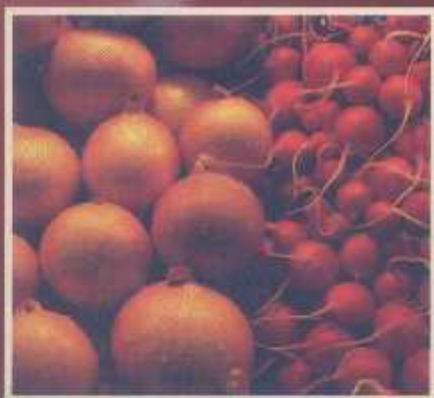


Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires

Jean Adrian
Jacques Potus
Annie Poiffait
Pierre Dauvillier



lavoisier

TEC
&
DOC

La recherche de la qualité des produits destinés à l'alimentation humaine autant que les performances en alimentation animale nécessitent des moyens d'analyse et de contrôle adaptés aux exigences. Les techniques analytiques ont très fortement évolué ces dernières années, en offrant des spécificités accrues.

Pour la détermination d'un critère donné, il est indispensable de connaître le domaine d'application du matériel et de la méthode. Une description précise de la technique au niveau théorique et pratique permet un choix judicieux.

L'intérêt d'un résultat analytique dans le domaine alimentaire est lié à sa signification nutritionnelle. Celle-ci ne peut être envisagée qu'à condition de connaître la fiabilité de la méthode, sa spécificité et le domaine de tolérance qui affecte le résultat.

Cet ouvrage réunit pour la première fois dans un même volume le maximum d'informations répondant aux attentes d'un lecteur nutritionniste ou analyste. Il couvre en effet tout le champ de l'analyse, depuis la description d'un prélèvement d'échantillon représentatif jusqu'à la signification nutritionnelle du résultat.

2-7430-0270-0



9782743002701

BL381

35580
(2)

Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires

Jean Adrian, Jacques Potus, Annie Poiffait

Chaire de biochimie industrielle et agroalimentaire
Conservatoire national des Arts et Métiers



Pierre Dauvillier

Conseiller scientifique, UFAC



LONDRES

Lavoisier
TEC
LE DOC
PARIS

NEW YORK

11, rue Lavoisier
F 75384 Paris cedex 08

Table des matières

L'étude de la nature suppose dans l'esprit deux qualités qui paraissent opposées, les grandes vues qui embrassent tout d'un coup d'œil et les petites attentions qui ne s'attachent qu'à un seul point.

Buffon, *Histoire naturelle générale et particulière*, 1^{er} discours, 1749.

Avant-propos.....	III
Liste des abréviations.....	XIII

Chapitre I

Exposé de la question

1.1. Généralités sur la composition d'un produit agroalimentaire.....	1
1.2. Les grandes classes d'analyse en agroalimentaire.....	2
1.3. Composition chimique : intérêt et limites.....	3
1.4. Valeur nutritionnelle.....	6
1.5. Qualité hygiénique et innocuité.....	7
1.6. Quelles analyses pour quels produits ?.....	8
1.7. Caractérisation de produits particuliers.....	12
1.8. Conclusions.....	15

Chapitre II

Préparation des échantillons

2.1. Constitution de l'échantillon représentatif.....	17
2.1.1. Produits secs en vrac.....	18
2.1.2. Produits secs ensachés.....	19
2.1.3. Produits liquides.....	20
2.2. Étude de l'homogénéité ou de l'hétérogénéité d'un lot.....	21
2.3. Homogénéisation fine et broyage.....	22
2.4. Entreposage, stockage.....	23
2.5. Techniques de minéralisation.....	24
2.5.1. Minéralisation par voie humide.....	24
2.5.2. Minéralisation par voie sèche.....	24
2.6. Techniques de solubilisation et d'extraction.....	25
2.6.1. Cas des substances hydrosolubles.....	25
2.6.2. Cas des substances hydrophobes.....	26

Chapitre III

Méthodes physicochimiques générales

3.1. Eau.....	29
3.1.1. Mesure de la teneur en eau.....	30
3.1.1.1. Méthodes de référence absolues.....	31
a. Méthode thermogravimétrique.....	31
b. Méthode de Karl Fischer.....	32
3.1.1.2. Méthodes thermogravimétriques de référence pratiques.....	33
3.1.1.3. Méthodes rapides.....	33
3.1.2. Mesure de l'activité de l'eau.....	33
3.1.2.1. Méthodes absolues.....	34
3.1.2.2. Méthodes étalonnées.....	35
3.2. Composés azotés.....	37
3.2.1. Dosage de l'azote total et estimation de la teneur en protéines brutes.....	38
3.2.1.1. Méthode de Kjeldahl.....	38
3.2.1.2. Méthode de Dumas.....	39
3.2.2. Dosage direct des protéines.....	40
3.2.3. Séparation des protéines par électrophorèse.....	42
3.2.4. Détermination de la composition en acides aminés totaux.....	42
3.3. Lipides.....	47
3.3.1. Extraction et dosage des lipides.....	47
3.3.1.1. Méthodes gravimétriques.....	48
3.3.1.2. Méthodes physicochimiques.....	50
a. Méthode réfractométrique.....	50
b. Méthode Foss Let.....	50
c. Méthode spectrométrique dans le proche infrarouge.....	50
d. Résonance magnétique nucléaire.....	50
3.3.2. Caractéristiques physicochimiques des lipides totaux.....	50
3.3.2.1. Indice de réfraction.....	51
3.3.2.2. Indice d'iode.....	51
3.3.2.3. Indice d'hydroxyle.....	51
3.3.2.4. Indice d'acide.....	51
3.3.2.5. Indice de saponification.....	52
3.3.2.6. Mesure de la teneur en insaponifiable.....	52
3.3.3. Fractionnement des constituants lipidiques.....	52
3.3.4. Dosage des acides gras.....	53
3.3.4.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	57
a. Préparation des esters.....	57
b. Choix du matériel et modalités opératoires.....	57
3.3.4.2. Chromatographie liquide haute performance (HPLC).....	59
3.3.5. Identification et dosage des stérols.....	57
3.3.5.1. Dosage des stérols totaux.....	57
a. Méthodes colorimétriques.....	57
b. Méthodes enzymatiques.....	57
3.3.5.2. Identification des stérols.....	57
3.4. Glucides digestibles.....	61
3.4.1. Dosage du réducteur total.....	61
3.4.2. Dosage global des sucres alcoolosolubles.....	61

3.4.2.1.	Dosage des sucres réducteurs	62
3.4.2.2.	Dosage des sucres totaux	62
3.4.2.3.	Dosage polarimétrique des sucres	63
3.4.3.	Dosage individuel des sucres	63
3.4.3.1.	Méthodes chromatographiques	63
a.	Chromatographie en phase gazeuse	63
b.	Chromatographie liquide haute performance	64
3.4.3.2.	Méthodes enzymatiques	65
a.	Dosage enzymatique des oses	65
b.	Dosage enzymatique des oligosides	66
3.4.4.	Dosage de l'amidon	66
3.4.4.1.	Après hydrolyse acide	66
3.4.4.2.	Après hydrolyse enzymatique	67
3.4.5.	Dosage de l'amidon endommagé	68
3.4.5.1.	Méthode enzymatique	68
3.4.5.2.	Méthodes non enzymatiques	68
3.5.	Glucides indigestibles ou fibre alimentaire	71
3.5.1.	Méthodes gravimétriques	74
3.5.1.1.	Méthode indirecte	74
3.5.1.2.	Méthode de « Weende » ou fibre brute	74
3.5.1.3.	Méthode de l'insoluble formique	75
3.5.1.4.	Méthode au détergent neutre et au détergent acide	75
3.5.1.5.	Méthode enzymatique	75
3.5.1.6.	Détermination de la lignine	76
3.5.2.	Méthodes colorimétriques	76
3.5.2.1.	Méthode de Southgate	76
3.5.2.2.	Dosage des hémicelluloses	77
3.5.3.	Méthodes chromatographiques	77
3.5.3.1.	Chromatographie en phase gazeuse	78
3.5.3.2.	Chromatographie liquide haute performance	78
3.6.	Valeur énergétique	80
3.7.	Éléments minéraux	83
3.7.1.	Prélèvement et traitement des échantillons	84
3.7.2.	Destruction de la matière organique	85
3.7.2.1.	Minéralisation par voie sèche	85
3.7.2.2.	Minéralisation par voie humide	85
3.7.2.3.	Minéralisation par micro-ondes	86
3.7.2.4.	Combustion confinée	86
3.7.2.5.	Fusion alcaline	86
3.7.2.6.	Combustion par plasma à basse température	86
3.7.3.	Méthodes chimiques	87
3.7.4.	Méthodes électrochimiques	88
3.7.4.1.	Potentiométrie	88
3.7.4.2.	Polarographie	88
3.7.4.3.	Redissolution anodique et cathodique	89
3.7.5.	Méthodes spectrométriques	89
3.7.5.1.	Spectrométrie d'émission atomique	90
3.7.5.2.	Spectrométrie d'absorption atomique	91
3.7.5.3.	Autres méthodes spectrométriques	92

3.7.6. Méthodes d'électrophorèse capillaire	92
3.7.7. Méthodes chromatographiques	93
3.8. Vitamines	98
3.8.1. Vitamines liposolubles	101
3.8.1.1. Vitamine A	101
3.8.1.2. Caroténoïdes	103
3.8.1.3. Vitamine D	104
3.8.1.4. Vitamine E	105
3.8.1.5. Vitamine K	107
3.8.2. Vitamines hydrosolubles	108
3.8.2.1. Vitamine B ₁	108
3.8.2.2. Vitamine B ₂	110
3.8.2.3. Vitamine B ₃	111
3.8.2.4. Vitamine B ₅	113
3.8.2.5. Vitamine B ₆	114
3.8.2.6. Vitamine B ₈	116
3.8.2.7. Vitamine B ₉	117
3.8.2.8. Vitamine B ₁₂	118
3.8.2.9. Vitamine C	118
3.9. Matières étrangères	127
3.9.1. Minéraux étrangers et/ou toxiques	128
3.9.2. Nitrates et nitrites	129
3.9.2.1. Méthodes d'extraction et de purification	129
3.9.2.2. Méthodes analytiques	130
a. Méthodes spectrophotométriques	131
b. Méthodes électrochimiques	133
c. Méthodes chromatographiques	133
d. Électrophorèse capillaire	133
3.9.3. Anhydride sulfureux et sulfites	134
3.9.3.1. Préparation des échantillons	134
3.9.3.2. Méthodes de dosage	135
a. Méthode iodométrique	135
b. Méthode de distillation-oxydation	135
c. Méthode « aération-oxydation »	135
d. Méthode polarographique	136
e. Méthodes chromatographiques	136
f. Méthodes colorimétriques en FIA	136
g. Méthode enzymatique	136
3.9.4. Toxines d'origine marine	137
3.9.4.1. Méthodes chromatographiques	137
a. Cas des saxitoxines ou toxines paralysantes	137
b. Cas des toxines domoïques ou toxines amnésiantes	137
c. Cas des toxines okadaïques ou toxines diarrhéiques	138
3.9.4.2. Autres méthodes	138
3.9.5. Mycotoxines	138
3.9.5.1. Aflatoxines	139
a. Méthodes chromatographiques en couche mince	140
b. Méthodes chromatographiques sur colonne	140

	c. Méthodes ELISA	141
	d. Dosage de l'afatoxine M ₁	141
3.9.5.2.	Ochratoxine	141
3.9.5.3.	Patuline	142
3.9.5.4.	Fumonisines	142
3.9.6.	Hydrocarbures aromatiques polycycliques et produits assimilés	143
3.9.6.1.	Hydrocarbures aromatiques polycycliques	144
3.9.6.2.	Carbolines	144
3.9.6.3.	Composés IQ	145

Chapitre IV

Analyses physicochimiques particulières

4.1.	Analyse des composés azotés	156
4.1.1.	Lysine disponible	156
4.1.2.	Hydroxyproline	158
4.1.3.	Digestion pepsique ou digestibilité <i>in vitro</i>	158
4.1.4.	Mesure de la protéolyse	159
	a. Azote solubilisé	159
	b. Azote aminé ou formol-titration	159
	c. Azote ammoniacal	160
4.1.5.	Amines biogènes	160
4.1.6.	Nitrosamines	162
4.2.	Altération des lipides	165
4.2.1.	Mécanisme de l'oxydation	165
4.2.2.	Estimation de l'oxydation des acides gras	166
4.2.2.1.	Mesure des produits primaires	167
	a. Méthode iodométrique	167
	b. Méthodes colorimétriques	168
	c. Méthode de colorimétrie/fluorimétrie	168
	d. Méthode chromatographique	168
4.2.2.2.	Mesure des produits secondaires	168
	a. Indice de <i>para</i> -anisidine	169
	b. Dosage du malonaldialdéhyde. Test à l'acide 2-thiobarbiturique (TBA)	169
	c. Dosage des produits secondaires autres que le malonaldialdéhyde	170
4.2.3.	Dosage des stérols oxydés (oxystérols)	170
4.2.4.	Dosage des acides gras <i>trans</i>	171
4.3.	Dégradation des glucides	173
4.3.1.	Acidité lactique (Dornic)	174
4.3.2.	Acide lactique	174
4.3.2.1.	Acide L (+) lactique	174
4.3.2.2.	Acides L (+) et D (-) lactiques	176
4.3.2.3.	Acides malique et lactique	176
4.3.3.	Estimation des conséquences des traitements thermiques sur les glucides	176

4.3.3.1.	Furfural et hydroxyméthylfurfural	176
4.3.3.2.	Caractérisation des composés d'Amadori	177
4.3.3.3.	Réductones	178
4.3.3.4.	Furosine	178
4.3.3.5.	Estimation des produits de la dégradation de Strecker	179
4.4.	Facteurs antinutritionnels	181
4.4.1.	Facteurs destructeurs de nutriments	181
4.4.1.1.	Produits d'oxydation lipidique	181
4.4.1.2.	Sulfites	181
4.4.1.3.	Thiaminases	182
4.4.2.	Facteurs inhibiteurs de l'efficacité nutritionnelle	182
4.4.2.1.	Antiprotéases	182
4.4.2.2.	Antiamylases	183
4.4.2.3.	Avidine	184
4.4.2.4.	Acide phytique	184
4.4.2.5.	Acide oxalique	185
4.4.2.6.	Tanins	186

Chapitre V

Méthodes immunochimiques

5.1.	Obtention du complexe antigène-anticorps	191
5.2.	Détection du complexe antigène-anticorps	193
5.2.1.	Mise en évidence d'une réaction secondaire à la formation du complexe antigène-anticorps	193
5.2.2.	Mise en évidence directe ou indirecte de la formation du complexe antigène-anticorps	194
5.2.2.1.	Techniques immunohistologiques	194
5.2.2.2.	Techniques radio-immunologiques	195
5.2.2.3.	Techniques immunoenzymologiques	195
a.	En milieu liquide homogène	195
b.	En milieu hétérogène	196
5.3.	Applications en agroalimentaire	197

Chapitre VI

Techniques microbiologiques : le dosage des vitamines du groupe B

6.1.	Principes généraux	203
6.2.	Préparation du dosage	206
6.3.	Réalisation du dosage	208
6.3.1.	En milieu liquide	208
6.3.2.	En milieu gélosé	209
6.3.3.	Microdosage	211
6.4.	Choix de la souche et spécificité de la réponse	211

Chapitre VII

Méthodes biologiques sur l'animal

7.1. Choix et justification des méthodes	215
7.2. Remarques générales sur l'expérimentation animale.....	218
7.3. Modalités d'une expérience de croissance	220
7.4. Mesure de la digestibilité	222
7.5. Mesure de la rétention ou utilisation métabolique	225
7.6. Biométrie des organes.....	227
7.7. Analyse corporelle.....	228
7.8. Mesure et signification des échanges respiratoires	229
7.9. Exemple de méthodes biologiques : la mesure de l'efficacité vitaminique....	230
7.9.1. Analyse des réserves vitaminiques	231
7.9.2. Utilisation de l'excrétion urinaire.....	231
7.9.2.1. Recherche de la carence en vitamine B ₁	232
7.9.2.2. Recherche de la carence en vitamine B ₆	232
7.9.2.3. Recherche de la carence en vitamine B ₁₂	233
7.9.3. Mesures basées sur les propriétés physiologiques des vitamines	233
7.9.3.1. Vitamine A	233
7.9.3.2. Vitamine D	234
7.9.3.3. Vitamine E.....	235
7.9.3.4. Vitamine C.....	235
7.9.3.5. Vitamines B	235
7.10. Annexe : schéma d'une cage à métabolisme.....	236

Chapitre VIII

Aperçu sur la mesure de l'innocuité

8.1. Toxicité aiguë : la dose létale 50.....	241
8.2. Toxicité chronique à 90 jours.....	243
8.3. Mutagénicité.....	244
8.4. Toxicité à long terme et cancérogenèse	245
8.5. Dose sans effet et Dose journalière admissible ou acceptable	246
8.6. Intérêt et limites des mesures toxicologiques.....	246
Liste des figures	249
Liste des tableaux	251
Masse atomique des éléments chimiques	254