d'origine et de ne jamais les réutiliser pour d'autres aliments, même si les aliments auxquels ils avaient été attribués initialement ont été supprimés.

## Chapitre 11

# Recommandations pour l'utilisation des données de composition des aliments

*Il existe deux écoles de pensée sur les tables de composition des aliments. L'une tend à considérer les chiffres qu'elles contiennent comme ayant la précision d'une mesure de poids atomiques; l'autre les écarte comme n'ayant aucune valeur, étant donné qu'un aliment peut être modifié par le sol, la saison ou même par son taux de croissance, de telle sorte qu'aucun chiffre ne peut servir de référence stable pour sa composition. Naturellement, la vérité se trouve quelque part entre ces deux points de vue.*

*(Widdowson et McCance, 1943)*

Une banque de données ou une table sur la composition des aliments est un outil scientifique et doit être traitée comme tel. Même la meilleure banque de données ou table de composition perd sa valeur si elle est utilisée de façon incorrecte. Les compilateurs doivent s'assurer que la banque de données répond aux besoins des utilisateurs mais aussi leur expliquer les limites d'utilisation pour éviter un emploi inapproprié. Mais en finale, il est la responsabilité des utilisateurs eux-mêmes et de ceux qui les forment que cette utilisation soit correcte.

Une utilisation efficace nécessite une formation et une compétence qui dépendent du niveau de sophistication de la banque de données ou de la table concernée (voir Chapitre 1 sur la discussion des différentes phases de gestion des données). Même des tables de composition simplifiées, conçues pour une utilisation non professionnelle, exigent une connaissance minimale des poids, mesures et des termes tels que «kilojoules» et «énergie». Des banques de données plus sophistiquées exigent une compréhension des modes d'expression, des descripteurs d'aliments et des concepts tels que la portion comestible. Un nutritionniste ou un diététicien professionnel doit être familier avec les principes d'échantillonnage, la méthodologie analytique, la gestion des données et être conscient des erreurs courantes qui peuvent survenir lors de l'utilisation d'une banque de données. L'utilisateur professionnel a besoin d'être formé à l'évaluation d'une banque de données pour des applications spécialisées (par exemple un projet de recherche). Un programme couvrant tous ces domaines devrait constituer un cycle de formation en soi, dispensée aux cours des études universitaires des professionnels de la nutrition. L'université agricole de Wageningen et l'UNU/FAO/INFOODS ont organisé depuis 1992 des stages de formation de courte durée

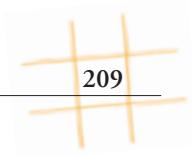
sur la production, la gestion et l'utilisation des données de composition des aliments dans différents endroits à travers le monde. Des informations sur des cours à venir se trouvent sur le site Web de INFOODS (INFOODS, 2003). Ceux qui forment les utilisateurs de banques de données sur la composition ont une responsabilité considérable dans ce domaine (Greenfield, 1991b).

Ce sont les utilisateurs finaux et plus particulièrement professionnels, qui ont comme responsabilité de se servir correctement des banques de données et plus particulièrement ceux qui sont en charge de la mise à jour d'une banque existante au sein de leur propre organisation ou de la réalisation d'une nouvelle banque. Ils doivent se familiariser avec tous les aspects de la banque de données ou de la table: le champ d'utilisation, les méthodes d'analyse, la méthode de compilation, les sources de données, les différents types de données, le système de codification, la nomenclature des aliments et les modes d'expression. Ils doivent comprendre le rôle des facteurs appliqués lors du calcul des données dérivées (telles que les protéines, l'énergie et les équivalents en vitamine) et les différents niveaux de fiabilité accordés aux valeurs pour les différents nutriments. Des contrôles arithmétiques doivent être faits pour s'assurer de l'exactitude des valeurs calculées (par exemple, pour les teneurs en acide gras dans un aliment, il faut partir de la teneur en lipides et des pourcentages en différents acides gras [voir Annexe 5]). N'importe quel programme informatique développé pour accéder à une banque de données doit être soigneusement validé pour s'assurer de sa fiabilité. Enfin, l'utilisateur doit s'assurer que tout rapport de recherche contient une documentation complète sur la banque de données ou les tables utilisées et sur toutes les données complémentaires provenant d'autres sources (Perloff, 1983). Plusieurs journaux (*Journal of Food Composition and Analysis*, 2003a; *Journal of the American Dietetic Association*, 2003; et *Nutrition and Dietetics*, 2003) exigent que l'on cite les banques de données et les logiciels utilisés dans les articles qu'ils publient selon une présentation standardisée, définie par le Groupe de travail sur les citations et en accord avec la Conférence sur la banque de données de composition américaine, à savoir:

*Indiquer, entre parenthèses, les noms des développeurs des logiciels cités dans le texte après la première mention. Les références à un logiciel doivent inclure le nom, le numéro de la version et la date de mise en circulation ainsi que le nom et le siège (ville et état) du développeur. Si le logiciel contient une banque de données de composition, on doit fournir des informations sur celle-ci. Il faut inclure la date d'édition de la banque de données, une description des modifications substantielles qui y ont été apportées et une explication sur le traitement des données manquantes (c'est-à-dire indiquer si des valeurs ont été extrapolées et ensuite évaluer l'effet des valeurs manquantes sur les apports nutritionnels).*

Cette pratique pourrait être adoptée par tous les journaux qui publient des études en nutrition humaine. Si de telles informations ne sont pas fournies, cela signifie que l'étude telle qu'elle est publiée ne pourra jamais être reproduite de façon indépendante.

La qualité des futures banques de données ne peut s'améliorer que si tous les utilisateurs sont bien formés et vigilants.



## Limites des banques de données de composition

Plusieurs études ont comparé sur des régimes alimentaires les résultats obtenus directement par analyse chimique à ceux calculés à partir de banques de données ou de tables de composition des aliments et ont conduit à des conclusions très diverses (Stock et Weeler, 1972; Acheson *et al.*, 1980; Stockley *et al.*, 1985; Wolf, 1981; McCullough *et al.*, 1999). Arab (1985) a souligné les difficultés rencontrées lors de comparaisons internationales du fait des variations tant au niveau de la nomenclature qu'au niveau de la composition des aliments. Les limites d'utilisation des banques de données sur la composition des aliments peuvent se résumer comme suit:

1. la variabilité dans la composition des aliments;
2. la converture partielle ou limitée des aliments;
3. la converture partielle ou limitée des nutriments;
4. les banques de données ou les données de composition inappropriées;
5. les erreurs dues à l'utilisation des banques de données;
6. l'incompatibilité des banques de données;
7. les différences entre logiciels;
8. les limitations dues aux méthodes de mesure des apports alimentaires.

### Variabilité dans la composition des aliments

Dans la mesure où un aliment est un matériau de nature biologique, il présente des variations de composition naturelles. Cette variabilité est augmentée du fait des différents modes de production végétale ou animale, du stockage, du transport et de la commercialisation. Les aliments transformés, bien qu'ils soient sujets à un contrôle de qualité au cours de leur production, varient aussi, en partie à cause des variations de la composition des ingrédients mais aussi à cause des changements de formulation ou de technologie. Quelques aliments composés, tels que les margarines, sont reformulés régulièrement pour des raisons économiques. Les qualités technologiques respectent une fourchette de prix fixée mais les teneurs en nutriments peuvent être altérées.

Pour beaucoup d'aliments, les intervalles de leur variation naturelle en nutriments ne sont pas définis. De la même manière, pour beaucoup de nutriments, les évolutions qui interviennent lorsque l'aliment quitte l'unité de production pour la vente au détail ne sont pas connues, à cause de la faible priorité accordée aux travaux sur la composition des aliments (et à cause du manque de ressources financières). Néanmoins, il existe suffisamment d'informations pour établir quelques principes généraux sur les sources de variation majeures intervenant dans la composition nutritionnelle des aliments.

**Les viandes.** La proportion en tissus maigres et gras et la proportion des portions comestibles et non comestibles (os, cartilage), représentent les principales sources de variations des produits d'origine animale. La distinction entre comestible et non comestible est sujette à des habitudes culturelles et individuelles. Les variations du rapport maigre/gras affectent

les valeurs de presque tous les nutriments qui sont distribués différemment dans ces deux fractions.

**Fruits et légumes.** Dans les aliments d'origine végétale, les principales sources de variations sont liées à la génétique, à la production et aux conditions de stockage. La teneur en eau est particulièrement modifiée par le stockage. Les changements dans la teneur en eau sont corrélés à ceux de tous les autres composants, essentiellement par des modifications de la densité nutritionnelle. Les conditions de production, la géochimie (composition du terroir) et l'utilisation des engrais modifient les teneurs en vitamines et minéraux, spécialement pour les oligo-éléments. Les niveaux de luminosité affectent les teneurs en sucre, acides organiques, caroténoïdes et vitamine C. Ce sont les teneurs en substances phytochimiques qui connaissent le plus de variations dans les végétaux car elles sont hautement dépendantes de facteurs tels que l'état phytosanitaire ou la présence de pesticides (Eldridge et Kwolek, 1983).

**Céréales.** Les farines et graines varient comparativement moins que les fruits et légumes car on ne peut les conserver que si leur humidité se situe dans une fourchette très réduite. Cependant, leur teneur en protéines peut varier du simple au double en fonction du type et de la quantité d'engrais utilisé. L'engrais et le type de terroir entraîneront quelques variations de la teneur en minéraux. Dans quelques pays, les pratiques de supplémentation des produits céréaliers affectent sensiblement les teneurs en vitamines B, fer, calcium et folates.

**Lait.** Ce sont les teneurs en lipides et en vitamines liposolubles qui présentent les variations majeures. De nombreux pays industrialisés ont des réglementations rigides pour la teneur en lipides, et le lait obtenu par mélange de lait provenant de grands troupeaux minimise les différences dues aux différents stades de lactation. Des variations considérables peuvent se produire dans la composition du lait provenant de petits troupeaux, ce qui est le cas dans la majorité des pays en développement. La teneur en carotènes du lait peut varier considérablement en fonction de la saison et du régime alimentaire des troupeaux (granulés ou pâturage). Dans quelques pays, le lait est supplémenté avec les vitamines A ou D, par exemple.

**Aliments industriellement transformés.** Les variations dans la formulation et la composition des ingrédients sont courantes, bien que la majorité des fabricants possèdent des cahiers des charges stricts concernant les ingrédients, et qu'ils utilisent des procédures de contrôle de la qualité. Néanmoins, dans plusieurs cas, leur but est de garantir des teneurs spécifiées en nutriments, et la plupart des supplémentations incluent une «marge de sécurité» destinée à couvrir les pertes intervenant lors de la fabrication et du stockage. Malgré le contrôle de la qualité, beaucoup d'aliments transformés présentent les mêmes variations que celles observées dans les aliments «naturels».

**Plats composés.** Le régime alimentaire inclut beaucoup de plats composés, préparés soit en restauration collective (restaurant ou cantine) soit à la maison. Les plats composés ont une

très grande variabilité dans leur composition et, par conséquent, fournissent les données les moins fiables. Néanmoins, ces données restent indispensables si la banque de données est utilisée pour une étude nutritionnelle touchant les membres de groupes d'individus. La formulation des recettes et les modes de cuisson sont les plus grandes sources de variation.

**Données de composition calculées.** Les résultats de calculs incluront des variations pour les ingrédients utilisés ainsi que la variabilité dans les facteurs de rendement et de rétention, telles que celles mentionnées ci-dessus à propos des données analytiques.

Les sources de variations énumérées ci-dessus représentent une limitation majeure dans l'utilisation des banques de données sur la composition des aliments. Il n'est pas possible de prédire, avec un bon niveau de confiance, la composition d'un échantillon donné à partir d'une banque de données parce que la composition des aliments et des nutriments varient trop. De plus, les limites de cette prédiction ne peuvent être définies que si la valeur de chaque nutriment est accompagnée par des indications sur sa variabilité dans l'aliment concerné. Beaton (1987) a effectué des simulations avec des données sur la composition d'aliments américains (pour lesquelles des erreurs-types sont publiées) en utilisant des régimes types. Le calcul de l'apport en nutriments est plus fiable si la ration est très variée que si elle ne comprend que quelques aliments. Ce travail a aussi mis en évidence la nécessité d'analyser ou de répéter les analyses pour les aliments qui sont les sources principales pour l'apport nutritionnel.

L'idéal serait que toutes les banques de données de composition sur les aliments contiennent des estimations de la dispersion. Ainsi, une base de données idéale devrait être produite à partir d'un nombre de données analytiques suffisant pour permettre le calcul des intervalles de variation naturelle et la distribution de la variabilité. Il existe des banques de données en cours de développement qui tendent à satisfaire à ces exigences (ILSI, 2003). Cependant, même cette banque de données idéale ne pourrait que proposer un ordre de grandeur pour la composition d'un aliment pris individuellement.

En conclusion, la variation naturelle de la composition des aliments a besoin d'être prise en compte par les utilisateurs, quel que soit leur domaine d'application, dans la mesure où elle joue sur l'incertitude attendue des calculs d'apports nutritionnels. A fortiori, cette variation naturelle doit être prise en considération si la banque de données sur la composition est utilisée à des fins réglementaires ou pour l'établissement de normes alimentaires.

Pour quelques nutriments, une banque de données est au mieux un guide approximatif de quantification. Comme exemples de cette limite, on peut citer la vitamine C, les folates, le sodium et les chlorures (à cause de l'utilisation généralisée du chlorure de sodium comme additif). Dans plusieurs cas, les oligoéléments ne peuvent être prédits que de façon semi-quantitative.

### **Couverture limitée des d'aliments**

Dans les pays industrialisés, le nombre d'aliments de marque transformés avoisinent les 10 000; de plus, de «nouveaux» produits sont continuellement développés. Si on inclut les



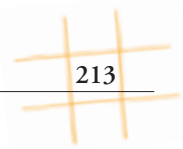
aliments composés, le nombre total d'aliments consommés est probablement de l'ordre de 100 000. Il est alors impossible qu'une banque de données puisse être vraiment exhaustive, sinon sur une courte durée. Il est alors clair qu'il faut définir des priorités lorsque l'on sélectionne les aliments qui vont entrer dans une banque de données. Cependant, les utilisateurs ont besoin d'un nombre toujours croissant de données sur les aliments de marque parce que beaucoup de ces aliments ont une composition unique et/ou qu'il n'existe pas d'aliment générique équivalent (McDowell, 1993).

Si les critères discutés au Chapitre 3 sont appliqués à la sélection des aliments, alors la banque de données contient des données sur les aliments transformés génériques ou sur les principaux types de produits. Ainsi les biscuits peuvent être identifiés par leur nom de marque ou leur type (sucré, demi-sucré, etc.) et un biscuit donné peut être assimilé à un biscuit générique si sa marque spécifique n'est pas connue. Dans la plupart des études nutritionnelles, l'erreur engendrée par cette approche est acceptable. Le logiciel d'une banque de données informatisée peut probablement être conçu pour orienter l'utilisateur vers l'aliment alternatif le mieux approprié. La production d'une liste d'aliments pour lesquels des aliments de substitution ont déjà été identifiés aiderait à établir des priorités pour la sélection des aliments à insérer dans la banque de données.

### Couverture en nutriments

Les priorités pour inclure des nutriments spécifiques dans une banque de données ont été discutées au Chapitre 4. Une couverture exhaustive pour tous les nutriments exige des équipements de laboratoire de très haut niveau, et l'analyse de beaucoup de nutriments demeure encore problématique. Par conséquent, il est rare de trouver une bonne couverture sur tous les nutriments des échantillons analysés. En plus, les priorités nutritionnelles changent avec le temps. Par exemple, en 1967-1968 la plupart des diététiciens du Royaume-Uni n'ont pas demandé de données pour des «glucides non disponibles» (fibres alimentaires), alors qu'en 1974 tous les demandaient avec insistance. L'intérêt pour certains nutriments a aussi suivi l'évolution de la méthodologie analytique: l'arrivée de la chromatographie en phase gazeuse a permis une caractérisation détaillée de la composition en acides gras; la chromatographie en phase liquide automatisée a augmenté l'intérêt pour les acides aminés, la chromatographie en phase liquide à haute performance pour les sucres libres et la spectrométrie d'absorption atomique pour les oligoéléments.

Si la priorité est donnée aux constituants majeurs et aux macronutriments (comme suggéré au Chapitre 4), les nouvelles banques de données feront l'impasse sur certaines données pendant quelques années encore. Même si un programme analytique exhaustif est entrepris, des priorités doivent être établies en fonction de l'importance que revêt un aliment dans l'apport total pour un nutriment. L'évaluation basée sur une concentration probable n'est pas suffisante. De faibles teneurs en nutriments dans un aliment fortement consommé sont plus importantes que des teneurs élevées dans un aliment rarement consommé, tel qu'un produit de luxe. La fréquence de la consommation et la concentration en nutriments doivent donc être prises en considération quand on les compare à l'apport total. Cette évaluation montre souvent qu'un



aliment a une contribution presque négligeable dans l'apport total du nutriment et, par conséquent, une analyse de cet aliment pour ce nutriment particulier est difficile à justifier.

Les valeurs manquantes peuvent aussi être une source d'erreurs graves. Stockley (1988) a revu des études en tenant compte des erreurs dues à des valeurs manquantes dans des banques de données et mis en évidence des sous-estimations dans les apports en vitamine B allant de 1,5 pour cent à 14,3 pour cent. Une étude utilisant la technique de la ration dupliquée a démontré que les banques de données ne donnent que 69 pour cent de la quantité des acides polyinsaturés effectivement analysés dans les aliments. On obtient 89 pour cent en estimant les valeurs manquantes. Partant d'une étude britannique sur les consommations alimentaires, Cowin et Emmett (1999) ont comparé l'apport en nutriments calculé, d'une part, à partir de la cinquième édition des tables britanniques (Holland *et al.*, 1991) et, d'autre part, à partir de la même banque de données mais où les valeurs manquantes ont été estimées. Sur les 1 027 aliments rapportés dans l'étude, 540 avaient des valeurs manquantes pour un ou plusieurs nutriments. Les apports en nutriments pour plus de 90 pour cent des sujets étaient modifiés si l'on utilisait la banque de données avec les estimations des valeurs manquantes. Les sous-estimations dues à une banque de données non corrigées se situent entre 0,04 pour cent et 14,7 pour cent, l'effet des données manquantes étant plus élevé pour les faibles apports en nutriments. Dans l'Etude européenne d'investigation prospective sur les relations entre cancer et nutrition (EPIC) (Riboli *et al.*, 2002), des différences allant jusqu'à 25 pour cent ont été trouvées dans les apports en fibres alimentaires quand les valeurs manquantes avaient été ramenées à zéro (Charrondiere, Vignar et Riboli, 2002). Ce type de divergence peut provoquer une fausse classification des personnes par rapport à leurs apports en nutriments.

À l'évidence, le zéro ne doit pas être utilisé pour les valeurs manquantes dans les calculs. Si les compilateurs de la banque de données n'ont pas fourni d'estimations des valeurs manquantes, alors l'utilisateur devra les remplacer par des moyennes provenant d'aliments du même type. Cette estimation effectuée à partir d'une sélection minutieuse de données provenant d'aliments similaires est acceptable dans une étude nutritionnelle, si cela est clairement indiqué. Si des estimations d'apports nutritionnels sont faites en utilisant le zéro pour les valeurs manquantes, elles doivent être déclarées comme: «pas moins que» et le programme de calcul doit être rédigé en conséquence.

Slimani, Riboli et Greenfield (1995) ont souligné la nécessité d'avoir des banques de données spécifiques pour les études nutritionnelles épidémiologiques, par exemple celle de Hankin *et al.* (1995) pour les îles du Pacifique (en utilisant des données analytiques empruntées, calculées ou interpolées), ou celle de Salvini *et al.* (1996) pour une étude italienne et celle de Schakel (2001). Une publication de Buzzard, Schakel et Ditter-Johnson (1995) décrit des procédures de contrôle de la qualité dans la maintenance et l'utilisation des banques de données.

### **Banque de données ou valeurs de composition inappropriées**

Une banque de données inappropriée peut être utilisée par un utilisateur ayant des connaissances insuffisantes ou lorsqu'il n'existe pas de banque adéquate. Les tables américaines et britanniques de composition des aliments sont probablement les plus fréquemment utilisées

«par défaut» à travers le monde, en raison de leur disponibilité sous forme informatisée et leur couverture assez exhaustive des aliments et des nutriments.

Une opportunité pour tester de telles banques de données s'est présentée en Australie, lorsque la toute première banque de données avec des données analytiques originales d'aliments australiens, analysés dans des laboratoires nationaux, a été publiée au milieu des années 80. Avant cette période, les données américaines ou britanniques étaient utilisées. Suite à la comparaison entre les nouvelles tables australiennes (Department of Community Services and Health, 1989-1991) et celles employées antérieurement, appliquées aux recueils sur les consommations alimentaires des années 1990-1991, on s'est rendu compte qu'on avait surestimé les lipides provenant de la viande de 60 pour cent et les lipides totaux de 15 pour cent à 22 pour cent. On avait aussi surestimé le fer, le zinc, l'activité du rétinol, la vitamine C et le magnésium dans l'alimentation australienne. L'apport en calcium était plus élevé de 35 pour cent en utilisant les données du britanniques et la thiamine de 59 pour cent en utilisant les données américaines (Cashel et Greenfield, 1995). Ces disparités provenaient autant des différences entre les aliments que des données sur leur composition.

Un autre problème est l'utilisation de banques de données périmées. Une étude intéressante faite par Hulshof *et al.* (1996) s'est penchée sur les raisons du changement nutritionnel observé entre la première enquête nationale hollandaise sur la consommation (DNFCS) effectuée en 1987-1988 et une seconde en 1992. Une baisse initiale de 13 g dans l'apport en lipides par personne et par jour sur cette période a été réduite à 11 g lorsque l'on a identifié dans la banque de données des artefacts dans la composition des aliments. Cette diminution de 11 g dans l'apport en lipides était due pour moitié à des changements effectifs dans le choix d'aliments et l'autre moitié due à des modifications de composition des aliments. Toutes les banques de données sur la composition des aliments se périment à cause des retards inévitables que l'on observe entre la collecte des aliments et l'entrée de données validées dans la banque de données. Cette étude a donc mis en évidence le besoin d'une préparation attentive et de la mise à jour d'une banque de données avant son utilisation pour une étude alimentaire nationale. Elle a aussi illustré l'utilité d'avoir un système de traçabilité de toutes les modifications et les raisons de ces changements.

### Erreurs dans l'utilisation d'une banque de données

Des études rapportées par Danford (1981) et Hoover (1983a) ont montré des différences considérables entre des apports en nutriments quand ceux-ci sont calculés avec différentes tables de composition des aliments, bien qu'elles aient toutes été extraites du même «Manuel de composition des aliments» produit par le Ministère américain de l'agriculture (USDA). Aux États-Unis, ces problèmes sont réapparus dans des études plus récentes et la situation s'est encore compliquée avec la prolifération de logiciels de calcul, chacun ayant modifié à sa guise la banque de données de composition de l'USDA (Lee, Nieman et Rainwater, 1995; McCullough *et al.*, 1999). Ainsi, les différences dues aux logiciels doivent être ajoutées à la liste des sources d'erreurs identifiées auparavant par Hoover (1983a) lors de l'utilisation d'une banque de données: des différences dans la conversion des mesures ménagères aux poids standards, un mauvais

codage des aliments et des problèmes dans l'identification correcte des aliments. Des études similaires faites en France (Herbeth *et al.*, 1991) ont montré que la source d'erreurs principale était due aux différences entre les banques de données disponibles dans ce pays.

Hoover et Perloff (1983, 1984) ont proposé une série de procédures pour vérifier si une banque de données sur la composition des aliments est correctement utilisée: elles portent sur les procédures des mises à jour, le calcul des nutriments d'une simple recette, la présentation des données de base, la présentation des nutriments en fonction des différentes tailles de portion d'un aliment et le mode de calcul de l'apport total en nutriments. Cet outil de contrôle de la qualité peut être adapté à différentes banques de données sur les nutriments et peut aussi être utilisé comme un modèle pédagogique.

L'utilisation de ces procédures standardisées a révélé que l'ajout d'une description très détaillée des aliments réduit les risques d'erreur d'appariement entre les aliments de la banque de données et ceux qui sont indiqués dans la ration (Hoover et Perloff, 1983). Le fait qu'une confusion dans la nomenclature des aliments soit une source d'erreurs majeures dans l'utilisation d'une banque de données souligne la nécessité de mettre en place de meilleures méthodes de nomenclature des aliments.

Parmi les erreurs observées lors de l'utilisation des données de composition, on peut mentionner:

- a) l'absence d'enregistrement de détails suffisants pour identifier l'aliment (par exemple, la méthode de préparation ou de transformation);
- b) le manque de précision sur le fait que l'aliment a été pesé entier ou seulement la portion comestible;
- c) l'utilisation de données pour des aliments crus au lieu d'aliments préparés;
- d) les erreurs dans le calcul des apports en acides gras en raison de l'utilisation d'acides gras ramenés à 100 g d'acides gras totaux au lieu de 100 g d'aliment ou l'utilisation de facteurs de conversions incorrects;
- e) l'absence de correction des pertes en eau, vitamines et minéraux quand on calcule l'apport en nutriments à partir d'une recette;
- f) l'absence d'identification des graisses et des huiles utilisées dans les recettes ou dans des aliments cuisinés avec des matières grasses;
- g) les composantes de la provitamine A non incluses lorsque l'on calcule les apports en vitamine A;
- h) le fait de ne pas faire la différence entre les diverses définitions d'un nutriment, par exemple, glucides disponibles ou totaux;
- i) les erreurs dans l'appariement par un aliment nutritionnellement différent quand on remplace un aliment absent de la banque de données ou de la table;
- j) les erreurs dans les conversions (du volume au poids ou de la description de la portion au poids).

### **Incompatibilité entre banques de données**

Les épidémiologistes sont souvent confrontés à des comparaisons entre des régimes alimen-

taires observés dans différents pays ou populations. L'incompatibilité des banques de données limitent souvent les conclusions que l'on pourrait tirer de ces comparaisons. Deharveng *et al.* (1999) ont comparé les tables de composition de neuf pays européens participant à l'étude EPIC, en termes de disponibilité, définition, méthodes d'analyse et mode d'expression de nutriments aux fins d'une étude épidémiologique. Bien que la plupart des nutriments figurant dans les tables aient été analysés et exprimés de manière compatible, certains d'entre eux ne sont pas comparables (par exemple les folates, les fibres alimentaires, les glucides et les carotènes). D'autres problèmes mis en évidence comprennent l'absence de mises à jour des données d'analyse ou l'inclusion de données recueillies il y a plus de 20 ans. Les auteurs en ont donc conclu que des tables de composition dédiées étaient nécessaires pour analyser le grand nombre de données sur les régimes alimentaires européens reportées dans l'EPIC.

### Différences entre logiciels

De nos jours, la majorité des utilisateurs, en dehors de grands centres de recherche qui peuvent se permettre de développer leurs propres programmes de calcul, utilisent les banques de données qu'ils trouvent dans des logiciels commerciaux. Cela souligne l'intérêt qu'il y a à indiquer séparément dans les publications le nom du logiciel et la banque de données. Les producteurs de logiciels ont souvent ajouté des aliments ou des constituants nutritionnels à leur banque de données ou, au contraire, n'ont sélectionné que certains nutriments (par exemple, seulement la niacine, au lieu des équivalents en niacine pour calculer l'apport en niacine du régime). Cela signifie que les utilisateurs doivent être formés à évaluer les logiciels avant l'achat, surtout si celui-ci est acheté pour être utilisé par un grand nombre de personnes (par exemple, un système de santé regroupant plusieurs hôpitaux ou le personnel de santé d'une province ou d'un pays).

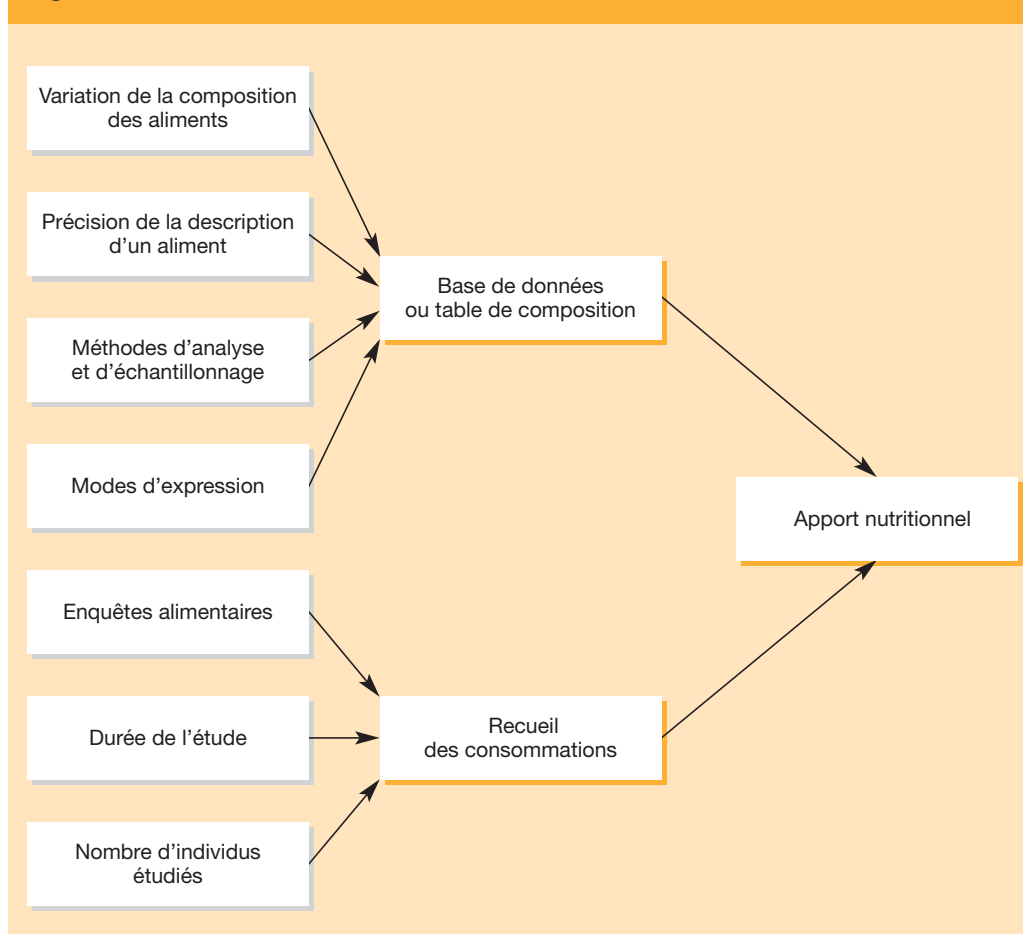
Les nombreuses fonctionnalités actuellement requises pour l'analyse des recueils alimentaires sont discutées en détail par Weiss (2001) et Stumbo (2001). Elles comprennent l'enregistrement des coordonnées du client; les possibilités de mise à jour de la banque de données de composition; la sélection et l'affichage des aliments avec leur composition en nutriments pour 100 g et par portion courante; le classement des aliments selon leurs teneurs en un nutriment; le calcul de la teneur en nutriments des recettes, régimes, menus, consommations alimentaires (à partir des enquêtes de consommation); la multiplication ou la division des apports en aliments ou nutriments par des facteurs tels que la journée, le menu ou d'autres variables d'intérêt; la comparaison des apports observés par rapport aux apports nutritionnels recommandés, la possibilité de calculer des moyennes ou de diviser en quantiles les apports alimentaires et nutritionnels d'un groupe de sujets; l'impression ou l'affichage des résultats sous forme de tableaux, listings ou graphiques; la sauvegarde des résultats obtenus ou leurs exportations pour d'autres applications statistiques; le calcul et l'impression d'étiquettes nutritionnelles; les ingrédients et la comparaison avec des références nutritionnelles; le calcul du coût des produits, repas et régimes; l'impression d'étiquettes pour les repas et pour les clients; l'établissement de régimes thérapeutiques, hospitaliers ou de recherche; l'établissement de listes d'aliments achetés d'après les différents coûts et l'ajustement de menus pour les accorder avec des besoins nutritionnels.

### Limites des méthodes de mesure des apports alimentaires

La méthode la plus fiable pour mesurer un apport individuel en nutriments est d'analyser les portions dupliquées des aliments consommés durant toute la période de l'enquête. Cette approche est rarement utilisée à cause de problèmes pratiques, du coût et du temps nécessaires pour les analyses. La meilleure méthode d'estimation des apports en nutriments est le croisement des données de composition avec les données des consommations alimentaires. Pour le moment, ce genre de calcul constitue probablement la principale utilisation des banques de données sur la composition des aliments.

Toutes les méthodes d'estimation des consommations alimentaires sont susceptibles de présenter un certain nombre d'erreurs. Ce n'est pas l'objet de cette publication de discuter en détail sur ce sujet et le lecteur intéressé peut se référer à plusieurs documents (Bingham, 1987, 1991; Gibson, 1990; Willett, 1998; Margetts et Nelson, 1997). Le problème majeur que posent toutes les enquêtes alimentaires est celui des nombreux oublis de report de consom-

**Figure 11.1** Facteurs influençant l'incertitude d'un apport nutritionnel



mation. Ils peuvent atteindre jusqu'à 70 pour cent dans certains cas selon Macdiarmid et Blundell (1998).

Il est clair qu'aux erreurs de calcul classiques s'ajoutent celles dues aux différences entre l'aliment effectivement consommé et celui dont la composition est enregistrée dans la banque de données. Cependant, on ne peut pas estimer que l'amélioration de la fiabilité des calculs d'apports nutritionnels calculés à partir d'une banque de données de composition passe par le perfectionnement de cette seule banque. La qualité des résultats dépend bien sûr de la banque de données mais aussi de la fiabilité avec laquelle les aliments ont été identifiés, de la précision avec laquelle les consommations alimentaires ont été enregistrées et de la perspicacité qui a prévalu à l'utilisation des programmes de calculs et des fichiers de données (figure 11.1).

### Évaluation d'une banque de données, d'une table ou d'un logiciel

La tâche de choisir la banque de données adéquate incombe invariablement aux nutritionnistes professionnels, particulièrement à ceux impliqués dans un projet de recherche. Comme il existe énormément de logiciels commerciaux dédiés au calcul des apports nutritionnels, les nutritionnistes ont besoin d'une formation pour savoir conduire cette évaluation et sélection. Celle-ci devrait faire partie de tout cursus professionnel ou universitaire d'enseignement de la nutrition. En général, les options qui s'offrent aux nutritionnistes sont les suivantes (adaptées des propositions de Perlof [1983]):

1. informatiser eux-mêmes un jeu de tables de composition ou développer une banque de données informatisée à partir de tables déjà disponibles (dans ce cas, il faut définir des critères de sélection des valeurs et les programmes de calcul des apports doivent être écrits);
2. se relier par modem à une banque de données existante;
3. acheter une banque de données sur disquette, CD-Rom ou téléchargeable sur Internet et rédiger les programmes de calcul d'apports en combinant données de composition et données de consommation;
4. acheter une banque de données accompagnée de ses programmes;
5. transmettre des données de consommation à un prestataire de service qui calculera les apports contre paiement.

Partant de ces considérations, il ne restera plus aux nutritionnistes utilisateurs que de savoir choisir la banque de données la plus appropriée et qui contient des données fiables sur des aliments, le plus possible comparables à ceux consommés et dont le logiciel d'exploitation est validé.

L'adéquation de la banque de données peut être déterminée en effectuant quelques tests et tâches classiques qui s'inspirent des grandes fonctionnalités énumérées ci-dessus (Hoover et Perloff, 1983, 1984). Comme contrainte complémentaire, on peut inclure le coût, la rapidité, la facilité et la commodité, le degré de formation nécessaire pour l'utiliser et les spécifications techniques relatives à l'ordinateur.

## Chapitre 12

### Besoins actuels et orientations futures

**D**epuis la première édition de ce livre (Greenfield et Southgate, 1992), plusieurs changements sont survenus dans le monde et ont influencé de façon significative les domaines de la production, de la gestion et de l'utilisation des aliments. Ils peuvent se résumer aux points suivants:

*Point 1.* Tout d'abord, il est particulièrement intéressant de noter que le rapport final de la Conférence internationale sur la nutrition (CIN) contient une Déclaration mondiale et un Plan d'action pour la nutrition (FAO/OMS, 1992) qui rappellent en plusieurs endroits qu'il existe un besoin en données sur la composition des aliments, particulièrement dans les sous-sections de la Section IV «Stratégies et Actions». Plus spécifiquement, à la Section IV.9.j on peut lire «soutenir et encourager ... le développement et l'utilisation d'informations locales sur la composition des aliments». Les conclusions de la CIN ont induit des initiatives dans plusieurs pays pour développer des plans d'action pour la nutrition et, par la suite, fournir des rapports sur l'application de ces plans. Le Plan d'action national pour la nutrition de la Nouvelle-Zélande (MOH, 1996) a insisté sur le fait que «la composition des aliments procure des informations essentielles pour une surveillance efficace de l'alimentation et de la nutrition. Pour rester opérationnelles, les banques de données de composition doivent être mises à jour en continu et élargies pour y inclure tant des données locales qu'internationales de composition des aliments adéquates».

*Point 2.* Les activités d'INFOODS sont maintenant centralisées par la FAO. En effet, la FAO avait initialement réduit son implication dans le travail de collecte des données de composition des aliments suite à la publication des tables sur la composition pour le Moyen-Orient (FAO, 1982) mais, en 1994, elle a renouvelé son engagement pour améliorer la qualité et la diffusion des données de composition dans les pays en développement. La FAO s'est associée à l'UNU pour contribuer pleinement à cet effort et assurer la coordination d'INFOODS. Après cette mise en commun des objectifs de l'UNU et de la FAO, INFOODS a pu s'installer au siège de la FAO à Rome en 1998 (voir Chapitre 1).

*Point 3.* En 1993 des rapports ont été publiés (Greenfield, 1995) consécutivement à la première Conférence internationale sur les données alimentaires qui avait été organisée à Sydney (Australie) sous la forme d'une rencontre satellite officielle dans le cadre du Congrès



international sur la nutrition de l'Union internationale des sciences de la nutrition (UISN). Ensuite, une série de conférences internationales sur ce thème a été organisée, chacune suivie d'actes publiés: Finlande en 1995 (Finglas, 1996), Rome en 1999 (Burlingame, 2000); Slovaquie en 2001 (Burlingame; 2002) et États-Unis en 2003 (Burlingame, 2004). En 1997, l'UISN a créé un groupe de travail au sein de la Conférence internationale sur les données alimentaires pour gérer les aspects organisationnels tels que la sélection des organisations hôtes, les lieux de réunion, l'aide à la publicité et à la recherche de financements (UISN, 2003). Toutes ces conférences et la publication de leurs actes ont fortement contribué à la promotion de la recherche sur la composition des aliments au niveau international. INFOODS (2003) accueille actuellement le site Internet pour la Conférence internationale sur les données alimentaires.

*Point 4.* Depuis le début des années 90, l'accès aux ordinateurs individuels est devenu quasi universel, avec un large accès à Internet offrant ainsi des possibilités illimitées en termes de mise à disposition à travers le monde des informations sur la composition des aliments. La première édition de ce livre (réalisée de 1983 à 1992) avait été réalisée en grande partie par l'envoi de messages télex et de brouillons par échanges de courriers, alors que cette seconde édition a été entièrement préparée par messagerie électronique et documents attachés. Aujourd'hui, on peut facilement avoir accès à des banques de données sur la composition des aliments sur Internet et les télécharger. Quelques-unes sont gratuites, par exemple Nutrition Society of Malaysia (2003), LATINFOODS (2003) et USDA (2003c). D'autres peuvent être achetées en ligne, par exemple la Banque de données allemande (Souci-Fachmann-Kraut, 2003). En Australie et en Nouvelle-Zélande, des banques de données simplifiées sur la composition des aliments locaux sont accessibles gratuitement via Internet pour permettre les calculs nécessaires à l'étiquetage des produits alimentaires (FSANZ 2003; Crop & Food Research, 2003) et plusieurs programmes de composition des aliments ont leur propres sites Internet, par exemple la Banque danoise de données de composition des aliments (Danish Veterinary and Food Administration, 2003). Un logiciel peut aussi être acheté sur Internet avec possibilité de téléchargement. Des banques de données et des logiciels peuvent même être téléchargés sur des périphériques palm top.

S'il existe toujours un danger que la mise à disposition sur Internet des données de composition des aliments puisse conduire à télécharger des données inappropriées ou de mauvaise qualité (ou sans indication de source), Internet représente une potentialité illimitée dans ce domaine.

Burlingame *et al.* (1995b) furent les premiers à souligner le potentiel énorme offert par les photos d'aliments en tant qu'outil d'accompagnement et de développement des données de composition des aliments. Il serait très judicieux que les sites Web proposent beaucoup plus de données reliées à des photos d'aliments et d'étiquettes. Dans ce domaine, le site en ligne du *Regulatory fish encyclopedia* (FDA, 2003) est exemplaire car il montre des photos de produits de la pêche à l'état cru ou préparé comme pour une vente au détail. Celles-ci sont présentées avec des informations taxonomiques et des photos de gels d'électrophorèse servant à leur identification, et bien que ce site ne soit pas relié à une banque de données sur la compo-

sition du poisson, il a le mérite de démontrer les possibilités qui existent pour les autres aliments en général.

Le développement de formations en ligne sur la production, la gestion et l'utilisation des données de composition des aliments apparaît comme une prochaine étape essentielle à mettre en œuvre.

*Point 5.* L'intérêt grandissant pour l'épidémiologie nutritionnelle continue d'être le moteur d'une demande croissante d'informations améliorées sur la composition des aliments. D'importantes études épidémiologiques prospectives commencent à offrir des résultats qui démontrent l'importance de cette approche dans l'analyse des relations entre l'alimentation et la santé. Les études épidémiologiques requièrent des banques de données spécifiques à leurs besoins (Slimani, Riboli et Greenfield, 1995). Des études multicentriques ou multinationales ont besoin de banques de données spécifiques sur la composition des aliments capables de produire des résultats comparables (c'est-à-dire où les différences entre les banques de données nationales ne créent pas de biais d'interprétation) (Deharveng *et al.*, 1999; Charrondiere *et al.*, 2002).

*Point 6.* Le développement rapide des normes sanitaires internationales et une tendance vers l'uniformisation des législations alimentaires dans le monde ont été les principaux moteurs de l'amélioration des méthodes d'analyse et des systèmes d'assurance de la qualité en vue de garantir la fiabilité et la compatibilité des résultats provenant de différentes parties du monde. La Commission mixte FAO/OMS du Codex Alimentarius est devenue le point de référence pour tous les pays dans la formulation, l'harmonisation et la mise en œuvre généralisée de normes alimentaires (FAO/OMS, 1999). D'autres événements, comme l'intégration européenne des marchés de denrées alimentaires a créé un besoin d'harmonisation et de contrôle des réglementations sanitaires (Goenaga, 1994). Buss *et al.* (1998) ont identifié que la composition des aliments était une des priorités en matière de ressources à mobiliser au niveau de l'Union européenne. En Europe, il existe une organisation très active pour l'intercomparaison des méthodes d'analyse et la préparation de matériaux de référence certifiés (Finglas, 1996; Vahteristo *et al.*, 1996; van den Berg *et al.*, 1996) comparable à celle qui existe en Asie (Puwastien, 2000). Ces développements ont contribué à l'amélioration des performances des laboratoires et à la qualité des données.

L'objectif principal du projet INFOODS (sous l'égide de laquelle ce livre a été produit) est de développer un réseau international des systèmes de données sur les aliments et l'intégration des collectes locales, nationales et régionales de données sur la composition des aliments. Une liste des centres régionaux INFOODS se trouve à l'Annexe 1.

La recherche de compatibilité n'exige pas l'adoption d'un format unique ou le développement d'une banque de données universelle qui répondrait à tous les besoins présents et futurs; l'objectif est plutôt que les données puissent être fusionnées (Southgate, 1985), échangées et interprétées sans ambiguïté ni perte d'informations (Klensin, 1992). Bien que quelques éléments essentiels, tels que les modes d'expression et la codification des aliments et des nutriments, doivent être les mêmes, une exigence principale pour atteindre la compatibilité est que les données soient de grande qualité. Un utilisateur doit être sûr que les données s'accordent suffisamment bien avec la tâche à accomplir.

La thèse développée dans la première édition de ce livre était que la mise à disposition de données de composition fiables dépendait de l'intégration d'une série de concertations impliquant les utilisateurs de données, les analystes produisant les données et les compilateurs de banques de données. La bonne qualité des données doit être prise en compte dès le départ. Comme il est décrit tout au long de ce livre, des initiatives considérables ont été entreprises pour faire avancer cet objectif.

## Autres besoins dans le domaine des études

La préparation d'une édition révisée des anciennes directives a fait apparaître qu'un certain nombre de projets pourraient faire avancer le développement des banques de données sur la composition des aliments. Ils sont présentés ci-dessous suivant l'ordre de leur apparition dans ce livre.

### **Données de composition pour les études nutritionnelles quantitatives**

Une banque de données sur la composition des aliments exhaustive et représentative des aliments disponibles est un outil important à toute recherche quantitative en nutrition, évaluation nutritionnelle et au développement de politiques alimentaires et nutritionnelles.

La validité des études en épidémiologie nutritionnelle repose sur des données fiables de consommation et de composition des aliments. Des erreurs dans l'établissement d'associations entre l'alimentation et la santé ou la maladie sont souvent dues à l'insuffisance de données de composition et de consommation. Par conséquent, un projet de banque de données sur la composition des aliments doit être intégré dans un programme national de recherche sur la nutrition, comme le Programme sur la nutrition humaine de l'USDA (USDA, 2003d) qui déclare:

*La mission du programme sur la nutrition humaine est de conduire une recherche fondamentale et appliquée pour identifier et comprendre comment les nutriments et d'autres constituants bioactifs alimentaires affectent la santé. Le but ultime de cette recherche, basée sur l'alimentation, est d'identifier les aliments et les régimes qui, couplés aux aspects génétiques et à l'activité physique conservent ou améliorent la santé humaine tout au long de la vie. Les composantes de ce programme de recherche comprennent: les besoins nutritionnels; le régime, les aspects génétiques, le mode de vie, la prévention de l'obésité et des maladies; la surveillance nutritionnelle; la composition des aliments; les stratégies d'intervention pour promouvoir la santé des groupes à risque; les substances végétales et animales utiles pour l'amélioration de la santé; la biodisponibilité des nutriments et des constituants alimentaires (comme les phytonutriments et substances phytochimiques).*

### **Harmonisation internationale des projets de composition des aliments**

Les projets mis en place pour la collecte de données sur la composition des aliments ont été différents selon les pays. Les différences reflétaient souvent des différences historiques sur la manière dont la science nutritionnelle s'était développée dans les pays. Cela a exigé un certain

degré d'harmonisation et le développement de normes compatibles sur la qualité des données, ce qui a entraîné le développement de quelques principes pour l'organisation d'études standardisées sur la composition des nutriments.

Lors de la révision et des consultations pour la réédition de ces directives, il est apparu clairement que le principe organisationnel le plus important est toujours la coopération entre les utilisateurs (réels et potentiels), ceux impliqués dans l'échantillonnage et l'analyse, et les compilateurs. L'implication de ces trois groupes d'acteurs dans toutes les étapes du programme est probablement le moyen le plus important et efficace pour obtenir des données de qualité. La prise en compte à posteriori de la qualité des données par les compilateurs conduit invariablement à un rejet de données qui auraient pu atteindre un niveau acceptable souhaité si la concertation avait été introduite auparavant. Un système d'assurance de la qualité au sein d'un laboratoire d'analyse est essentiel mais il doit être intégré dans toutes les procédures analytiques pour être efficace. Cette affirmation est aussi vraie aujourd'hui que lorsque la première édition de ce livre a été réalisée.

### **Aliments nécessitant une collecte de données**

Le nombre d'aliments disponibles dans toutes les banques de données existantes est très limité comparé au nombre d'aliments effectivement consommés. Cette situation va certainement persister quelque temps car les financements nécessaires pour préparer des banques de données vraiment exhaustives sont considérables. Il est par conséquent essentiel que des priorités soient définies quand de futurs programmes d'analyses seront planifiés et de ne proposer de nouvelles analyses que si l'on a la preuve que des changements compositionnels significatifs ont eu lieu ou si de nouvelles données sur les nutriments sont requises.

Il y existe trois grands groupes d'aliments pour lesquels la disponibilité en données est manifestement limitée et pour lesquels des travaux analytiques seraient utiles.

**Aliments non cultivés.** Ces aliments sont couramment consommés par plusieurs groupes et peuvent avoir une grande importance en période de crise alimentaire suite à de mauvaises récoltes des plantes cultivées. Des études systématiques sur la composition des aliments non cultivés améliorent les études nutritionnelles sur les populations qui les consomment (par exemple Brand-Miller *et al.*, 1993; Kuhnlein *et al.*, 1979; Kuhnlein *et al.*, 2002). De telles études pourraient fournir aussi des informations sur les espèces de plantes pouvant être recommandées pour un développement futur (par exemple Dawson, 1998).

**Cultivars individuels.** Plusieurs études ont démontré que différents cultivars de la même espèce peuvent avoir des compositions différentes (Huang, Tanudjaja et Lum, 1999). Avec les avancées des biotechnologies, la documentation sur la composition de la biodiversité alimentaire, cultivar par cultivar, devrait devenir une priorité (Kennedy et Burlingame, 2003). Cela représente une condition préalable au lancement de nouveaux cultivars génétiquement modifiés, comme cela a été recommandé récemment par la Commission internationale du riz (FAO, 2002, Kennedy, Burlingame et Nguyen, 2003).

**Aliments préparés et aliments composés.** Les aliments sont souvent consommés sous cette forme. Dans plusieurs bases de données, les mesures analytiques directes sont limitées, ce qui oblige à les calculer à partir de recettes. Bien que cette approche soit indispensable, on a besoin de la compléter et, idéalement, de la remplacer par des données analytiques. De telles études exigeraient qu'une attention particulière soit accordée à la conception des protocoles d'échantillonnage.

### Nutriments demandant des compléments

L'obtention de données analytiques pour combler les lacunes observées dans la plupart des banques de données dépend en partie de l'existence de méthodes d'analyse adaptées, comme il en sera discuté plus loin. Ce sont les exigences nutritionnelles qui déterminent quels nutriments doivent être étudiés en priorité. Les données sur les glucides et les fibres alimentaires des aliments sont maintenant disponibles à travers le monde, bien qu'il existe des vides pour plusieurs aliments dans plusieurs pays. Les méthodes d'analyse des acides gras sont maintenant bien connues et on a publié plusieurs données originales et compilations sur les acides gras (Quigley *et al.*, 1995; Exler, Lemar et Smith, 2003; Mann *et al.*, 2003). On a de toute urgence besoin de données sur les folates, particulièrement à cause de leur importance dans le développement neurologique du fœtus et pour régler la question de la supplémentation obligatoire ou volontaire des aliments par de l'acide folique. De nouvelles données sur les caroténoïdes (ceux ayant ou non une activité provitamine A) ont été introduites dans des banques de données (Chug-Ahuja *et al.*, 1993), ainsi que sur les phytoestrogènes, bien que ces données ne proviennent que de sources peu nombreuses. D'autres constituants de grand intérêt et qui ont besoin d'être étudiés, ont été identifiés par Pennington (2002).

Les études sur la masse osseuse et l'ostéoporose ont révélé un besoin urgent en données sur la vitamine D des aliments. Un regain d'intérêt pour cette vitamine a récemment ressurgi et, alors que certaines compilations sont reconnues comme périmées, les nouvelles données sont lentes à produire (Holden, Laboratoire sur la composition en nutriments des États-Unis, communication personnelle, 2002). De nouvelles données sur la vitamine K sont également nécessaires depuis la prise de conscience de l'importance de ce nutriment dans le bilan osseux (Buttriss, Bundy et Hughes, 2000; Bolton-Smith *et al.*, 2000; Shearer et Bolton-Smith, 2000).

### Recherches sur l'échantillonnage

Pour définir des plans d'échantillonnage, il est nécessaire d'avoir une base expérimentale. Malgré l'importante variabilité des aliments, il n'y a eu que quelques études sur les facteurs de cette variabilité et sur son ampleur, essentiellement limitées à quelques aliments de base. Elles ont rarement été menées dans un but nutritionnel. Ces études pourraient rejoindre celles sur les sources de variation de la composition nutritionnelle pour les aliments les plus consommés.

Les effets de la préparation des échantillons sont couramment étudiés dans des programmes sur la composition des aliments. Il serait souhaitable de conduire ces recherches dans des conditions plus standardisées afin de pouvoir les publier. Cela serait utile à tous les chercheurs intéressés dans ce domaine.

### Nomenclature des aliments

Des études détaillées sur la nomenclature des aliments ont été réalisées par McCann *et al.* (1988) et Truswell *et al.* (1991). Des exercices formels de classifications des aliments ont été effectués dans le cadre du projet Eurocode (Arab, 1985; Arab, Wittler et Schettler, 1987). Ils ont été très utiles pour contrôler la source majeure d'erreurs dans l'utilisation des données de composition, à savoir une mauvaise identification des aliments. Ce travail a été repris en profondeur par LanguaL (Pennington *et al.*, 1995; Møller et Ireland, 2000b). Ces systèmes permettent d'atteindre un niveau de «complexité élégante» qui les rend difficiles à utiliser de façon simple. Il est, par conséquent, important de concevoir quelques procédures de contrôle pour évaluer les systèmes de nomenclature au fur et à mesure de leur développement. Quelques auteurs estiment qu'on ne pourra jamais arriver à un système unique de nomenclature des aliments acceptable sur le plan international (Burlingame, 1998). Néanmoins, cette tâche très importante se continue sous les auspices d'un Comité international technique mis en place par INFOODS avec pour objectif de superviser et de centraliser le travail effectué en matière de codification et de description des aliments afin de pouvoir les harmoniser autant que faire se peut (INFOODS, 2003).

### Besoins d'amélioration des méthodes d'analyse

Depuis la première édition de ce livre publiée en 1992, une explosion s'est produite dans le développement des méthodes d'analyse, particulièrement due à la reconnaissance mondiale des normes alimentaires de composition et aux besoins, dans plusieurs pays, d'un étiquetage nutritionnel (Gouvernement du Canada, 2002; CE, 1990; Code des réglementations fédérales des États-Unis, 2003; FAO/OMS, 2001). Cette explosion a eu pour conséquence qu'un analyste est difficilement expert pour toutes les méthodes et pour tous les constituants et a créé un besoin urgent de partager les connaissances et les informations entre analystes, compilateurs et utilisateurs de banques de données.

La nécessité de valider les méthodes d'analyse des vitamines est urgente, spécialement pour les caroténoïdes (ayant une activité provitamine A ou non), les folates et la vitamine D. Dans tous ces cas, ces procédures doivent absolument permettre de mesurer séparément les différents vitamères. Ces données ainsi que les estimations de l'activité biologique des différents vitamères donneraient de meilleures estimations de l'activité de la vitamine que celles actuellement disponibles. Toutes les méthodes d'analyse des vitamines demandent beaucoup de temps et sont par conséquent très coûteuses; concevoir des procédures spécifiques et rapides devient hautement prioritaire.

Pour quelques nutriments inorganiques, la mesure de la spéciation pourrait être utile car c'est un déterminant important pour la biodisponibilité (par exemple le fer héminique et non héminique).

La méthodologie pour mesurer les fibres alimentaires se développe rapidement; des progrès significatifs ont été faits pendant la préparation de ce livre. Néanmoins, on n'est pas encore arrivé à un niveau où la méthode peut être employée dans des travaux de routine pour une grande variété de matrices. Cela reste encore un but légitime de recherche.

Pour plusieurs méthodes, il est nécessaire d'élargir la gamme des matrices alimentaires couvertes, non pas nécessairement parce que ces méthodes sont inappropriées, mais simplement parce que leur application à une plus grande échelle n'a pas été étudiée. Une étude sur la composition des aliments couvre souvent beaucoup d'aliments et, pour cette raison, il serait utile que les possibilités d'application de quelques méthodes puissent être étendues à une grande variété de matrices. Des méthodes bien testées sur de larges domaines d'application sont nécessaires. Dans l'avenir, on espère que des méthodes instrumentales non destructives seront développées, telles que les méthodes RMN, SPIR et bien d'autres, car elles offrent un potentiel certain à cet égard.

L'analyse nutritionnelle est une branche spécialisée de l'analyse des aliments et, depuis la première édition de ce livre, plusieurs nouveaux livres et manuels plus exhaustifs et extrêmement utiles ont été édités (voir Annexe 7).

### **Assurance de la qualité des données**

L'importance d'un système d'assurance de la qualité dans un laboratoire d'analyse est expliquée au Chapitre 8. De tels systèmes ont bénéficié d'études interlaboratoires, d'étalons standards et de matériaux de référence certifiés (MRC) comme décrit ci-dessus, mais beaucoup de travail reste encore à faire.

La gamme des MRC discutée au Chapitre 8 demande à être élargie, spécialement pour les nutriments les plus labiles et les «nouveaux» composants tels que les substances phytochimiques.

### **Gestion des systèmes de banque de données**

Les tables de composition des aliments tapées à la machine ou sur une feuille de calcul, avec leur format bidimensionnel, ne permettant pas ou peu de documentation pour chaque valeur sont maintenant dépassées. Les systèmes de gestion de banque de données relationnelles facilitent une compilation bien documentée des données sur la composition des aliments, incluant des valeurs analytiques jusqu'au plus fin niveau de désagrégation. Ces systèmes peuvent procurer aux utilisateurs finaux des affichages souples pour sélectionner, visualiser et éditer les données et leurs documentations d'information dans des formats pratiques pour eux. L'information est stockée dans la banque de données de façon à éviter les redondances et permettre une extension à des métadonnées si et quand elles sont définies dans des directives de gestion des données. De même, les procédures pour calculer et utiliser les teneurs en constituants seront modulaires en fonction des besoins de l'utilisateur, préférablement définies par des directives reconnues sur le plan international (Unwin et Becker, 2002). Une acceptation à grande échelle des formats internationaux d'échange des données de composition faciliterait également un échange rapide et simple (Klensin, 1992).

### **Besoins de recherche sur les méthodes de compilation**

Le plus important est qu'il y ait plus de données sur la composition des aliments publiées dans la littérature scientifique et que leur qualité s'améliore. Cela peut être obtenu en deman-

dant plus de renseignements sur les échantillons analysés et, spécialement, un examen approfondi des méthodes d'analyse par le comité de lecture. Des détails doivent être fournis sur l'assurance de la qualité appliquée. Actuellement, dans beaucoup d'articles, les chapitres relatifs aux méthodes ne remplissent même pas les critères de base pour fournir suffisamment de détails pour permettre à un professionnel compétent de refaire l'analyse décrite. Il est donc important que ce standard minimal soit atteint et, de préférence, amélioré.

Les procédures formelles pour l'examen des données analytiques provenant de sources publiées et non publiées ont besoin d'amélioration. De telles recherches doivent proposer de nouveaux indices objectifs de qualité des données qui témoignent de la fiabilité probable des données. L'utilisation des indices intuitifs comme des nombres réels représente des sources d'erreurs potentielles. L'analyse formelle des valeurs dans le processus de compilation doit conduire à des estimations plus objectives et constantes de la qualité des données. Quelques étapes en cette direction ont été franchies, par exemple par le développement de systèmes d'évaluation de données sur plusieurs nutriments (Holden, Bhagwat et Patterson, 2002).

L'application d'une bonne pratique scientifique au processus de compilation assure une qualité certaine. Cela inclut: la répétition indépendante des mesures, le maintien de standards professionnels, la documentation exhaustive des données, une meilleure pratique dans la gestion des données, la réévaluation des données originales et la traçabilité des sources de données (Office of Science and Technology, 1998; Office of Research Integrity, 1998).

### **Utilisation des données sur la composition des aliments**

On peut interroger une banque de données de plusieurs façons. À un niveau simple, la composition d'un aliment peut être sélectionnée pour information ou examen mais, dans la majorité des cas, les données sont requises pour une combinaison d'aliments. L'exactitude avec laquelle la banque de données prédit la composition de telles combinaisons d'aliments est actuellement un domaine de recherche. Toutes les banques de données ont des limites pour prédire avec exactitude les variations dans la composition des aliments. Les futurs travaux de recherche doivent définir et aller au-delà de ces limites. De plus, les études épidémiologiques à grande échelle (Riboli, 1991) ont des besoins particuliers dans l'utilisation des banques de données sur la composition des aliments. Par exemple, le besoin d'analyser des données d'apports nutritionnels sur la base d'ingrédients individuels plutôt que sur des aliments composés peut exiger des applications spécialisées.

Il semble que les principales exigences restent la production de meilleures données sur les variations dans la composition en nutriments des principaux aliments, l'élimination des valeurs manquantes et l'ajout de plus d'aliments dans la banque de données. Néanmoins, des études sont nécessaires pour estimer l'importance de chacun de ces trois éléments avant que des ressources financières substantielles ne soient allouées à leur résolution.

Dans les pays où l'étiquetage nutritionnel des aliments est d'usage, des données fiables provenant de l'industrie alimentaire peuvent aussi constituer un facteur majeur dans l'amélioration de l'exactitude des banques de données.



### **Formation et éducation**

Il est important de remarquer que les objectifs d'harmonisation internationale et la bonne gestion des données ne peuvent être atteints que par la formation. La formation permettra de développer un réseau de professionnels ayant les mêmes objectifs et capables de contribuer au développement d'approches communes pour l'organisation de projets sur la composition des aliments, la nomenclature des aliments, l'analyse et l'expression des nutriments, ainsi que l'échantillonnage et les systèmes d'assurance de la qualité des données. Ainsi, les données deviendront plus compatibles et leur qualité continuera à s'améliorer.

Des cours sur l'analyse des nutriments dans les aliments sont maintenant plus fréquents dans la formation des chimistes analystes, des scientifiques de l'alimentation, des nutritionnistes et des diététiciens, y compris au niveau des universités. En plus, l'introduction du projet INFOODS dans le programme de travail de la FAO a conduit au développement de cours internationaux de courte durée sur l'analyse des aliments et, en collaboration avec l'Université de Wageningen, dans le domaine de la production, la gestion et l'utilisation des données sur la composition des aliments.

Le prochain développement attendu depuis longtemps est que les bases de l'analyse des nutriments fassent partie des thèmes principaux de formation des professionnels de l'alimentation tels que les diététiciens et les nutritionnistes. Ces professionnels sont en effet le plus souvent des compilateurs de banques de données en même temps que les principaux utilisateurs. La formation en ligne serait souhaitable dans le futur; cela est devenu possible par le développement de l'Internet, l'usage répandu des ordinateurs et le fait que l'utilisation de l'ordinateur est à présent une partie intégrante de la formation scolaire.

### **Conclusion**

Pour conclure, il est toujours nécessaire de prôner un changement d'attitude fondamentale vis-à-vis des études sur la composition des aliments au sein des sciences de la nutrition. Les données quantitatives de la composition des aliments forment pratiquement la base de toute recherche qualitative sur la nutrition humaine et du développement des politiques alimentaires et nutritionnelles aux niveaux national et international. Les banques de données sur la composition des aliments représentent les outils scientifiques de base à partir desquels toutes les autres études se développent. Il est vital pour le développement des sciences de la nutrition que ces outils fondamentaux soient maintenus et développés en tant que partie intégrante d'une activité globale de recherche sur la nutrition.