

# Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires

Jean Adrian  
Jacques Potus  
Annie Poiffait  
Pierre Dauvillier



# 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<sup>er</sup> discours, 1749.

<b>Avant-propos.....</b>	<b>III</b>
<b>Liste des abréviations.....</b>	<b>XIII</b>

## 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.....	50
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 <sub>1</sub> .....	108
3.8.2.2. Vitamine B <sub>2</sub> .....	110
3.8.2.3. Vitamine B <sub>3</sub> .....	111
3.8.2.4. Vitamine B <sub>5</sub> .....	113
3.8.2.5. Vitamine B <sub>6</sub> .....	114
3.8.2.6. Vitamine B <sub>8</sub> .....	116
3.8.2.7. Vitamine B <sub>9</sub> .....	117
3.8.2.8. Vitamine B <sub>12</sub> .....	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'aflatoxine M <sub>1</sub> .....	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 malonalaldéhyde. Test à l'acide 2-thiobarbiturique (TBA) .....	169
c. Dosage des produits secondaires autres que le malonalaldéhyde .....	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
5.2.3. 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 <sub>1</sub> .....	232
7.9.2.2. Recherche de la carence en vitamine B <sub>6</sub> .....	232
7.9.2.3. Recherche de la carence en vitamine B <sub>12</sub> .....	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

<b>Liste des figures .....</b>	249
<b>Liste des tableaux .....</b>	251
<b>Masse atomique des éléments chimiques .....</b>	254