

commission du codex alimentarius **F**



ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 3 de l'ordre du jour

CX/NFSDU 09/31/3 - Rév
juillet 2009

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME

Trente et unième session
Düsseldorf (Allemagne)
2 – 6 novembre 2009

LISTE DE MÉTHODES POUR LES FIBRES ALIMENTAIRES À L'ÉTAPE 7

(Préparée par un groupe de travail électronique, dirigé par la France, avec l'aide de l'Australie, de l'Argentine, du Brésil, du Canada, du Mexique, de la Nouvelle-Zélande, de la Suède, du Royaume-Uni, des États-Unis d'Amérique, de l'AAF, de l'AIDGUM, de la CIAA, et de l'ILSI)

Les gouvernements et organisations internationales intéressées sont invités à soumettre des observations ou informations relatives au présent document, de préférence par courriel, à: M. Georg Müller, Federal Ministry of Food, Agriculture and Consumer Protection, Rochusstraße 1, 53123 Bonn, Germany, télécopie: +49 (228) 99 529 49 65, courriel: ccnfsdu@bmelv.bund.de avec une copie au: Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome (Italie), télécopie +39-06-5705-4593, courriel: codex@fao.org avant le 15 septembre 2009.

1.- GÉNÉRALITÉS¹

1. À sa 32^e session, la Commission du Codex Alimentarius a adopté le projet de tableau (dispositions sur les fibres alimentaires) contenant la définition sur les fibres alimentaires, transmis par la 30^e session du Comité.²
2. Le Comité a également rappelé qu'une liste des méthodes recommandées a déjà été préparée par un groupe de travail électronique dirigé par les délégations de la Suède et de la France (voir Annexe II de l'ALINORM 08/31/26), il y a quelques années. Toutefois, étant donné que plusieurs dispositions ont récemment été ajoutées à la définition des fibres alimentaires lors de la 30^e session, le Comité a indiqué que la liste de méthodes présentée dans cette annexe est susceptible de nécessiter une mise à jour. Le Comité a donc demandé la mise en place d'un groupe de travail électronique, dirigé par la délégation française, ouvert à tous les membres et observateurs du Codex et travaillant exclusivement en anglais pour:

¹ Voir ALINORM 09/32/26, par. 49-54.

² Voir ALINORM 09/32/26 – Annexe II.

- examiner et mettre à jour, comme il convient, la liste des méthodes d'analyse à l'Annexe II, en tenant compte des nouvelles dispositions figurant dans le projet de définition des fibres alimentaires imposant le choix de méthodes d'analyse, ainsi que des éventuelles informations relatives aux nouvelles méthodes disponibles;
 - étudier comment les résultats de différentes méthodes spécifiques aux divers types de fibres alimentaires pourraient être combinés pour aboutir à la teneur totale en fibres alimentaires d'un aliment;
 - évaluer la performance des méthodes pour mesurer différents types de fibres alimentaires ;
 - faire des recommandations quant à des méthodes d'analyse pour les fibres alimentaires dans différentes matrices alimentaires ;
 - examiner la note de bas de page 1 et préparer une recommandation pour la réviser au besoin en ce qui concerne les méthodes d'analyse.
3. La délégation française est reconnaissante pour les contributions reçues de l'Australie, de l'Argentine, du Brésil, du Canada, du Mexique, de la Nouvelle-Zélande, de la Suède, du Royaume-Uni, des États-Unis d'Amérique, de l'Association des amidonniers et féculiers (AAF), de l'Association internationale pour le développement des gommes naturelles (AIDGUM), de la Confédération des industries agro-alimentaires de l'Union européenne (CIAA) et de l'Institut international des sciences de la vie (ILSI) pour l'importante contribution de chacun à la rédaction de ce document de travail.
4. Les participants ont fourni de nombreuses informations au groupe de travail électronique sur les méthodes d'analyse des fibres diététiques. Afin de garder ce document de travail aussi concis et précis que possible, seules les informations jugées pertinentes au regard des questions mentionnées dans le mandat du groupe de travail électronique (voir par. 2 ci-dessus) ont été présentées sous forme de tableau dans l'annexe afin de fournir les informations de référence essentielles.

2.- CRITÈRES GÉNÉRAUX DU CODEX POUR LA SÉLECTION DE MÉTHODES D'ANALYSE³

5. Les principes du Codex Alimentarius stipulent les méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans le cadre du champ d'application du Codex Alimentarius. La Commission du Codex Alimentarius exige *«l'inclusion de toutes les méthodes d'analyse et d'échantillonnage jugées nécessaires»* [dans la rubrique pertinente d'une norme], *soit expressément, soit par voie de référence, (...)*, et fait remarquer que, *«si le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a jugé deux méthodes ou plus équivalentes, elles peuvent être considérées comme des alternatives»*. Par ailleurs, la Commission a adopté les principes suivants destinés aux Comités sélectionnant des méthodes d'analyse pertinentes pour tester la conformité avec les normes du Codex spécifiques aux produits alimentaires:

«(a) Il convient de privilégier des méthodes d'analyse officielles élaborées par des organisations internationales se chargeant d'un aliment individuel ou d'un groupe d'aliments.

«(b) La préférence doit être donnée aux méthodes d'analyse, dont la fiabilité a été établie en ce qui concerne les critères suivants, sélectionnés comme il convient: (i) la spécificité, (ii) l'exactitude, (iii) la précision; la répétabilité intralaboratoire (dans le laboratoire), la reproductibilité inter-laboratoire (au sein du laboratoire et entre les laboratoires), (iv) la limite de détection, (v) la sensibilité, (vi) la faisabilité et l'applicabilité dans des conditions normales de laboratoire et (vii) d'autres critères qui peuvent être retenus au besoin.

«(c) La méthode doit être sélectionnée sur la base de la faisabilité et il convient de privilégier les méthodes applicables à un usage courant.

³ Voir Manuel de procédure – 18^e édition – p. 16 (par. 2), 48, 109 – 110, respectivement.

«(d) Toutes les méthodes d'analyse proposées doivent être directement appropriées à la norme Codex à laquelle elles sont destinées.

«(e) Les méthodes d'analyse uniformément applicables à divers groupes doivent être préférées aux méthodes ne pouvant être utilisées que pour des produits de base individuels.»

6. La suggestion d'un membre «de fournir uniquement des directives générales quant aux méthodes d'analyse des fibres alimentaires dans les Directives du Codex concernant l'étiquetage nutritionnel» semble donc incompatible avec la procédure établie par la Commission du Codex Alimentarius, la décision lors de la dernière session du Comité de «mettre à jour» la liste proposée et le mandat de ce groupe de travail électronique. Le fait que la définition adoptée laisse le soin à chaque membre du Codex de décider d'inclure ou non certains types de composés ne cadre pas avec son mandat : la sélection d'une méthode d'analyse d'une catégorie particulière de composés chimiques (pouvant faire partie des «fibres alimentaires» selon la définition de la Commission du Codex Alimentarius) repose sur son applicabilité et dépend de la décision d'un membre du Codex d'accepter ou non cette catégorie de composés au sein de celle des «fibres alimentaires».
7. Il a été demandé au Comité par le CCFL, un comité à vocation analogue, d'apporter une contribution technique afin de développer l'entrée sur les fibres alimentaires dans le «Tableau des conditions applicables à la teneur en éléments nutritifs» (autrement dit «source de» et «a une teneur élevée en», repris dans les *Directives pour l'emploi des allégations relatives à la nutrition et à la santé* (CAC/GL 23). Il suffit que les méthodes d'analyse, recommandées dans ce document, permettent de vérifier si un produit, indiquant une allégation relative à la teneur en élément nutritifs⁴ sur son étiquetage, respecte la disposition applicable à cette condition dans CAC/GL 23.

3.- EXAMEN DES MÉTHODES D'ANALYSE POUR LES FIBRES ALIMENTAIRES

3.1- Utilisation des méthodes d'analyse officielles de l'AOAC

8. Les méthodes officielles de l'AOAC sont reconnues dans le monde entier pour l'étiquetage général de la teneur en éléments nutritifs dans des aliments ainsi que pour les allégations relatives à la nutrition et à la santé. Les méthodes de l'AOAC sont conçues pour être précises dans le cas des matrices alimentaires étudiées, rentables et reproductibles dans différents environnements analytiques sur lesquels l'industrie se base. Il s'agit des méthodes existantes les plus étudiées et les plus validées pour la quantification des composants des aliments. Ces méthodes ont été évaluées sur le plan scientifique pour devenir des méthodes de référence.
9. Aucune méthode validée de l'AOAC ne peut mesurer tous les glucides non digestibles dans les aliments. L'AOAC 991.43 est l'une des méthodes les plus répandues pour mesurer les fibres alimentaires 'totales'. Tant cette méthode que l'AOAC 985.29 mesurent les polysaccharides insolubles et les composants solubles de haut poids moléculaire, c'est à dire ceux précipités par l'alcool. Aucune ne mesure pleinement la fraction d'amidon résistant ni ne permet de couvrir totalement les composants d'oligosaccharides non digestibles que les membres du Codex peuvent décider d'intégrer dans la définition des fibres alimentaires.
10. Plus précisément, elles quantifient une partie seulement des amidons résistants totaux, de l'inuline, de la polydextrose, des fructo-oligosaccharides, des maltodextrines résistantes et d'autres oligosaccharides résistants. De plus, certains oligosaccharides ne sont pas du tout mesurés.
11. Compte tenu de la complexité de la structure moléculaire des fibres, des méthodes AOAC additionnelles ont par la suite été développées pour mesurer des composants spécifiques des fibres alimentaires dans les aliments (ex.: AOAC 999.03 pour les fructanes). En se concentrant sur un composant, ces méthodes

⁴ «Une allégation relative à la teneur en éléments nutritifs est une allégation décrivant la teneur d'un élément nutritif contenu dans un aliment». (Voir Section 2.1.1 dans CAC/GL 23-1997).

s'avèrent plus spécifiques et précises et facilitent ainsi la détection des fibres présentes dans les produits alimentaires. Chose tout aussi importantes, ces méthodes spécifiques aux composants facilitent les analyses de routine rentables.

3.2- Nouvelle méthode en attente de statut AOAC

12. L'absence de procédures validées permettant de combiner des méthodes de l'AOAC⁵ pour déterminer la teneur totale en fibres a maintes fois posé question lors des interminables discussions sur la définition des fibres alimentaires.
13. En réponse à ce vide méthodologique, une nouvelle méthode intégrée d'analyse des fibres alimentaires totales a été développée par McCleary (McCleary, 2007). Celle-ci mesure les fibres alimentaires totales (dont l'amidon résistant, les oligosaccharides non digestibles et les glucides disponibles. Reposant essentiellement sur des méthodes AOAC officielles existantes (AOAC 991.43, AOAC 2001.03, et AOAC 2002.02), cette nouvelle méthode intégrée recourt à des conditions similaires à celles décrites dans la méthode AOAC officielle 2002.02 (amidon résistant) et la méthode AOAC officielle 991.43 pour quantifier les polysaccharides résistants de poids moléculaire élevé. Un autre processus similaire à celui décrit dans la méthode AOAC officielle 2001.03 permet de mesurer les oligosaccharides non digestibles à partir d'un DP de 3 jusqu'à la limite de solubilité de tout oligosaccharide particulier dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau⁶.
14. Cette nouvelle méthode intégrée ouvre la voie à l'analyse de l'ensemble des fibres alimentaires couvertes par la définition du Codex. A l'heure de la rédaction de la présente, l'étude collaborative était achevée et le manuscrit⁷ avait été soumis à *JAOAC Int.* pour analyse. Les directeurs de l'étude ont recommandé l'adoption de la méthode comme première méthode d'action officielle d'AOAC International..

3.3 - Autres méthodes

15. Les méthodes PNA⁸ ne sont pas des techniques de routine appropriées compte tenu de leur incapacité à soutenir la définition du Codex désormais arrêtée sur les fibres alimentaires. Les méthodes mesurant les seuls PNA⁹ donnent des estimations plus basses que les méthodes applicables aux fibres alimentaires totales dans les aliments contenant de l'amidon résistant, des oligosaccharides résistants et/ou de la lignine (ex.: farine complète, céréales transformées pour produire de l'amidon résistant) (EFSA, 2007).

⁵ Considérez par exemple la proposition figurant dans: *Comprehensive Measurement of Total Non-Digestible Carbohydrates in Foods by Enzymatic-Gravimetric Method and Liquid Chromatography* – Toyohide Nishibata, Kouichi Tashiro, Sumiko Kanahori, Machiko Kitagawa, Kazuhiro Okuma et Dennis T. Gordon : «Les glucides totaux non digestibles (NDC) dans les aliments ont été déterminés en combinant, et non en modifiant, les méthodes officielles de l'AOAC 991.43, 2001.03 et 2002.02. (...) Cet étude a utilisé et vérifié une étape innovante: la capacité à mesurer l'ensemble des NDO dans les échantillons sur la base du protocole LC inhérent à la méthode 2001.03 de l'AOAC. (...) En combinant et en élargissant les capacités analytiques de trois méthodes AOAC, une protocole exhaustif a été réalisé pour mesurer l'ensemble des NDC dans les aliments, y compris les NDO qui auparavant ne pouvaient pas être mesurés avec la méthode AOAC 991.43». (J. Ag. Food Chem. – à paraître).

⁶ L'éthanol surnageant peut contenir des glucides ayant un DP bien supérieur à 10, en particulier s'il est très ramifié. Ce n'est donc pas une méthode de facto pour un DP compris entre 3 et 10. La méthode intégrée quantifiera toutefois précisément le DP supérieur à 3 après avoir combiné les fractions.

⁷ *Determination of Total Dietary Fibre (CODEX Definition) by Enzymatic-Gravimetric Method and Liquid Chromatography: Collaborative Study*. (B.V. McCleary, J.W. DeVries, J.I. Rader, G. Cohen, L. Prosky, D.C. Mugford, M. Champ, et K. Okuma (2009)).

⁸ «FA = fibres alimentaires» – «FPM = faible poids moléculaire» — «AR = amidon résistant»– «MDR = maltodextrine résistante» – «TGOS = Trans-galactooligosaccharides».

⁹ Ex.: Englyst et al, 1992 Eur J Clin Nutr 46, S33-S50. & 2000 *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, pp. 4246-4262 - Il ne s'agit pas d'une méthode AOAC approuvée par une étude collaborative: impossible d'obtenir des résultats reproductibles sur des échantillons inconnus dans et entre des laboratoires partenaires. Cependant, quelques pays utilisent encore les méthodes du Dr. Englyst.

16. Pour ce qui est des versions actualisées de la méthode NPA (Englyst et al, 1994, Wood et al, 1993, Pendlington et al 1996) tenant compte de l'option de la mesure des oligosaccharides résistants en tant que sucres composants (Quigley et al, 1999) et de l'amidon résistant au moyen de la méthode (Englyst et al, 1992, 2000), il n'existe pas à ce stade de publication sur les protocoles et données de validations pertinentes obtenus par un projet de la FSA (Royaume-Uni).

4.- CONCLUSIONS

4.1 - Choix de méthodes d'analyse des fibres alimentaires

17. Il n'est de toute évidence pas réalisable d'avoir un laboratoire de contrôle officiel surveillant régulièrement la teneur en fibres totales dans divers aliments dont la composition nutritionnelle n'est pas connue, en déployant plusieurs méthodes complémentaires afin de déterminer la teneur globale en fibres alimentaires. A cet égard, les méthodes reprises en annexe peuvent être divisées en trois catégories:

- Trois méthodes générales: la méthode du tampon de phosphate AOAC 985.29, la méthode du tampon organique AOAC 991.43, et la méthode des sucres composants par chromatographie en phase gazeuse AOAC 994.13, donnent des résultats équivalents. Ces méthodes sont des techniques AOAC reconnues, utilisées dans le monde entier et applicables dans la majorité des cas à des analyses de routine.

Les méthodes AOAC 991.43 et AOAC 985.29 (= PROSKY) sont similaires et reposent sur le même principe.

La méthode AOAC 991.43 offre simplement une alternative pour le protocole qui permet d'obtenir séparément les fibres insolubles (IDF) et une précipitation des fibres solubles dans l'éthanol (SDF). Les fibres totales (TDF = IDF + SDF) obtenues par les 2 méthodes prennent les mêmes catégories de polysaccharides. Seule la fraction du poids moléculaire élevé de la polydextrose est déterminée par ces 2 méthodes, en raison du faible DP moyen de la polydextrose (compris entre 10 et 12).

La méthode AOAC 994.13 donne des informations sur les composants qui constituent les polymères glucidiques, l'amylase résistante et la lignine Klason (la portion non glucidique de la fibre alimentaire). Cette méthode analyse séparément chaque composant et la valeur totale est bien corrélée au résultat des méthodes AOAC gravimétriques traditionnelles (AOAC 985.29 et 991.43). Cette méthode est particulièrement appréciée dans les études nutritionnelles et technologiques, suivant des modifications au niveau de la teneur et de la composition. Elle présente un avantage par rapport aux méthodes AOAC gravimétriques traditionnelles : le fructose (comprenant les fructo-oligosaccharides) est complètement retiré des analytes. Ce composant peut donc être déterminé avec l'une des méthodes AOAC officielles pour cet analyte et ajouté à la valeur de fibre alimentaire.

- Une méthode relative aux fibres alimentaires à faible poids moléculaire combinée à une méthode générale: l'AOAC 2001.03, en plus de mesurer les fibres alimentaires des 3 méthodes générales ci-dessus, quantifie les fibres alimentaires à faible poids moléculaire, à savoir les oligosaccharides résistants tels que les maltodextrines résistants, les fructanes, les *trans*-galactooligosaccharides et la polydextrose, en recourant à une technique chromatographique liquide pour mesurer la teneur en polysaccharides solubles résistants non isolés par précipitation alcoolique. Cette méthode ne quantifie pas la totalité de l'amidon résistant dans les échantillons d'aliments.
- Sept méthodes spécifiques: AOAC 992.28 et AOAC 995.16 pour les β -D-glucanes, AOAC 997.08 et 999.03 pour les fructanes, AOAC 2000.11 pour la polydextrose, AOAC 2001.02 pour les *trans*-galactooligosaccharides, et 2002.02 pour l'amidon résistant. Ces méthodes spécifiques permettent de quantifier des composants particuliers des fibres alimentaires. Elles reposent essentiellement sur une hydrolyse enzymatique des polymères, suivie par une détection par colorimétrie ou chromatographie des monosaccharides libérés. Elles sont limitées en ce sens que le type de fibre alimentaire doit généralement être connu avant l'analyse.

4.2- Risque de double emploi ou couverture insuffisante

18. La définition englobe un éventail de types différents de polymères glucidiques qui sont couverts dans diverses mesures par différentes méthodes analytiques. Elle engendre des problèmes potentiels de double emploi lorsqu'une fraction glucidique est en partie ou totalement mesurée par plusieurs méthodes. Citons par exemple l'inuline de haut poids moléculaire qui, en plus d'être mesurée spécifiquement par des méthodes de mesure des fructanes par des moyens enzymatiques-chimiques, est partiellement couverte dans les autres méthodes enzymatiques-gravimétriques. Les méthodes enzymatiques-gravimétriques AOAC 991.43 et 985.29 couvrent également une partie mais pas tout l'amidon résistant, d'où les éventuels problèmes de double emploi si ces données sont ensuite combinées avec celles obtenues par une détermination spécifique distincte de l'amidon résistant. Il est également possible d'obtenir une valeur plus faible que prévue en cas de couverture insuffisante d'une fraction spécifique au moyen de méthodes particulières.
19. Compte tenu du haut degré de spécificité associé à la plupart des méthodes chimiques directes, les problèmes liés à la combinaison de résultats émanant de diverses méthodes sont atténués.

4-3 Modification de la note de bas de page 1

20. Plusieurs délégations ont proposé de modifier la note de bas de page 1 actuelle, les amendements proposés étant globalement similaires sur le plan de l'intention. La nouvelle formulation suggérée la plus concise pourrait être recommandée comme texte révisé remplaçant la note de bas de page 1 actuelle:

«¹Si elles sont d'origine végétale, les fibres alimentaires peuvent comprendre des fractions de lignine et/ou d'autres composants associés avec des polysaccharides dans les parois cellulaires végétales. Ces composants peuvent également être mesurés par des méthodes d'analyse AOAC pour les fibres alimentaires. Cependant, ils ne sont pas inclus dans la définition des fibres alimentaires s'ils sont extraits et réintroduits dans un aliment.»

5.- RECOMMANDATIONS

21. Le Comité pourrait vouloir étudier quatre recommandations du groupe de travail électronique:
- (i) ce dernier suggère au Comité de transmettre les méthodes d'analyse des fibres alimentaires citées dans le tableau ci-après à la Commission du Codex Alimentarius pour adoption¹⁰, celles-ci étant les plus adéquates pour quantifier les fibres alimentaires dans les aliments relevant de la définition des fibres alimentaires, adoptée par la Commission du Codex Alimentarius, en vue de modifier la liste actuelle des Méthodes recommandées d'analyse et d'échantillonnage [CODEX STAN 234] en insérant une nouvelle rubrique sur les «Fibres alimentaires» comme suit:

¹⁰ Les méthodes sont classées en fonction de leur numéro AOAC et l'agencement du tableau est identique à celui de la Norme CODEX STAN 234.

Norme	Dispositions	Méthode	principe	Type
Fibres alimentaires	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et substances aux parois cellulaires végétales.	AOAC 985.29	Enzymatique gravimétrique	III
Fibres alimentaires	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et substances aux parois cellulaires végétales	AOAC 991.43	Enzymatique gravimétrique	III
Fibres alimentaires	(1→3)(1→4) <i>Bêta</i> -D-glucanes	AOAC 992.28	Enzymatique	III
Fibres alimentaires	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau, quantifiées en tant que sucres composants neutres, acides uronique et lignine Klason	AOAC 994.13	Enzymatique chimique	III
Fibres alimentaires	<i>Bêta</i> -D-glucanes	AOAC 995.16	Enzymatique	III
Fibres alimentaires	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, fructooligosaccharides)	AOAC 997.08	Enzymatique et HPAEC-PAD	III
Fibres alimentaires	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, fructooligosaccharides)	AOAC 999.03	Enzymatique et colorimétrique	III
Fibres alimentaires	Polydextrose	AOAC 2000.11	HPAEC-PAD	III
Fibres alimentaires	TGOS	AOAC 2001.02	HPAEC-PAD	III
Fibres alimentaires	Quantité totale des fibres alimentaires dans les aliments contenant de la maltodextrine résistante	AOAC 2001.03	Enzymatique-gravimétrique et chromatographie liquide	II
Fibres alimentaires	Amidon résistant et fibres algales (recommandé pour RS3)	AOAC 2002.02	Enzymatique	type III (
Fibres alimentaires	Polysaccharides solubles + insolubles + lignine + amidon résistant + oligosaccharides	McCleary 2007	Enzymatique-gravimétrique et chromatographie liquide haute pression	IV (en attente de validation complète, par la suite de type II)
Fibres alimentaires	Glucanes et mannanes insolubles d'écorces de levure (uniquement pour les	Eurasyp (European	Chimique et HPAEC-PAD	IV

Norme	Dispositions	Méthode	principe	Type
	écorces de levure)	association for specialty yeast product) ¹¹ – LM Bonanno. Biospringer- 2004		
Fibres alimentaires	Fructo-oligosaccharides (Fructo-oligosaccharides avec DP<5)	Ouarné et al. 1999 dans <i>Complex Carbohydrates in Foods</i> . Edition: S. Sungsoo, L. Prosky et M. Dreher. Marcel Dekker Inc, New York	HPAEC-PAD	IV

(ii) Suggère également d'assigner des types de Codex à chaque méthode comme proposé dans la colonne à l'extrême-droite du tableau ci-dessus.

(iii) En outre, le groupe de travail électronique propose au comité d'envisager l'inclusion de la nouvelle méthode d'analyse pour les fibres alimentaires totales (McCleary, 2007), une fois son processus AOAC achevé (cf. tableau ci-dessus).

(iv) Le GT électronique ne recommande pas d'inclure les méthodes, mentionnées aux par. 15 et 16 de la liste à ce stade; afin de ne pas retarder l'adoption d'une liste de méthodes d'analyse, il suggère au Comité de reporter l'étude de cette question à plus tard, après la publication des informations pertinentes et si une demande formelle de révision de la liste, qui appelle de nouveaux travaux, est introduite par un membre à l'avenir.

(v) Le groupe de travail électronique propose de modifier la note de bas de page jointe à la définition comme suggéré au par. 20 plus haut.

¹¹ Méthode en ligne à l'adresse suivante: <http://www.eurasyp.org/public.technique.home.screen>.

Annexe

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
AOAC 985.29	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et substances aux parois cellulaires végétales.	Prosky et al. 1992	Enzymatique gravimétrique	45.4.07, 32.1.16, 45.4.08	Mesure les fibres solubles et insolubles: quantifie l'essentiel mais pas la totalité de l'AR, une partie de l'inuline, une partie de la polydextrose (uniquement la fraction de poids moléculaire élevé). Ne couvre pas les oligosaccharides non digestibles précipités dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau.	Tous types de matrices. Méthode robuste étudiée en long et en large sur un large éventail de matrices.	La précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau ne permet pas nécessairement de précipiter les fibres en raison de leur DP. L'inclusion en tant que fibre dépend de l'insolubilité de la solution et non du DP.	Aucun équipement spécial requis, peut fonctionner dans quasi n'importe quel laboratoire au monde. Temps écoulé par échantillon: environ deux jours. Mais le temps d'analyse par échantillon est < 1 heure.

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
AOAC 991.43	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et substances aux parois cellulaires végétales	Lee et al	Enzymatique gravimétrique	32.1.17	Mesure les fibres solubles et insolubles: quantifie l'essentiel mais pas la totalité de l'AR, une partie de l'inuline, une partie de la polydextrose (uniquement la fraction de poids moléculaire élevé). Ne couvre pas les oligosaccharides non digestibles précipités dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau.	Tous types de matrices. Méthode robuste étudiée en long et en large sur un large éventail de matrices.	La précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau ne permet pas nécessairement de précipiter les fibres en raison de leur DP. L'inclusion en tant que fibre dépend de l'insolubilité de la solution et non du DP.	Aucun équipement spécial requis, peut être réalisé dans quasi n'importe quel laboratoire au monde. Temps écoulé par échantillon: environ deux jours. Mais le temps d'analyse par échantillon est < 1 heure.
AOAC 992.28	(1→3)(1→4) <i>Bêta</i> -D-glucanes	Zygomias et al.	Enzymatique	32.2.06	Bêta-glucanes dans les céréales mais pas ceux provenant d'écorces de levure.	Méthode robuste étudiée en long et en large sur un large éventail de matrices applicables.	Aucun impact sur la méthode car les polysaccharides sont hydrolysés.	Aucun équipement spécial. Peut être exécuté dans la plupart des laboratoires.

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
AOAC 994.13	Fibres alimentaires traditionnelles en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau, quantifiées en tant que sucres composés neutres, acides uroniques et lignine Klason	Theander et al.	Enzymatique chimique	45.4.11	Comprend la détermination de la lignine, mesure les fibres solubles et insolubles: quantifie l'essentiel mais pas la totalité de l'AR, une partie de l'inuline, une partie de la polydextrose (uniquement la fraction de poids moléculaire élevé). Ne couvre pas les oligosaccharides non digestibles précipités dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau.	Tous types de matrices	La précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau ne permet pas nécessairement de précipiter les fibres en raison de leur DP. L'inclusion en tant que fibre dépend de l'insolubilité de la solution et non du DP.	Mesure chimique des résidus secs au lieu de la méthode gravimétrique comme dans l'AOAC 991.43 ou l'AOAC 985.29. Simple et utilisé dans le monde entier. Temps écoulé par échantillon: environ deux jours. Mais le temps d'analyse par échantillon est < 1 heure.
AOAC 995.16	Bêta-D-glucanes	McCleary & Codd, 1991	Enzymatique	32	Bêta-glucanes dans les céréales mais pas ceux provenant d'écorces de levure	Méthode robuste basée sur les mêmes principes que la méthode 992.28 qui a été étudiée en long et en large sur un vaste éventail de matrices applicables.	Aucun impact sur la méthode car les polysaccharides sont hydrolysés.	Aucun équipement spécial. Peut être exécuté dans la plupart des laboratoires.

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
AOAC 997.08	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, fructooligosaccharides)	Hoebregs, 1997	Enzymatique et HPAEC-PAD	45.4.06A	Inulines et fructooligosaccharides	Applicable à la détermination de la teneur en fructanes dans les produits bruts et aliments transformés.	Pas important pour la méthode car les polysaccharides sont hydrolysés.	Aucune interférence des matrices en raison de la technique chromatographique utilisée (HPAEC-PAD). Utilisé dans le monde entier. Pas très simple mais précis pour une teneur en fructanes > 1%. Équipement spécifique (HPAEC-PAD) requis.
AOAC 999.03	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, fructooligosaccharides)	McCleary & Blakeney, 1999 McCleary et al., 2000	Enzymatique et colorimétrique	45.4.06B	Inulines et fructooligosaccharides : les fructanes sont hydrolysés en fructose après transformation du sucrose en fructose et glucose et le fructose ainsi que le glucose libres sont transformés en alcool de sucre. Fructose hydrolysé à partir de fructanes mesurés par colorimétrie.	Applicable à la détermination du fructane dans les aliments. Non applicable aux polyfructoses dépolymérisés (par voie acide ou enzymatique).	Pas important pour la méthode car les polysaccharides sont hydrolysés:	Les matrices peuvent interférer dans la réponse colorimétrique et déboucher sur une surestimation de la teneur en fibres. - Seuls quelques laboratoires appliquent cette méthode - Aucun équipement spécifique. Moins précis que l'AOAC 997-08.
AOAC 2000.11	Polydextrose	Craig et al., Journal of AOAC International 84 (2), 472 - 478, 2001	HPAEC-PAD	45.6.06C	Méthode spécifiquement conçue pour la polydextrose, mais d'autres oligosaccharides résistants peuvent interférer avec le signal de la polydextrose sur le HPAEC-PAD.	Méthode validée pour une série d'aliments solides et de boissons (biscuits, boissons, chocolat, marmelades, thé, bonbons au chocolat au lait, thé glacé, biscuits sucrés, gelée de	Aucune séparation n'est effectuée entre les <DP10 et les >DP10. Méthode développée spécifiquement pour la polydextrose (DP moyen de 10-12), d'autres polysaccharides de taille similaire pourraient donc	Méthode pouvant être utile associée à d'autres méthodes AOAC pour donner une mesure de la teneur totale en fibres alimentaires(TDF). - Utilisation indispensable de la norme appropriée. Matériel spécifiques requis (HPAEC-PAD)

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
						raisin, bonbons mous à gelée, boisson en poudre)	interférer (risque de co-élution dans le cas de matrices complexes)	
AOAC 2001.02	TGOS	De Slegte	HPAEC-PAD	45.4.12	La méthode est spécifique aux trans-galacto-oligosaccharides	Biscuits, produits laitiers, jus, préparations pour nourrissons,...	Aucun impact sur la méthode car les polysaccharides sont hydrolysés.	Le lactose libre est pris en compte par le protocole: les sucres libres avec teneur en lactose sont mesurés au cours de la première étape et les sucres libérés par transgalactosidase lors de la deuxième étape. Aucune interférence des matrices en raison de la technique chromatographique utilisée (HPAEC-PAD) - Détermination précise, grande sensibilité - Utilisé dans le monde entier.- Peu de laboratoires utilisent cette méthode.

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
AOAC 2001.03	Quantité totale des fibres alimentaires dans les aliments contenant de la maltodextrine résistante	Gordon et al 2000	Enzymatique-gravimétrique et chromatographie liquide	45.4.13	Mesure les fibres solubles et insolubles: mesure la plupart mais pas tout l'AR et les oligosaccharides résistants.	Tous types de matrices.	Tous les polysaccharides résistants à la digestion \geq DP3 sont considérés comme des fibres ; aucune séparation des $<$ DP10 et $>$ DP10	Les composés non glucidiques (glycoprotéine, composés phénoliques, cires, etc. se rapportant à la définition du CODEX) peuvent précipiter - Utilisé dans le monde entier. Moins simple à gérer par rapport à d'autres méthodes générales (en raison du HPLC) - Particulièrement intéressant si la teneur en fibres alimentaires à faible poids moléculaire (LMWSDF)(oligosaccharides résistants) est élevée - L'analyse HPLC des LMWSDF fournit une meilleure estimation de la teneur totale en fibres - Pas simple à mettre en œuvre dans des activités de routine de laboratoires. Prend du temps (3 jours) - Matériel spécifique nécessaire (HPLC) - Combinaison de la méthode des fibres alimentaires totales (AOAC 991.43; 985.29) et la détermination LC enzymatique de la maltodextrine résistante dans les aliments; AOAC 2001 03 est la méthode

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
								AOAC la plus exhaustive pour déterminer la teneur totale en fibres alimentaires (sauf RS3).
AOAC 2002.02	Amidon résistant et fibres algales	McCleary & Monaghan, 2002	Enzymatique	45.4.15	Méthode spécifique pour l'amidon résistant des types RS2 et RS3. Si utilisée avec l'AC 991.43, peut conduire à une surestimation de l'AR	Substances végétales et amidon contenant de l'amidon résistant (AR) d'une teneur comprise entre 2 et 64% sur le produit tel quel.	L'inclusion en tant que fibre/RS dépend uniquement de la solubilité au KOH aqueux et à l'alcool et pas du DP; les fibres solubles dans l'éthanol mais pas dans le KOH aqueux ne sont pas mesurées.	Aucun équipement spécifique
En attente de validation AOAC et adoption	Polysaccharides solubles + insolubles + lignine + amidon résistant + oligosaccharides	McCleary 2007	Enzymatique-gravimétrique et chromatographie liquide haute pression		Fibres alimentaires totales, amidon résistant, oligosaccharides non résistants.	Toutes les matrices alimentaires		Très prometteur pour la détermination de la teneur totale en fibres alimentaires dans les aliments. A les avantages de l'AOAC 991.43, l'AOAC 2001.03 et l'AOAC 2002.02. Mais pas complètement validé au moment de la rédaction de ce document; le protocole présenté est long et probablement coûteux. Matériel spécifique requis (HPLC)

Appellation	Composés quantifiés	Référence	Type	Chapitre	Performance pour la mesure de différents types de fibres alimentaires?	Performance dans différentes matrices alimentaires?	Comportement à un DP de 10 ?	Autres caractéristiques pertinentes
Détermination des glucanes et mannanes d'écorces de levure	Glucanes et mannanes insolubles d'écorces de levure	Eurasyp (European association for specialty yeast product) ¹² – LM Bonanno. Biospringer-2004	Chimique et HPAEC-PAD		Glucides (glucanes et mannanes) uniquement d'écorces de levure	Aucun test sur d'autres matrices alimentaires	Efficace pour un DP élevé ~ 10000	Développé spécialement pour l'écorce de levure avec hydrolyse acide en deux étapes. Les autres méthodes pour les glucides décrites dans la documentation ne sont pas commodes pour l'écorce de levure. Le DP des glucanes et mannanes est très élevé (10000-100000). Ces matrices résistent aux acides et enzymes avec une méthode classique.
	Fructooligosaccharides	Ouarné et al. 1999 dans <i>Complex Carbohydrates in Foods</i> . Edition: S. Sungsoo, L. Prosky et M. Dreher. Marcel Dekker Inc, New York	HPAEC-PAD		Méthode basée sur l'utilisation de normes spécifiques (GF ₂ , GF ₃ et GF ₄)	Méthode testée uniquement sur certains types de yaourts et biscuits (Répétabilité SD: 1.3 - 1.9%)	Méthode basée sur l'utilisation de normes spécifiques, pouvant donc distinguer différents DP (entre 3 et 5).	

¹² Méthode en ligne à l'adresse suivante: <http://www.eurasyp.org/public.technique.home.screen>.