Données sur la composition des aliments

PRODUCTION, GESTION ET UTILISATION

H. Greenfield et
D.A.T. Southgate

Seconde édition

INFOODS

FAO
FIAT PANIS

Données sur la composition des aliments

Données sur la composition des aliments

PRODUCTION, GESTION ET UTILISATION

par
H. Greenfield
Université de New South Wales,
Sydney, Australie
et
D.A.T. Southgate
Ex-chercheur auprès de l'Institut de recherche sur l'aliment
Conseil de la recherche sur l'agriculture et l'aliment,
Norwich, Royaume-Uni

Éditeurs techniques:
B.A. Burlingame et U.R. Charrondière

Organisation
des Nations Unies
pour l'alimentation
et l'agriculture
Rome 2007

Production éditoriale, conception, édition graphique
et publication assistée par ordinateur
Sous-division des politiques et de l'appui en matière
de publications électroniques de la FAO

Les appellations employées dans ce produit d'information et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture aucune prise de position quant au statut juridique ou au stade de développement des pays, territoires, villes ou zones ou de leurs autorités, ni quant au tracé de leurs frontières ou limites. La mention de sociétés déterminés ou de produits de fabricants, qu'ils soient ou non brevetés, n'entraîne, de la part de l'Organisation des Nations pour l'alimentation et l'agriculture, aucune approbation ou recommandation desdits produits de préférence à d'autres de nature analogue qui ne sont pas cités.
Les opinions exprimées dans la présente publication sont celles du/des auteur(s) et ne reflètent pas nécessairement celles de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

ISBN 978-92-5-204949-4

Tous droits réservés. Les informations contenues dans ce produit d'information peuvent être reproduites ou diffusées à des fins éducatives et non commerciales sans autorisation préalable du détenteur des droits d'auteur à condition que la source des informations soit clairement indiquée. Ces informations ne peuvent toutefois pas être reproduites pour la revente ou d'autres fins commerciales sans l'autorisation écrite du détenteur des droits d'auteur. Les demandes d'autorisation devront être adressées au:
Chef de la Sous-division des politiques et de l'appui en matière de publications électroniques
Division de la communication, FAO
Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie
ou, par courrier électronique, à:
copyright@fao.org

© FAO 2007

Première édition anglaise publiée en 1992
par Elsevier Science Publishers.

Table des matières

	Avant-propos de la première édition	vii
	Préface de la seconde édition	ix
	Préface de la première édition	xi
	Remerciements	xiii
	Sigles et acronymes	xv
	Introduction	1
Chapitre 1	**Données et banques de données sur la composition des aliments**	5
Chapitre 2	**Lancement et organisation d'un programme sur la composition des aliments**	23
Chapitre 3	**Sélection des aliments**	35
Chapitre 4	**Sélection des nutriments et autres constituants**	51
Chapitre 5	**Échantillonnage**	69
Chapitre 6	**Choix des méthodes d'analyse et évaluation**	91
Chapitre 7	**Revue critique des méthodes d'analyse**	107
Chapitre 8	**Assurer la qualité des données analytiques**	163
Chapitre 9	**Principes et modes d'expression des données de composition des aliments**	179
Chapitre 10	**Considérations sur la qualité des résultats lors de la compilation d'une banque de données sur la composition des aliments**	189
Chapitre 11	**Reccomandations pour l'utilisation des données de composition des aliments**	207
Chapitre 12	**Besoins actuels et orientations futures**	219
	Annexes	
Annexe 1	Les centres de données régionaux INFOODS	229
Annexe 2	Calcul de la taille d'un échantillon	231
Annexe 3	Méthodes de préparation des aliments pour analyse	233
Annexe 4	Exemples de procédures de préparation des échantillons analytiques	238

Annexe 5	Calculs des teneurs en acides gras dans 100 g d'aliment et 100 g d'acides gras totaux	240
Annexe 6	Calcul de la composition des plats préparés à partir de recettes	242
Annexe 7	Liste des principaux ouvrages relatifs aux banques de données sur la composition des aliments	244
	Bibliographie	247
	Index des sujets traités	301

Avant-propos de la première édition

Depuis deux décennies environ en Europe, on a compris que la coordination de la production de tables de composition des aliments au niveau des différents pays européens aurait de gros avantages. Le développement des banques de données nutritionnelles informatisées, ont souligné les avantages potentiels de cette collaboration. Cette coopération peut contribuer à améliorer la qualité et la compatibilité des tables de composition européennes et des valeurs qu'elles contiennent. Cet objectif fut l'un des moteurs de l'initiative EUROFOODS dans les années 80 lorsqu'en Europe, ceux qui s'intéressaient aux données sur la composition des aliments ont commencé à travailler ensemble. Cette initiative a été renforcée par la réalisation du Projet EUROFOODS-Enfant qui est une action concertée financée dans le cadre du programme FLAIR (Food-Linked Agro-Industrial Research) de la Commission des communautés européennes.

Rapidement, les directives préliminaires pour la production, la gestion et l'utilisation des données de la composition des aliments préparées sous l'égide d'INFOODS (Réseau international de systèmes de données sur les aliments, un projet de l'Université des Nations Unies) ont été reconnues comme particulièrement applicables aux objectifs du projet FLAIR EUROFOODS. Ces directives ont été rédigées par deux experts reconnus. De nombreuses autres personnes associées à FLAIR EUROFOODS-Enfant ont apporté leurs conseils et critiques en plus de ceux donnés précédemment par INFOODS. Ces directives représentent donc un consensus entre des personnes responsables de la production et de l'utilisation des tables de composition des aliments et des banques de données nutritionnelles.

Je suis certain que cet ouvrage sera considéré par les personnes intéressées par le domaine de la production et de l'utilisation des données sur la composition des aliments comme un phare dans un océan où la visibilité est faible et rempli de dangers et d'épaves. Il fournira une lumière inestimable aux spécialistes européens, mais aussi à ceux du monde entier.

Clive E. West
Directeur de projet,
Projet FLAIR EUROFOODS-Enfant
Wageningen, février 1992

Préface de la seconde édition

La première édition de cet ouvrage a été largement utilisée au niveau mondial pour la formation des analystes et des compilateurs, en commençant par le premier cours de formation sur la composition des aliments organisé à Wageningen, aux Pays-Bas, en octobre 1992. Cinq cours ont ensuite été organisés à Wageningen, mais également dans des pays en développement dont un au Chili pour les pays de LATINFOODS, un à la Jamaïque pour les pays de CARICOMFOODS, un en Thaïlande pour les pays d'ASEANFOODS et SAARCFOODS et trois en Afrique du Sud pour les pays d'ECSAFOODS.

Ces cours de formation, réalisés par l'Université des Nations Unies/INFOODS à partir de cet ouvrage, ont révélé que des modifications étaient nécessaires pour mettre à jour le contenu et les figures afin, en particulier, de rendre cet ouvrage plus facilement utilisable au niveau international. Au fil des années, l'explosion du nombre de méthodes d'analyse a rendu cet ouvrage obsolète. De plus, la réalisation de programmes sur la composition des aliments au niveau mondial a accru les expériences internationales. Cependant, la révision du livre n'était pas possible en tant qu'entreprise commerciale. Bien que plusieurs cours d'enseignement supérieur, surtout dans les pays industrialisés, utilisent cet ouvrage, le coût très élevé de la première édition empêchait qu'il soit acheté tout autant par les bibliothèques, les individus ou les programmes locaux sur la composition des aliments. Enfin, lorsque la première édition a été épuisée, les droits d'auteurs sont revenus aux auteurs d'origine.

En 2001, Barbara Burlingame, directrice d'INFOODS (Organisation des Nations Unies pour l'agriculture et l'alimentation, [FAO]), a proposé de rédiger une seconde édition du livre – idée qui a enthousiasmé les auteurs. La proposition était de réviser et de mettre à jour la première édition à la lumière des commentaires des stagiaires des cours des 10 années précédentes, et d'intégrer de meilleures méthodes d'analyse (sans pour cela exclure les anciennes méthodes pouvant encore être utilisées dans certaines régions du monde où l'accès à un matériel sophistiqué et coûteux est limité). Il a aussi été proposé que la FAO commercialise ce livre, édité à un prix abordable, et supervise sa traduction dans les principales langues de l'Organisation des Nations Unies pour le mettre ensuite sur son site Web pour un accès en ligne. Les auteurs ont accueilli cette proposition avec enthousiasme car le but original de l'ouvrage a toujours été qu'il soit largement diffusé à un prix abordable pour les étudiants et les utilisateurs de terrain, en particulier ceux des pays en développement.

La seconde édition a été préparée par courrier électronique accompagné de réunions occasionnelles afin de définir le rôle respectif des auteurs et de la FAO, et pour identifier les sections nouvelles ou révisées à intégrer dans la nouvelle édition. David Southgate a travaillé

sur des banques de données bibliographiques, rassemblées par Heather Greenfield pour la période allant de 1990 à nos jours, utilisant son expérience inégalable de compilateur des tables britanniques et ses discussions avec les stagiaires qui ont participé aux formations organisées aux Pays-Bas et dans les autres parties du monde. Sur cette base, il a préparé une première version exhaustives de la nouvelle édition qui comprenait également quelques sections préparées par Heather Greenfield et les commentaires de personnes faisant partie de la liste de distribution d'INFOODS.

Une réunion éditoriale, avec la participation de Barbara Burlingame, s'est tenue à Norwich au Royaume-Uni et a permis une révision approfondie du texte, notamment pour y intégrer les éléments requis par la FAO. Les chapitres initiaux ont été révisés par des spécialistes, et la version finale est le résultat d'une vérification et d'une révision attentive de Heather Greenfield, Barbara Burlingame et Ruth Charrondière (FAO). Elles ont collaboré par courrier électronique et, lorsque cela a été possible, ont consulté l'ensemble des sources d'informations originales. Barbara Burlingame a supervisé la préparation du texte final selon les formats de la FAO.

Comme pour la première édition, les auteurs expriment des opinions personnelles dans cet ouvrage. Ainsi, nous pensons que, sans contribution analytique, il n'existe pas de méthode à priori pour obtenir des données sur la composition des aliments. L'ouvrage reconnaît, d'une part, que les laboratoires et les ressources financières sont limités dans presque tous les pays et que, d'autre part, beaucoup de données sur la composition des aliments existent aussi dans les sources publiées, non publiées et les autres banques de données. Mais, il est essentiel de définir un usage adéquat de ce matériel. Pour cette raison, ce livre a porté une grande attention à l'évaluation des données publiées pour s'assurer de leur qualité et de leur possibilité d'utilisation en combinaison avec des valeurs analysées. Nous pensons que cet ouvrage, utilisé avec d'autres documents d'INFOODS, contribuera à améliorer la qualité des données sur la composition des aliments au niveau international.

Préface de la première édition

En 1972, le Groupe des nutritionnistes d'Europe a organisé à Zurich (Suisse) un groupe de travail pour analyser les principes à utiliser lors de la préparation de tables nationales sur la composition des aliments. Un petit livre a été publié, à partir des documents de travail de cette conférence et contenant des directives pour la réalisation de ce type de tables (Southgate, 1974).

Durant ces discussions, il est clairement apparu que, à l'avenir, davantage de tables ayant une portée internationale (par exemple pour toute l'Europe) seront nécessaires. Depuis lors, les avancées technologiques considérables des ordinateurs ont rendu techniquement faisable la création de banques de données internationales. Leur développement a toutefois été gêné par la qualité variable des données analysées, des incompatibilités et leur provenance parfois inconnue. De plus, des régions entières disposent encore de très peu d'informations sur la composition de leurs aliments.

En 1983, une conférence a été tenue à Bellagio (Italie), sous les auspices de l'Université des Nations Unies, pour identifier les tâches à réaliser afin, qu'au niveau international, des données cohérentes et utilisables sur la composition des aliments soient un jour disponibles. Durant les débats, la création d'un Réseau international de systèmes de données sur les aliments (INFOODS) a été proposée (Rand et Young, 1983).

Une des premières tâches d'INFOODS a été de réviser et d'enrichir les précédentes directives de Southgate (1974) à propos de la qualité et de la compatibilité des données. Ainsi, l'une d'entre nous (HG), a travaillé quatre mois en 1993 avec INFOODS et l'auteur des directives (DATS) à l'Institut de recherche alimentaire de Norwich (Royaume-Uni). Ce travail initial, poursuivi et complété par correspondance, a consisté à extraire les informations sur la production et la gestion des données sur la composition des aliments au Royaume-Uni et aux États-Unis, mais également en Australie, étant donné leur expérience dans la production de données concernant ce sujet. En janvier 1985, une version partiellement complétée a été révisée par un groupe de travail à Washington (États-Unis). Une nouvelle version, préparée sur la base de cette révision, a encore été revue par plusieurs experts internationaux dont les observations ont été intégrées dans la version de 1986.

Après l'intervention des spécialistes informatiques et de nombreuses remarques des participants du Projet FLAIR, action concertée No. 12 EUROFOODS-Enfant, la version finale a été préparée par correspondance et lors de réunions entre les auteurs, lorsque HG a été invitée en tant que scientifique auprès du Centre international de recherche sur le cancer (CIRC) à Lyon (France) en connexion avec le Programme nutrition et cancer.

Lors de la réalisation d'un tel document, les opinions des auteurs sont forcément présentes, et ceux-ci en sont les seuls responsables. Cependant, ils prient les lecteurs de se souvenir que ces idiosyncrasies se sont développées à travers leur longue expérience des données sur la composition nutritionnelle, de leur production et de leur utilisation.

Remerciements

Pour la première édition

Nous remercions INFOODS (Président, Dr V.R. Young) pour l'élan initial qu'il a insufflé au projet et le soutien financier qui a permis son initiation. Nous remercions aussi le Professeur R.F. Curtis, AFRC Food Research Institute, Norwich (Royaume-Uni) pour son aide au niveau administratif de la première phase du projet. Un grand merci aux nombreuses personnes qui ont contribué par leurs idées, compétences ou informations lors de la version initiale dont les membres du Comité de révision d'INFOODS: N-G. Asp, R. Bressani, M. Deutsch, H. Herstel, J.C. Klensin, J. Pennington, W.M. Rand, R. Sawyer, W. Wolf et V.R. Young. Au Royaume-Uni: A. Broadhurst, D.H. Buss, J.R. Cooke, K.C. Day, R.M. Faulks, A.A. Paul, L. Stockley, G. Mason et E.M. Widdowson. Aux États-Unis: G. Beecher, F. Hepburn, J. Holden, B. Perloff et K.K. Stewart. En Italie: F. Fidanza, J. Perissé, et W. Polacchi. Aux Pays-Bas: R. Breedveld, A.E. Cramwinckel, M.B. Katan, M. van Stigt Thans et C.E. West. En Indonésie: D. Karyadi. En Thaïlande: A. Valyasevi et K. Tontisirin. En Inde: K. Pant, K. Doesthale et B.S. Narasinga Rao. En Australie: K. Cashel, R. English, G. Hutchison, A.R. Johnson, J.H. Makinson, A.S. Truswell, R.B.H. Wills et M Wootton. En Suède: Å. Bruce et L. Bergström.

Nous sommes particulièrement reconnaissants au docteur C.E. West et au Projet FLAIR Concerted Action No. 12 EUROFOODS-Enfant pour avoir rendu possible la publication de cet ouvrage, et aux docteurs L. Tomatis (Directeur) et E. Riboli (Chef, Programme sur la nutrition et le cancer) du Centre international de recherche sur le cancer (CIRC) pour leur contribution au niveau administratif lors de la publication de ce livre. Nos remerciements vont également aux participants de l'Action concertée FLAIR EUROFOODS-Enfant pour la révision de la version finale: A. Amorin Cruz (Portugal), W. Becker (Suède), H.K. Hendrickx (Belgique), P. Hollman (Pays-Bas), M.T. Fernández Muñoz (Espagne), I. Martins (Portugal), D.L. Massart (Belgique), M.L. Ovaskainen (Finlande), A.H. Rimestad (Norvège), I. Torelm (Suède) et C.E. West (Pays-Bas). Nous les remercions pour leurs précieux commentaires lors de la préparation de la version finale. D'autres remerciements vont également à W. Horwitz pour ses commentaires sur le Chapitre 5 et J. Cheney, B. Hémon et M. Friesen (CIRC) pour leurs conseils.

Pour la seconde édition

Les auteurs veulent exprimer leur profonde gratitude à B. Burlingame, Directeur d'INFOODS (FAO, Organisation des Nations Unies pour l'agriculture et l'alimentation/Université des

Nations Unies) pour avoir initié et financé la seconde édition sous l'égide de la FAO. Ils remercient aussi B. Burlingame et R. Charrondière (FAO) pour leur révision et mise à jour du manuscrit.

Pour cette édition, les auteurs et éditeurs sont reconnaissants aux personnes suivantes pour leurs révisions: W. Schüep (Suisse), H. Schonfeldt et L. Smit (Afrique du Sud), S. Gilani (Canada), P.J.M. Hulshof (Pays-Bas), A. Sinclair (Australie), P. Finglas (Royaume-Uni), et H. Booth (Australie) pour la lecture d'épreuves, et les personnes inscrites sur la liste de diffusion INFOODS pour leurs réponses aux enquêtes. Nous remercions aussi G. di Felice (FAO) et S. Debreczeni (UNSW) pour leur assistance dans le domaine du secrétariat.

Pour la traduction en français

Les auteurs remercient R. Charrondière (FAO) qui a supervisé la traduction, ainsi que les personnes suivantes pour leur aide précieuse lors de la révision du texte et des termes techniques, en particulier: M. Feinberg (France) et L. Du Chaffaut (France) pour leur révision approfondie et la vérification des termes techniques et chimiques, mais aussi S. Berlioz (FAO), B. Charrondière (Italie), M. C. Dop (FAO), J. Ireland (France), B. Vozar (France), C. Ndiaye (FAO) et M. Elahi (France). Nous remercions aussi G. di Felice (FAO) et S. Debreczeni pour leur assistance secrétariale.

Sigles et acronymes

AGT. Acides gras totaux
ANP. Azote non protéique
AOAC. Association des chimistes analytiques officiels (maintenant AOAC International)
AOAC International. Association internationale des analystes officiels (précédemment AOAC)
BCR. Bureau communautaire de référence
BHT. Hydroxytoluène butylé
BIPM. Bureau International des Poids et Mesures
BPL. Bonnes pratiques de laboratoire
CCM. Chromatographie sur couche mince
CEI. Chromatographie d'échange d'ions (ou Chromatographie sur échangeur d'ions; Chromatographie échangeuse d'ions)
CGS. Chromatographie gaz-solide
CHPL. Chromatographie en phase liquide à haute performance
CIN. Conférence internationale sur la nutrition
CIRC. Centre international de recherche sur le cancer.
CPG. Chromatographie en phase gazeuse
CV. Coefficient de variation
DMSO. Diméthyle sulfoxide
FAO. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
FDA. Service fédéral de contrôle des produits pharmaceutiques et alimentaires (*Food and Drug Administration*)
FID. Détecteur à ionisation de flamme
FLAIR. Food-linked agro-industrial research (recherche et développement dans le domaine des sciences et des technologies de l'alimentation)
FSA. Agence de normes alimentaires (*Food Standard Agency*)
ICP. Spectrométrie d'émission couplée à une torche à plasma induit
ICUMSA. Commission internationale pour l'unification des méthodes d'analyse du sucre
ILSI. Institut international des sciences de la vie
INCAP. Institut de nutrition de l'Amérique centrale et de Panama
INFOODS. Réseau international des systèmes de données sur l'alimentation
IRMM. Institut des materiaux et mesures de reference
ISO. Organisation internationale de normalisation

MAQ. Manuel d'assurance de la qualité
MR. Matériaux de référence
MRC. Matériaux de référence certifiés
NAMAS. Accréditation nationale des mesures et de l'échantillonnage
NIST. Institut national de normes et de technologie (*National Institute of Standards and Technology*, Etats-Unis)
NLEA. Acte sur l'étiquetage et l'éducation nutritionnelle
NSP. Polysaccharides non amylacés
OCDE. Organisation de coopération et de développement économiques
OMC. Organisation mondiale du commerce
OMS. Organisation mondiale de la santé
PAQ. Programme d'assurance de la qualité
PITC. Phénylisothiocyanate
RIA. Méthode radio-immuno-essai
RMN. Résonnance magnétique nucléaire
S. Écart-type
SAA. Spectrophotométrie d'absorption atomique
SGBD. Système de gestion de banques de données
SI. Système international d'unités
SPIR. Spectroscopie proche infrarouge
SM. Spectromètre de masse
SR. Écart-type relatif
TDF. Fibres alimentaires totales
UICPA. Union internationale de chimie pure et appliquée
UISN. Union internationale des sciences de la nutrition
UNU. Université des Nations Unies
USDA. Département de l'agriculture des États-Unis
UV. Ultraviolet

Introduction

La connaissance de la composition chimique des aliments est fondamentale dans le traitement diététique des maladies ou pour toute étude quantitative sur la nutrition humaine.

(McCance et Widdowson, 1940)

Cette déclaration reste aussi valable aujourd'hui qu'elle ne l'était en 1940, lorsqu'elle constituait la première phrase d'introduction d'un livre devenu maintenant la banque de données nutritionnelles officielle du Royaume-Uni (Food Standards Agency, 2002a).

Les tables de composition des aliments imprimées étaient une source traditionnelle d'informations sur la composition des aliments; elles sont maintenant remplacées par des banques de données informatisées à partir desquelles les versions imprimées sont habituellement produites. Ces informations sont largement utilisées dans les secteurs de la santé, de l'agriculture et du commerce.

Les données sont utilisées pour des recherches sur les régimes alimentaires, la santé, la reproduction, la croissance et le développement. Elles servent également, dans la pratique clinique, à mettre au point des régimes ayant une composition nutritionnelle spécifique, à établir des rations alimentaires et à organiser les approvisionnements de l'aide alimentaires. Sur le plan national et international, les données sur la composition des aliments servent à évaluer la valeur nutritionnelle des aliments consommés à l'échelle des individus et des populations.

La reconnaissance du rôle du régime alimentaire dans le développement de nombreuses maladies (McGovern, 1977), a entraîné une augmentation du nombre et de la gamme des études sur les relations entre régime alimentaire, santé et maladie. Cela a conduit à mettre davantage l'accent sur les données nutritionnelles. Willett (1998) a attiré l'attention sur ce point et sur la nécessité de réviser régulièrement les banques de données: «Les régimes alimentaires des populations humaines sont extrêmement complexes… Une meilleure connaissance du rapport entre alimentation et maladies est généralement obtenue en analysant les régimes alimentaires du point de vue des aliments et de leurs constituants. Le calcul de l'apport en nutriments et autres constituants nécessite une base de données sur la composition des aliments complète et à jour.»

Grâce aux preuves fournies par ces études épidémiologiques, des recommandations en vue d'adopter une alimentation saine se sont multipliées aux niveaux national et international. Les données sur la composition constituent les bases nécessaires à l'élaboration de programmes d'éducation pour le choix de régimes alimentaires sains. Toujours dans le but de conseiller les consommateurs, de nombreux gouvernements ont instauré un étiquetage nutritionnel des aliments. Certains pays exigent des producteurs du secteur alimentaire qu'ils fournissent leurs propres données analytiques sur la composition des produits.

Toutefois, dans des circonstances appropriées, la plupart des réglementations autorisent l'utilisation de données de composition issues d'une compilation de référence, par exemple une banque de données nationale sur la composition des aliments, en remplacement d'une analyse directe. Cela donne aux banques de données de composition une fonction quasi réglementaire et renforce la nécessité d'assurer la maintenance de données de qualité tant sur le plan de la représentativité des échantillons que de la qualité des données analytiques elles-mêmes.

La connaissance de la composition des aliments constitue souvent un avantage commercial puisque les pays importateurs ayant un étiquetage nutritionnel réglementé préfèrent (et peuvent exiger) que les denrées importées soient conformes aux normes prévues pour les produits locaux.

Les banques de données informatisées présentent plusieurs avantages substantiels par rapport aux tables de composition papier: elles peuvent contenir davantage d'informations et les données peuvent être utilisées beaucoup plus facilement pour des calculs. L'information peut aussi être présentée assez facilement sous divers formats afin de satisfaire les besoins des différents utilisateurs. Cet avantage de facilité de calcul est particulièrement important pour les épidémiologistes de la nutrition car ils travaillent fréquemment sur un très grand nombre de sujets et des enregistrements nombreux et variés de consommation alimentaire.

La fiabilité des études épidémiologiques peut être grandement augmentée lorsqu'elles sont menées au niveau international. Pour que cela soit faisable, il faut, d'une part, des données de consommation alimentaire compatibles et, d'autre part, des banques de données nationales de composition compatibles. Dans ce contexte, le terme «compatible» signifie «capables d'être utilisées ensemble».

Établir un réseau mondial de banques de données compatibles sur la composition des aliments est la raison d'être du programme d'INFOODS – Réseau international des systèmes de données sur l'alimentation – qui a été établi en 1984 sur la base des recommandations d'un groupe international, et qui fonctionne sous les auspices de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et de l'Université des Nations Unies (UNU). Son but est de stimuler et de coordonner les efforts d'amélioration de la qualité et de la disponibilité des données d'analyse des aliments à travers le monde entier et d'assurer que quiconque, en tout lieu, puisse obtenir des données adéquates et fiables sur la composition des aliments. Ce réseau a établi un cadre pour le développement de normes et de lignes directrices pour la collecte, la compilation et la communication de données sur la composition des aliments.

Ce livre poursuit l'effort d'INFOODS et s'appuie sur des ouvrages précédents (Klensin *et al.*, 1989; Rand *et al.*, 1991; Klensin, 1992; Greenfield et Southgate, 1992). Les principes

et lignes directrices qu'il contient visent à aider les personnes et les organisations impliquées dans l'élaboration de banques de données sur la composition des aliments. L'objectif principal est de montrer comment obtenir des informations répondant aux exigences d'un système de base de données qui soit compatible à l'échelle mondiale avec des systèmes existants ou en développement.

Le présent ouvrage se concentre sur les domaines relatifs à la collecte d'informations fondamentales pour la détermination de la qualité des données et qui doivent donc être étroitement contrôlées.

Il est important de savoir que le terme «lignes directrices» n'est pas utilisé dans un sens normatif mais dans le sens de «principes» de développement des banques de données. Ces principes résultent et sont inspirés de l'expérience acquise avec le développement de banques de données au cours de nombreuses années et dans différents pays. Les lignes directrices n'établissent pas de protocoles détaillés pour l'échantillonnage et l'analyse mais fournissent des exemples d'approches qui ont été appliquées avec succès. Dans de nombreux pays, les protocoles sont élaborés dans un cadre juridique qui doit naturellement être respecté. Toutefois, par la description et l'examen des options disponibles, les lignes directrices peuvent suggérer certaines révisions de programmes déjà établis.

Les sciences de la nutrition et de l'analyse chimique ne cessent de se développer et cela pourrait déboucher sur de meilleures approches que celles établies dans ces lignes directrices. Il est prévu que ces principes serviront de cadre pour le développement futur de programmes relatifs aux données de composition des aliments.

La structure du livre suit les étapes d'un programme idéal de préparation d'une banque de données sur la composition des aliments. Le Chapitre 1 décrit les différentes utilisations possibles d'une base de données sur la composition des aliments, utilisations que les compilateurs (personnes chargées de collecter, d'évaluer et de rendre disponibles les données) doivent connaître afin de répondre aux besoins des utilisateurs. Le Chapitre 2 décrit la structure globale des programmes de création ou de révision de la base de données. Les chapitres suivants traitent de la sélection des aliments à inclure (Chapitre 3) et de la sélection des nutriments (Chapitre 4). Le Chapitre 5 décrit les principes de l'échantillonnage des aliments et le Chapitre 6 se penche sur la sélection des méthodes d'analyse et leur évaluation. Le Chapitre 7 donne une revue critique des méthodes disponibles pour l'analyse des nutriments, en particulier des méthodes compatibles au niveau international. Le Chapitre 8 décrit les principes d'évaluation de la qualité des données d'analyse. Le Chapitre 9 porte sur la présentation des données et les modes d'expression, points déterminants pour assurer la compatibilité des données. Le Chapitre 10 examine la compilation des données à inclure dans la base de données informatisée. Les processus et la conception des systèmes informatisés pour des banques de données sur la composition sortent du cadre de ce livre. Le Chapitre 11 décrit les limites intrinsèques des banques de données de composition nutritionnelle et de leur utilisation. Ce chapitre dispense également des conseils pour une bonne utilisation de ces données. Enfin, le Chapitre 12 discute des besoins futurs dans le domaine de la composition des aliments.

Chapitre 1

Données et banques de données sur la composition des aliments

Les premières études sur la composition des aliments avaient pour objectif d'identifier et de déterminer la nature chimique des principaux constituants des aliments ayant une influence sur la santé humaine. Ces études analysaient également la manière dont les constituants chimiques exercent leur influence et fournissaient les bases de la nutrition (McCollum, 1957), et elles continuent de jouer un rôle de premier plan dans les progrès de cette science. Les connaissances dans ce domaine sont actuellement encore incomplètes et il est donc nécessaire de mener des études, en s'appuyant souvent sur des moyens de plus en plus sophistiqués, concernant la composition des aliments, le rôle de leurs constituants et leurs interactions avec la santé et les maladies.

Somogyi (1974) a reproduit une page de la première table de composition des aliments, datée de 1818. Depuis, il est devenu habituel d'enregistrer les données sur la composition des aliments dans des tables imprimées à l'usage des spécialistes et des non-spécialistes. Même si l'on continue à produire des tables imprimées, elles ont été remplacées, dans certains cas, par des systèmes informatisés de données car ils facilitent le stockage des données, l'accès et le traitement de grandes quantités de données.

Ces systèmes sont de plus en plus utilisés pour créer des tables de composition des aliments imprimées ou informatisées et des fichiers de données. En général, ceux-ci ne contiennent qu'un sous-ensemble de nutriments et d'aliments et souvent aucune documentation. Un seul système de données informatisé peut produire un grand nombre de tables et de fichiers, contenant chacun des sous-ensembles particuliers de données numériques, descriptives et graphiques. Citons, à titre d'exemple, les différentes bases de données utilisateur mises en place en Nouvelle-Zélande (Burlingame, 1996).

Les études réalisées sur les relations entre l'alimentation et la santé ont augmenté l'intérêt pour une série de constituants bioactifs présents dans les aliments et il est souvent indispensable de disposer de données sur ces constituants, ainsi que sur les additifs et les contaminants. Il est possible d'introduire dans un système de gestion des données bien conçu celles ne concernant pas les nutriments, bien qu'elles ne doivent pas détourner l'objectif principal du programme de la banque de données, c'est-à-dire fournir des données sur la teneur en nutriments des aliments.

Méthodes utilisées pour compiler des banques de données sur la composition des aliments

Les premières tables de composition des aliments étaient fondées sur des analyses effectuées dans les laboratoires de scientifiques, tels que Von Voit en Allemagne, Atwater aux États-Unis et Plimmer au Royaume-Uni (Somogyi, 1974; Atwater et Woods, 1896; Widdowson, 1974). Puis, les États-Unis ont commencé à compiler des tables à l'aide de données vérifiées provenant d'un certain nombre de laboratoires. Un élément de cette procédure a été introduit dans les tables britanniques, où la troisième édition de McCance et Widdowson (1940) comprenait des valeurs pour les vitamines et les acides aminés provenant de la littérature. Southgate (1974) a distingué ces deux méthodes, comme la méthode directe et la méthode indirecte de compilation des tables. Ces méthodes, et d'autres procédures pour compiler des données sur la composition des aliments, ont été décrites par INFOODS (Rand *et al.*, 1991).

Méthode directe

Un avantage de la méthode directe, pour laquelle toutes les valeurs résultent d'analyses effectuées spécifiquement pour la banque de données à compiler, est qu'un contrôle étroit des procédures d'échantillonnage, d'analyse et de contrôle de la qualité produisent des données très fiables. Au Royaume-Uni, les premiers spécialistes de la composition des aliments ont analysé séparément différents achats du même aliment, mais sans procéder à des analyses en double, afin d'obtenir quelques informations sur la variabilité des nutriments dans chaque aliment (McCance et Shipp, 1933). Toutefois, dans les versions suivantes des tables britanniques, les divers achats des aliments étaient mélangés, réduisant ainsi les coûts et augmentant le nombre d'aliments pouvant être analysés dans un laps de temps donné (McCance, Widdowson et Shackleton, 1936). Même en suivant cette procédure, la méthode directe reste longue et coûteuse et grève lourdement les ressources disponibles pour l'analyse dans de nombreuses régions du monde.

Méthode indirecte

La méthode indirecte utilise des données issues de la littérature publiée ou de rapports de laboratoire non publiés. Il y a par conséquent moins de contrôle sur la qualité des données, qui peut être variable. Il faudra donc être prudent pour évaluer si les données peuvent ou non être incluses dans la base de données. Dans certains cas, les valeurs sont imputées, calculées (voir ci-dessous), ou empruntées à d'autres tables ou banques de données, et il peut être impossible de retrouver la source originale; ces valeurs sont moins fiables. La méthode indirecte est celle que l'on emploie le plus couramment lorsque les ressources analytiques sont limitées ou lorsqu'une grande partie des aliments est importée d'autres pays disposant des données de composition. Bien que la méthode indirecte nécessite évidemment moins de ressources analytiques que la méthode directe, le niveau de vérification requis la rend souvent longue et coûteuse.

Méthode combinée

La plupart des banques de données sur la composition des aliments sont aujourd'hui préparées à l'aide d'une combinaison des méthodes directe et indirecte, contenant des valeurs analytiques originales, des valeurs tirées de la littérature et d'autres banques de données, ainsi que des valeurs imputées et calculées. Cette méthode combinée est la plus rentable et convient particulièrement lorsque des aliments de base sont analysés directement, et que des données pour des aliments moins importants sont tirées de la littérature (y compris celle d'autres pays, si nécessaire). Toutefois, réduire la quantité de valeurs imputées et calculées augmente en principe la fiabilité et la représentativité de la base de données.

Types de données sur la composition des aliments

Les banques de données sur la composition des aliments actuellement disponibles contiennent des valeurs de composition de qualité variable, ce qui reflète les différentes façons dont elles sont obtenues. Si les données doivent être utilisées au niveau international, il faut qu'elles soient d'une qualité homogène et compatibles entre elles afin de pouvoir être utilisées ensemble dans le cadre de collaborations entre individus et pays, dans les domaines de la recherche sur la nutrition, l'éducation nutritionnelle, la réglementation alimentaire, la production et la transformation des aliments. Les types et les sources de données peuvent être identifiés dans les banques de données par des codes (USDA, 2003a; Burlingame *et al.*, 1995a), comme cela se fait dans de nombreux pays, et par référence (Wu Leung, Butrum et Cheng, 1972). Par ordre de préférence, les sources de données sont les suivantes:

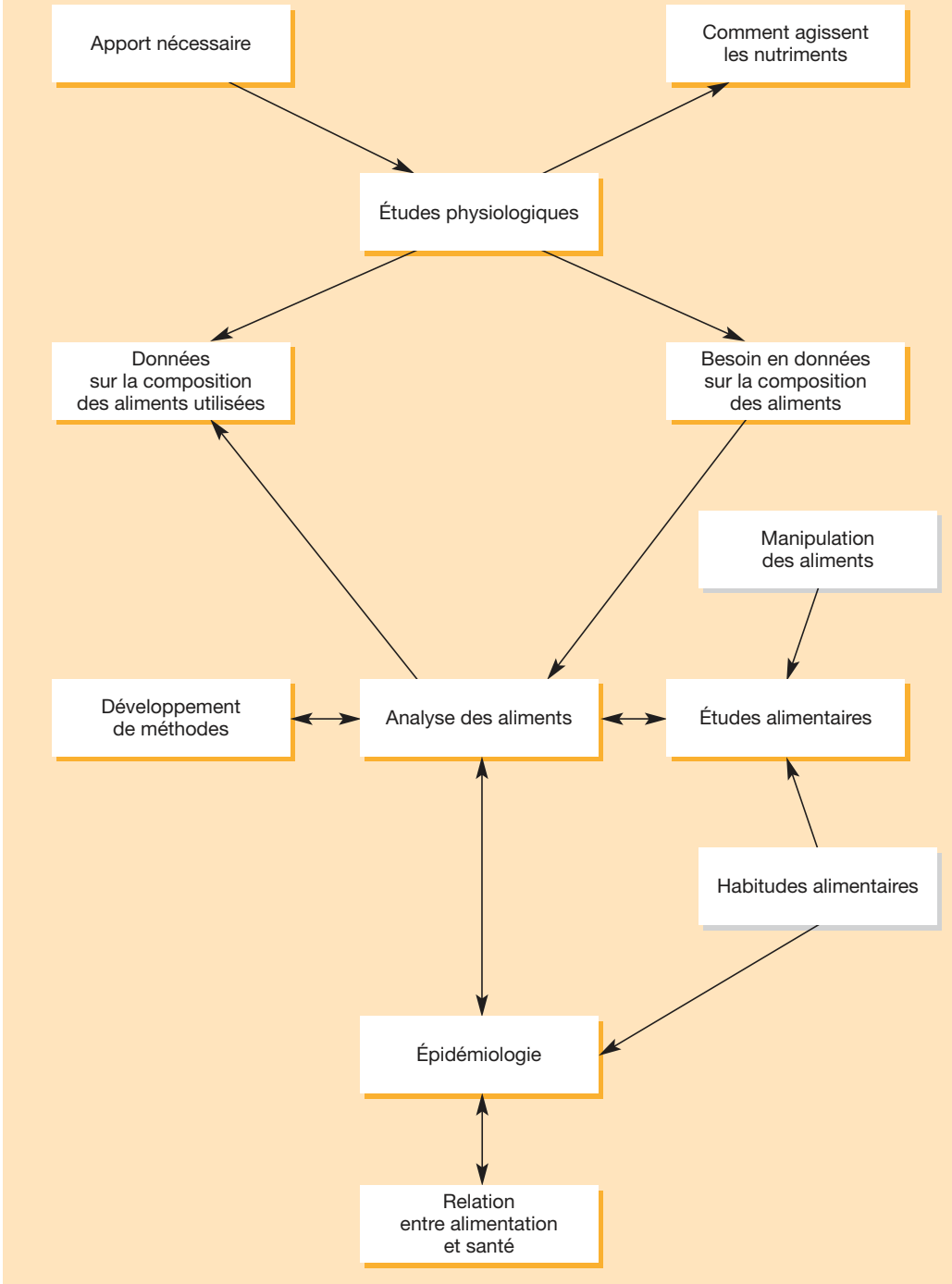
Valeurs analytiques originales

Il s'agit de valeurs tirées de la littérature publiée ou de rapports de laboratoire non publiés. Ces valeurs proviennent ou non d'analyses effectuées expressément dans le but d'alimenter la banque de données. Elles peuvent être insérées dans la base de données telles quelles, après une sélection, un calcul de moyenne, ou une combinaison pondérée de valeurs analytiques afin de garantir une bonne représentativité des valeurs finales. Les valeurs originales calculées sont incluses dans cette catégorie (par exemple, valeurs des protéines calculées en multipliant la teneur en azote par le facteur approprié, ou acides gras pour 100 g d'aliments calculés à partir des valeurs des acides gras pour 100 g d'acides gras totaux).

Valeurs imputées

Ces données sont des estimations dérivées de valeurs analytiques obtenues pour un aliment similaire (par exemple, des valeurs des petits pois appliquées aux haricots verts) ou pour une autre forme du même aliment (par exemple des valeurs «bouilli» utilisées pour «cuit à la vapeur»). Elles peuvent aussi dériver par calcul d'analyses incomplètes ou partielles d'un aliment (par exemple, teneur en glucides ou en eau calculée par différence, sodium dérivé des valeurs du chlore ou, plus fréquemment, chlore calculé à partir de la valeur du sodium). On

Figure 1.1 Intégration des analyses nutritionnelles des aliments dans la recherche sur l'alimentation et la nutrition



peut faire les mêmes calculs en comparant les données pour différentes formes du même aliment (par exemple «sec» par rapport à «frais», ou «dégraissé» par rapport à «frais»).

Valeurs calculées

Il s'agit de valeurs tirées de recettes, calculées à partir de la teneur en nutriments des ingrédients et corrigées par les facteurs de préparation: perte ou gain de poids (ou rendement) et les changements des teneurs en micronutriments (ou facteurs de rétention). Ces valeurs ne sont que des estimations approximatives, du fait que les conditions de préparation des recettes peuvent varier considérablement, par exemple température et durée de cuisson, et influencer ainsi sensiblement le rendement et le taux de rétention. Une autre méthode de calcul consiste à calculer les valeurs nutritionnelles des aliments cuits sur la base des aliments crus ou des aliments cuits de différentes manières, à l'aide d'algorithmes, du rendement et des facteurs de rétention.

Valeurs empruntées

Il s'agit de valeurs issues d'autres tables et banques de données où il peut être possible ou non de se référer à la source originale. Cependant, il est nécessaire de se référer aux sources originales pour justifier une valeur empruntée. Dans certains cas, les valeurs empruntées devraient être adaptées aux différentes teneurs en eaux et/ou en lipides.

Valeurs présumées

Ce sont des valeurs présumées comme étant à un certain niveau ou égales à zéro, conformément à la réglementation.

Sources de données sur la composition des aliments

Les aliments sont analysés à différentes fins. Les banques de données sur la composition des aliments s'appuient sur des analyses nutritionnelles et toxicologiques conduites par les pouvoirs publics, les universités et l'industrie afin de déterminer les contributions potentielles au régime alimentaire, ainsi que la conformité réglementaire de la composition, la qualité, la sécurité sanitaire et l'étiquetage. Les aliments peuvent aussi être analysés dans un objectif de surveillance permanente de la disponibilité alimentaire (par exemple Bilde et Leth, 1990). Toutes ces études sur la composition produisent des données qui peuvent être prises en considération pour inclusion dans une base de données sur la composition des aliments.

Évaluation nutritionnelle des aliments

Dans les études sur la nutrition humaine, idéalement, on étudie la composition des aliments dans un but de recherches en relation avec un ou plusieurs autres domaines de science de la nutrition (figure 1.1, page 8). Les données plus utiles sont celles qui concernent les aliments sous les formes où ils sont généralement consommés (voir Chapitre 5, Échantillonnage).

En agriculture, la prise de décisions en matière de politique et de programmes est généralement fondée sur des facteurs tels que la résistance aux maladies et le rendement, plutôt que sur des critères nutritionnels. De la même manière, en technologie alimentaire, les considérations économiques telles que l'attrait pour le consommateur et la rentabilité ont eu le plus d'effets sur le développement des produits. Toutefois, les comportements changent et la qualité nutritionnelle est maintenant l'un des facteurs pris en compte pour la sélection des cultivars et le développement d'aliments transformés.

La production, la manipulation, la transformation et la préparation des aliments affectent profondément la qualité nutritionnelle. De nombreux ouvrages ont été publiés sur les conséquences des pratiques agricoles (climat, géochimie, élevage, traitements après récolte), des méthodes de transformation (congélation, appertisation, séchage, extrusion) et des étapes de préparation des aliments (stockage, coupe, cuisson). Cependant, la majorité des études nutritionnelles dans ces domaines ne couvre que quelques nutriments (principalement les vitamines labiles); on trouve très peu d'informations sur l'ensemble des nutriments (Henry et Chapman, 2002; Harris et Karmas, 1988; Bender, 1978; Rechigl, 1982). Toutefois, les données provenant de ce type d'études peuvent souvent être utiles pour les banques de données de composition, soit comme donnée en soi, soit pour établir des rendements et des facteurs de rétention pertinents pour les calculs (voir Chapitre 9).

Réglementations alimentaires

Les teneurs en certains nutriments, additifs et contaminants présents dans les aliments sont surveillées pour plusieurs raisons. Certains nutriments, par exemple, peuvent réagir de manière indésirable dans des conditions de transformations particulières, induisant des défauts organoleptiques ou affectant la sécurité sanitaire de l'aliment (par exemple, les acides gras *trans*). Les réglementations sur l'étiquetage exigent des teneurs imposées de nutriments dans des aliments spécifiques (par exemple les vitamines et les sels minéraux dans les aliments enrichis, les teneurs en acides gras polyinsaturés dans la margarine). Certaines substances toxiques sont limitées à des niveaux prescrits et sont surveillées par les services officiels, l'industrie et d'autres laboratoires. Les teneurs nutritionnelles des aliments manufacturés sont rarement communiquées aux compilateurs sous forme électronique et il faudra être attentif au stade de la compilation aux informations issues de l'étiquetage alimentaire.

Gestion des données sur la composition des aliments

Les tables de composition des aliments étaient, aux débuts de la nutrition, la principale source d'informations sur la composition des aliments. Elles sont néanmoins limitées physiquement par le volume croissant de données sur la composition et la documentation relative (ou métadonnées). Elles sont aussi coûteuses à mettre à jour, si bien que des données anciennes peuvent rester utilisées pendant plus de temps qu'il ne le faudrait. L'inconvénient majeur des tables papier est que leur utilisation pour faire des calculs nécessite un travail considérable. Au contraire, les banques de données de composition informatisées ne présentent pas cet inconvénient et remplacent les tables imprimées comme source principale de données sur la compo-

Tableau 1.1 Étapes de la gestion de données sur la composition des aliments

Étapes	*Description*	*Format*
Source de données	Littérature technique publique et privée contenant données analytiques, y compris articles publiés ou non et rapports de laboratoire	Telle que présentée par les auteurs originaux
Fichiers d'archives	Données d'origine transposées sur fichier de données sans agrégation ou modification; cohérence vérifiée	Un fichier de données par source originale indiquant les détails d'origine, le nombre d'échantillons, la manipulation des aliments et des échantillons d'analyse, la partie comestible, les déchets, les méthodes analytiques et le contrôle de qualité
Banque de données de référence	Données issues de tous fichiers d'archives d'un aliment pour former l'ensemble des données disponibles	Format commun
Banque de données utilisateur	Données sélectionnées ou combinées afin de fournir des valeurs moyennes ainsi qu'une estimation de la variance pour chaque aliment	Format commun

sition des aliments. Une banque de données de composition exhaustive devrait rassembler toutes les informations numériques, descriptives et graphiques sur les aliments.

Ce livre porte sur la production et l'évaluation de données de composition des banques de données informatisées, mais la démarche est aussi applicable aux données destinées à des tables de composition papier, puisque les principes impliqués sont quasi identiques.

Les données sur la composition des aliments peuvent être gérées à quatre niveaux différents qui, ensemble, constituent un mode de gestion efficace (tableau 1.1). Cette approche présente des avantages pour évaluer la qualité des données. Elles constituent un enchaînement des étapes.

Niveau 1: sources de données

Il s'agit des documents de recherche publiés, des rapports de laboratoire non publiés et d'autres rapports contenant des données analytiques ainsi que leurs références bibliographiques. Normalement, les sources de données font partie de la base de données de référence.

Niveau 2: données d'archives

Il s'agit de fichiers (écrits ou informatisés) qui contiennent toutes les données brutes dans les unités dans lesquelles elles ont été publiées ou enregistrées à l'origine, dont seule la cohérence a été contrôlée comme ce serait le cas dans l'évaluation de documents scientifiques avant leur publication. Pour faciliter l'identification des aliments, ceux-ci doivent être codifiés ou docu-

mentés, tout comme l'unité, le calcul, le mode d'échantillonnage, le nombre d'échantillons analysés, les méthodes d'analyse utilisées et toutes les procédures d'assurance de la qualité mises en place. Les références bibliographiques relatives à la source de données doivent être consignées. A ce stade, il est possible de procéder à une évaluation préliminaire de la qualité des données (voir Chapitre 8).

Ces fichiers évitent par la suite de recourir aux sources de données originales en cas de doute. Normalement, les données d'archives sont utilisées pour préparer la banque de données de référence.

Niveau 3: banque de données de référence

La banque de données de référence est l'ensemble complet des données, rigoureusement vérifiées, dans laquelle toutes les valeurs ont été converties en unités normalisées et où les nutriments sont exprimés uniformément, mais dans laquelle les données analytiques individuelles sont stockées séparément. Cette banque de données doit inclure tous les aliments et nutriments pour lesquels des données sont disponibles, permettre des liens avec les procédures d'échantillonnage et les méthodes d'analyse, le laboratoire d'origine, la date d'inclusion et d'autres informations pertinentes, y compris les références bibliographiques des sources de données. Ces données sont habituellement exprimées selon des conventions et des unités adoptées pour les banques de données utilisateur (voir Chapitre 9).

Une banque de données de référence fait habituellement partie d'un système de gestion informatisé des données, incluant des programmes informatiques ou des procédures écrites permettant de calculer, éditer, enquêter, combiner, faire une moyenne ou pondérer des valeurs pour tous les aliments. C'est à partir de cette base de données et de ses programmes que l'on peut établir les bases de données utilisateur.

La banque de référence contient les liens qui mènent aux fichiers relatifs aux méthodes d'analyse ou à d'autres constituants, par exemple les constituants bioactifs, les additifs et les contaminants. Des fichiers des caractéristiques physiques telles que le pH, la densité, la partie non comestible ou la viscosité, qui sont souvent rassemblés sous forme de documents de technologie alimentaire, peuvent aussi être connectés à la banque de données de référence. Facteurs de conversion, calculs et recettes doivent aussi être enregistrés.

Niveau 4: banque de données utilisateur, tables imprimées et informatisées

En général, la base de données utilisateur est un sous-ensemble de la base de données de référence, et la version imprimée contient souvent moins d'informations que la version informatisée. De nombreux utilisateurs professionnels des données de composition des aliments demanderaient les informations enregistrées dans la base de données de référence, mais la plupart exigent seulement une base de données contenant des données évaluées parfois pondérées ou fondées sur la moyenne afin que les valeurs soient représentatives des aliments en termes d'utilisation prévue. En outre, pour un aliment, certaines valeurs de nutriments peuvent, si c'est approprié, être combinées (par exemple sucres totaux, ratios des différentes classes d'acides gras) au lieu d'être indiquées comme constituants individuels. Ces banques de données

peuvent contenir des indications sur la qualité des données fondées sur l'évaluation des méthodes d'échantillonnage et d'analyse.

Ces banques de données devraient comprendre le plus possible d'aliments et de nutriments, en donnant la préférence aux ensembles de données complets. Les méthodes, les modes d'échantillonnage et les sources de données doivent être codifiés au niveau des valeurs des nutriments afin que l'utilisateur puisse effectuer une évaluation ou une comparaison indépendante avec d'autres banques de données. Les données doivent, bien sûr, être exprimées dans des unités uniformes et standard (voir Chapitre 9). La caractéristique fondamentale d'une base de données de l'utilisateur est qu'elle fournit une série de données par aliment.

Base de données ou tables simplifiées de composition des aliments

Des banques ou des tables de données simplifiées peuvent être préparées à partir de la banque de données utilisateur principale. Elle couvre moins de nutriments, et les catégories d'aliments prises en compte peuvent être moins nombreuses (par exemple des données sur les morceaux de viande pourraient indiquer seulement «moyennement cuit» sans mentionner «bleu» ou «bien cuit»). Les valeurs peuvent figurer en unités pour 100 g d'aliment ou par portion moyenne, exprimées en mesures ménagères ou tailles de portion. Des versions modifiées de la banque de données peuvent également être produites pour aider les fabricants à étiqueter. Divers types de banques de données ou de tables imprimées peuvent être préparés à partir de la même base de données exhaustive, allant d'une version assez développée pour l'utilisateur professionnel à une version plus réduite pour les consommateurs ou pour des utilisateurs participant à la préparation d'aliments à grande échelle.

Tables et banques de données de composition à usages spéciaux

Les tables et les bases de données limitées à certains nutriments peuvent être préparées pour les personnes ayant des besoins alimentaires ou intérêts particuliers (par exemple pour les diabétiques ou pour les personnes souffrant de maladies rénales pour lesquelles un régime limitant les protéines, le sodium et le potassium est nécessaire, ou pour des conseillers en nutrition, ou encore pour les personnes désirant perdre du poids). Les données peuvent être présentées pour 100 g d'aliment, par taille de portion ou mesures ménagères. Ces tables et bases de données pourraient aussi présenter les aliments en les classant par gamme de teneurs en nutriments: teneur élevée, moyenne et basse, par exemple. Les données pourraient aussi être fournies dans d'autres unités utiles (par exemple le sodium et le potassium en millimoles pour les personnes atteintes de maladies rénales).

Types de programme pour les banques de données sur la composition des aliments

Au niveau national

Idéalement, chaque pays devrait disposer d'un programme conçu pour gérer ses propres

données sur la composition des aliments, celles-ci étant considérées comme une ressource nationale aussi importante que n'importe quelle autre collecte nationale de données.

Alors que la teneur de certains nutriments dans des aliments variera peu d'un pays à l'autre (par exemple la composition en acides aminés des viandes maigres), d'autres nutriments, même dans des aliments disponibles dans le monde entier, auront des teneurs plus variées en raison des différences de cultivars, de sols, de climats ou de pratiques agricoles. Les recettes de plats composés portant le même nom varient d'un pays à l'autre. Différentes pratiques technologiques sont aussi mises en œuvre: la farine, par exemple, est produite et utilisée avec des taux d'extraction différents et peut être enrichie à des niveaux variés avec des nutriments différents (Greenfield et Wills, 1979). Certains pays ont des aliments ou des méthodes de transformation alimentaire uniques (Somogyi, 1974). Pour ces raisons et d'autres encore, il est fondamental de développer un programme de banque de données sur la composition des aliments et faire en sorte que ce programme s'appuie sur des données provenant d'autres pays uniquement lorsque ces valeurs sont transposables aux aliments consommés dans le pays.

Bien que l'on ait tenté de mettre au point des normes alimentaires communes (par exemple, le Programme mixte sur les normes alimentaires de la FAO/Organisation mondiale de la santé [FAO/OMS] du Codex Alimentarius (FAO/OMS, 2003a,b), des différences dans les descriptions des aliments persisteront entre les pays.

Au niveau régional

Le développement de banques de données régionales sur la composition des aliments est très important. De nombreux pays, particulièrement ceux en développement, ne disposent pas de ressources suffisantes pour mettre en place un programme national complet sur la composition des aliments, mais leur disponibilité alimentaire est souvent semblable à celle des pays voisins. Grâce à une coopération entre des ministères des États-Unis, l'Institut de nutrition de l'Amérique centrale et du Panama (INCAP) et la FAO, des tables régionales ont été élaborées pour l'Amérique latine (Wu Leung et Flores, 1961), l'Afrique (Wu Leung, Busson et Jardin, 1968), l'Asie de l'Est (Wu Leung, Butrum et Cheng, 1972) et le Proche-Orient (FAO, 1982). Plus récemment, cette coopération FAO/UNU/INFOODS a permis la publication de tables régionales pour les pays du Pacifique (Dignan *et al.*, 1994), d'Amérique latine (LATINFOODS, 2000) et d'Asie du Sud-Est (Puwastien *et al.*, 2000).

Certains pays collaborent sur les méthodes d'analyses, par exemple en Europe du Nord et dans le Pacifique Sud (Becker, 2002; Commission du Pacifique Sud, 1982). Il existe d'autres programmes régionaux qui servent aux pays participant à des études épidémiologiques multinationales (Slimani *et al.*, 2000). Des programmes nationaux simplifiés peuvent dériver de ces programmes internationaux ou régionaux.

Critères pour une banque de données de composition exhaustive

Compte tenu du vif intérêt existant actuellement pour la nutrition, les banques de données

sur la composition des aliments se doivent de répondre aux critères suivants:

1. **Les données devraient être représentatives**
   Les valeurs devraient représenter la meilleure estimation possible de la composition habituelle des aliments, sous les formes les plus couramment disponibles ou consommées. L'idéal est de donner également une idée de la variabilité de la composition des aliments.
2. **Les données devraient être issues d'analyses de bonne qualité**
   L'idéal est de disposer de données analytiques originales provenant de sources rigoureusement vérifiées. Les valeurs provenant d'autres banques de données, imputées ou calculées ne devraient être incluses qu'en l'absence de données analytiques originales ou lorsque leur qualité laisse à désirer. Les données analytiques de bonne qualité sont produites à l'aide de méthodes fiables et appropriées à la matrice alimentaire et au nutriment en question. Ces méthodes doivent être appliquées avec compétence et les preuves de cette compétence sont nécessaires pour assurer la qualité des données. Il est aussi souhaitable que l'analyste et le laboratoire répondent aux critères de bonnes pratiques de laboratoire. En outre, la démonstration doit être faite que l'échantillon est représentatif de l'aliment considéré et qu'il a été prélevé et manipulé correctement. Cependant, pour les données existantes, la documentation sur l'échantillonnage, la source ou la méthode d'analyse est rarement disponible, du moins sous format électronique.

   Les Chapitres 5, 6, 7 et 8 contiennent des lignes directrices spécifiques concernant les modes d'échantillonnage, les méthodes d'analyse et l'assurance de la qualité. Ces trois points devraient toujours être pris en compte lorsque l'on détermine la qualité des données analytiques sur la composition des aliments.
3. **La couverture des aliments devrait être exhaustive**
   La base de données devrait inclure tous les aliments représentant une part importante des aliments les plus consommés et, autant que possible, les aliments consommés moins fréquemment. La sélection des aliments à inclure dans une base de données est examinée dans le Chapitre 3.
4. **La couverture des nutriments devrait être exhaustive**
   Les données relatives à tous les nutriments et autres constituants qui sont ou seraient importants pour la santé humaine devraient être incluses. Les priorités nationales concernant la santé jouent un rôle majeur dans la sélection des nutriments à inclure. Les critères de sélection des nutriments à prendre en compte sont examinés dans le Chapitre 4.
5. **Les descriptions des aliments devraient être claires**
   Pour être facilement identifiés, les aliments doivent être nommés et décrits de façon non ambiguë. (La nomenclature des aliments est discutée par McCann *et al.* [1988]; Truswell *et al.* [1991]; Møller et Ireland [2000a,b]; et Unwin et Møller [2003]).
6. **Les données devraient être exprimées de manière uniforme et sans ambiguïté**
   Le mode d'expression des données devrait permettre de les exprimer sans ambiguïté. L'emploi des unités, l'utilisation de facteurs dans les calculs et les arrondissements de valeurs doivent être cohérents.

7. **L'origine des données devrait être indiquée au niveau des valeurs nutritionnelles**
   Il faudrait fournir des informations sur les sources des données, en particulier indiquer s'il s'agit de données analytiques, calculées ou imputées et, s'il y a lieu, sur les procédures de calculs et d'imputations, et les méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Il faudrait également donner les codes de confiance ou de la qualité des valeurs.
8. **Les tables et les banques de données devraient être faciles à utiliser**
   Outre le fait d'utiliser une terminologie claire et une présentation systématique, les banques de données et les tables informatisées devraient être facilement accessibles et rapidement comprises. Les tables imprimées devraient être très lisibles, de dimension et de poids raisonnables.
9. **Le contenu des différentes banques de données devrait pouvoir être compatible**
   La description des aliments, les modes d'expression et les sources des valeurs doivent être aussi conformes que possible aux normes internationales existantes (par exemple les identificateurs des composants de INFOODS) et proches d'autres banques de données importantes sur la composition des aliments. A des fins scientifiques, il est nécessaire de concevoir des banques de données et des tables informatisées pouvant être utilisées avec d'autres systèmes similaires.
10. **La banque de données devrait avoir peu de données manquantes**
    On peut déduire de ce qui précède que toute base ou table de données sur la composition des aliments devrait viser à avoir aussi peu de vides que possible car les données manquantes pourraient fausser sensiblement les estimations d'apports en nutriments. D'une part, il vaut sans doute mieux inclure des données imputées ou empruntées, toujours clairement identifiées comme telles, plutôt que laisser un vide. D'autre part, pour des raisons pratiques, il peut être nécessaire d'établir une base ou une table de données incomplètes pour répondre à des besoins immédiats. Des données autres que celles concernant les nutriments (par exemple, des données sur des substances toxiques ou des additifs), bien qu'utiles, ne sont pas indispensables à ce stade.

Utilisations des données sur la composition des aliments

Les données sur la composition des aliments sont utilisées principalement pour l'évaluation et la planification des apports énergétiques et nutritionnels. Dans les deux cas, l'approche la plus utile est de faire le calcul sur des groupes plutôt que des individus. L'évaluation et la planification peuvent être divisées en plusieurs sous-catégories pour lesquelles les besoins précis vis-à-vis de la banque de données sont différents, et pour lesquelles le besoin en informations complémentaires est nécessaire.

Évaluation des apports en nutriments (analyse nutritionnelle)

Lorsque l'on connaît les quantités d'aliments consommés, les données sur leur composition permettent de calculer l'apport en chaque nutriment en multipliant la quantité de chaque

aliment par la concentration du nutriment dans cet aliment et en sommant ensuite les résultats, selon l'équation

$$I = \sum(W_1C_1 + W_2C_2 + W_3C_3 + ...W_nC_n)$$

où: I = apport en nutriment, W_1 = quantité consommée de l'aliment 1, C_1 = concentration du nutriment dans l'aliment 1, etc.

Il est nécessaire de connaître l'apport en nutriments à différents niveaux, comme il est indiqué ci-dessous.

Au niveau individuel

Les apports en nutriments pour une personne peuvent être calculés à l'aide de données de composition et de données de consommation (estimées par l'histoire alimentaire, un rappel de 24 heures ou une enquête avec pesée des portions) (Cameron et van Staveren, 1988; Nelson, 2000). Cette information peut mettre en lumière un équilibre ou un déséquilibre alimentaire flagrant, ce qui est important lors de la formulation de conseils diététiques ou pour la prescription d'un régime thérapeutique. Néanmoins, l'utilisateur doit être conscient qu'en raison de la variabilité naturelle des aliments, les données de composition ne permettent pas de prévoir avec précision la composition d'une portion d'un aliment particulier.

Au niveau d'un groupe d'individus

Les aliments consommés par des populations peuvent être mesurés par diverses techniques (Marr, 1971) et traduits en nutriments ingérés, au moyen de données sur la composition des aliments. Ces résultats donnent une indication sur l'état nutritionnel du groupe (Jelliffe et Jelliffe, 1989; Gibson, 1990) et peuvent servir à étudier le rapport entre l'alimentation et des paramètres de santé: caractéristiques des maladies et décès, taux de croissance, poids de naissance, indicateurs du statut nutritionnel clinique, performance physique, etc. Les exemples de groupes souvent étudiés sont:

a) les groupes physiologiques, tels que les enfants en phase de croissance, les femmes enceintes ou allaitantes, les personnes âgées;
b) les groupes socioéconomiques (par exemple caste, groupe racial, socioprofessionnel ou économique);
c) les groupes cliniques, tels que malades et contrôles de population saine;
d) les groupes d'intervention, provenant généralement des catégories précédentes, qui reçoivent un complément alimentaire ou bénéficient d'autres programmes;
e) les cohortes d'études épidémiologiques sur l'alimentation et la santé (Riboli et Kaaks, 1997).

Les données tirées d'études de groupes sont utilisées non seulement pour l'identification de problèmes nutritionnels et la planification d'interventions pour les résoudre, mais aussi pour les recherches qui tentent de déterminer les apports nutritionnels indispensables à une bonne santé. Les résultats de ces études peuvent être utiles pour les politiques alimentaires et nutritionnelles sous la forme de programmes de supplémentation alimentaire pour les enfants, de coupons alimentaires pour les groupes à faible revenu, de conseils alimentaires

à destination des femmes enceintes, de régimes alimentaires préventifs pour réduire les taux des maladies cardiovasculaires, etc.

Aux niveaux national et international

Les statistiques nationales de la production agricole, ajustées du fait des exportations, des importations, des utilisations non alimentaires et des déchets bruts, sont multipliées par les données de composition nutritionnelle et divisées par la population totale pour estimer la disponibilité brute en nutriments par habitant. Ces données permettent d'évaluer *grosso modo* l'adéquation ou l'inadéquation de la disponibilité alimentaire nationale et donnent une idée des pénuries ou excédents. Les systèmes de surveillance des aliments (par exemple Bilde et Leth, 1990) permettent de suivre la consommation en substances recommandables ou non, sur des années.

Les données issues de différents pays peuvent être regroupées afin de décrire la situation de la disponibilité alimentaire aux niveaux multinational ou mondial. De telles données permettent de définir les politiques alimentaires et nutritionnelles, de fixer des objectifs pour la production agricole, de formuler des conseils en vue de politiques de consommation ou autre, comme l'enrichissement des produits ou la consommation de compléments alimentaires (Buss, 1981).

A l'échelle internationale, ces informations ont des incidences sur le commerce et sur l'élaboration des politiques d'aide. Dans la recherche, la comparaison des apports en nutriments dans différents pays, ainsi que l'étude d'autres données épidémiologiques, permettent de mieux comprendre l'impact des constituants alimentaires sur la santé et le développement de maladies. Actuellement, il n'est possible de suivre les changements à long terme de la disponibilité alimentaire qu'en utilisant des tables et des banques de données sur la composition des aliments actualisées. Par exemple, la teneur en lipides et en fer de la viande a évolué dans les pays occidentaux sous l'effet de changements dans les méthodes d'élevage et de découpe de la viande. On peut comparer les morceaux d'aujourd'hui avec ceux d'il y a 10 ans en se reportant aux anciennes tables de composition des aliments (Vanderveen et Pennington, 1983).

Au niveau supranational ou d'une communauté

On peut faire des calculs similaires pour estimer la répartition des nutriments au sein d'un pays. Ces résultats peuvent faire ressortir des problèmes nutritionnels avérés ou potentiels. Ces études ont souvent une importance déterminante dans les pays en développement constitués de régions géographiques disparates. Des enquêtes périodiques, réalisées dans le cadre d'un système exhaustif de surveillance nutritionnelle, permettent de suivre de près des évolutions nutritionnelles et l'impact des politiques alimentaires et nutritionnelles.

Planifier, conseiller ou prescrire une consommation alimentaire et nutritionnelle (synthèse nutritionnelle)

On a estimé les besoins nutritionnels et les apports recommandés pour la majorité des nutri-

ments (par exemple FAO/OMS/UNU, 1985), et il appartient au nutritionniste de traduire ces besoins ou recommandations en consommation alimentaire souhaitable, pour des coûts variables. Là encore, cette tâche peut être effectuée à plusieurs niveaux, comme il est décrit ci-dessous.

Prescription de régimes alimentaires thérapeutiques

Un régime alimentaire thérapeutique doit être équilibré et adéquat sur le plan nutritionnel, tout en contrôlant l'ingestion d'un ou plusieurs nutriments spécifiés. Il faut donc avoir une formation professionnelle et connaître dans le détail la composition des aliments pour prescrire des régimes alimentaires thérapeutiques. Le tableau 1.2 énumère des types de troubles qui nécessitent un régime alimentaire thérapeutique, ainsi que les constituants alimentaires qui doivent être contrôlés. Malheureusement, la majorité des tables et banques de données sur la composition des aliments ne contiennent pas d'informations sur tous les constituants énumérés au tableau 1.2, et il pourrait se révéler nécessaire de consulter des sources de données primaires pour obtenir les informations requises.

Planification des régimes de restauration collective

Les données sur la composition des aliments sont utilisées pour convertir les apports en nutriments recommandés en aliments et menus à faible coût. De cette manière on fournit des repas à de vastes secteurs de la population (par exemple établissements militaires, cafétéria sur lieu de travail, hôpitaux, prisons, écoles, garderies et hôtels).

Politique nationale alimentaire et nutritionnelle

Une politique nationale alimentaire et nutritionnelle définira souvent les objectifs concernant les apports en certains nutriments. Ces objectifs doivent être traduits en objectifs de production alimentaire pour le secteur agricole ou en objectifs de consommation alimentaire pour le marché ou le secteur de la santé publique (par exemple par le biais de subventions accrues ou la promotion de certains aliments).

Réglementation nutritionnelle de la disponibilité alimentaire

Les responsables de la réglementation alimentaire utilisent comme référence souhaitable pour les teneurs en nutriments des aliments transformés ou nouvellement commercialisés les données nutritionnelles provenant des matières premières ou des denrées alimentaires «traditionnelles». Par exemple, les consommateurs devraient pouvoir compter sur un produit laitier traditionnel ayant une certaine teneur en calcium et en riboflavine, et les nouvelles techniques de transformation ne devraient pas altérer pour beaucoup la qualité nutritionnelle originelle de ce produit bien identifié. De la même manière, un aliment industriel ou manufacturé de substitution devrait avoir la même valeur nutritionnelle que l'aliment qu'il est censé remplacer (Vanderveen et Pennington, 1983).

Tableau 1.2 Exemples de conditions cliniques nécessitant des informations sur la composition des aliments pour la planification de régimes alimentaires thérapeutiques

Conditions cliniques	*Informations de composition requises*
Nécessité d'un régime alimentaire	
Diabète	Valeur énergétique, glucides disponibles, lipides, protéines, fibres alimentaires
Obésité	Valeur énergétique, lipides, sucres
Hypertension	Valeur énergétique, sodium, potassium, protéines
Maladie rénale	Protéines, sodium, potassium
État de déficience	
Anémie	Fer, folates, vitamine B_{12}
Carences vitaminiques	Teneurs en vitamines spécifiques
Troubles métaboliques	
Hémochromatose	Fer
Hyperlipidémie	Lipides, acides gras, cholestérol
Anomalies du métabolisme des acides aminés	Acides aminés
Goutte, xanthinurie	Purines
Maladie de la vésicule biliaire	Lipides, calcium, cholestérol, fibres alimentaires
Maladie de Wilson	Cuivre
Intolérances	
Disaccharides, monosaccharides	Sucres individuels, en particulier saccharose, lactose, fructose, galactose
Gluten (et autres protéines spécifiques)	Gluten, protéines spécifiques
Migraine	Monoamines
Allergies	Protéines spécifiques

Note: La présente liste ne prétend pas être exhaustive.

Une base de données sur la composition des aliments est aussi un outil pour effectuer une première vérification sur les informations ou les allégations figurant sur une étiquette. Par exemple, un aliment peut être affiché comme riche en nutriment X. L'information sur la composition de ses ingrédients indiquera si ce aliment est riche en ce nutriment X sans enrichissement (pour lequel des règlements spéciaux peuvent exister). En outre, les données sur les «nouveaux» cultivars évalués en vue de leur introduction commerciale à grande échelle peuvent être comparées avec les données des cultivars traditionnels.

Certains pays autorisent le calcul de la composition nutritionnelle utilisée pour l'étiquetage de certains aliments composés à partir des données nutritionnelles des ingrédients issus des tables et banques de données. Dans ce cas, il faut vérifier que les valeurs provenant

des tables et des banques de données sont comparables avec celles de la réglementation alimentaire concernant l'étiquetage des aliments.

Préparation des programmes d'intervention nutritionnelle

Les interventions nutritionnelles, telles que les programmes d'aide alimentaire, de supplémentation alimentaire et de prévention des maladies, nécessitent l'utilisation de données sur la composition des aliments afin de traduire les besoins spécifiques en nutriments en besoins alimentaires. On notera que ces programmes peuvent exiger une confirmation par l'analyse directe, en particulier au niveau de la recherche.

Limites des banques de données sur la composition des aliments

Les limites des tables et des banques de données sur la composition des aliments sont souvent insuffisamment comprises par de nombreux utilisateurs. Les aliments en tant que matériaux biologiques connaissent des variations naturelles de composition; une base de données ne peut donc prévoir avec précision la composition de tous les échantillons d'un aliment. En conséquence, bien que les tables et les banques de données de composition puissent servir à mettre au point un régime alimentaire, un repas ou une supplémentation, les teneurs en nutriments seront essentiellement des estimations. Pour des études métaboliques, il faut en général procéder à une analyse directe afin de calculer avec la précision nécessaire l'apport en nutriments étudiés.

En outre, les tables et banques de données ont une utilité limitée dans les domaines réglementaires et scientifiques. Elles ne peuvent pas prévoir avec précision les teneurs en nutriments de n'importe quel aliment. Ceci s'applique particulièrement aux nutriments labiles (par exemple la vitamine C et les folates), aux constituants ajoutés ou enlevés au cours de la préparation (lipides, eau). En outre, la composition d'un aliment donné peut changer avec le temps (par exemple, la formule d'un fabricant peut changer) ne permettant pas l'utilisation des valeurs dans la banque de données. La précision de la capacité prédictive des valeurs est également limitée par la façon dont les données sont enregistrées dans la banque de données (sous la forme de moyennes, par exemple).

Souvent, les banques de données sur la composition des aliments ne peuvent être utilisées comme source documentaire pour effectuer des comparaisons avec des valeurs obtenues par d'autres moyens. Il faudrait comparer des données provenant d'un pays avec celles obtenues dans d'autres pays en se référant à la littérature originale. On pourra considérer comme fiable une base de données sur la composition des aliments si l'on sait que les données sont fondées sur des valeurs analytiques originales. Il faut documenter clairement toutes les imputations, calculs, pondérations et moyennes et, plus important encore, il faut décrire les aliments de manière adéquate pour pouvoir procéder à ces comparaisons.

Il semble que, malgré les importants efforts déployés durant les 20 dernières années pour harmoniser la description des aliments, la terminologie relative aux nutriments, les

méthodes d'analyse, les méthodes de calcul et de compilation, les valeurs provenant de tables et de banques de données de composition ne sont pas facilement comparables d'un pays à l'autre. En outre, pour un même aliment les utilisateurs ne sont pas toujours conscients des différences qui existent entre les teneurs en nutriments des formes crue ou cuite et ils pourraient utiliser à tort les valeurs de l'aliment cru au lieu du cuit. C'est souvent le cas dans des pays qui utilisent des tables de composition contenant beaucoup d'aliments crus.

Enfin, il y a eu une augmentation de la consommation en aliments manufacturés et en compléments en minéraux et vitamines, qui représentent jusqu'à 60 pour cent de la consommation alimentaire totale. Or, ceux-ci sont rarement cités dans les tables et les banques de données sur la composition des aliments (Charrondiere *et al.*, 2002). On peut dès lors supposer que les estimations des apports en nutriments sont de moins en moins représentatifs des apports réels.

Utilisateurs

Les utilisateurs des tables et des banques de données de composition sont très variés: économistes, planificateurs agricoles, nutritionnistes, diététiciens, gestionnaires de restauration collective, chercheurs en sciences de l'alimentation et de l'agriculture, industriels, technologues alimentaires, conseillers en économie domestique, enseignants, épidémiologistes, médecins, dentistes, chercheurs en santé publique, consommateurs non spécialistes et journalistes. Pour répondre à la diversité de leurs besoins, différents types de tables et banques de données sont aujourd'hui disponibles grâce à l'informatique.

Chapitre 2

Lancement et organisation d'un programme sur la composition des aliments

Au cours de la dernière décennie, divers organismes, programmes, projets et individus ont entrepris un nombre croissant d'actions concernant la composition des aliments et ce pour des motivations de plus en plus nombreuses. Beaucoup d'organismes nationaux, régionaux et internationaux reconnaissent l'importance des données sur la composition des aliments et la nécessité d'échanger des informations qui soient précises et utiles à tous ceux qui en ont besoin (Rand et Young, 1983; Rand *et al.*, 1987; West, 1985; Lupien, 1994).

La création d'une banque de données sur la composition des aliments exige donc une approche intégrée allant de la production, l'acquisition, le traitement, la diffusion à l'utilisation de ces données.

Au niveau international

INFOODS, le Réseau international des systèmes de données sur l'alimentation, a été créé formellement en 1984 par l'Université des Nations Unies (UNU), avec un cadre organisationnel et une structure de gestion internationale comprenant un secrétariat international et des centres de données régionaux. Son mandat consiste à «améliorer les données sur la composition des nutriments de toutes les régions du monde afin que des données adéquates et fiables puissent être obtenues et interprétées correctement dans le monde entier» (INFOODS, 2003). Au milieu des années 90, la FAO a rejoint l'UNU dans le réseau INFOODS. Au niveau international les principales activités d'INFOODS consistent en l'élaboration de normes techniques sur la composition des aliments, une assistance aux centres de données régionaux et aux pays qui se lancent dans des activités concernant la composition des aliments, et la publication du *Journal of Food Composition and Analysis* (Elsevier, 2003).

La plupart des pays participent aux forums internationaux et sont signataires des accords internationaux qui se rapportent directement et indirectement à la composition des aliments. La Déclaration mondiale et le Plan d'action sur la nutrition adoptés à la Conférence internationale sur la nutrition (FAO, 1992), la Déclaration de Rome sur la sécurité alimentaire mondiale et le Plan d'action du Sommet mondial de l'alimentation (FAO, 1996) et les Accords

sur les mesures sanitaires et phytosanitaires et sur les Barrières techniques au commerce de l'Organisation mondiale du commerce (OMC, 1998a,b) sont des exemples de ces accords.

Au niveau régional

On compte actuellement 17 centres de données régionaux (voir Annexe 1). Des tables régionales de composition des aliments ont été préparées, en version électronique et en version imprimée (Dignan *et al.*, 1994; de Pablo, 1999; Puwastien *et al.*, 2000) et de nombreuses régions entreprennent des activités régulières de coordination concernant la composition des aliments et ont mis en place des groupes de travail techniques.

Au niveau national

La majorité des pays se lancent maintenant dans des activités de production de données sur la composition des aliments. Un programme national relatif à la composition des aliments est en général le résultat de l'association et de la coordination d'activités diverses, dans un cadre administratif défini, incluant la production, la compilation, la diffusion et l'utilisation des données sur la composition des aliments. Nombre de pays ont créé un comité de pilotage pour faciliter ces initiatives. Un comité de pilotage, ou comité consultatif, est composé idéalement d'individus participant directement aux travaux sur la composition des aliments, c'est-à-dire les utilisateurs, les producteurs, les compilateurs et les responsables de la diffusion. Pour que ce comité de pilotage travaille efficacement, la participation des utilisateurs de données (agriculteurs, analystes, professionnels de santé, diététiciens, nutritionnistes, industriels de l'agroalimentaire et associations de consommateurs) est indispensable.

Souvent, la responsabilité globale de la gestion d'un programme national sur la composition des aliments incombe à une seule organisation, mais il est rare qu'une même organisation accomplisse à elle seule toutes les activités. Indépendamment de leurs affiliations, les producteurs de données travaillant en laboratoire doivent collaborer étroitement avec les compilateurs de données et les compilateurs doivent interagir étroitement avec les utilisateurs des données. Les compilateurs de données jouent donc un rôle central et s'occupent aussi habituellement de la diffusion des données (c'est-à-dire qu'ils publient les données sous forme électronique et/ou imprimée). Dans la plupart des pays, il existe aussi d'autres organismes dont les activités sont directement ou indirectement liées aux données sur la composition des aliments et qui collaborent au programme national. Les programmes nationaux sur la composition des aliments fonctionnent aussi en coopération avec les centres de données régionaux et les initiatives internationales en cours.

Le cadre organisationnel d'un programme national dépendra des politiques et des procédures déjà suivies dans le pays ou la région. En effet, la politique nationale alimentaire et nutritionnelle du pays concerné peut favoriser la création ou la mise à jour d'une banque de

données sur la composition des aliments (par exemple, Langsford, 1979); tout nouveau programme devrait viser à entrer dans le cadre d'une politique nationale existante.

De nombreux pays ont déjà une expérience en matière de production de données sur la composition des aliments et leur utilisation dans des tables. Cette expérience doit contribuer à l'élaboration d'un programme de banques de données. Les données existant pour les aliments, dont la composition est connue et relativement stable, peuvent être utilisées dans la nouvelle banque de données, à condition qu'elles aient été évaluées et qu'elles répondent à des critères de sélection.

Lancement d'un programme

La décision de s'engager dans la création ou la révision d'une base de données sur la composition des aliments peut être prise par un gouvernement, un institut ou un département de recherche, des groupes d'utilisateurs professionnels (par exemple, diététiciens, épidémiologistes) ou, plus rarement, un chercheur individuel.

L'argumentaire pour la mise en place ou la relance du programme peut se présenter de différentes manières:

a. un document soigneusement préparé, soumis à un ministère ou à un comité par des associations professionnelles ou scientifiques ou par des chercheurs influents;
b. des articles publiés dans des journaux scientifiques ou médicaux locaux;
c. une conférence ou une session lors d'une conférence, débouchant sur des résolutions officielles destinées à un comité gouvernemental, un ministère ou une autre autorité;
d. la production par des utilisateurs ou des analystes d'une série non officielle de tables de composition des aliments ou d'une banque de données informatisée;
e. l'établissement d'un comité, officiel ou non, composé de représentants de toutes les parties intéressées, pour lancer un programme.

Tout document soumis devrait mettre en évidence les avantages potentiels d'un tel programme, en particulier sur le plan de la santé publique, de la promotion des productions nationales et des bénéfices économiques dérivant de la réduction des dépenses de santé et enfin des avantages pour l'industrie alimentaire, l'agriculture et le commerce. Il faut insister sur la disponibilité et l'utilité de toutes les données et ressources existantes. En outre, une estimation des coûts prenant en compte les frais administratifs, les analyses, la gestion et la diffusion des données, est indispensable.

Objectifs d'un programme de banque de données de composition

Tout groupe ou individu prenant part à un programme de banque de données devrait poursuivre les objectifs suivants:

1. établir un système qui réponde aux multiples exigences des utilisateurs dans différents secteurs;
2. travailler le plus efficacement possible, pour un coût et dans un laps de temps donnés;
3. consulter régulièrement toutes les parties intéressées afin d'assurer l'acceptabilité du produit final;
4. prévoir la révision ou la mise à jour continue du système de gestion des données et la révision périodique de toutes banques de données ou tables dérivées, selon un calendrier bien défini;
5. faire une large publicité du programme afin d'être sûr que la banque de données, ses résultats et mises à jour seront largement diffusés et utilisés;
6. prévoir l'accès continu de tous les utilisateurs à la banque de données et à ses dérivés.

Définition des exigences des utilisateurs

Une banque de données sur la composition des aliments doit être définie en fonction des utilisations pour lesquelles elle est prévue. Comme c'est essentiellement un outil pour des travaux sur la nutrition au sens le plus large, elle doit être conçue en tenant compte de toutes les utilisations immédiates et proposées. Les utilisateurs potentiels doivent jouer un rôle majeur dans sa conception.

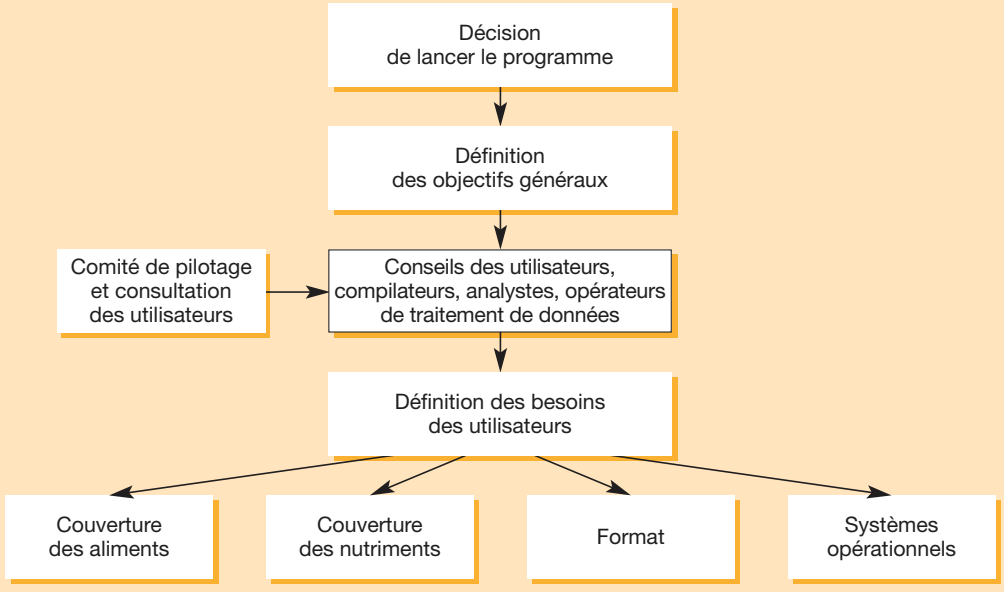
Trois aspects sont d'une importance fondamentale:

a) la sélection des aliments à inclure (Chapitre 3);
b) la sélection des nutriments à inclure (Chapitre 4);
c) les modes d'expression des données à utiliser (Chapitre 9).

Lorsqu'un comité gouvernemental a décidé de réviser la banque de données présentée dans *The composition of foods* (Paul et Southgate, 1978), un comité de pilotage a été créé, chargé de définir les besoins des utilisateurs. Le groupe était constitué d'utilisateurs (ministères, diététiciens et chercheurs en nutrition), de compilateurs, d'une personne chargée de l'analyse, ainsi que des responsables de la conception de la base de données informatisée. Le comité de pilotage a consulté les principaux utilisateurs des tables déjà existantes (diététiciens, chercheurs, industriels de l'agroalimentaire) par le biais d'un questionnaire (Paul et Southgate, 1970) et lors de discussions personnelles, et a sollicité des commentaires par des annonces dans la presse scientifique et spécialisée en alimentation. Les compilateurs ont recueilli ces informations et les ont utilisées pour planifier la révision.

On a aussi utilisé un questionnaire adressé aux utilisateurs dans les premières phases du Programme de banques de données sur la composition des aliments des îles du Pacifique (Bailey, 1991). D'autres méthodes pour obtenir des suggestions des utilisateurs consistent à tenir une réunion publique (Greenfield et Wills, 1981), à organiser une conférence nationale (Food and Nutrition Research Institute/National Research Council of the Philippines, 1985) ou à solliciter des communications auprès des sociétés scientifiques (Bernstein et Woodhill, 1981).

Figure 2.1 Lancement d'un programme de banques de données: définition des besoins des utilisateurs



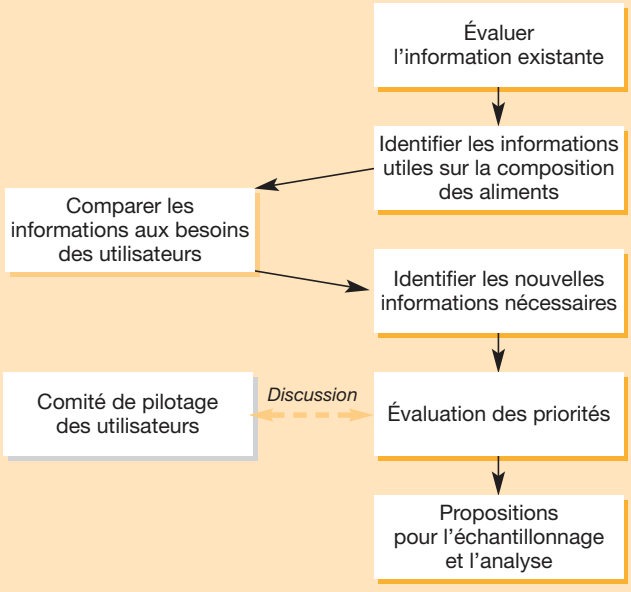
Les contributions des utilisateurs au programme devraient être continues afin de garantir que la banque de données soit à la fois pertinente et pratique. Les associations professionnelles d'utilisateurs (individuellement ou en groupe) auraient donc intérêt à constituer un comité qui continuerait à fournir des informations et à suivre le programme. Il pourrait être utile d'organiser à cette fin une session ou un atelier sur ce thème dans le cadre d'une conférence nationale ou régionale annuelle sur la nutrition (par exemple la conférence de la Sociedad Latinoamericano de Nutrición), ou de tenir des conférences sur la composition des aliments comme celle organisée chaque année aux États-Unis (USDA, 2003b).

Cette stratégie globale concernant la conception d'un programme de base de données et la définition des exigences des utilisateurs est illustrée à la figure 2.1.

Étapes du programme

Les étapes d'un programme idéal de banque de données sur la composition des aliments sont décrites à la figure 2.2. Il faut obtenir un financement et établir des procédures pour la communication entre les parties compétentes. Tous les programmes et installations travaillant sur la composition des aliments existants dans le pays doivent être coordonnés, d'autant qu'une grande partie du travail d'analyse peut être faite en coopération par le gouvernement, les instituts de recherche ou des laboratoires industriels travaillant dans la recherche

Figure 2.2 Définir des priorités pour l'échantillonnage et l'analyse



alimentaire ou dans des domaines connexes. La facilitation de cette collaboration doit être d'emblée une priorité importante.

Il faut naturellement établir un budget; l'encadré 2.1 énumère les divers éléments à prendre en compte.

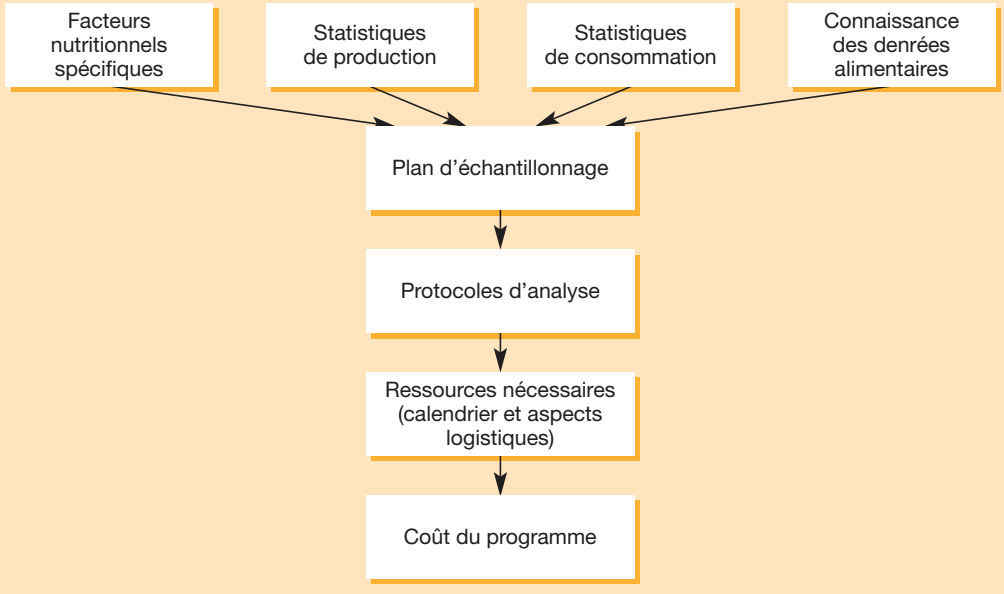
Examen, collecte et compilation des informations existantes

En général, il existe déjà localement des informations sur la composition d'aliments, même dans les pays qui ne disposent pas de tables nationales officielles de composition. La première étape consiste donc à évaluer si ces informations publiées ou non, sont des sources de données

Encadré 2.1 Principaux éléments du budget d'un programme de banque de données sur la composition des aliments

- Réunions (des compilateurs, analystes, comités)
- Compilateurs (salaires, personnel de soutien, frais généraux)
- Achat et transport des échantillons d'aliments
- Programme d'analyse (salaires, équipement, consommables)
- Consultation d'experts
- Contributions des utilisateurs (y compris participation aux réunions des comités)
- Coûts de la gestion et du traitement des données (y compris sous-traitants externes)
- Coûts des publications (formats papier, électronique et Internet)
- Publicité, diffusion, marketing

Figure 2.3 Élaboration de programmes d'échantillonnage et d'analyse



valides (voir Chapitre 10 pour les principes guidant cette évaluation). L'examen des besoins des utilisateurs indique quelles données nouvelles sont nécessaires et des propositions sont faites pour de nouveaux programmes d'échantillonnage et d'analyse. Dans la majorité des pays, il est nécessaire à ce stade de définir les priorités, ce qui exige de nouvelles contributions de la part des utilisateurs.

Programmes d'échantillonnage et d'analyse

Il faudrait examiner simultanément l'échantillonnage et l'analyse, d'une part pour garantir la qualité des données (Chapitres 5, 6, 7 et 8) et, d'autre part, pour estimer conjointement les coûts de l'échantillonnage et l'analyse.

Pour élaborer un plan et des protocoles d'échantillonnage (Chapitre 5) de nombreuses contributions sont souvent nécessaires; les compilateurs doivent donc consulter très largement des personnes extérieures. Si, comme cela se produit dans de nombreux pays, une partie du programme est sous-traitée, le compilateur doit s'assurer que le contractant connaît les exigences des utilisateurs et les normes de qualité requises pour les données entrant dans le système.

Il est conseillé d'articuler les programmes d'échantillonnage et d'analyse sur des aliments spécifiques ou des groupes d'aliments. Ce recentrement sur des aliments spécifiques est également utile pour définir l'expérience requise des éventuels sous-traitants. Cette étape est représentée schématiquement à la figure 2.3. L'échelle de temps proposé pour les travaux déter-

mine les besoins de ressources, et il faudra examiner très attentivement les aspects logistiques. Une fois que tous ces facteurs sont évalués, il est possible d'estimer le coût des différentes sections du programme et de proposer un budget, pour approbation.

Les analystes doivent particulièrement veiller à ce que l'équilibre budgétaire soit assuré entre les frais de personnel, la capacité du laboratoire, l'équipement, les frais courants, etc. Du fait qu'il est peu probable qu'il existe déjà un laboratoire disposant de tous les moyens nécessaires pour entreprendre le travail, les analystes qui préparent les budgets ou qui soumettent des propositions de contrats doivent mettre l'accent sur les investissements permettant de répondre à tout besoin spécifique. Les considérations budgétaires varient d'un pays à l'autre. Là où la main-d'œuvre est chère, il sera préférable d'investir dans un équipement automatisé. Là où elle est bon marché, on pourra engager plus de personnel. Les méthodes d'analyse chimique par voie humide seront plus appropriées s'il est difficile de maintenir les instruments ou d'obtenir des pièces de rechange.

Outre les analyses chimiques, les tâches à programmer comprennent la collecte régionale d'aliments, la détermination et la préparation de portions comestibles, une estimation des tailles de prélèvements et l'examen des méthodes de cuisson (voir Chapitre 3). Les groupes disposant des installations techniques appropriées peuvent effectuer ce travail séparément du programme d'analyse, si nécessaire.

Supervision du programme d'analyse

En principe, le concept de qualité des données fait partie intégrante des procédures d'analyse (Chapitres 7 et 8), et le comité de pilotage des utilisateurs doit faire en sorte que les analystes tiennent compte des besoins détaillés des utilisateurs. Néanmoins, il est utile d'examiner régulièrement les programmes d'analyse pour rappeler l'objectif global des analyses, c'est-à-dire que la base de données sur la composition des aliments est destinée à de nombreux types d'utilisateurs.

Inversement, les analystes devraient tenir informé le comité de pilotage des utilisateurs tant des limitations des méthodes d'analyse que des améliorations qui y sont apportées, afin d'assurer que le groupe travaille en toute connaissance de cause.

Des arrangements devraient être faits pour que les laboratoires d'analyse présentent régulièrement des rapports dont les exigences sont telles que l'ensemble des données d'analyse est fourni. Par exemple, la seule valeur en protéines est inacceptable si la méthode utilisée repose sur la détermination de l'azote (N). Dans ce cas, la valeur N et le coefficient de conversion utilisé ou suggéré par le laboratoire devraient être fournis en même temps que la valeur en protéines calculée. Les unités et les critères d'arrondi doivent aussi être spécifiés dans les rapports du laboratoire. Des politiques devraient être définies en ce qui concerne la publication des résultats de laboratoire avant de les introduire dans la banque de données sur la composition des aliments. Il est généralement souhaitable que les résultats soient publiés indépendamment de sorte que leur examen approfondi des comités de lecture de journaux renforce leur validité scientifique.

Évaluation des rapports d'analyse

Les données fournies par les laboratoires d'analyse font l'objet d'une évaluation initiale (Chapitre 9), de préférence dans le cadre de discussions entre compilateurs et analystes, pour veiller à leur cohérence. Les difficultés rencontrées durant les travaux sont aussi examinées à ce moment-là. Des problèmes auront inévitablement obligé les personnes chargées de l'échantillonnage et de l'analyse à s'écarter du protocole officiel. Il est indispensable que les compilateurs soient informés de ces changements.

Compilation des banques de données de référence

Une fois que l'on dispose d'informations suffisantes, le comité de pilotage des utilisateurs et les experts externes des denrées ou aliments en question peuvent commencer à examiner les données. L'examen par les utilisateurs permet de déterminer si les objectifs qu'ils ont définis sont atteints; en outre, il constitue un moyen de gérer l'avancement du programme.

Une revue externe joue un rôle d'arbitrage scientifique traditionnel et garantit que les données acquises sont compatibles avec les connaissances spécialisées (qui pourraient ne pas être axées sur la nutrition) concernant la denrée ou les aliments. Lorsque l'on examine des produits manufacturés, il est bon de soumettre les données au fabricant pour commentaires. Cette étape permet d'identifier d'éventuelles discordances avec les données de contrôle de la qualité fournies par le fabricant, et indique si les échantillons des aliments analysés sont représentatifs d'une production normale.

Compilation d'une banque de données utilisateur

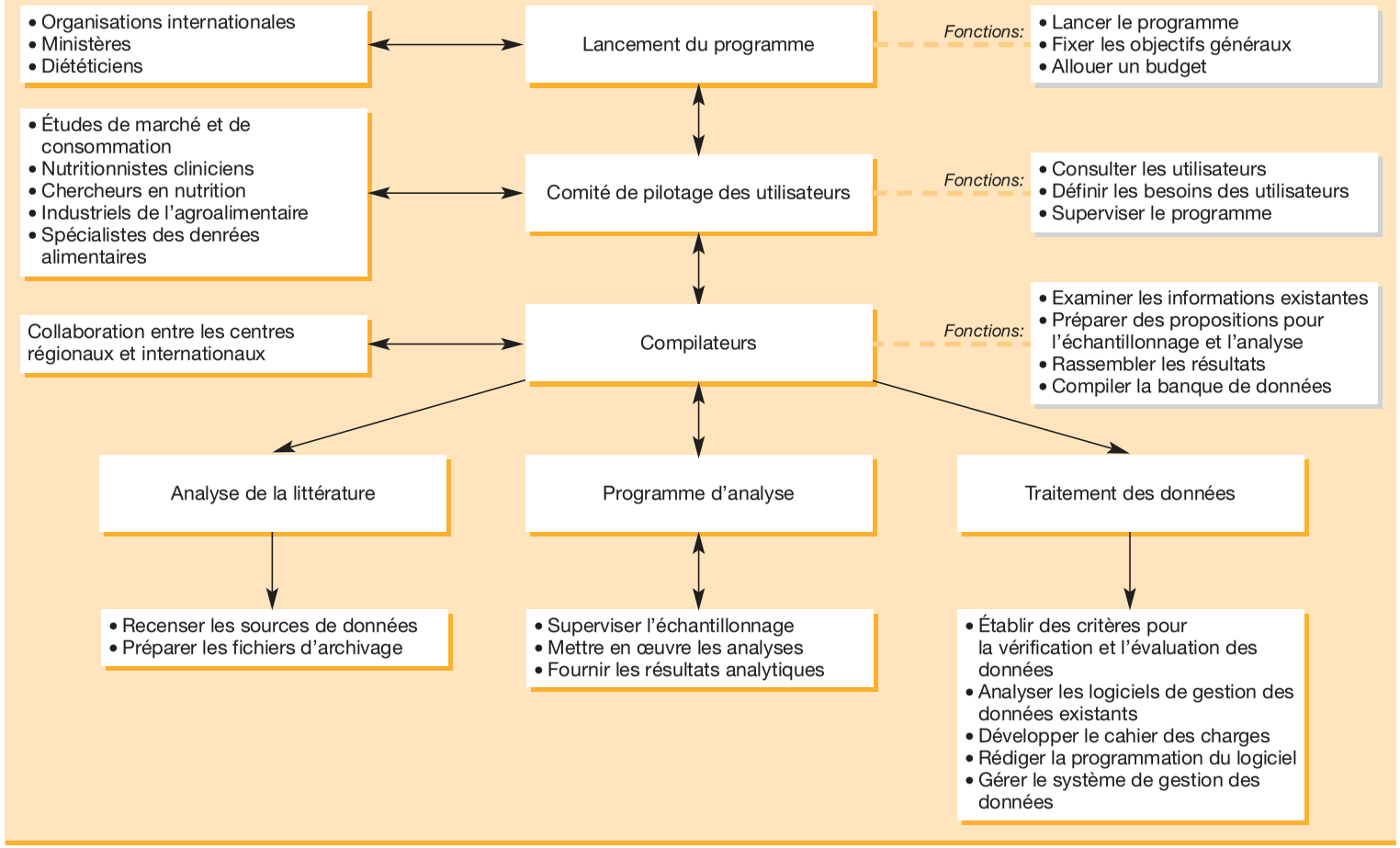
Les compilateurs doivent travailler en étroite coopération avec le comité de pilotage des utilisateurs. Il est souhaitable que les utilisateurs passent en revue les sections de la base de données une fois préparées. Cet examen permet aux utilisateurs d'alerter les compilateurs en cas de problèmes concernant le format, l'ergonomie et l'adéquation des données, et cela donne aux compilateurs l'occasion d'alerter les utilisateurs en cas de problèmes de données inadéquates ou, s'il est nécessaire, de compléter les analyses. Lorsque la base de données est presque achevée, il est bon de tester son bon fonctionnement. Ces tests-ci peuvent être organisés par le biais du comité de pilotage des utilisateurs.

Fonctionnement de la banque de données

Gestion

Une fois que la banque de données commence à être utilisée, il est souhaitable de procéder à une série de tests opérationnels. Bien que des benchmarks spécialement conçus pour tester

Figure 2.4 Vue schématique de l'organisation d'un programme de banque de données



la banque de données soient utiles (voir Chapitre 10), c'est l'utilisation régulière qui constitue le vrai test, et il faudrait prévoir de rassembler des informations sur les difficultés rencontrées ou les discordances relevées par les utilisateurs. Les erreurs doivent être recueillies de manière centralisée et enregistrées afin que la banque de données puisse être corrigée. Il est particulièrement important que la gestion de la base de données soit envisagée dans sa continuité.

Mise à jour

Il est aussi souhaitable d'établir un groupe d'utilisateurs permanents, connaissant bien les critères originaux du programme, qui examineront périodiquement l'extension et la révision de la base de données.

Une révision continue ou périodique est indispensable pour plusieurs raisons. Le niveau de la consommation d'un aliment peut changer, en particulier avec l'apparition de «nouveaux» aliments (par exemple les nouilles instantanées). La qualité nutritionnelle d'un aliment traditionnel peut également changer (par exemple, les changements dans l'élevage et la découpe de la viande se répercutent sur la teneur en lipides et la qualité en micronutriments des viandes). Les nouvelles méthodes de préparation des aliments de grignotage peuvent avoir des effets frappants sur la composition nutritionnelle d'un aliment (par exemple, les aliments apéritifs (snacks) à base de pommes de terre extrudées exempts de vitamine C) ou des conséquences nutritionnelles pour des individus sensibles (par exemple, le passage à des sirops de fructose et des édulcorants). De plus, outre les changements dans les aliments eux-mêmes, des progrès dans les méthodes d'analyse peuvent impliquer le besoin de recommencer l'analyse des aliments pour un nutriment particulier. Ces tendances nécessitent une surveillance nutritionnelle continue de la consommation alimentaire (Paul, 1977) et indiquent qu'une banque de données devrait être révisée de temps à autre ou de façon continue. L'arrivée des systèmes de gestion informatisée des banques de données simplifie, en principe, la mise à jour continue et la production périodique de banques ou de tables dérivées.

Droits d'auteur et autres conventions

Étant donné que la législation sur les droits d'auteur et la propriété intellectuelle varie d'un pays à l'autre (Ricketson, 1995), les compilateurs des banques de données devront se familiariser eux-mêmes avec les dispositions nationales et internationales et s'y conformer. Ces dispositions peuvent inclure la nécessité de demander la permission d'utilisation des données, la présentation de copyrights, le paiement d'un droit. En outre, des conventions scientifiques normales devraient être suivies concernant la citation des sources de données afin que les utilisateurs puissent se référer directement à la source originale.

L'organisation chargée du programme de composition des aliments, avec l'approbation du comité de pilotage national, publie généralement les données sur la composition des aliments sous diverses formes imprimées ou électroniques et peut faire payer aux utilisateurs le coût matériel des publications. La banque de données sur les nutriments du Ministère américain de l'agriculture (USDA) (USDA, 2003a) est un exemple d'une base de données qui a été émise gratuitement dans le domaine public. En même temps, des dispositions

devraient être prises pour vendre sous licence les données à des utilisateurs commerciaux (Greenfield, 1991b), tels que les créateurs de logiciels pour l'analyse alimentaire, qui peuvent ensuite vendre leur programme avec les données.

Présentation générale du programme et besoins d'organisation

Le schéma du programme à la figure 2.4 montre les éléments organisationnels d'un programme de banque de données sur la composition des aliments et certaines fonctions de chacune de ses composantes. Tout le programme nécessite une information en retour jusqu'au niveau le plus élevé et, en fait, une interaction constante lorsque des propositions sont faites, que des priorités sont définies, que des travaux sont conçus et exécutés et que le produit final est revu. Les compilateurs sont les membres exécutifs du programme, assurant que les objectifs fixés par le comité de pilotage des utilisateurs sont atteints et que la qualité est maintenue.

Dans la pratique, les compilateurs peuvent être plusieurs individus, chacun responsable d'un seul domaine (par exemple analyse de la littérature, supervision des programmes d'analyse ou des données sur certains nutriments, denrées ou aliments). Si les ressources permettent cette répartition des tâches, grâce à laquelle les connaissances techniques pourront se développer, il est essentiel de disposer d'une bonne gestion, de façon à ce que le compilateur principal ait une vue d'ensemble claire du travail.

Une interaction continue avec le centre de données régional est en général utile pour garantir que les normes sont maintenues et que les données sont compatibles.

Chapitre 3

Sélection des aliments

La majorité des utilisateurs des banques de données de composition souhaite qu'elles soient «exhaustives». L'objectif d'un programme relatif à la composition des aliments est d'assurer que la banque de données comprenne le plus grand nombre possible d'aliments consommés par la population pour laquelle elle a été préparée. Cependant, créer une banque de données parfaitement exhaustive est un objectif impossible, principalement à cause du très grand nombre d'aliments constituant le régime alimentaire, en particulier si l'on inclut toutes les variantes possibles des plats cuisinés. Le développement permanent de nouveaux produits alimentaires par l'industrie agroalimentaire, de nouvelles variétés végétales et techniques d'élevage par l'industrie agricole fait que les analystes et les compilateurs visent une cible mouvante. Elle est difficile à atteindre en raison du volume des analyses requises pour prendre en compte tous les aliments et des implications de ces travaux en termes de financement. Les personnes participant à un programme de composition des aliments – par le biais d'un comité de pilotage national ou d'autres moyens consultatifs – doivent donc élaborer une stratégie et définir des priorités dans le choix les aliments à inclure.

L'approche décrite ci-dessous convient pour créer une banque de données *de novo*. Dans la pratique, toutefois, elle est rarement employée car la plupart des pays ou des régions disposent déjà d'informations sous la forme de tables de composition ou d'une base de données informatisée. Néanmoins, la stratégie proposée peut servir à réviser ou à enrichir les informations existantes.

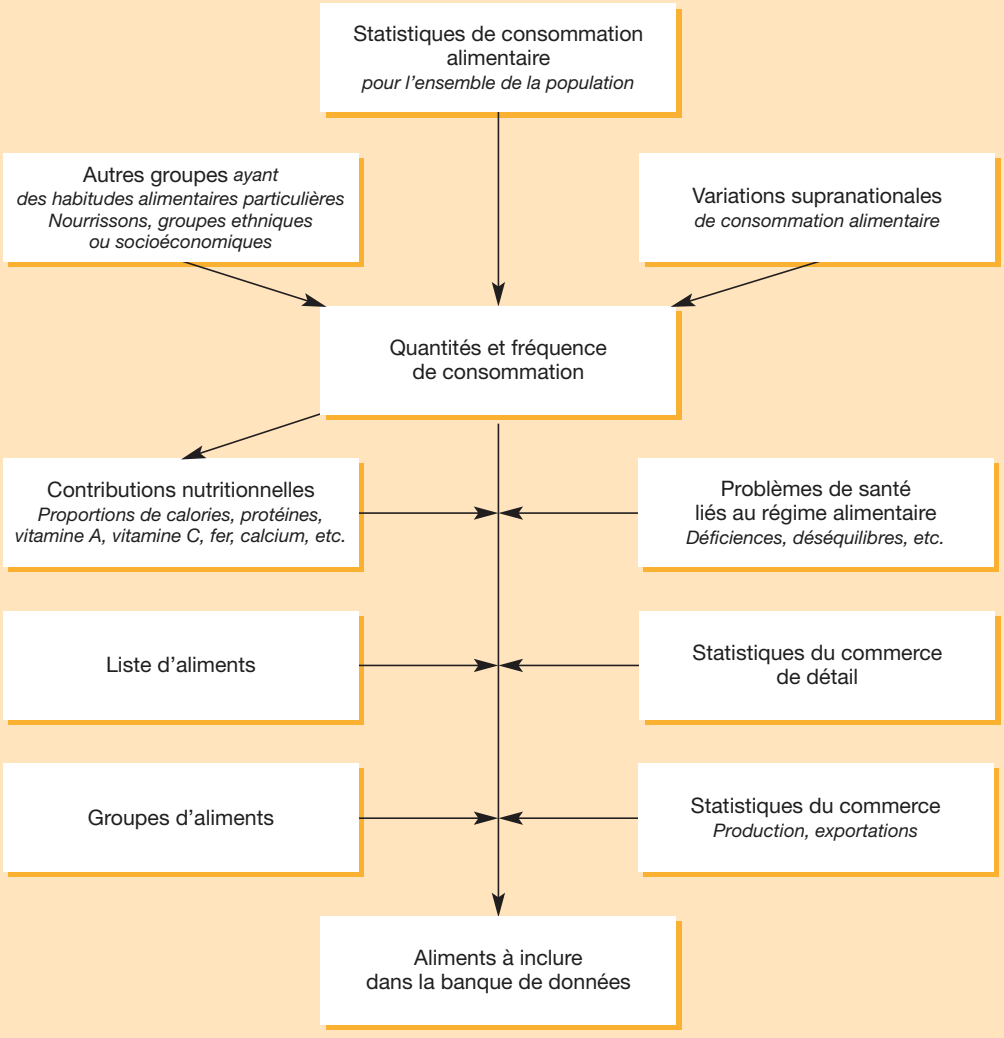
Définition de priorités

Pour définir des priorités, il faut prendre en compte toutes les sources d'informations. Celles-ci sont résumées à la figure 3.1.

Données de consommation alimentaire

Les données de consommation alimentaire représentent un point de départ idéal. Les aliments les plus fréquemment consommés et en quantités les plus grandes constituent la liste des

Figure 3.1 Étapes à suivre pour sélectionner des aliments à ajouter dans une banque de données sur la composition des aliments



aliments clés. Pour identifier ces aliments, il faut non seulement prendre en compte des statistiques globales relatives à la population totale mais aussi des consommations de sous-groupes spécifiques, notamment des nourrissons et des personnes ayant des besoins alimentaires particuliers. Au sein de la population, on prendra aussi en considération les groupes ethniques ayant des habitudes alimentaires particulières et différents groupes socioéconomiques et régionaux. On peut trouver des données sur les denrées dans les banques de données statistiques de la FAO (FAO, 2003) et des données d'enquêtes sur les ménages ou les individus auprès des ministères de l'économie, de la santé ou de l'agriculture.

Contributions nutritionnelles

Les données de consommation alimentaire devraient donc être utilisées pour estimer les contributions nutritionnelles des différents aliments (Chug-Ahuja *et al.*, 1993; Schubert, Holden et Wolf, 1987).

Le Ministère de l'agriculture des États-Unis (USDA) a mis au point une procédure qui s'appuie sur des données de consommation alimentaire et les valeurs nutritionnelles des aliments pour dresser la liste des aliments clés: *Key Foods* (Haytowitz *et al.*, 1996). On entend par aliments clés les aliments qui représentent jusqu'à 80 pour cent de l'apport pour un nutriment donné. Si l'on additionne les apports nutritionnels via tous les aliments clés, ceux-ci doivent représenter environ 90 pour cent de l'apport nutritionnel total pour les nutriments examinés. Cette méthode utilise les profils en nutriments existants et des données représentatives au plan national, issues d'études de consommation alimentaire. On prélève et on prépare davantage d'échantillons pour les aliments qui apportent de grandes quantités de nutriments ayant une importance pour la santé publique. Tous les échantillons ne sont pas analysés pour tous les nutriments qui figurent actuellement dans la base de données (Haytowitz, Pehrsson et Holden, 2000). Cette approche par les aliments clés est au cœur des contrats actuels pour l'analyse des nutriments de USDA (Haytowitz, Pehrsson et Holden, 2002) et de nombreux autres pays sont en train d'adopter cette méthode (Galeazzi *et al.*, 2002).

Nutriments ayant une importance pour la santé publique dans le pays

Il faut d'abord examiner la contribution d'un aliment dans l'apport énergétique total. Cela permet de lister les aliments qui peuvent être considérés comme aliments de base dans le régime alimentaire. On peut successivement prendre en compte les autres nutriments, selon leur importance du point de vue de la santé publique. Dans certains pays, les protéines seront ensuite examinées; dans d'autres, on mettra l'accent sur les nutriments qui ne sont pas répartis uniformément dans les aliments, par exemple la vitamine A (rétinol), la vitamine C, le fer et le calcium. Lorsqu'une carence en iode constitue un problème de santé publique, il faudra inclure les sources d'iode. Des déficiences en vitamine A indiqueront la nécessité de considérer les aliments riches en caroténoïdes provitamine A, en plus des sources de rétinol. Le nombre d'aliments à ajouter diminuera progressivement en utilisant cette approche séquentielle des aliments clés.

Facteurs commerciaux et économiques

En listant les aliments, il faut tenir compte de l'importance du commerce alimentaire. Dans les pays exportateurs de denrées alimentaires, il peut être nécessaire d'inclure dans la liste les aliments qui sont très importants pour le secteur des exportations, en particulier les aliments transformés, étant donné que l'étiquetage nutritionnel de ces produits est exigé par de nombreux pays importateurs.

Établissement d'une liste d'aliments

Pour de nombreuses populations, les données de consommation alimentaire sont peu abon-

Tableau 3.1 Exemples des principaux groupes d'aliments utilisés dans les banques de données et les tables de composition des aliments

Tables de composition des aliments FAO pour le Proche-Orient[1]	*Tables de composition des aliments des îles du Pacifique*[2]	*Tables de composition des aliments du Royaume-Uni*[3]
Céréales et produits céréaliers	Céréales et produits céréaliers	Céréales et produits céréaliers
Racines et tubercules amylacés	Légumes amylacés	(inclus dans les légumes)
Légumineuses et produits dérivés	Légumineuses	(inclus dans les légumes)
Noix et graines	Noix et graines	Noix
Légumes	Autres légumes	Légumes
	Légumes (feuilles vertes)	
Fruits	Fruits	Fruits
Sucres, sirops et sucreries	Confiseries	Sucres, confitures et snacks
Viandes et volailles	Viandes et volailles	Viandes et produits carnés
Œufs	Œufs	Œufs et produits dérivés
Poissons, mollusques et crustacés	Poissons	Poissons et produits de la pêche
	Fruits de mer	
Lait et produits laitiers	Lait et produits laitiers	Lait et produits laitiers
Huiles et graisses	Graisses et huiles	Huiles et graisses
Boissons	Boissons	Boissons
		Boissons alcoolisées
	Herbes, épices, sauces	Herbes et épices
Divers		Soupes, sauces et aliments divers
	Aliments transformés	
	Plats cuisinés composés	
	Produits de la noix de coco	
	Aliments provenant d'animaux sauvages	

Sources:
[1] FAO, 1982.
[2] Dignan *et al.*, 1994.
[3] Food Standards Agency, 2002.

dantes et, pour définir les priorités, d'autres stratégies peuvent se révéler nécessaires. Une approche utile consiste à préparer la liste des aliments consommés et de procéder à des estimations subjectives de leur importance. La liste doit être compilée à l'aide de plusieurs sources, par exemple les ministères et les chercheurs. Étant donné que les habitudes alimentaires sont largement déterminées par des facteurs socioéconomiques, il est important d'impliquer ces secteurs de la communauté dans la préparation de la liste.

Les statistiques de la production alimentaire et du commerce de détail peuvent également être des sources d'informations utiles à l'élaboration de cette liste. Les bilans alimentaires et les bases de données sur la disponibilité alimentaire sont publiés par la FAO pour la plupart des pays. Ils fournissent des données sur la disponibilité des aliments et leurs contributions par habitant aux apports en énergie, protéines et lipides (FAO, 2003).

Utilisation des groupes d'aliments

Il est souvent utile de structurer une banque de données sur la composition des aliments en utilisant des groupes d'aliments. Cela permet de prendre en compte le régime alimentaire dans son entier et de ne pas privilégier un groupe d'aliments aux dépens du régime dans son ensemble.

Il n'y a pas de classification normalisée des groupes d'aliments à l'échelle internationale. Au 16e Congrès international sur la nutrition, une présentation d'INFOODS portait sur cette question des groupes d'aliments (Burlingame, 1998).

La majorité des banques de données sur la composition des aliments comptent entre 10 et 25 groupes d'aliments. Même si le concept des groupes d'aliments semble être accepté au niveau international, les aliments sont en fait surtout classés en fonction de la culture et la plupart des bases de données nationales ont des regroupements uniques.

Dans les tables de composition des aliments des îles du Pacifique (Dignan *et al.*, 1994), les produits de la noix de coco constituent à eux seuls un groupe d'aliments, du fait de l'importance économique et culturelle de cet aliment et de la diversité des produits. D'autres pays répartissent les produits de la noix de coco entre plusieurs catégories d'aliments tels que les lipides et les huiles pour l'huile de coprah, les noix et les graines pour la pulpe et les boissons pour l'eau de coco. La base de données de l'Amérique centrale et de Panama (INCAP) compte trois groupes qui sont uniques: bananes, maïs et pains de maïs (FAO/LATINFOODS, 2002). Dans la base de données ASEAN, les insectes comestibles constituent un groupe (Puwastien *et al.*, 2000).

Dans les organisations internationales, les chercheurs et nutritionnistes fournissent souvent les apports nutritionnels d'une population par groupe d'aliments plutôt que par aliment, soulignant l'importance d'une normalisation pour la comparabilité des données à l'échelle internationale. Les groupes d'aliments utilisés par le passé dans les tables de composition de la FAO (1982) et actuellement au Royaume-Uni (Food Standard Agency, 2002) et aux îles du Pacifique (Dignan *et al.*, 1994) figurent au tableau 3.1.

Identification des priorités pour la révision d'une banque de données existante

La procédure à suivre pour réviser une banque de données existante est très semblable à celle utilisée pour en créer une nouvelle, bien qu'il faille aussi réfléchir aux aliments dont les valeurs pourraient nécessiter une mise à jour.

Il faudrait tenir compte des changements dans les habitudes alimentaires et revoir les valeurs des aliments pour lesquels on soupçonne une évolution de la composition depuis que la dernière

base de données a été préparée. Les changements de l'offre alimentaire – tant primaires dans l'agriculture, que secondaires dans la transformation, la commercialisation et le stockage des aliments – devront aussi être pris en compte. Des consultations avec les industries agroalimentaires et, si possible, avec des groupes de chercheurs spécialisés dans l'étude d'aliments spécifiques, permettent souvent d'obtenir des informations utiles sur les changements qui ont eu lieu.

Sélection des aliments à l'intérieur des groupes d'aliments

La figure 3.1 (page 36) illustre les étapes à suivre pour définir les priorités et choisir les aliments à inclure dans la banque de données. Au niveau des aliments spécifiques dans chaque groupe, il faut disposer d'informations sur la commercialisation et la consommation. Ces informations serviront également lors de l'établissement des protocoles d'echantillonnage, qui est examiné dans le Chapitre 5.

Il est nécessaire de collecter des informations auprès des ministères de l'agriculture, des commissions de produits agricoles, d'associations commerciales et de groupes de recherche impliqués dans l'étude d'aliments spécifiques. Des journaux sur le commerce de détail et des consultations avec des fabricants de produits alimentaires peuvent aussi fournir des données sur les parts de marché relatives des différentes marques d'un même produit. L'inclusion d'aliments de marque déposée devrait être limitée à des produits stables et bien établis si la révision ou la mise à jour régulière de la base de données n'est pas possible. Il est parfois possible d'introduire des aliments de marque déposée lorsque ces produits sont uniques, ou de regrouper des aliments tels que des fromages (par exemple, fromages à pâte dure, fromages persillés) ou des biscuits (par exemple sucrés, salés, fourrés) dans des aliments génériques.

Une fois que l'on a bien compris l'importance relative des divers aliments et que l'on a établi une liste provisoire des aliments proposés pour inclusion, il faut examiner les données existant sur la composition de ces aliments en suivant les principes décrits au Chapitre 10. Ce processus consiste à examiner la qualité des données et leur éventuelle applicabilité aux aliments consommés actuellement, et à décider s'il faut ou non mettre en place des protocoles d'échantillonnage afin de fournir les données nécessaires pour leur inclusion.

Il est souvent utile à ce stade de regrouper les aliments en sous-groupes comme indiqué au tableau 3.2. Ceux-ci peuvent être classés selon le type ou l'utilisation des aliments. La création de sous-groupes d'aliments ayant des caractéristiques nutritionnelles et de matrice similaires constitue souvent une bonne base pour élaborer des approches communes d'échantillonnage et d'analyses.

Présentation des aliments dans la base de données

Les différents modes d'utilisation des banques de données sur la composition des aliments exigent que les valeurs soient fournies pour les aliments crus, transformés, et prêts à être

Tableau 3.2 Exemples de groupes et sous-groupes possibles pour des banques de données et tables de composition des aliments

Groupe d'aliments	*Sous-groupes possibles*	*Commentaires*
Céréales et produits céréaliers	Céréales et farines	Y compris aliments préparés à base de céréales
	Produits céréaliers (pains, pâtes alimentaires, tortillas, biscuits sucrés, biscuits salés, gâteaux, pâtes, biscottes)	
	Céréales de petit déjeuner	
Légumes et produits dérivés	Racines, tubercules, tiges, bulbes, plantains	Y compris protéines végétales texturées, protéines des feuilles, les produits du soja, champignons, jus de légumes, algues
	Légumes-feuilles	
	Légumineuses et leurs graines	
Fruits et produits dérivés	Fruits frais (baies, agrumes, etc.)	
	Fruits transformés, y compris les jus	
Noix et graines		Y compris graines oléagineuses
Huiles et graisses	Huiles de graines/noix, huiles d'animal marin, margarines	Y compris ghee et beurre
Poissons et produits de la pêche	Poissons et leurs œufs	Y compris échinodermes et autres animaux marins
	Mollusques et leurs œufs	
	Crustacés et leurs œufs	
	Poissons transformés (séchés, salés, fumés, en conserve)	
Viande et produits carnés	Sous-groupes pour diverses espèces de viande	Y compris amphibiens, reptiles, marsupiaux
	Volaille et gibier	
	Abats	
	Produits transformés à base de viande	
Œufs	Sous-groupes pour diverses espèces	Y compris les plats à base d'œufs
Lait et produits laitiers	Classés en sous-groupes par espèce; crèmes, yaourts, fromages, desserts à base de lait	Y compris les glaces
Sucres et sirops	Sucres, sirops, confiserie, desserts, gelées, confitures	
Boissons	Thés, café, sirops à diluer, boissons gazeuses, sodas, boissons aromatisées aux fruits	Y compris les boissons gazeuses, mais pas le lait on les jus de fruits ni de légumes
Boissons alcoolisées	Bières, vins, vins cuits, spiritueux, liqueurs	
Divers	Herbes, épices, condiments, levains	

(Suite)

Tableau 3.2 (Fin)

Groupe d'aliments	*Sous-groupes possibles*	*Commentaires*
Sous-groupes selon le type d'emploi		
Restauration rapide ou fast-food	Kebab, tacos, hamburgers, poulet frit, pizza	
Aliments pour nourrissons	Préparations en poudre pour nourrissons, préparations pour nourrissons	
Aliments diététiques ou de régime	Aliments à faible teneur en énergie, aliments pour diabétiques, aliments faibles en sodium	Y compris alimentation parentérale et entérale, substituts de repas thérapeutiques
Aliments transformés	Plats manufacturés, aliments de grignotage (snacks), mélanges conditionnés, potages, sauces, jus de viande	
Aliments préparés	Plats pris en institution (repas pris au restaurant), plats familiaux, plats fabriqués selon recette	
Aliments non cultivés	Plantes de cueillette et animaux sauvages	

consommés. Lorsque les ressources sont limitées, il faut s'attacher en priorité à fournir des données pour les aliments les plus importants à l'état cru et sous les formes les plus fréquemment consommées.

Lorsque les aliments sont habituellement consommés sous plus d'une forme (par exemple pelés et non pelés, bouillis, frits ou rôtis), des valeurs devraient idéalement être fournies pour toutes ces formes-là, si les ressources le permettent. Une approche pragmatique peut être nécessaire pour économiser les ressources en préparant un aliment d'une manière et un autre aliment d'une autre manière, puis en extrapolant la composition selon les différentes méthodes de préparation. Par exemple, on pourrait analyser différents morceaux de lard cru, un morceau après friture et un autre après grillade, et extrapoler les changements observés à tous les morceaux.

Le régime alimentaire comprend généralement une vaste gamme d'aliments préparés selon des recettes souvent complexes, et il est rarement possible d'analyser tous les types de plats différents. Dans ce cas, il peut être décidé de calculer la composition des plats à partir des recettes en tenant compte des changements de poids à la cuisson et des facteurs de rétention des nutriments.

Les méthodes de cuisson les plus communes et les principaux changements sur le plan nutritionnel associés à chacune d'elles sont énumérés au tableau 3.3. Les informations nécessaires au calcul de la composition des aliments cuits à partir de l'aliment ou des ingrédients crus, sont également mentionnées. Dans certains cas, le calcul n'est pas vraiment adapté et

Tableau 3.3 Principales méthodes de cuisson et estimation des facteurs de cuisson

Méthode	*Description*	*Rendement prévu*	*Rétention prévue*	*Mesures expérimentales*
Faire bouillir, faire frémir dans beaucoup d'eau	Cuisson par immersion dans de l'eau bouillante et séparation par égouttage	Gain/perte d'eau, perte de matières solides	Perte de micronutriments hydrosolubles et thermolabiles	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Absorption d'eau	Cuisson par immersion dans de l'eau bouillante, qui est complètement absorbée	Gain d'eau	Perte de micronutriments thermolabiles	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Cuisson au four	Cuisson par chaleur sèche dans un four fermé	Perte d'eau	Perte de micronutriments thermolabiles. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Four en terre	Enfouissement de l'aliment dans des matières solides chaudes	Perte d'eau	Perte de micronutriments thermolabiles. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en graisse avant et après la cuisson
Friture profonde	Immersion dans un corps gras chaud	Perte d'eau, gain/perte de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en lipides des aliments cuits. Analyse complète. Pesée de la graisse ou de l'huile restant après cuisson, si possible
Friture plate	Cuisson dans peu de matière grasse sur une surface chaude	Perte d'eau, gain/perte de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en lipides des aliments cuits. Analyse complète. Pesée de la graisse ou de l'huile restant après cuisson, si possible
Cuisson à la vapeur	Aliments enveloppés ou non, cuisson à la chaleur humide, au-dessus d'eau chaude ou sur pierres trempées chauffées	Perte ou gain d'eau	Perte de micronutriments thermolabiles	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Rôtissage	Cuisson à la chaleur sèche avec ou sans matière grasse ajoutée	Perte d'eau, perte ou gain de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en lipides des aliments avant et après la cuisson. Analyse complète

(Suite)

Tableau 3.3 *(Fin)*

Méthode	*Description*	*Rendement prévu*	*Rétention prévue*	*Mesures expérimentales*
Grill	Cuisson sur une grille au-dessous ou au-dessus d'une chaleur directe	Perte d'eau et de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Analyse complète
Micro-ondes	Cuisson dans un four fermé, par rayonnement électromagnétique à 915 ou 245 MHz	Perte d'eau	Perte de micronutriments thermolabiles. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Braiser	Cuisson dans un récipient fermé avec liquide et/ou matière grasse ajoutés; précuisson possible avec une matière grasse	Perte ou gain d'eau et de lipides, perte de matières solides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres	Mesure de la teneur en eau et en lipides avant et après la cuisson
A l'étouffée	Cuisson lente dans de l'eau, dans un récipient fermé, sur une source de chaleur	Perte/gain d'eau	Perte de micronutriments hydrosolubles et thermolabiles	Mesure de la teneur en eau avant et après la cuisson
Rôtissage à feu direct	Cuisson sur une grille ou à la broche, à feu direct	Perte d'eau et de matières solides, en particulier de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles. Concentration de constituants	Analyse complète
Cuisson sur plaque ou pierrade	Cuisson sur surface de métal chauffée, sans adjonction de matière grasse	Perte d'eau, de lipides et de matières solides	Perte de micronutriments thermolabiles. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en lipides avant et après la cuisson, ou analyse complète
Cuisson dans un feu	Cuisson dans un feu	Perte d'eau et de lipides, gain de cendres	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Mesurer la teneur en eau, en lipides et en cendres avant et après la cuisson. Analyse complète
Tandoori	Cuisson à sec dans un récipient en terre hermétique ou couvert	Perte d'eau, perte de matières solides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres. Concentration de constituants	Mesure de la teneur en eau et en lipides avant et après la cuisson
Cuisson à la vapeur sous pression	Cuisson dans un récipient hermétique; milieu humide, sous haute pression	Perte/gain d'eau et de lipides	Perte de micronutriments thermolabiles et autres	Mesure de la teneur en eau et en lipides avant et après la cuisson

Note: Tous les aliments et/ou ingrédients doivent être pesés avant et après la cuisson.

une analyse complète devrait être réalisée si l'aliment tient une place suffisamment importante dans le régime alimentaire.

Si des échantillons d'aliments cuits ne peuvent être prélevés, les aliments peuvent être préparés dans un laboratoire, mais il est essentiel que les méthodes de cuisson locales soient reproduites aussi fidèlement que possible (Greenfield et Kosulwat, 1991). Certaines méthodes de préparation traditionnelles sont difficiles à reproduire en laboratoire, comme le four en terre dans les îles du Pacifique (Kumar *et al.*, 2001) et une attention particulière est nécessaire pour obtenir des valeurs relatives à ces méthodes. Dans ce cas, il est indispensable de s'appuyer sur une connaissance de la culture alimentaire locale et, si possible, sur les avis d'anthropologues.

Préparation de la partie comestible

La majorité des banques de données utilise des valeurs obtenues par l'analyse de la partie comestible. Il est donc nécessaire d'identifier cette partie comestible lorsque l'on choisit les aliments à inclure dans la base de données. Les habitudes culturelles de la population pour laquelle la base de données est préparée vont profondément déterminer la nature de la partie non comestible, c'est-à-dire le déchet. Celle-ci doit aussi être mesurée et enregistrée dans la base de données étant donné que de nombreux utilisateurs, en particulier les restaurateurs, calculeront la teneur en nutriments sur la base des aliments achetés. Le tableau 3.4 donne des exemples de parties comestibles et non comestibles de quelques aliments.

Nomenclature des aliments

Une utilisation exacte de toute banque de données exige que les produits alimentaires soient correctement identifiés; c'est pourquoi les compilateurs doivent réfléchir soigneusement à la manière de nommer les aliments dans la base de données. Plusieurs auteurs se sont penchés sur la question de la nomenclature des aliments (Arab, Wittler et Schettler, 1987; McCann *et al.*, 1988; Truswell *et al.*, 1991).

Dans un même pays, les consommateurs des différentes régions donnent souvent différents noms à un aliment ou le même nom est parfois utilisé pour des aliments différents. Il est souhaitable d'établir un thésaurus des noms et synonymes dès la mise en place de la base de données. Autant que faire se peut, les noms d'aliments devraient être ceux utilisés par les utilisateurs visés. Les aliments couverts par la réglementation sur l'étiquetage et/ou la composition doivent porter un nom conforme à celle-ci.

Utilisation d'un système de descripteurs à facettes

Souvent, connaître le nom ne suffit pas pour identifier un aliment sans équivoque, en particulier lorsque la banque de données nationale est utilisée à une échelle internationale. Des

Tableau 3.4 Exemples de parties comestibles et non comestibles d'aliments

Aliment	*Parties non comestibles*	*Parties comestibles*
Banane	Peau	Pulpe
Chou	Feuilles jaunes ou fripées externes, tiges épaisses	Feuilles et tiges restantes
Légumes conservés en saumure	Saumure	Légumes égouttés
Fromage	(Croûte)	(Croûte), partie interne
Poulet	Os, (peau du dos), quelques coussinets adipeux, (queue), tissu conjonctif	Muscle, peau de la poitrine et des cuisses, graisse du tissu sous-cutané
Poisson		
frais	Os, viscères, (tête), nageoires, (peau)	Muscle, œufs, (tête) (peau)
conservé en saumure ou à l'huile	Os, saumure, (huile), (aucune)	Chair/os, (huile)
séché, petit	Aucune	Tout
Fruit, conservé en sirop	Aucune	Tout (matières solides et liquides peuvent être analysées séparément)
Insectes	Pattes, ailes, (tête)	Chair, carapace, (tête)
Foie	Vaisseaux sanguins, tissu conjonctif	Tissu restant
Viande	Os, tendons, (graisse)	Muscle, (graisse), tissu conjonctif
Orange	Peau, albédo, partie centrale	Quartiers, résidus d'albédo
Fruit de la passion	Écorce (pépins)	Pulpe, (pépins)
Ananas	Écorce, touffe, base, cœur	Pulpe
Pomme de terre, patate douce	(Peau)	Chair, (peau)
Potiron	Écorce, (pépins)	Pulpe, (pépins)
Canne à sucre	Couches ligneuses, partie centrale	Jus

Note: Les parties non comestibles comprennent normalement la matière endommagée.
Décider si une partie est comestible ou non dépend des normes culturelles et des préférences individuelles.
Les parties signalées entre parenthèses peuvent être rejetées ou non.

descripteurs d'aliments sont donc nécessaires pour identifier les aliments plus clairement et définir le type de préparation. Il est recommandé d'utiliser une série systématique de facettes (ou propriétés, attributs). Un système de descripteurs à facettes facilite les recherches dans de grandes banques de données, où le même mot peut représenter des choses très différentes (par exemple «vert» peut indiquer un type de poivre ou un degré de maturité). De plus, lorsque ces facettes sont normalisées, cela facilite aussi les échanges de données. Diverses tentatives

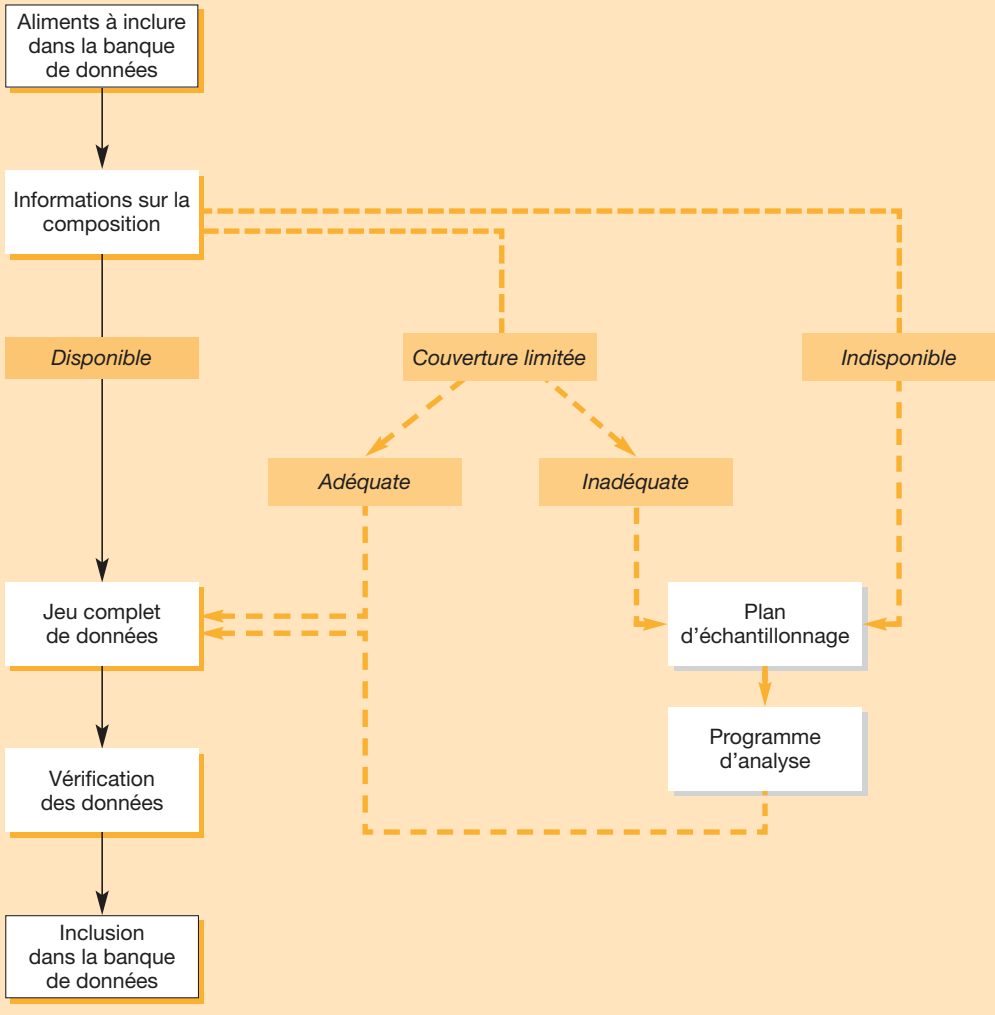
Tableau 3.5 Facettes à utiliser dans la nomenclature des aliments pour identifier les aliments

Facettes indispensables	*Facettes souhaitables*
	Groupe, sous-groupe
Nom commun (il peut s'agir d'un nom fixe ou d'une série de facettes)	Autres noms, nom dans la (les) langue(s) locale(s), noms de marque
Nom scientifique: genre, espèce, variété	
Sorte/type (par exemple source animale pour les produits transformée à base de viande)	
Partie (par exemple pépins, tige, feuille, patte, épaule, aile)	Maturité
Nom de la partie analysée (par exemple avec ou sans peau, tissu gras/maigre)	Catégorie/qualité
Nature de la partie comestible et non comestible	
Origine (pays, région)	Type d'agriculture (par exemple pâturage, culture hydroponique)
Technique de transformation	Ingrédients ajoutés
Technique de préparation	Détails des techniques
Descripteurs spéciaux (faible teneur en lipides, non sucré)	
État physique, forme, dimension, température	Type de préparation (par exemple congelé, décongelé, réchauffé)
Type de matière grasse utilisée dans la recette	
Type de liquide utilisé dans la recette	
Milieu de conditionnement (par exemple saumure, sirop)	Date d'emballage, durée de traitement de conservation (de la date d'emballage à l'analyse), durée de vie, type de surface en contact avec les aliments (important pour les contaminants)
Nom abrégé (longueur des caractères fixée, par exemple des tableaux concis)	

Note: Cette liste n'est pas exclusive; toutes les facettes qui facilitent l'identification peuvent être incluses.

ont été faites au niveau international pour normaliser des systèmes servant à dénommer et à décrire des aliments (Truswell *et al.*, 1991; Ireland et Møller, 2000), mais aucun accord international n'a été conclu jusqu'ici. Les facettes les plus courantes sont énumérées au tableau 3.5, mais n'importe quelle facette facilitant l'identification peut être utilisée. Les données liées à ces facettes doivent être compilées durant le prélèvement et l'analyse des échantillons; cela a des implications importantes en termes d'archivage des informations au cours de l'échantillonnage, qui sera examiné au Chapitre 5.

Figure 3.2 Arbre de décision pour la sélection des aliments à analyser



Implications sur les ressources

Pour inclure, d'une part, des aliments, d'autre part, des nutriments et autres constituants dans une banque de données, il faut tenir compte de priorités simultanées, car les exigences combinées auront des conséquences sur les ressources totales nécessaires pour l'échantillonnage et l'analyse. Si un grand nombre de nutriments doit être inclus, cela peut limiter le nombre d'aliments pouvant être analysés avec les ressources disponibles, habituellement limitées; et vice versa. La figure 3.2 illustre la sélection des aliments en vue de leur analyse.

La première étape, essentielle, consiste à évaluer l'ensemble des informations déjà disponibles. Il peut apparaître qu'une information complète, toujours pertinente au regard de la disponibilité alimentaire actuelle, est déjà accessible. Il peut aussi apparaître que, pour un aliment importé, il est possible d'utiliser des données provenant du pays d'origine.

Néanmoins, l'information peut être limitée ou jugée inadéquate et nécessiter d'être complétée par des analyses supplémentaires – par exemple lorsqu'un constituant n'a pas été quantifié avant, ou lorsque la méthode d'analyse utilisée auparavant n'est pas considérée comme fiable. Dans de tels cas, des protocoles d'échantillonnage et d'analyses doivent être élaborés.

Lorsqu'aucune information n'est disponible et que l'aliment est jugé important, il est clairement nécessaire de concevoir des protocoles d'échantillonnage et d'analyse.

Enfin, toutes les données disponibles doivent être examinées pour s'assurer qu'elles sont de qualité compatible. Cette étape a aussi des implications sur les ressources, car il faut recourir à du personnel très qualifié pour cette importante étape finale.

Chapitre 4

Sélection des nutriments et autres constituants

L'objectif des banques de données sur la composition des aliments devrait être d'inclure tous les nutriments ainsi que d'autres constituants avérés ou supposés bioactifs et importants pour la nutrition humaine. Cela est rarement possible, en particulier lorsque les ressources sont limitées; il faut donc fixer les priorités. Il est souhaitable et possible, jusqu'à un certain point, de faire une sélection, notamment en ce qui concerne les analyses qui pèsent le plus sur les ressources.

Les considérations suivantes, outre la disponibilité de ressources, déterminent la sélection des nutriments et autres constituants alimentaires:

a) besoin fondamental d'informations;
b) problèmes de santé publique dans le pays concerné;
c) tendance scientifique actuelle en nutrition et toxicologie;
d) disponibilité des données existantes;
e) existence de méthodes d'analyse adéquates;
f) faisabilité des analyses;
g) réglementations nationales et internationales d'étiquetage nutritionnel.

Les étapes de ce processus sont décrites schématiquement à la figure 4.1.

Besoin fondamental d'informations

Dans tous les pays, il faut au minimum des informations sur l'eau, les protéines, les lipides, les glucides et l'énergie.

Problèmes de santé dans le pays concerné

Dans les pays où les maladies de carence sont un problème, il faut disposer d'informations sur les vitamines clés (par exemple la vitamine A) et les sels minéraux (par exemple le fer). Dans les pays industrialisés, toutefois, où des problèmes tels que les maladies cardiovascu-

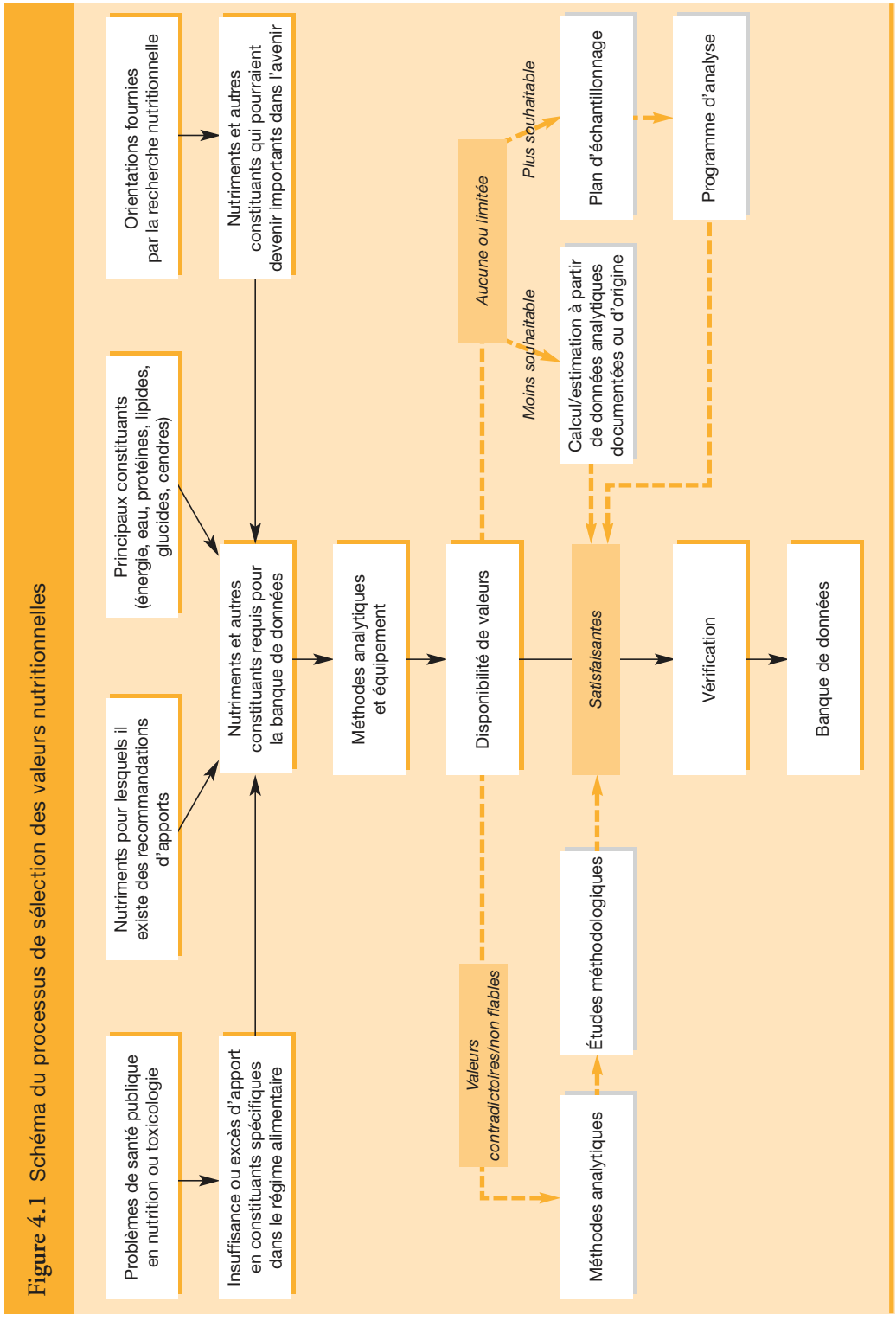


Figure 4.1 Schéma du processus de sélection des valeurs nutritionnelles

laires, le diabète, l'hypertension et le cancer sont prédominants, les données sur l'énergie, les lipides, les acides gras, le cholestérol, les glucides individuels et le sodium peuvent être considérées comme étant des priorités absolues. Dans les pays où les hivers sont longs et sombres, et lorsqu'il est impossible de s'exposer au soleil pour des raisons culturelles ou autres (par exemple *purdah*, institutionnalisation), les teneurs en vitamine D sont nécessaires. Pour procéder à une évaluation épidémiologique complète des maladies dégénératives, il faudrait disposer partout dans le monde de cette gamme de constituants afin d'établir des lignes directrices pour des pratiques alimentaires de prévention (Rand et Young, 1983). Dans les pays confrontés à des problèmes toxicologiques, il sera parfois nécessaire de donner la priorité aux données pertinentes sur les toxines alimentaires (par exemple les substances goitrigènes), ou sur les contaminants (par exemple les mycotoxines [Van Egmond, 1984; Van Egmond et Speijers, 1999] et les métaux lourds).

État des connaissances en nutrition et toxicologie

Les constituants alimentaires à inclure devraient aussi refléter l'état actuel des connaissances scientifiques en nutrition et toxicologie. Une base de données exhaustive devrait inclure tous les nutriments pour lesquels des apports recommandés ont été établis au niveau national et, le cas échéant, au niveau international.

En outre, les personnes préparant les banques de données devraient essayer de prévoir les besoins de données. L'intérêt pour des constituants alimentaires «nouveaux» ou «redécouverts» peut croître rapidement (Southgate, 1985). Aussi, les développeurs de programmes de banques de données doivent être conscients des évolutions actuelles et des intérêts des chercheurs en nutrition et des cliniciens. Ainsi, on s'intéresse particulièrement aujourd'hui aux valeurs des indices glycémiques des aliments (Brand-Miller *et al.*, 1999) qui indiquent la rapidité avec laquelle les glucides sont digérés (voir Chapitres 6 et 7). Quelques tables sur ce sujet ont été produites (Foster-Powell et Miller, 1995). Toutefois, il faudra interpréter avec prudence les réponses aux questionnaires. Par exemple, lorsque Paul et Southgate (1970) ont examiné les demandes de quelques utilisateurs des tables de composition des aliments du Royaume-Uni, ils n'ont pas tenu compte du conseil d'exclure les glucides non disponibles, car ils étaient conscients de l'intérêt croissant pour les fibres alimentaires.

Bien que ces lignes directrices portent principalement sur la fourniture de données nutritionnelles, on admet de plus en plus qu'une gamme plus large de constituants joue un rôle important dans les relations entre régime alimentaire et santé (Ames, 1983). Il s'agit, notamment, de constituants bioactifs tels que des composés d'origine végétale comme les phytates, oxalates, flavonoïdes, glucosinolates et phytostérols. Certains de ces constituants, comme les molécules à effet goitrigène (Gaitan, 1990; Speijers et Van Egmond, 1999) modifient les valeurs nutritionnelles des aliments, par interaction dans les aliments, les intestins ou au cours du métabolisme. On peut aussi inclure dans les banques de données des informations sur les additifs alimentaires et les contaminants (Louekari, 1990; Burlingame, 2001). Les quantités

d'additifs présents dans les aliments sont dans une large mesure fonction de la marque et subissent souvent des variations au fil du temps, de sorte qu'il est particulièrement important que ces données soient datées. La répartition des contaminants est souvent plus complexe que celle des constituants présents naturellement dans les aliments et, dans ce cas, il peut être difficile d'établir des valeurs. En outre, les méthodes d'échantillonnage pour les contaminants sont souvent conçues pour identifier l'exposition probable maximale dans une population. Lister les valeurs de contaminants dans le même fichier que les nutriments pourrait donc être trompeur. Pour ces raisons, ces lignes directrices mentionnent rarement les contaminants, bien que leur importance soit reconnue (Young, 1984).

Disponibilité des données existantes

Beaucoup de données sont disponibles pour certains nutriments ou constituants non nutritifs, qui ont fait l'objet de recherche ou ont été mesurés à des fins réglementaires. Il est souhaitable d'utiliser ces données, à condition qu'elles répondent aux critères de qualité du programme. Lorsque les ressources sont limitées et ne permettent pas l'inclusion de tous les constituants dans la base de données utilisateur, il serait cependant utile d'insérer toutes les données disponibles au niveau des archives du système de gestion des données.

Existence de méthodes d'analyse adéquates

La disponibilité de méthodes d'analyse fiables est un élément déterminant pour inclure des constituants dans une base de données (Stewart, 1980) (voir Chapitres 6 et 7). Il n'est pas rentable d'analyser un nutriment particulier dans les aliments, même si cela constitue une priorité élevée, si les méthodes ne sont pas validées ou aboutissent à des valeurs contradictoires. Si l'on a des doutes sur ces méthodes, il faut prévoir des études méthodologiques dans le cadre du programme de banques de données.

L'émergence d'une méthode fiable, nouvelle ou améliorée, pour mesurer un nutriment peut nécessiter une analyse (ou une nouvelle analyse) des aliments occupant une place importante dans l'alimentation, ou qui sont ou seraient de bonnes sources du nutriment concerné.

Faisabilité des analyses

La commande d'analyses pour chaque nutriment doit être déterminée par des critères pragmatiques: coût et temps nécessaires, et disponibilité des équipements, de personnels qualifiés, de réactifs chimiques, etc. Ces aspects sont importants, en particulier dans certains pays en développement. Il faut toujours mettre en balance les coûts avec les besoins nutritionnels

et cliniques pour des nutriments particuliers. Lorsque les ressources sont limitées, il peut être utile de collaborer avec d'autres laboratoires, par exemple des laboratoires réglementaires gouvernementaux ou des laboratoires de chimie des sols. La dernière option possible est d'emprunter ou de calculer des valeurs.

Réglementations nationales et internationales sur l'étiquetage nutritionnel

Depuis quelques années, l'étiquetage nutritionnel tient une place de plus en plus importante dans la composition des aliments. L'organisation internationale clé concernée est la Commission du Codex Alimentarius (FAO/OMS, 2003), gérée conjointement par la FAO et l'OMS. Le texte intégral relatif à l'étiquetage alimentaire, qui comprend une section sur l'étiquetage nutritionnel, est disponible sous format imprimé et électronique (FAO/OMS, 2001). La conformité avec le Codex Alimentarius est facultative et de nombreux pays ont leur propre réglementation sur l'étiquetage nutritionnel (FDA, 2001; EC, 1990; FSANZ, 2001). Il est utile pour les programmes de composition des aliments d'inclure tous les nutriments requis pour l'étiquetage nutritionnel tant au niveau national que régional. Pour les pays exportateurs de produits alimentaires, les nutriments requis dans la réglementation des principaux partenaires commerciaux doivent aussi être introduits dans la base de données sur la composition des aliments.

Couverture des constituants aux différentes étapes de la gestion des données

Comme on l'a dit précédemment, idéalement, une banque de données sur la composition des aliments devrait inclure les valeurs du plus grand nombre possible de nutriments et d'autres constituants, avec la possibilité technique d'ajouter d'autres informations au fur et à mesure de leur disponibilité. Toutefois, du fait qu'un système de base de données exhaustif est une source de références au niveau national, il est utile d'enregistrer séparément les données relatives aux formes chimiques individuelles, lorsque l'on dispose de valeurs analytiques individuelles ou si l'on peut les obtenir, en particulier dans une base de données de référence. Les facteurs utilisés pour convertir les différentes formes d'un nutriment en une teneur unique pour donner une indication sur sa valeur biologique peuvent évoluer avec les progrès de la nutrition. Si seule la valeur calculée (dérivée) est enregistrée dans le système de gestion de la banque de données, il ne sera pas possible de recalculer l'activité biologique totale présumée. Ainsi, il est souhaitable que toutes les valeurs utilisées soient indiquées en plus des valeurs calculées. Dans tous les cas, tous les facteurs de conversion utilisés doivent être consignés dans des champs de données numériques équivalents aux constituants, ou dans la partie documentaire de la base de données.

Les données sur les constituants peuvent être exprimées sur plusieurs bases. Par exemple, les acides aminés peuvent être exprimés en mg/g d'azote (N) (ou en g/16 g N) et les acides gras en pourcentage des acides gras totaux; ce qui est la meilleure façon de saisir ces données, si c'est la manière dont les résultats ont été fournis par le laboratoire d'analyse. Toutefois, au niveau de l'utilisateur, il est souvent plus utile de présenter les données relatives à un aliment pour 100 g de la portion comestible (ou pour 100 ml pour certaines boissons, avec la valeur de densité). Dans les différentes banques de données utilisateur (ou, plus généralement, les tables imprimées), la complexité et le nombre de constituants couverts peuvent varier, le choix se fera donc au cas par cas, pour chaque constituant et chaque jeu de données. Ainsi, les données peuvent être présentées comme valeurs «totales» ou «disponibles» pour des nutriments qui existent sous plusieurs formes, calculées à l'aide de facteurs appropriés et d'une formule documentée.

De la même manière, dans des tables imprimées simplifiées, on peut regrouper certains constituants, comme les acides gras et le cholestérol, dans des sections séparées. C'est notamment le cas lorsqu'il y a des contraintes de coût d'impression.

Dans le cas de tables destinées à des usages spéciaux, de nombreux formats peuvent être adoptés. Dans les tables à l'usage de non-spécialistes, on peut regrouper des valeurs (par exemple, lipides < 1 g, 1–5 g, 5–10 g, etc.), ou bien énumérer les aliments en les classant selon leur rang en tant que source en nutriments (excellent, bon, moyen, médiocre) en fonction de la proportion de l'apport journalier recommandé présente dans une portion moyenne.

La couverture des nutriments à différents niveaux de gestion des données est détaillée au tableau 4.1, et le tableau 4.2 donne des exemples de formats de diffusion de données. Des observations sur certains de ces constituants, ainsi que d'autres détails, figurent dans les Chapitres 6 et 7.

Eau

Il est indispensable d'indiquer les teneurs en eau dans les tables et articles publiés sur la composition des aliments et à tous les niveaux de la gestion des données, y compris la banque de données exhaustive de l'utilisateur. Une variation de la teneur en eau influe de façon importante sur les teneurs des autres constituants et les données de la teneur en eau permettent de comparer les teneurs en nutriments (par exemple pour différents aliments ou différentes analyses du même aliment) sur une base identique d'humidité. Cette information est également essentielle lorsque des données provenant de différentes sources sont comparées ou combinées. Pour plus de commodité, certaines analyses de nutriments sont effectuées sur la matière sèche de l'échantillon. Ainsi, les données de laboratoire peuvent être indiquées pour 100 g de matière sèche et être enregistrées dans la base de référence de cette manière. Toutefois, chaque valeur dans la matière sèche doit être rattachée à la teneur en eau analysée du même échantillon, afin que les teneurs des nutriments puissent être recalculées sur la base appropriée de leur poids humide. Dans des tables imprimées simplifiées, on peut omettre d'indiquer la teneur en eau, s'il manque de place.

Tableau 4.1 Constituants requis aux différents niveaux d'un système de banque de données*

Banque de données utilisateur, simplifiée	*Banque de données utilisateur, exhaustive*	*Banque de données de référence*[a]
Principaux constituants		
Eau	Eau	
Protéines	Azote, total	Protéines (azote protéique x facteur) Azote non protéique Constituants de l'azote non protéique
	Protéines (N total x facteur, somme des acides aminés)	
	Facteur de conversion de l'azote	
	Acides aminés	
Lipides totaux (ou lipides en équivalent triglycérides)	Lipides totaux (ou lipides en équivalent triglycérides) Facteurs de conversion des acides gras	Phospholipides, stérols, stanols, autres classes de lipides
Somme des acides gras saturés, somme des acides gras monoinsaturés, somme des acides gras polyinsaturés	Acides gras *trans*, acides gras individuels, somme des acides gras saturés, somme des acides gras monoinsaturés, somme des acides gras polyinsaturés	Isomères d'acides gras insaturés
Glucides, disponibles et/ou totaux	Glucides, disponibles et/ou totaux	
Sucres, total	Sucres, total Mono-, di- et oligosaccharides individuels Polyols, totaux et individuels Index glycémique	
Polysaccharides	Amidons, y compris glycogène Polysaccharides	Amidon rapidement digestible Amidon résistant
Fibres alimentaires[b]	Fibres alimentaires[b] et leurs fractions	Polysaccharides non cellulosiques Cellulose Lignine Monosaccharides constitutifs des polysaccharides non amylacés
	Acides organiques, total	Acides organiques individuels
Alcool	Alcool	
Énergie métabolisable	Énergie métabolisable avec facteurs de conversion de l'énergie	Facteurs individuels de conversion de l'énergie Chaleur de combustion mesurée
Cendres, total	Cendres, total	

(suite)

* Les constituants énumérés pour la banque de données utilisateur exhaustive sont communs à la banque de données de référence.

Tableau 4.1 (suite)

Banque de données utilisateur, simplifiée	*Banque de données utilisateur, exhaustive*	*Banque de données de référence*[a]
Constituants minéraux		
Sodium	Sodium	
Potassium	Potassium	
Calcium	Calcium	
Magnésium	Magnésium	
Fer	Fer, fer héminique, fer non héminique	
Zinc	Zinc	
	Phosphore	
	Chlorure, fluor, nitrate, nitrite, sulfate	
Iode (si problème de santé publique)	Iode	
Sélénium (si problème de santé publique)	Oligoéléments essentiels (Cr, Mn, B, Co, Se)	
	Contaminants inorganiques (Pb, Cd, As, Hg, Ni, Al)	
Vitamines		
Vitamine A (RE) Rétinol Équivalents bêta-carotène	Vitamine A (RE), rétinol, équivalents bêta-carotène, bêta-carotène, autres caroténoïdes provitamine A[c], tous les facteursd'activité	Autres rétinoïdes et leurs facteurs d'activité
	Caroténoïdes individuels, y compris caroténoïdes sans activité provitamine A	Formes isomères
Vitamine D	Cholécalciférol (vitamine D_3), 25-hydroxyvitamine D_3, ergocalciférol (vitamine D_2), 25-hydroxyvitamine D_2, facteurs d'activité	
Vitamine E	Vitamine E (et facteurs d'activité), tocophérols et tocotriénols	
Vitamine K[d]	Vitamine K[d]	
Vitamine C	Vitamine C, vitamères individuels (par exemple acides ascorbique et déhydroascorbique)	
Thiamine	Thiamine	

(suite)

Tableau 4.1 (fin)

Banque de données utilisateur, simplifiée	*Banque de données utilisateur, exhaustive*	*Banque de données de référence*[a]
Vitamines (Suite)		
Riboflavine	Riboflavine	
Niacine, total	Niacine, total; niacine préformée; niacine potentiellement issue du tryptophane	Tryptophane, facteur de conversion
Folates, total[e]	Folates, total; vitamères individuels; facteurs d'activité[e]	
Vitamine B_6	Vitamine B_6 totale, vitamères individuels	
Vitamine B_{12}	Vitamine B_{12}, isomères individuels	
	Acide pantothénique	
	Biotine	
Autres constituants		
	Substances bioactives (par exemple flavonoïdes, phytoestrogènes)	Substances bioactives (par exemple flavonoïdes, phytoestrogènes)
	Contaminants organiques, pesticides et autres résidus	Contaminants organiques, pesticides et autres résidus
	Additifs	Additifs

Notes:

[a] Cela peut inclure des contaminants et des additifs et tous les constituants qui exercent une activité biologique, particulièrement les composés phytochimiques. Dans la majorité des cas, les jeux de données couvriront un nombre limité d'aliments.

[b] Ces valeurs doivent être définies selon la méthode d'analyse utilisée.

[c] Certains utilisateurs ont besoin d'estimations de l'activité totale en vitamine A; du fait que les calculs d'activité sont incertains, il vaut mieux donner des teneurs mesurées en rétinol et carotènes séparément.

[d] Il n'existe pas à l'heure actuelle des données pour toutes les formes de vitamine K; actuellement celles pour la vitamine K_1 sont suffisantes.

[e] Ces valeurs doivent être définies selon le mode de calcul et/ou la méthode d'analyse utilisée.

Protéines

Les teneurs en protéines sont nécessaires à tous les niveaux du système de données. Par convention, elles dérivent des teneurs en azote total en utilisant un facteur de conversion de l'azote (FAO/OMS, 1973). Dans la base de données, tous les facteurs sont enregistrés au niveau des aliments. Les valeurs peuvent aussi être fondées sur l'azote total moins l'azote non protéique, multiplié par un facteur spécifique lié à la composition des acides aminés de l'aliment, ou comme la somme des acides aminés (voir Chapitres 6 et 7). De nouvelles données sur les acides aminés, utilisées conjointement avec le ratio entre les résidus des acides aminés totaux et l'azote des acides aminés, laissent à penser que le facteur de conversion de l'azote devrait

être revu à la baisse. Sosulski et Imafidon (1990) proposent un facteur de conversion général de 5,7 et Salo-Väänänen et Koivistoinen (1996) de 5,33 avec, dans les deux cas, des facteurs individuels pour les différents aliments et groupes d'aliments. Actuellement, il n'y a pas de nouvel accord international sur les facteurs de conventions.

Lipides totaux

Les teneurs en lipides totaux varient considérablement selon la méthode d'analyse (voir Chapitres 6 et 7) et peuvent avoir une importance nutritionnelle limitée; néanmoins, elles sont largement utilisées et devraient être incluses à tous les niveaux de la base de données.

Lipides (ou acyle glycérol). Il est conseillé d'inclure ces constituants dans la base de données de référence, principalement pour les utiliser dans le calcul de la valeur énergétique de l'aliment, et aussi en raison de l'intérêt des triglycérides (ou triacylglycérols) d'origine animale et végétale. L'emploi répandu et croissant des mono- et di-glycérides dans les produits alimentaires industriels est une raison supplémentaire de les inclure dans la base de données.

Phospholipides. Des valeurs pour les différentes classes de ces substances devraient être incluses dans la base de données de référence en raison de leur large emploi en tant qu'émulsifiants, et de leurs propriétés physiologiques.

Stérols. Bien que le cholestérol ait été pendant longtemps considéré comme le stérol le plus important d'un point de vue nutritionnel, on reconnaît aujourd'hui l'importance des autres stérols (par exemple le sitostérol); ceux-ci devraient être inclus dans la base de données utilisateur.

Acides gras. On devrait inclure dans la base de données de référence des données sur les stéréo-isomères d'acides gras individuels. A ce niveau, la meilleure façon d'exprimer les teneurs en acides gras est en grammes d'acides gras pour 100 g d'acides gras totaux. Dans les banques de données utilisateur, toutefois, l'expression en grammes d'acides gras par 100 g d'aliments est plus utile. Dans les banques de données utilisateur simplifiées, les acides gras peuvent être regroupés en acides saturés totaux, en acides monoinsaturés totaux et en acides polyinsaturés totaux où le rapport entre les groupes peut être indiqué avec la teneur en lipides. Il est aussi intéressant de regrouper les acides gras insaturés par famille n-9, n-6 et n-3 (Gurr, Harwood et Frayn, 2002).

Glucides

Il est utile d'indiquer dans tout le système de la base de données, les teneurs en glucides disponibles (hyperglycémiants) et non disponibles (non hyperglycémiants) obtenues par analyse. La pratique précédente, qui consistait à inclure les glucides totaux «par différence», s'est révélée scientifiquement peu solide et devrait être abandonnée le plus rapidement possible (FAO/OMS, 1998).

Tableau 4.2 Exemples de formats de diffusion des données

Forme de présentation et utilisateurs	*Aliments*	*Constituants*	*Base*	*Données numériques*	*Codes de source/qualité/ confiance*
Tables[a] simplifiées Consommateurs et professionnels	Sous-ensemble limité, y compris agrégats (par exemple, fromages à pâte dure, fromages à pâte molle)	Petit sous-ensemble: nutriments clés	Pour 100 g et jusqu'à deux autres mesures	Moyenne	Souhaitables au niveau de l'aliment
Tables, abrégées Consommateurs et professionnels	Grand sous-ensemble, aliments non regroupés (par exemple, fromages individuels)	Grand sous-ensemble: nutriments, facteurs, substances non nutritives	Pour 100 g et une ou plusieurs autres mesures	Indispensable: moyenne, Souhaitable: écart type et/ou erreur type, nombre d'échantillons	Souhaitables au niveau de la valeur
Tables, non abrégées Professionnels	Tous	Tous	Pour 100 g et une ou plusieurs autres mesures, par g N[b], par g AGT[c]	Moyenne, écart type et/ou erreur type, nombre d'échantillons	Indispensables au niveau de la valeur
Fichiers électroniques, personnalisés Professionnels/ spécialistes (par exemple, cliniciens)	Tous, ou selon les besoins de l'utilisateur	Grand sous-ensemble, selon les besoins de l'utilisateur	Pour 100 g et autres mesures selon la sélection de l'utilisateur, par g N[b], par g AGT[c]	Indispensable: moyenne, Souhaitable: écart type et/ou erreur type, nombre d'échantillons; selon les besoins de l'utilisateur	Souhaitables au niveau de la valeur
Fichiers électroniques, exhaustifs Professionnels (par exemple, chercheurs)	Tous	Tous	Pour 100 g et autres mesures selon la sélection de l'utilisateur, par g N[b], par g AGT[c]	Moyenne, écart type et/ou erreur type, nombre d'échantillons	Indispensables au niveau de la valeur

Notes:
[a] Dans tous les cas, le mot «tables» signifie format établi pour la présentation visuelle, imprimée ou sur l'Internet.
[b] N = azote, pour les acides aminés exprimés en unités mg/g N.
[c] AGT = acides gras totaux, pour des acides gras individuels exprimés en unités mg/g AGT.
Source: site web d'INFOODS, adaptation de Burlingame (1996).

Glucides disponibles (hyperglycémiants). Il s'agit de tous les sucres (glucose, fructose, saccharose, lactose et maltose) reconnus comme glucoformateurs chez l'homme et des polysaccharides (amidon et amidons partiellement hydrolysés, glycogène) hydrolysés par les sécrétions endogènes de l'appareil digestif humain (tableau 4.3).

Glucides non disponibles (non hyperglycémiants). Il s'agit de tous les polysaccharides non hydrolysés par les sécrétions endogènes de l'appareil digestif humain: les constituants des parois cellulaires végétales (cellulose, polysaccharides non cellulosiques, substances pectiques et hémicelluloses) et une gamme de polysaccharides utilisés comme ingrédients ou additifs alimentaires. Ces composés forment les polysaccharides non amylacés (NSP) qui sont souvent utilisés pour une définition des fibres alimentaires. Il y a plusieurs autres définitions des fibres alimentaires, chacune identifiée par une méthode différente et chacune mesurant différentes quantités de glucides non hyperglycémiants et de molécules autres que les glucides (par exemple, la lignine).

Oligosaccharides. On reconnaît de plus en plus l'importance nutritionnelle potentielle de ce groupe et par conséquent la nécessité de démarrer une collecte de données pour ces constituants. Les oligosaccharides comprennent des tri-, tétra- et penta saccharides de la série raffinose, des dérivés analogues du maltose et des polymères de fructose, y compris des polysaccharides de courte longueur. Les oligosaccharides individuels doivent être enregistrés individuellement du fait qu'ils sont métabolisés différemment.

Polyols (alcools de sucre). Ceux-ci comprennent un groupe d'alcools contenant plusieurs carbones reliés structurellement à des sucres dont le groupement réducteur a été réduit en un composé hydroxyle. De très petites quantités se trouvent naturellement dans les aliments, mais ils sont surtout utilisés comme additifs alimentaires en raison de leurs propriétés hygroscopiques (comme humidifiant) ou en remplacement du saccharose dans des produits hypocaloriques, des sucreries peu cariogènes et des aliments pour diabétiques. En vertu de la réglementation sur l'étiquetage en vigueur dans certains pays, les polyols doivent être inclus dans la déclaration des glucides. Cependant dans une base de données sur la composition des aliments, il est préférable de les lister à part, par leur nom usuel spécifique. Le tableau 4.3 indique les polyols les plus importants utilisés en alimentation humaine.

Acides organiques

Ils sont importants dans un petit nombre d'aliments et leur ajout dans une base de données utilisateur devrait être sélectif. Les teneurs peuvent être fournies pour les fruits, les produits à base de fruits (y compris les jus), quelques légumes (particulièrement ceux qui sont conservés avec de l'acide acétique) et d'autres produits manufacturés, tels que le vinaigre, les sauces pour assaisonnement contenant des acides organiques comme principaux ingrédients, les boissons gazeuses et les yaourts. Dans ce cas, les acides organiques doivent être inclus dans le calcul de teneur en énergie.

Tableau 4.3 Glucides dans des aliments

Groupe chimique	*Classes*	*Types présents dans les aliments*	*Importance relative*	*Classification nutritionnelle*	*INFOODS Tagnames*
Sucres					
Sucres libres	Monosaccharides	Monosaccharides	Majeure	Hyperglycémiant et non hyperglycémiant	MNSAC
	Pentoses (monosaccharides)	Arabinose,	Rare	Non hyperglycémiant	ARAS
		Xylose	Rare	Non hyperglycémiant	XYLS
	Hexoses (monosaccharides)	Glucose	Majeure	Hyperglycémiant	GLUS
		Fructose	Majeure	Hyperglycémiant	FRUS
		Galactose	Mineure	Hyperglycémiant	GALS
	Disaccharides	Disaccharides	Majeure	Hyperglycémiant	DISAC/DISACM
		Saccharose	Majeure	Hyperglycémiant	SUCS/SUCSM
		Lactose	Mineure[1]	Hyperglycémiant	LACS/LACSM
		Maltose	Mineure[2]	Hyperglycémiant	MALS/MALSM
Oligosaccharides	Contiennent entre 3 et 9 résidus monosaccharides	Oligosaccharides, totaux disponibles	Mineure	Hyperglycémiant et non hyperglycémiant	OLSAC/OLSACM
		Maltotriose et plus	Mineure[2]	Hyperglycémiant	MALTRS/MALTRSM
		Raffinose	Mineure[3]	Non hyperglycémiant	RAFS/RAFSM
		Verbascose	Mineure[3]	Non hyperglycémiant	VERS/VERSM
		Stachyose	Mineure[3]	Non hyperglycémiant	STAS/STASM
Polyols	Polyols (autrefois appelés alcool de sucre)			Non hyperglycémiant	POLYL
	Trois carbones	Glycérol	Mineure	Non hyperglycémiant	GLYRL
	Cinq carbones	Xylitol	Mineure[4]	Non hyperglycémiant	XYLTL
		Galactitol (dulcitol)	Mineure	Non hyperglycémiant	GALTL

(suite)

Tableau 4.3 (suite)

Groupe chimique	*Classes*	*Types présents dans les aliments*	*Importance relative*	*Classification nutritionnelle*	*INFOODS Tagnames*
Polyols (suite)					
	Six carbones	Mannitol	Mineure	Non hyperglycémiant	MANTL
		Sorbitol (glucitol)	Mineure[5]	Non hyperglycémiant	SORTL
	Disaccharide alcools	Lactitol	Mineure[6]	Peu hyperglycémiant	LACTL
		Maltitol	Mineure[6]	Peu hyperglycémiant	MALTL
Polysaccharides					
Polysaccharides de réserve	Amidons	Amidons	Majeure	Hyperglycémiant	STARCH/STARCHM
		Amylose (linéaire)	Majeure	Hyperglycémiant	AMYS/AMYSM
		Amylopectine (ramifié)	Majeure	Hyperglycémiant	AMYP/AMYPM
		Amidons partiellement hydrolysés	Majeure dans aliments transformés	Hyperglycémiant	STAHY/STAHYM
		Glycogène	Mineure de viandes, etc.	Hyperglycémiant	GLYC/GLYCM
		Amidon résistant	Majeure	Peu hyperglycémiant	STARES
	Fructanes	Fructane	Mineure	Non hyperglycémiant	FRUTN
		Inuline et plus haut fructo-oligosaccharides	Mineure	Non hyperglycémiant	INULN
	Mannanes	Mannane	Mineure	Non hyperglycémiant	MANN
		Gluco-mannane	Mineure	Non hyperglycémiant	GLUMN
		Galacto-mannane[7]	Mineure	Non hyperglycémiant	GALMN
Polysaccharides structuraux (composantes des parois cellulaires de plantes)	Polysaccharides non cellulosiques	Substances pectiques[8]	Hydrosoluble, riche en acide uronique	Non hyperglycémiant	PSACNCP

(suite)

Tableau 4.3 (fin)

Groupe chimique	*Classes*	*Types présents dans les aliments*	*Importance relative*	*Classification nutritionnelle*	*INFOODS Tagnames*
Polysaccharides (suite)					
Polysaccharides structuraux (suite)	Polysaccharides non cellulosiques	Hémicelluloses[9]	Non hydrosoluble, surtout xylanes et glucanes, peu d'acide uronique	Non hyperglycémiant	HEMCEL
	Cellulose	Différents dégrées de polymérisation		Non hyperglycémiant	CELLU
Amidon modifié[10]	Esters réticulés, éthers et phosphates			Quelques-uns peuvent être hyperglycémiants ou partiellement hyperglycémiants	STAMO/ STAMOM
Gommes et mucilages	Gommes Mucilages	Grande gamme de substances hydrosolubles[9]		Non hyperglycémiant	GUMS MUCIL
Polysaccharides algaux	Sulfatés	Carraghénine[10]		Non hyperglycémiant	CARGN
		Agar[10]		Non hyperglycémiant	AGAR
	Non sulfatés	Alginates[10]		Non hyperglycémiant	ALGNT

Notes:
[1] Ce sucre est dérivé du lait et des produits laitiers. Leur consommation déterminera son importance.
[2] Ces sucres sont dérivés d'aliments contenant des sirops de glucose. Leur importance augmente avec leur consommation.
[3] Ces oligosaccharides sont présents dans beaucoup de légumineuses.
[4] Ce polyol est largement utilisé dans la confiserie hypocariogenèse. La consommation de ces produits augmente l'importance.
[5] Ce polyol est utilisé dans quelques aliments pour des patients diabétiques.
[6] Ils sont utilisés comme matière de remplissage et sont peu hyperglycémiants.
[7] Des mannanes linéaires à unique branche sont largement utilisés comme épaisseurs dans des aliments transformés.
[8] Large gamme de polysaccharides, galacturonanes, galacturonorhamnanes, arabinanes, galacatoarabinanes.
[9] Large gamme de polysaccharides, hétéroglycanes linéaires et ramifiés, particulièrement xylanes et glucanes, qui sont largement utilisés comme matière de remplissage dans des aliments transformés.
[10] Utilisé comme ingrédients pour contrôler les caractéristiques physiques dans beaucoup d'aliments transformés
Source: Modifié à partir de Southgate, 1991.

Alcool

L'alcool (alcool éthylique) peut contribuer significativement à la teneur en énergie d'un aliment; les teneurs doivent être déterminées et utilisées pour calculer la teneur en énergie des boissons alcoolisées et des confiseries ou desserts contenant de l'alcool.

Constituants inorganiques

Cendres totales. Les teneurs en cendres sont souvent indiquées dans les sources de données. Elles devraient être enregistrées dans le système de banques de données essentiellement parce qu'elles sont utiles pour des vérifications internes de la somme de tous les constituants majeurs, pour le calcul des glucides totaux ou disponibles par différence et pour vérifier la teneur en minéraux. Dans la mesure où les cendres n'ont pas d'importance sur le plan nutritionnel, il n'est pas nécessaire de les indiquer dans des tables simplifiées.

Constituants minéraux individuels. Tous les éléments inorganiques essentiels devraient être inclus. Les techniques actuelles fournissent des informations sur une vaste gamme d'oligo-éléments pour un faible coût supplémentaire; il est donc souhaitable d'inclure une liste exhaustive des ces constituants. Les formes sous lesquelles certains oligoéléments se présentent sont importantes au plan de la biodisponibilité et devraient donc être enregistrées lorsque l'information est disponible.

Vitamines

De nombreuses vitamines sont présentes sous plusieurs formes actives appelées vitamères; si cela est techniquement possible, il faudrait les analyser séparément et enregistrer chaque valeur séparément dans le système de banques de données et, dans certains cas, au niveau de la banque de données utilisateur. Dans les tables simplifiées, il suffit normalement d'indiquer une valeur pour l'activité totale de la vitamine en question. Il est essentiel, toutefois, de documenter les algorithmes utilisés pour calculer ces estimations d'activité totale.

Constituants non nutritifs

Contaminants. Les contaminants comprennent les mycotoxines, les métaux lourds, les résidus de pesticides, d'herbicides et de stimulateurs de croissance pour animaux. La distribution des contaminants dans les aliments est telle que le concept de valeurs représentatives pour les contaminants diffère de celui qu'on peut utiliser pour les nutriments. Lister des valeurs en contaminants dans le même fichier que les nutriments pourrait être trompeur. Il est préférable d'enregistrer ces données dans des fichiers auxiliaires d'archives et/ou de référence.

Substances bioactives. Ces dernières années, un intérêt croissant s'est développé pour des composés phytochimiques particulièrement lié à leur éventuelle action protectrice contre les maladies cardiovasculaires et certains cancers. Ces produits comprennent les isothiocyanates,

les polyphénols, les flavonoïdes, les isoflavones, les lignanes, les saponines et le coumestrol (AICR, 1996; Pennington, 2002). Parallèlement, il y a intérêt à inclure les composés phytochimiques dans les banques de données sur la composition des aliments (Ziegler, 2001). La collecte de données provenant de sources de données est utile, bien qu'il ne soit pas toujours possible de trouver des jeux de données complets.

Facteurs antinutritionnels et substances toxiques. Certains constituants ont des effets physiologiques indésirables, par exemple les composés goitrigènes, les hémagglutinines, les facteurs antivitaminiques, les inhibiteurs de trypsine, l'acide oxalique et l'acide phytique. Les données concernant ces constituants devraient être incluses, lorsque c'est pertinent, pour certains aliments. D'autres substances toxiques naturelles sont importantes: la solanine, les cyanures, les glucosinolates, les toxines lathyrogènes, la mimosine et les nitrosamines. En théorie, les données pour ces constituants naturels devraient être incorporées dans la base de données de référence.

Additifs. De nombreux additifs sont mesurés, en totalité ou en partie, au cours de l'analyse des nutriments. Les sels, par exemple, sont inclus dans les analyses de divers cations et anions; les additifs protéiques sont déterminés dans l'analyse de l'azote; certains émulsifiants et épaississants sont inclus dans les analyses d'azote, d'amidon et des glucides disponibles. Il est clair que des analyses spécifiques sont préférables. Toutefois, le besoin en données sur les additifs et les constituants non nutritifs peut être rattaché aux priorités de sécurité sanitaire des aliments et pas nécessairement aux priorités concernant la nutrition.

Divers. Lorsqu'on dispose de données sur d'autres constituants intéressants, comme la caféine, la théophylline, la théobromine, les tannins et d'autres composés bioactifs (carnosine, carnitine, créatinine), il faudrait au moins les intégrer à la base de données de référence.

Chapitre 5

Échantillonnage

La qualité d'une base de données est déterminée en grande partie par la qualité de l'échantillonnage et des analyses. L'échantillonnage des aliments à inclure dans la banque de données de composition est un des aspects de sa préparation qui est le plus exigeant et difficile car il oblige souvent les compilateurs à des jugements intuitifs et des compromis. Le présent chapitre examine les objectifs de l'échantillonnage et traite des différents aspects dont il faut tenir compte pour prendre ces décisions.

En l'absence d'informations nécessaires sur la composition d'un aliment (comme c'est souvent le cas dans les pays en développement) ou si elles sont inadéquates (par exemple, si elles ne sont plus applicables à la disponibilité actuelle de l'aliment ou si les mesures analytiques doivent être faites à l'aide de méthodes plus récentes), il faut établir des protocoles d'échantillonnage et d'analyse.

Idéalement, ceux-ci devraient être construits simultanément, car les besoins des analystes détermineront les quantités à prélever nécessaires pour les analyses et comment les aliments devraient être stockés et, si nécessaire, conservés.

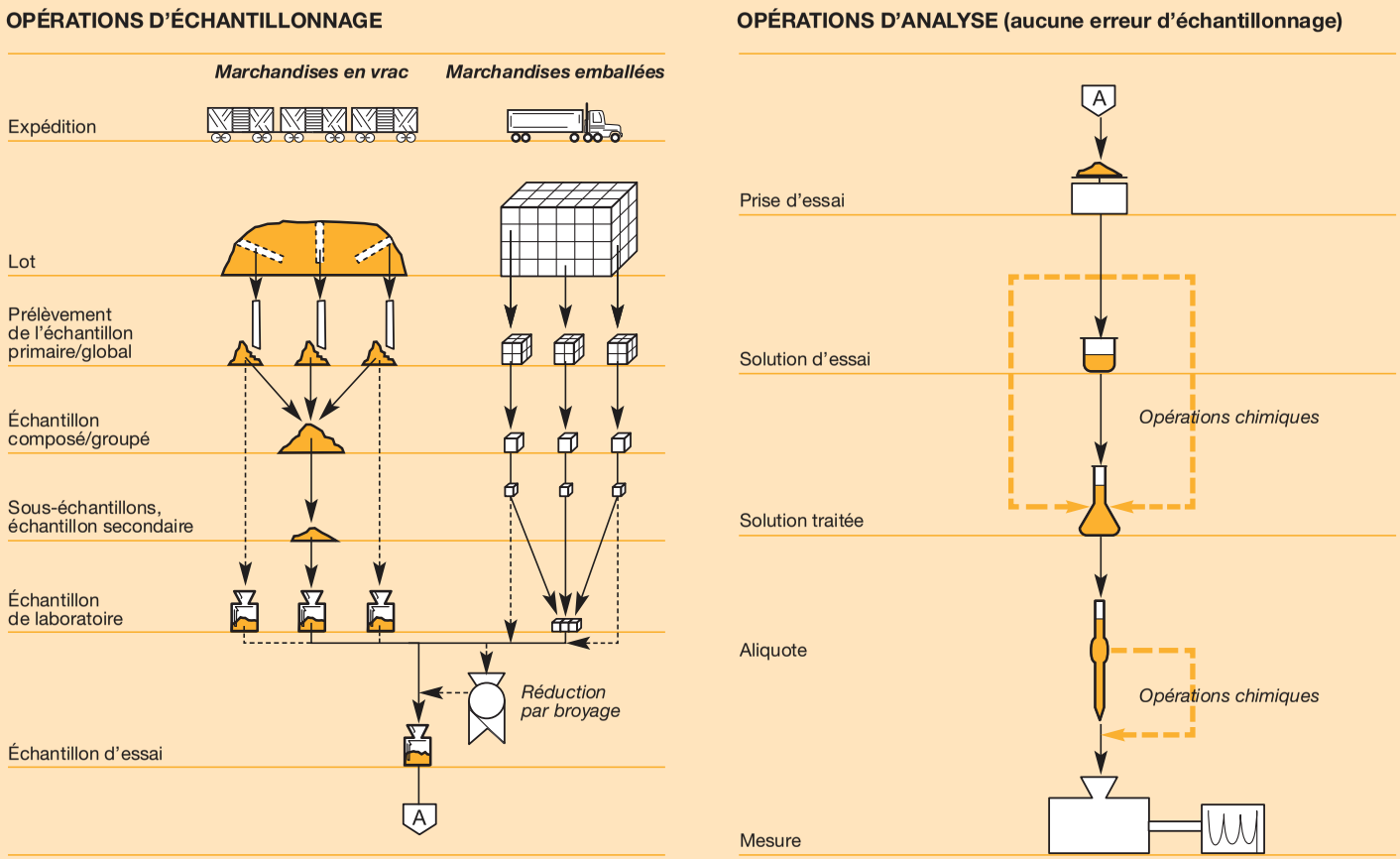
Objectifs de l'échantillonnage

Les utilisateurs de banques de données sur la composition des aliments ont besoin de valeurs représentatives de la composition des aliments consommés par la population pour laquelle la banque de données a été préparée.

L'objectif principal de l'échantillonnage sera de prélever des échantillons représentatifs d'aliments puis de faire en sorte qu'aucun changement ne se produise dans leur composition entre le prélèvement et l'analyse.

Tous les aliments sont des matériaux biologiques et connaissent des variations naturelles de composition. Un objectif secondaire peut être de documenter cette variabilité en rapport avec des facteurs comme la saison, la géographie, les cultivars et les pratiques d'élevage ou agricoles. Il faut s'attendre à ces variations et il ne faudrait pas les confondre avec les variations attribuables aux conditions d'analyse. Les protocoles combinés – c'est-à-dire pour l'échantillonnage et l'analyse – devraient aussi garantir que les attributs représentatifs soient maintenus dans les prises d'essai à analyser.

Figure 5.1 Rapports entre les opérations d'échantillonnage et d'analyse. La dernière opération d'échantillonnage (A) continue avec la première opération d'analyse (A)



Source: recommandations de l'UICPA d'après Horwitz, 1990.

Tableau 5.1 Définition des termes utilisés pour l'échantillonnage des aliments pour une banque de données sur la composition des aliments

Termes	*Définition*	*Commentaires sur l'application à des études de composition des aliments*
Échantillon	Partie sélectionnée à partir d'une plus grande quantité de matériel	Terme général décrivant une unité prélevée d'une quantité totale (ou population) d'un aliment
Plan d'échantillonnage	Procédure préétablie pour la sélection, le prélèvement, la conservation et la préparation de l'échantillon	Appelé parfois protocole d'échantillonnage
Caractéristique	Propriété ou constituant qui doit être mesuré ou noté	Description de l'aliment, des nutriments et autres analyses
Homogénéité	Degré de répartition uniforme d'une propriété ou d'un constituant	Les aliments sont habituellement hétérogènes ou doivent être considérés comme tels
Erreur d'échantillonnage	Partie de l'erreur totale liée au fait que l'on utilise uniquement une fraction de la «population» totale d'aliments et que l'on extrapole ensuite le résultat à l'ensemble de cette population. Cette erreur est due à l'hétérogénéité de la population	En raison de la nature hétérogène des aliments, il faut toujours prélever des échantillons multiples lorsque l'on veut estimer la composition d'un ensemble d'aliments
Lot	Quantité d'aliments qui est connue ou est supposée être produite dans des conditions uniformes	Il faut toujours noter le numéro des lots lorsque l'on procède à l'échantillonnage d'aliments
Unité	Chacune des unités discrètes et identifiables d'aliment qui peuvent être prélevées sur la quantité totale en tant qu'échantillons, et qui peuvent individuellement être décrites, analysées ou combinées	Ces unités constituent la base de la grande partie des analyses alimentaires (par exemple une pomme, un régime de bananes, une boîte de haricots, un plat préparé)

Quelques termes fondamentaux

On entend ici par *échantillonnage* la description des activités entreprises pour la sélection et la collecte des aliments définis en termes de nombre, poids et de nature du matériau à analyser. Une grande partie de la terminologie officielle concernant l'échantillonnage a été conçue à l'usage du secteur commercial, à des fins de surveillance et de contrôle de la contamination (Horwitz, 1990). Certains de ces termes ne sont guère importants pour la préparation d'une banque de données sur les nutriments et ne seront pas examinés plus avant. Le tableau 5.1 décrit les différentes étapes de l'échantillonnage et contient les définitions des termes qui seront utilisés par la suite dans cette publication. La figure 5.1 illustre les diffé-

rentes étapes de l'échantillonnage et de l'analyse indiquant les points où des erreurs d'échantillonnage peuvent se produire en dehors des erreurs d'analyse.

Du fait de la variabilité et de l'hétérogénéité des aliments, toutes les opérations d'échantillonnage comportent un certain taux d'erreur lorsque les résultats sont extrapolés à la composition de la population totale d'un aliment. L'échantillonnage peut simplement fournir des données qui indiqueront la probabilité que les valeurs s'appliquent à toute unité isolée d'un aliment.

Approche de l'échantillonnage

La sélection d'un échantillon représentatif, les protocoles combinés pour l'échantillonnage et l'analyse doivent être fondés sur une compréhension claire de la nature des aliments et de la population de l'aliment étudié (c'est-à-dire toutes les unités individuelles de l'aliment). Une banque de données sera utilisée pendant longtemps et les valeurs tirées des protocoles combinés seront utilisées comme si elles étaient représentatives, tant dans l'espace que dans le temps, pendant toute la durée du fonctionnement de la banque de données (et souvent pendant beaucoup plus longtemps). La mise au point de protocoles représente donc une tâche monumentale et pour laquelle il pourra être nécessaire d'accepter des compromis. Il est essentiel que ces compromis soient fondés sur une connaissance de l'aliment en question.

Sources d'aliments

Les principales sources d'échantillons d'aliments sont résumées au tableau 5.2. Ces groupes correspondent aux niveaux auxquels les banques de données sont utilisées.

Denrées en vrac

Les données relatives à la composition fournies par les analyses sur des denrées en vrac sont utilisées de maintes façons. Elles sont employées couramment dans le commerce ou pour la surveillance d'éventuelles contaminations agrochimiques de produits importés ou l'usage abusif de stimulateurs de croissance. Ces données fournissent aussi la base pour calculer les valeurs en nutriments des bilans alimentaires et parfois des recettes dans les ménages et les industries. Des procédures normalisées d'échantillonnage ont été définies pour de nombreuses denrées et celles-ci devraient être suivies: Organisation internationale de normalisation (ISO, 2003); méthodes officielles de l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC International, 2002, 2003); Codex Alimentarius (FAO, 1994; FAO/OMS, 2003). Il faudra veiller à ce que les échantillons soient vraiment représentatifs de la denrée en vrac. Il pourra être nécessaire de prélever séparément plusieurs échantillons dans les sacs, les caisses, les paquets ou les carcasses et à différents points dans un silo ou un conteneur. L'échantillonnage aléatoire est préférable à la collecte d'unités facilement accessibles. Les préleveurs d'échantillons

Tableau 5.2 Principales sources d'échantillons d'aliments à analyser pour une banque de données sur la composition des aliments

Source	*Exemples*	*Niveau d'emploi des données sur la composition des aliments*
Denrées en vrac	Carcasses de viande, livraisons en vrac de céréales, fruits, légumes, vins, graisses alimentaires	Utilisées principalement pour évaluer la valeur nutritive de la disponibilité alimentaire et pour établir des bilans alimentaires. Utiles également pour évaluation nutritionnelle
Denrées et aliments vendus en gros	Carcasses de viande, grands morceaux de viande, aliments en gros conditionement, souvent pour usage collectif	
Aliments vendus au détail	Aliments tels qu'ils sont vendus au consommateur, par exemple coupe de viande, légumes, vin, aliments transformés	Utilisées principalement pour évaluer l'ingestion d'aliments et de nutriments au niveau des ménages et des individus. Utiles également pour établir des statistiques des disponibilités alimentaires
Aliments provenant de champs, de jardins ou de cueillette	Aliments cultivés ou cueillis, animaux chassés	
Aliments tels qu'ils sont consommés	Aliments au niveau de la consommation, par exemple plats cuisinés (un ou plusieurs ingrédient(s)), aliments vendus sur la voie publique	Utilisées pour évaluer l'apport alimentaire et en nutriments individuels

devraient prendre des paquets dans plusieurs caisses ou des paquets choisis au hasard, par exemple. Ce niveau d'échantillonnage entraîne des problèmes logistiques qui sont plus facilement surmontés en prélevant des échantillons lors du chargement ou du déchargement d'une livraison. Des sondes spéciales sont nécessaires (Horwitz *et al.*, 1978) pour échantillonner des aliments en fines particules (par exemple sucre, grains), fluides (par exemple lait) ou solides (par exemple fromage).

L'analyse des nutriments à ce niveau est souvent limitée aux constituants principaux, mais regroupe généralement de nombreux échantillons analysés (parfois des centaines), ce qui permet d'obtenir des valeurs de très grande qualité.

Aliments vendus en gros

L'échantillonnage d'aliments vendus en gros se fait généralement à l'aide des principales méthodes utilisées pour les aliments en vrac. Il est essentiel de procéder à un échantillonnage aléatoire.

Aliments vendus au détail

Ces aliments constituent la majorité de ceux inclus dans les banques de données de composition dans les pays industrialisés. Pour les produits non transformés tels que les viandes, les fruits ou les légumes, le plan d'échantillonnage doit avant tout garantir que toute la diversité des points de vente est représentée. L'échantillon primaire devrait être fait proportionnellement au volume

d'aliments passant à travers les différents débouchés. On tiendra compte durant la conception des protocoles d'échantillonnage des variations possibles d'une région à l'autre.

Dans les pays non industrialisés où le système de distribution des aliments peut être moins développé, les caractéristiques régionales deviennent plus importantes, et il pourrait être essentiel d'identifier les variations dans la composition d'une zone rurale à une autre. La stratification régionale (voir plus loin) de l'échantillonnage peut être considérée comme une approche plus utile, compte tenu de la variation régionale dans la composition des produits. Dans de nombreux cas, présenter comme représentatives les données d'une population d'aliments très divers peut être inacceptable.

Les aliments de marque déposée constituent une part très importante des aliments dans de nombreux pays et leur composition devrait être incluse dans la banque de données. Lorsque celle-ci est préparée par du personnel gouvernemental, celui-ci hésite souvent à inclure des noms commerciaux. En pratique, pour de nombreux aliments de marque déposée, le nom de la marque est essentiel pour l'identification. Dans certains pays, la diversité des marques pour un aliment est très large et les couvrir toutes augmente la charge du travail analytique. Les données de composition fournies par les fabricants peuvent être acceptables à condition qu'elles répondent aux critères de qualité analytique déjà établis et que les fabricants puissent garantir aux compilateurs que les échantillons analysés sont représentatifs des produits tels que vendus au détail. Cette approche pourrait poser des problèmes car de nombreux produits de marque déposée sont reformulés à intervalles réguliers et les données deviennent rapidement obsolètes. De nombreux compilateurs préfèrent limiter ce type de données aux aliments qui sont stables et bien établis. Dans certains cas, on estime approprié un regroupement des différentes marques selon leur part du marché.

Lors du prélèvement des échantillons, il faudra s'assurer que toute la gamme des points de vente au détail est correctement représentée. Si elles sont disponibles, les statistiques des ventes au détail sont utiles. Dans de nombreux cas, les produits de marque déposée sont soumis à un contrôle de la qualité tellement sévère qu'un échantillonnage limité est satisfaisant.

Aliments provenant des champs et jardins

Ces sources d'aliments sont souvent ignorées dans les pays industrialisés, mais dans de nombreux pays, les aliments produits à la maison constituent une composante importante du régime alimentaire et devraient donc être pris en compte par les compilateurs. Ces aliments sont généralement beaucoup plus variables – la composition des aliments d'origine végétale dépend en particulier des sols et de l'utilisation éventuelle d'engrais. Il faut donc tenir compte de ces facteurs lors de la conception des plans d'échantillonnage. La plupart des produits des champs ou des jardins sont consommés frais pendant la saison ou mis en conserve selon des méthodes traditionnelles souvent très différentes des pratiques commerciales.

Aliments non cultivés et sauvages

De nombreuses communautés, notamment celles qui fondent leur subsistance sur la chasse et la cueillette ou qui sont semi-nomades, consomment des quantités importantes d'aliments

cueillis d'origine végétale et d'animaux sauvages. Ces aliments représentent une part importante de consommation journalière et leur ajout dans une banque de données peut être très utile pour ceux qui étudient la nutrition de ces groupes. Prélever des échantillons de ces aliments peut poser des problèmes particuliers. Ils peuvent être difficiles à identifier correctement et tendent aussi à varier sur le plan de la composition et de la maturité (Brand-Miller, James et Maggiore, 1993). Il est souvent impossible de procéder à un échantillonnage aléatoire et l'échantillonnage non aléatoire est la seule option à mesure où les occasions se présentent. Cette approche est acceptable, si elle est documentée dans la banque de données, car les utilisateurs pourront prendre connaissance des limites des données et risqueront moins de les utiliser de manière inappropriée.

Les aliments tels qu'ils sont consommés

Dans de nombreuses études sur les apports alimentaires, en particulier les enquêtes épidémiologiques, il est nécessaire de mesurer la consommation alimentaire et de nutriments au niveau individuel, c'est-à-dire les aliments tels qu'ils sont directement consommés. Ces aliments – «dans l'assiette», comme on les appelle souvent – comprennent des aliments cuisinés de toutes sortes, y compris des plats composés. Ces derniers sont souvent préparés à l'aide de recettes et méthodes de cuisson diverses, ce qui explique la difficulté de sélectionner des échantillons représentatifs. On a souvent recours à une simulation des méthodes de cuisson en laboratoire ou dans des cuisines destinées à préparer les échantillons à analyser. Cette approche est généralement satisfaisante, bien qu'en essayant de simuler la situation à domicile, la préparation des aliments n'est pas toujours effectuée sous contrôle et que la décision de fin de cuisson est une question de préférence et de jugement personnels. Néanmoins, la préparation d'échantillons en laboratoire permet de documenter de façon détaillée toutes les conditions pertinentes (température de cuisson, durée, température interne à la fin de cuisson, etc.). La collecte de plats cuisinés au hasard serait plus représentative, c'est pourquoi elle est parfois l'approche préférée (Greenfield, 1990b). Elle entraîne toutefois des problèmes logistiques particuliers.

Il est plus facile de se procurer des échantillons d'aliments auprès d'établissements, par exemple, hôpitaux, cantines industrielles et publiques ou établissements d'enseignement, de restauration rapide (fast foods) ou de «prêts à emporter». Les difficultés d'échantillonnage, la très grande variation possible parmi les aliments cuisinés et les contraintes financières ont fréquemment porté les compilateurs à faire des calculs à partir de recettes pour estimer la composition des aliments cuisinés.

Principales sources de variabilité dans la composition en nutriments

Les aliments sont intrinsèquement variables dans leur composition et il faudra en tenir compte durant l'échantillonnage et la conception des plans d'échantillonnage et d'analyse.

Échantillons géographiques

Dans un même pays, on peut rencontrer une grande diversité de conditions géologiques et climatiques, qui se traduit par une variabilité significative dans la composition des aliments. Les variations dans la commercialisation et la préparation des aliments entre différentes régions d'un pays – ou entre les pays dans le cas d'une banque de données multinationale – peuvent aussi être à l'origine d'une variabilité importante. Pour ces raisons, des données propres à une région peuvent être présentées dans la banque de données en plus de moyennes établies au niveau national et/ou régional. Dans d'autres pays, les variations peuvent être tout aussi importantes mais dues à d'autres causes et, dans ce cas, l'échantillon national pourra être pondéré en fonction du pourcentage de la population vivant dans ces régions ou de son pourcentage dans la consommation totale des aliments.

Échantillons saisonniers

Les variations saisonnières dans la composition des nutriments doivent être prises en compte dans les protocoles combinés. Les aliments d'origine végétale sont particulièrement sujets à ces variations, notamment leurs teneurs en eau, glucides et vitamines. Le poisson a aussi des variations saisonnières, notamment dans sa teneur en lipides, tandis que le lait et les produits laitiers affichent des variations dans la teneur en vitamines, principalement en raison de différences saisonnières dans l'alimentation animale. La collecte des échantillons doit tenir compte du moment choisi et de la fréquence, afin de refléter ces variations. Dans certains cas, des données saisonnières doivent être fournies séparément dans la banque de données. Les mesures analytiques des échantillons saisonniers peuvent aussi être réduites aux nutriments qui subissent ces variations.

État physiologique et maturité

L'état de maturité des aliments d'origine végétale et animale est responsable des variations de leur composition: dans les concentrations de sucres, d'acides organiques et de vitamines dans de nombreuses plantes; et de lipides et de quelques sels minéraux dans les aliments d'origine animale. Certaines de ces variations sont une conséquence des effets saisonniers.

Le stockage d'aliments d'origine végétale influe souvent sur la teneur en eau et en vitamines et sur les niveaux de certains nutriments organiques, en raison du métabolisme résiduel des plantes durant le stockage.

Cultivars et races

Ceux-ci peuvent être une source importante de variation pour certains nutriments et les protocoles combinés devront envisager cette variation. Il est conseillé de documenter cette variation du cultivar ou de la race dans la base de données. Certains instituts de recherche procèdent à un échantillonnage dans le but précis de saisir les différences entre cultivar et race. La signification des différences attribuables aux cultivars ou aux races ne peut être établie qu'en contrôlant d'autres facteurs qui peuvent influencer la variation, et en échantillonnant et en analysant individuellement, et non pas de façon composée, un grand nombre d'échantillons.

Tableau 5.3 Principales méthodes d'échantillonnage utilisées dans les études sur la composition des nutriments

Méthode	*Définition et caractéristiques*	*Notes concernant l'application*
Échantillonnage aléatoire	On prélève les échantillons de manière à garantir que chaque unité a la même chance d'être incluse	Méthode en théorie idéale, mais rarement applicable lorsque l'on échantillonne des aliments pour des banques de données sur la composition des aliments
Échantillonnage stratifié	On prélève les unités d'échantillonnage des strates définies (sous-parties) de l'ensemble des aliments. Dans chaque strate, on prélève les échantillons au hasard	Souvent, la méthode convenant le mieux pour une banque de données. Les strates pourraient être par régions, saisons, points de vente au détail, etc., telles que définies par la connaissance des aliments étudiés
Échantillonnage sélectif	On prélève les échantillons selon un plan qui exclut des aliments présentant certaines caractéristiques ou on ne choisit que ceux qui présentent des caractéristiques bien précises	Le plus souvent utilisé pour analyser des contaminants. Peut être utilisé, avec précaution, dans une banque de données
Échantillonnage non aléatoire	On prélève les échantillons sur la base de l'accessibilité, de la praticité, du coût ou pour d'autres raisons ne concernant pas directement les paramètres d'échantillonnage	Rarement adapté à une banque de données mais pourrait être la seule façon possible d'échantillonner des aliments sauvages ou non cultivés ou des plats composés provenant de quelques ménages

Méthodes d'échantillonnage

Les principales méthodes d'échantillonnage utilisées pour les banques de données sur la composition des nutriments sont résumées au tableau 5.3.

Échantillonnage aléatoire

Les échantillons aléatoires sont prélevés de telle manière que chaque aliment dans la population totale des aliments échantillonnés a des chances égales d'être prélevé et incorporé dans l'échantillon à analyser. Il est très difficile d'y parvenir en pratique du fait de la difficulté de visualiser tous les aliments, par exemple tous les choux dans un pays, sans parler de la difficulté d'assurer que chacun ait des chances égales d'être sélectionné. Il est plus commun de faire une stratification (voir ci-dessous) de la population des aliments.

Échantillonnage stratifié

Dans cette méthode, on classe les aliments en strates, en tenant compte des causes de variation les plus importantes.

La stratification par zone géographique peut être utile même lorsqu'il n'y a pas de variations régionales importantes (Smits *et al.*, 1998). Une stratification selon le type de populations de consommateurs, entre origines rurales et urbaines, ou par type de point de vente au détail, est un autre exemple utile (Torelm, 1997). L'échantillonnage d'aliments de marque déposée peut être stratifié selon l'usine. Lorsqu'on prévoit que les différentes marques déposées du même aliment ne subiront pas de variations, l'échantillon peut être pondéré en fonction de sa part de marché.

Lorsque cette information n'est pas disponible, il faut extrapoler à partir d'aliments similaires ou procéder à une évaluation intuitive.

Échantillonnage sélectif

L'échantillonnage sélectif est largement utilisé dans certaines études expérimentales des méthodes de culture et d'élevage et en économie familiale. Les données ainsi obtenues sont de bons guides pour la conception de protocoles d'échantillonnage; toutefois, comme ils ne sont généralement pas représentatifs des aliments disponibles, ils doivent être documentés avec soin lorsqu'ils sont inclus dans la base de données.

Néanmoins, lorsqu'il est clair que les méthodes d'élevage et de stockage des aliments sont similaires aux pratiques actuelles de production d'aliments, les données peuvent être utiles.

Cette méthode est souvent utilisée à juste titre pour contrôler les contaminations, lorsque l'objectif peut être d'identifier une exposition maximale aux contaminants. La distribution des contaminants dans les aliments est souvent fortement asymétrique et l'échantillonnage aléatoire comprendra souvent des échantillons dans lesquels la concentration du contaminant est inférieure aux limites de détection. C'est la principale raison pour laquelle les données sur les teneurs en contaminants sont souvent stockées séparément des données sur les nutriments dans la banque de données.

Les échantillons d'aliments préparés dans un laboratoire peuvent être considérés comme sélectifs. Bien souvent, la préparation en laboratoire est le seul moyen possible pour obtenir des données sur la composition de certains aliments et les données dérivées peuvent donc être utiles dans les banques de données. Toutefois, on optera le plus souvent pour des échantillons prélevés auprès de cuisiniers travaillant dans des cuisines familiales ou industrielles car ils peuvent être considérés comme plus représentatifs des aliments généralement consommés.

Échantillonnage non aléatoire

Le prélèvement d'échantillons dans des points facilement accessibles est une pratique très commune, et probablement erronée, dans les études sur la composition des aliments. Cette méthode peut être acceptable comme exercice préliminaire pour obtenir des estimations de la variabilité de composition mais, en général, les données obtenues par cette méthode devraient être considérées comme de mauvaise qualité.

Dans le cas d'aliments sauvages ou non cultivés, l'échantillonnage non aléatoire peut être la seule option; à condition que les sources des échantillons soient pleinement documentées, les valeurs peuvent être utilisées dans la banque de données.

Limitations de toutes méthodes d'échantillonnage

Quelle que soit la méthode, les données de composition obtenues ne sont qu'une estimation de la composition réelle des aliments et sont subordonnées aux limites imposées par la variabilité naturelle des aliments.

Conception de protocoles d'échantillonnage et d'analyse combinés

L'objectif est de proposer des protocoles bien documentés qui constituent une base pour ceux qui participent au prélèvement et à la manipulation des échantillons, du prélèvement sur le terrain jusqu'au laboratoire. Ces protocoles servent à s'assurer que les données produites répondent aux objectifs des compilateurs et aux exigences des utilisateurs de la base de données.

Responsabilité de la préparation des protocoles combinés

Dans certains pays, les compilateurs des banques de données contrôlent les opérations d'échantillonnage et d'analyse et sont chargés, ainsi que les analystes, de la préparation de protocoles combinés écrits. Toutefois, dans la majorité des pays, les travaux d'échantillonnage et d'analyse sont effectués sous contrat(s); le travail des compilateurs peut se limiter à définir les grandes lignes des opérations à effectuer. Ces spécifications initiales devraient établir les principes des exigences de la banque de données, en ce qui concerne la représentativité et les normes de qualité des résultats analytiques, auxquelles les rapports des sous-traitants doivent se conformer.

Les sous-traitants préparent ensuite des protocoles combinés détaillés en consultation avec les compilateurs. L'échantillonnage peut être sous-traité à des préleveurs locaux (par exemple lorsque la base de données concerne un grand pays ou une grande région); là encore, il est essentiel que les sous-traitants soient au courant des objectifs de l'échantillonnage.

Là où les travaux d'analyse sont sous-traités, soit pour tous les nutriments soit pour quelques-uns seulement, les sous-traitants doivent connaître les méthodes d'analyse préférées et mettre en place des plans d'assurance de la qualité des données appropriées. S'ils souhaitent utiliser d'autres méthodes qu'ils connaissent mieux, ils doivent démontrer que celles-ci sont compatibles avec les méthodes préférées.

Il est extrêmement important que les unités et les modes d'expression des résultats soient prédéfinis et écrits dans les contrats. Par exemple, les laboratoires peuvent exprimer les résultats de l'analyse des oligoéléments en ppm (parties par million, mg/kg) ou en ppb (parties par billion, microgrammes/kg ou utiliser les UI (unités internationales) pour certaines vitamines. Les acides gras devraient toujours être indiqués en unités de quantité de matière (mg/100 g) et ils peuvent en plus être indiqués en pourcentage des acides gras totaux. Il faudrait aussi préciser à l'avance si les résultats doivent être indiqués sur la base du poids sec ou sur la base du poids humide. Dans les deux cas, il faut indiquer les valeurs de la teneur en eau.

Tableau 5.4 Résumé des étapes de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons dans les études sur la composition des aliments

Termes	*Description*	*Principale utilisation dans les études de la composition des aliments*
Échantillon primaire	Collecte d'une ou de plusieurs unités prélevées initialement sur la population totale d'aliments	Point de départ habituel dans les études sur la composition des aliments. L'idéal consiste à prélever plusieurs échantillons qui sont traités séparément. On mélange souvent des échantillons primaires pour obtenir des échantillons composés
Échantillon réduit	Partie représentative de l'échantillon primaire obtenue par division ou réduction	Utilisé fréquemment pour ramener l'échantillon primaire à un poids plus maniable
Échantillon composite	Mélanges obtenus en combinant des échantillons primaires	Souvent utilisé dans des études sur la composition des aliments. Les composés peuvent être des échantillons d'un même aliment ou des mélanges de différentes marques ou cultivars
Échantillon de laboratoire	Échantillon envoyé au laboratoire ou reçu par celui-ci	L'échantillon primaire (ou un échantillon réduit) nécessite souvent une manipulation ultérieure en laboratoire (par exemple décongélation, cuisson, séparation de la partie non comestible). La partie comestible pourrait nécessiter une nouvelle réduction ou mélange
Échantillon analytique	Partie préparée avec l'échantillon de laboratoire sur lequel les portions à analyser sont prélevées	Cela est en général la forme sous laquelle les échantillons d'aliments sont préparés pour l'analyse
Prise d'essai	Quantité d'aliment de poids approprié pour chaque mesure analytique	On analysera au minimum deux prises d'essai; plusieurs répétitions sont préférables

Choix du plan d'échantillonnage

En général, on fera le choix d'un plan d'échantillonnage stratifié. Même s'il n'y a pas de preuve qu'il existe des différences régionales dans la composition, on appliquera une stratification fondée sur des prélèvements régionaux de l'ensemble des aliments consommés. Pour des raisons pratiques, il peut être nécessaire de restreindre l'étendue de l'échantillonnage. Ainsi la plupart des compilations axent la majeure partie de l'échantillonnage sur les «aliments de base» les plus importants ou sur les «aliments clés» et sur ceux qui sont les principales sources de nutriments spécifiques (Chug-Ahuja *et al.*, 1993; Schubert *et al.*, 1987; Haytowitz, Pehrsson et Holden, 2002; Pennington et Hernandez, 2002; Perry *et al.*, 2000), pour lesquelles, par exemple, il existe des problèmes de santé publique. Les aliments qui tiennent moins de place dans le régime alimentaire sont généralement l'objet de protocoles moins étendus. Il est clair que de nombreux

aliments de marque déposée ou de marque, qui sont produits dans quelques usines seulement peuvent être échantillonnés plus simplement que, par exemple, des produits carnés qui sont souvent des «aliments de base» et qui peuvent montrer une grande variabilité nécessitant des protocoles beaucoup plus détaillés et étendus. Les légumes et les fruits, qui montrent des variations saisonnières dans leur composition, devront avoir une stratification saisonnière. Chaque groupe d'aliments doit être considéré au cas par cas. Un échantillonnage par groupes d'aliments est souvent souhaitable pour une bonne logistique du travail analytique car la préparation des échantillons et les méthodes utilisées seront communes à tout un groupe.

Au cours de la description du processus d'échantillonnage, on suit plusieurs étapes dans lesquelles on utilise le terme «échantillon». Le tableau 5.4 résume ces étapes et quelques définitions proposées qui pourraient être utilisées pour indiquer clairement le type d'échantillon aux différents niveaux de l'échantillonnage et de l'analyse.

Taille et nombre d'échantillons

Taille. L'élément principal pour décider de la taille des échantillons individuels repose sur la quantité totale d'aliment nécessaire pour effectuer les différentes analyses. En pratique, comme les aliments sont hétérogènes, prélever de petites quantités au premier stade de l'échantillonnage peut engendrer une erreur. Pour la collecte de nombreux aliments, il est facile d'identifier les aliments individuels; dans d'autres cas, il faudra leur donner une définition. En pratique, 100-500 g représentent un guide utile pour définir la taille de l'échantillon primaire en donnant la préférence aux poids se rapprochant des 500 grammes. Certains produits alimentaires, par exemple certains morceaux de viande, sont plus gros et ne peuvent pas facilement être ramenés à une unité plus petite mais encore représentative; s'il s'agit d'obtenir un échantillon primaire, il faudra prendre le produit entier.

Nombre. Afin de calculer le nombre d'échantillons nécessaires, il faut d'abord disposer d'informations sur la variabilité de la composition de l'aliment (Proctor et Muellenet, 1998). Cela suppose également que la concentration du nutriment soit répartie uniformément, ce qui est une supposition raisonnable pour beaucoup de nutriments, mais pas pour certains oligoéléments.

En pratique, l'information exigée est souvent incomplète et il faut donc procéder intuitivement. En plus, beaucoup de nutriments, particulièrement les vitamines, démontrent une plus grande variabilité que les protéines par exemple et exigent donc un plus grand nombre d'échantillons.

Un exemple sur la manière de conduire les calculs est présenté dans l'Annexe 2.

La plupart des plans d'échantillonnage ont pour norme un nombre d'au moins 10 unités, mais 12 unités sont exigées pour l'étiquetage nutritionnelle aux États-Unis. Toutefois, le nombre dépend de la variabilité des nutriments mesurés et il faudra donc des nombres différents pour certains nutriments: Codex Alimentarius donne aussi des recommendations sur l'echantillonnage (FAO/OMS, 2004).

Tableau 5.5a Exemple de fichier des échantillons d'aliment pour des études sur la composition des aliments: identification

Nom commun de l'aliment	
Numéro de code de l'échantillon	
Date de l'arrivée au laboratoire	
Identification de l'aliment	***Exemples d'enregistrement***
Autres noms	Autres noms communs (dans la langue du pays d'origine) et équivalent anglais autant que possible
Nom scientifique	Genre, espèce, variété
Aliment d'origine végétale	Plante entière ou partie de la plante (racine, tige, feuilles, fleur, fruit, graines)
Aliment d'origine animale	Animal entier, ou partie de l'animal (patte, tête, organe interne)
État de maturité	Immature, mûr, etc.
Catégorie	Où approprié
Autres détails	Tous les détails qui pourraient être importants

Préparation des protocoles

Les protocoles sont des documents écrits qui décrivent les opérations d'échantillonnage: l'identité des aliments, le poids et la taille des unités à prélever, la stratification à utiliser et la distribution des sites d'échantillonnage. Les tableaux 5.5a -5.5d contiennent toutes les informations nécessaires pour préparer un plan d'échantillonnage, en commençant par la description de l'échantillon primaire (Greenfield, 1989; McCann *et al.*, 1988).

Le tableau 5.5a traite de l'identification de l'aliment. Le tableau 5.5b montre la structure du fichier d'enregistrement du prélèvement, le tableau 5.5c la description de l'aliment prélevé et le tableau 5.5d le traitement au laboratoire.

Le volume d'informations, conséquence de cette documentation, peut sembler excessif mais, d'après l'expérience acquise, il est très important de recueillir les informations sur ces différentes étapes pour évaluer ensuite la qualité de l'échantillonnage et des différentes analyses. De plus, si ces détails ne sont pas enregistrés au bon moment, ils sont impossibles à retrouver par la suite.

Identification

Le tableau 5.5a contient les informations nécessaires. La première section constitue une étiquette qui devrait être fixée sur l'échantillon de manière sûre et permanente. Le labora-

Tableau 5.5b Exemple de fichier des échantillons d'aliment pour des études sur la composition des aliments: enregistrement du prélèvement

Nom commun de l'aliment	
Numéro de code de l'échantillon	
Date de l'arrivée au laboratoire	
Détails du prélèvement	***Exemples d'enregistrement***
Date et heure du prélèvement	
Nom du responsable du prélèvement	
Lieu d'origine	S'il est connu (village, district, province, référence cartographique)
Point d'échantillonnage	Type (champ, jardin, stand en bord de route, marché agricole, boutique, entrepôt, supermarché, bar vendant des aliments à emporter, restaurant, ménages, mer, rivage)
Adresse(s) du (des) point(s) d'échantillonnage	
Conditions de la culture	Si elles sont connues (altitude, pluie, fumure, irrigation, alimentation animale)
Saison	Époque de l'année, saison sèche ou pluvieuse
Prix d'achat	Si relevant
Fichier graphique	L'enregistrement visuel avec échelle; dessin au trait peut suffire
Conditions de transport	Détails, y compris mode et conditions de transport et de stockage
Autres détails	Tous les détails potentiellement importants

toire peut ensuite ajouter un numéro d'enregistrement. La majeure partie des informations requises sont en elles-mêmes évidentes.

Enregistrement du prélèvement

Le tableau 5.5b décrit l'information qui doit être enregistrée durant le prélèvement des échantillons. Les enregistrements d'aliments correspondent au plan d'échantillonnage tel que précisé dans les protocoles combinés. Ils indiquent le type de stratification sélectionnée et la méthode pour garantir un choix aléatoire dans la strate. Pour cela, les tables de nombres au hasard sont très utiles. Le protocole doit aussi spécifier la procédure à suivre si l'échantillon défini n'est pas disponible pour le prélèvement. Il peut s'agir de la dénomination d'un produit de remplacement ou de la nécessité de choisir un autre point d'échantillonnage.

La plupart des informations sont claires en elles-mêmes. Un enregistrement du prix d'achat peut être utile à des fins de vérification des comptes et pour des études sur le budget

Tableau 5.5c Exemple de fichier des échantillons d'aliment pour des études sur la composition des aliments: description des échantillons prélevés

Nom commun de l'aliment	
Numéro de code de l'échantillon	
Date de l'arrivée au laboratoire	
Description	***Exemples d'enregistrement***
Type d'aliment	Groupe d'aliments (légumes secs, jus de fruits, produits laitiers, etc.)
Utilisation locale de l'aliment	Durant des festivals, la famine, etc.
Dimensions physiques	
État physique	Forme (par exemple liquide, solide, entier, divisé, granulé)
Processus et méthode de conservation	En boîte, fumé, séché au soleil, etc.
Méthode de préparation pour la consommation	Méthode de cuisson
Type de préparation	Cru, non cuit, partiellement cuit, entièrement cuit, décongelé, réchauffé
Milieu de conditionnement	Saumure, huile, sirop, eau
Conteneur ou emballage	Boîte, verre, papier, opercule en aluminium, feuilles
Surface de contact	Verre, type de plastique, opercule en aluminium
Étiquette ou liste des ingrédients	Maintenir l'étiquette, ingrédients estimés par inspection
Numéro du lot	Pour les aliments de marque
Date de péremption	Pour les aliments de marque ou préemballés
Poids de l'aliment examiné	
Nombre d'aliments	
Poids des articles individuels	
Poids de la mesure ou de la portion commune	
Autres détails	Tous les détails potentiellement importants (par exemple après que des échantillons frais ont été prélevés, ils sont mis sous vide)

familial. Pour faciliter l'identification de l'échantillon, on peut recommander de prendre une photographie numérisée avec une échelle de mesures et une référence de couleurs (par exemple le nuancier Pantone) (Burlingame *et al.*, 1995b). Si des photographies digitales ne sont pas faisables, un simple dessin peut suffire (McCrae et Paul, 1996).

Le protocole combiné spécifie aussi les conventions pour le transport des échantillons primaires des sites de prélèvement jusqu'au laboratoire. Les aspects logistiques de manipulation de ce qui peut être de grandes quantités d'aliments exigent un examen attentif; les procédés

de stockage, y compris le choix des conteneurs et les modes de transport, devraient être définis en consultation avec les analystes. Ces aspects et d'autres encore des protocoles combinés ont besoin d'être essayés ou du moins de faire l'objet d'un «exercice sur papier» avec la participation de toutes les personnes impliquées. Un stockage sûr dans des conteneurs fixes, qui peuvent être scellés thermiquement à l'aide d'un matériel simple, est préférable. En théorie, les échantillons devraient être refroidis avec de la glace pilée ou de la glace carbonique. Si c'est impossible, il faut les transporter au laboratoire dans les délais les plus brefs. Dans certains cas, les problèmes dus au transport peuvent empêcher l'analyse des nutriments qui risquent d'être modifiés par le métabolisme (voir tableau 5.6).

Là où la distance jusqu'au laboratoire est petite, le transport par route ou par chemin de fer peut être approprié, mais lorsque les distances sont plus longues, le transport par avion peut être la seule possibilité (Cela suppose une prise de contact avec les compagnies aériennes pour s'assurer que les conditions de stockage sont compatibles avec les règlements de sécurité du transport aérien). Dans d'autres cas, il faudra faire preuve d'imagination pour s'adapter aux conditions locales.

Il faudra aussi se pencher sur la sécurité personnelle des préleveurs car ils ont souvent sur eux de grosses sommes d'argent pour payer les échantillons qu'ils collectent; qui plus est, les grandes quantités d'aliments qu'ils transportent peuvent aussi attirer les voleurs. Le paiement des échantillons peut bien des fois se faire à crédit, ce qui élimine une de ces préoccupations.

Description des échantillons prélevés

La majeure partie des informations listées au tableau 5.5c peut être ajoutée une fois les échantillons arrivés au laboratoire, mais les détails concernant l'utilisation locale et la méthode de préparation doivent être ajoutés durant l'échantillonnage.

Il faut garder les étiquettes et les listes d'ingrédients car elles fournissent des informations clés qui pourraient se révéler utiles pour expliquer des divergences analytiques (par exemple, des aliments auxquels aucun ingrédient supplémentaire n'a été ajouté et l'étiquetage est incorrect; et des différences dans la formulation d'aliments de marque portant les mêmes noms).

Suivi des échantillons au laboratoire

Le tableau 5.5d présente l'enregistrement des premières étapes de préparation des échantillons dans le laboratoire menant à la préparation des échantillons pour analyse. Le laboratoire peut souhaiter y ajouter son propre code d'identification interne. La tenue d'un cahier d'enregistrement dans le laboratoire est la première étape d'un programme d'assurance de la qualité du laboratoire et sera discuté en détail dans les Chapitres 6, 7 et 8. Il est donc essentiel de préserver le lien entre le numéro d'identification de l'échantillon et tout numéro interne au laboratoire.

Il faudra déballer les échantillons primaires pour les comparer aux données contenues dans les tableaux 5.5a, 5.5b et 5.5c.

Tableau 5.5.d Exemple de fichier des échantillons d'aliment pour des études sur la composition des aliments: enregistrement de la manipulation en laboratoire

Nom commun de l'aliment	
Numéro de code de l'échantillon	
Date de l'arrivée au laboratoire	
Stade de la manipulation	***Exemples d'enregistrement***
Nature et poids de la portion non comestible	Avant toute préparation ultérieure (par exemple, tête et pattes des volailles, feuilles extérieures flétries)
Nature et poids de la portion comestible	Avant toute préparation ultérieure (par exemple, restes de carcasse de volaille)
Méthode de préparation	Préparation de l'échantillon cru ou méthode de cuisson, type, durée, température et température à la fin de la cuisson de l'aliment
Poids avant cuisson	
Ingrédients ajoutés, si applicable	
Poids après cuisson	
Poids et nature de la partie comestible de l'aliment préparé	
Poids et nature de la partie non comestible de l'aliment préparé	Os, tendons, etc.
Méthode de mélange ou de réduction	Broyer, homogénéiser dans un mixeur (type de lames)
Détails de la préparation de l'échantillon composé, si applicable	Simple mélange de poids égaux ou pondération des échantillons primaires provenant des strates désignées
Type de stockage	Addition d'agents de conservation, température de stockage, etc.
Méthode utilisée pour prélever les échantillons analytiques	
Stockage des échantillons analytiques ou traitement ultérieur	
Nom et signature de la personne qui effectue l'enregistrement	
Date de l'enregistrement	
Autres détails	Tous les détails potentiellement importants

Le protocole spécifiera quels sont les échantillons primaires à analyser individuellement ou combinés avec d'autres. L'analyse individuelle des échantillons primaires fournit des informations intéressantes sur les variations de la teneur en nutriments, ce qui aide à définir les limites de confiance attribuables aux valeurs moyennes enregistrées dans la plupart des banques

de données. Les analyses individuelles nécessitent des ressources importantes, c'est pourquoi, de nombreuses banques ne font que l'analyse d'échantillons composites. Ceux-ci peuvent s'obtenir par une simple combinaison à poids égaux de tous les échantillons primaires ou par des quantités des échantillons primaires pondérées selon les différentes strates ou les différents points d'échantillonnage, en fonction des informations sur les consommations ou la production de l'aliment.

Durant toute cette phase de manipulation, chacun devra avoir à l'esprit les principaux objectifs de l'échantillonnage, à savoir: assurer la représentativité de l'échantillon, et éviter les changements dans sa composition ou une contamination. Selon les nutriments concernés, le tableau 5.6 récapitule les principaux effets du stockage et de la préparation des échantillons ainsi que les précautions à prendre.

Il faut décongeler les échantillons avec soin et les manipuler le plus rapidement possible. Là encore, il sera bon de répéter les opérations.

En séparant la partie comestible de celle qui ne l'est pas, il faut tenir compte des habitudes culturelles de la population qui consomme l'aliment. Une documentation complète est essentielle pour une utilisation ultérieure dans la banque de données.

Pour couper, hacher ou broyer des échantillons d'aliments, il faut prendre des mesures pour éviter toute contamination. Les procédures devront être testées à l'avance (Wills, Balmer et Greenfield, 1980). Il pourra être nécessaire d'utiliser des instruments plastifiés ou revêtus de Téflon®. On ne devra pas utiliser d'instruments en métal si le fer ou les oligoéléments sont analysés; si l'on utilise de l'acier inoxydable, certains éléments peuvent venir polluer.

Les caractéristiques physiques de l'échantillon figurent parmi les facteurs importants à prendre en compte en préparant les échantillons. Lichon et James (1990) ont examiné et évalué une gamme de 12 méthodes d'homogénéisation. On devrait également effectuer des études pilotes pour contrôler l'homogénéité selon la procédure choisie et l'absence d'un fractionnement des échantillons. Chaque aliment doit être examiné au cas par cas.

Stockage des échantillons analytiques

Les contraintes logistiques de préparation des échantillons fait qu'il est préférable de stocker les échantillons analytiques avant l'analyse. Il faudrait stocker au moins trois échantillons subdivisés. Les conditions minimales acceptables sont habituellement un stockage à l'état congelé, de préférence à -40 °C voire -70 °C, ce qui se fait couramment. Le stockage à -20 °C ou -30 °C est valable pour l'analyse des lipides. Le conteneur doit être hermétiquement fermé avec le minimum d'espace libre. Lorsqu'on prélève des échantillons stockés, il faut soigneusement réincorporer dans la masse et au-dessus de l'échantillon toute eau sublimée.

Si une lyophilisation est possible, le stockage au congélateur ou au réfrigérateur des échantillons lyophilisés est satisfaisant. Les échantillons séchés à l'air devraient être stockés de manière à empêcher toute réabsorption d'eau ou contamination par des insectes et des acariens.

Tableau 5.6 Effets de stockage et de la préparation des échantillons sur la teneur en nutriments et précautions à prendre pour réduire ces effets au minimum

Effets	*Changements potentiels*	*Nutriments touchés*	*Précautions*
Dessèchement	Perte d'eau	Tous les nutriments	Création du protocole. Garder les échantillons dans des conteneurs scellés ou couverts. Peser l'aliment avant et durant la préparation
Absorption	Gain d'eau	Tous les nutriments, en particulier dans des aliments à faible teneur en eau et hygroscopiques	Création du protocole. Garder les échantillons dans des conteneurs scellés
Activité microbienne	Dégradation/autolyse Synthèse	Pertes de glucides, protéines Gains en thiamine, vitamine B_6, niacine et vitamine B_{12}	Stockage à basse température. La pasteurisation ou l'addition d'inhibiteurs peuvent être nécessaires
Oxydation	Destruction d'acides gras insaturés	Modifications du profil des acides gras	Conserver à –30 °C dans des contenants scellés en atmosphère d'azote. Addition d'antioxydants ou d'agents bactériostatiques
	Perte de vitamines	Pertes de vitamine C, riboflavine et folates	
Acide	Hydrolyse	Pertes de saccharose et d'oligosaccharides supérieures	Entreposer à basse température. Neutraliser l'acide
Alcalin	Destruction	Perte de thiamine	Éviter milieu alcalin et SO_2
Lumière	Photodégradation	Perte de riboflavine	Protéger de la lumière
Contamination durant l'échantillonnage	Par récipients de cuisson, sol, poussière, etc.	Augmentations des nutriments inorganiques	Créer un protocole pour réduire au minimum la contamination, rincer avec précaution avec de l'eau distillée
Contamination (par des lames métalliques, l'équipement de broyage, les objets en verre, etc.)	Augmentation des nutriments inorganiques	Augmentation des principaux oligoéléments	Choisir l'équipement avec soin. Nettoyer à fond tous les ustensiles avant l'emploi et conserver dans des sacs en plastique
Séparation	Séparation des graisses. Fractionnement des particules	Changements dans l'ensemble de la composition, modification de la teneur en fibres	Éviter de mélanger trop vigoureusement et les cycles décongélation/congélation
Activité enzymatique et métabolique	Changements dans les nutriments organiques	Pertes de sucres, vitamine C, déconjugaison des folates	Conserver à basses températures. Protéger les folates avec de l'ascorbate

Préparation des prélèvements analytiques

Pour produire les résultats entrant dans une base de données sur la composition des aliments, diverses méthodes d'analyse seront appliquées, nécessitant un certain nombre de prises d'essai – souvent sur une très longue période de temps (à moins qu'on ne dispose d'un grand nombre d'analystes). Les procédures utilisées pour prélever ces prises d'essai et leur dimension dépendront en général de la nature de la méthode à utiliser. Il est impératif que toutes les prises d'essai soient représentatives et que les méthodes utilisées suivent les procédures définies par un programme de contrôle de la qualité.

Lorsque des prises d'essai sont faites à plusieurs reprises sur des échantillons analytiques stockés, les risques de contamination, ou de prélevement d'une portion non représentative, augmentent. Il est donc souhaitable de stocker un certain nombre d'échantillons analytiques identiques et de réduire le nombre des personnes qui participent au prélèvement des prises d'essai sur ces échantillons.

Il est impossible de spécifier les procédures d'échantillonnage pour toutes les méthodes et tous les nutriments, mais certaines procédures typiques sont décrites à titre d'exemple aux Annexes 3 et 4.

Conséquences financières

Les protocoles combinés fournissent une approche détaillée pour estimer le financement nécessaire aux travaux d'échantillonnage et d'analyse. Il pourra être nécessaire de réviser le protocole, soit en réduisant le nombre d'échantillons, soit en réduisant le nombre d'analyses à effectuer. Cela exigera un réexamen des procédures appliquées à la définition des priorités et décrites aux Chapitres 3 et 4. On pourra utiliser des combinaisons d'analyses ou une extrapolation à partir d'échantillons similaires.

De nombreux compilateurs adoptent une stratégie consistant à utiliser un plan d'échantillonnage simplifié pour les aliments qui sont des composants mineurs du régime alimentaire, et limitent les plans complets aux aliments de base, aux aliments qui sont des sources importantes de nutriments et à ceux qui sont importants en termes de santé publique.

Formation

Il est essentiel que tous ceux qui participent à l'échantillonnage connaissent bien les objectifs de cette opération et leurs rôles respectifs. Pour ce faire, il faudra répéter les procédures, ne serait-ce que par un exercice sur le papier. Cela permettra de définir les aspects qui ne sont pas clairs ou qui ne sont pas réalisables et doivent être modifiés.

Le tableau 5.7 résume les principales erreurs rencontrées durant l'échantillonnage. Celles-ci soulignent l'importance déterminante de la documentation, de la formation du personnel et de la supervision des divers stades. Les étapes de l'échantillonnage constituent les premières phases critiques d'un programme optimal d'assurance de la qualité (voir Chapitres 6, 7 et 8).

Tableau 5.7 Principales sources d'erreurs durant l'échantillonnage

Source	*Exemples*	*Précautions*
Identification de l'échantillon d'aliment	Étiquetage insuffisant des échantillons	Conservation de la documentation durant l'échantillonnage et l'analyse
Nature de l'échantillon	Les échantillons ne sont pas conformes au protocole d'échantillonnage établi	Instructions explicites dans le protocole d'échantillonnage, formation du personnel chargé de l'échantillonnage
Transport et manipulation	Échantillons contaminés, dégradés ou appauvris durant le transport ou le stockage. Perte d'échantillons	Le protocole spécifie les conditions à maintenir, supervision
Préparation des échantillons analytiques	Mélange ou homogénéisation incorrects	Supervision appropriée en laboratoire. Systèmes d'assurance de la qualité en laboratoire
Stockage des échantillons analytiques	Stockage incorrect des échantillons	Techniques et supervision appropriées en laboratoire

Si les échantillons ne sont pas prélevés et manipulés correctement, les analyses – même si elles sont bien exécutées – seront inutilisables car les résultats obtenus ne se rapporteront pas à des échantillons représentatifs. Toutefois, c'est une banalité d'affirmer «on ne peut pas vérifier la qualité [par la supervision], elle doit être intégrée». Cela dépend de la formation adaptée du personnel afin que celui-ci comprenne parfaitement son rôle dans le processus global.

Chapitre 6

Choix et évaluation des méthodes d'analyse

La fiabilité des données de composition des aliments passe d'abord par l'emploi de méthodes d'analyse performantes et exactes dont la mise en œuvre est effectuée par des analystes compétents. L'application de ces méthodes adaptées doit aussi se faire dans le cadre de systèmes d'assurance de la qualité; c'est le second élément crucial pour garantir la qualité des données dans une banque de données sur la composition des aliments.

Pour la plupart des nutriments, on dispose de plusieurs méthodes d'analyse alternatives dont on suppose souvent qu'elles fournissent des résultats comparables. En fait, la pertinence d'une méthode varie selon le type d'analyte recherché et la nature de la matrice sur laquelle on l'applique. Avant de discuter les mérites relatifs de chaque méthode (objet du Chapitre 7), il est nécessaire de considérer les principes généraux de sélection d'une méthode. Ce faisant, on admettra aussi que le choix des analystes pourra être limité par les équipements et moyens financiers disponibles. C'est pourquoi, une bonne compréhension des principes qui entrent en jeu dans l'évaluation d'une méthode est d'autant plus importante et, en particulier, une connaissance des limitations techniques d'une méthode.

L'évaluation des méthodes ne relève pas de la seule compétence des analystes. Les conseillers techniques et scientifiques impliqués dans la gestion de la banque de données doivent aussi connaître les principes de la méthodologie analytique et les différentes méthodes elles-mêmes et partager avec l'analyste la responsabilité du choix d'une méthode donnée.

Puisqu'ils sont responsables de l'évaluation des données provenant d'autres laboratoires ou de publications, en vue de décider si elles peuvent être incluses ou non dans leurs banques de données, les compilateurs doivent aussi chercher à comprendre les méthodes d'analyse utilisées. Ils doivent aussi spécifier dans les contrats les plans d'échantillonnage et les protocoles analytiques.

Par ailleurs, il est souhaitable que les utilisateurs professionnels d'une banque de données aient une certaine connaissance des méthodes d'analyse employées et que les utilisateurs spécialisés connaissent bien les méthodes utilisées pour le/les nutriment(s) au(x)quel(s) ils s'intéressent.

Actuellement, il existe un bon nombre de limites méthodologiques pour la production de données sur certains nutriments. À partir d'un examen des méthodes, Stewart a préparé

Tableau 6.1 Méthodes disponibles pour l'analyse des nutriments (applicabilité des méthodes)

Nutriment	*Adaptée*	*Acceptable*	*Non applicable à certains aliments*	*Manquant*
Humidité	Humidité			
Constituants azotés	Azote total, acides aminés		Protéine, azote non protéique	
Constituants lipidiques	Acides gras	Cholestérol, phospholipides, acides gras trans, triglycérides individuels	Quelques isomères d'acides gras	
Glucides et fibres alimentaires	Sucres simples, amidon, polysaccharides non amylacés	Fibres alimentaires, totales, polysaccharides non amylacés, amidon résistant		Lignines
Nutriments minéraux	Sodium, potassium, calcium, magnésium, phosphore, fer, cuivre, zinc, bore, chlorure	Sélénium, manganèse, fluor	Chrome, fer héminique, cobalt, molybdène	
Vitamines	Thiamine, riboflavine, niacine	Vitamine C, rétinol, caroténoïdes, vitamine E, vitamine D, vitamine B_6, folates totaux, acide folique, biotine, acide pantothénique, vitamine B_{12}	Quelques isomères caroténoïdes, vitamine K	Quelques isomères de folates

un tableau résumant la situation en 1980 et 1981, celui-ci a ensuite été complété par Beecher et Vanderslice (1984). Dans ce tableau, les nutriments sont regroupés en fonction de la disponibilité en méthodes de mesure validées. L'intérêt grandissant pour la composition des nutriments dans les domaines de la réglementation et dans la recherche épidémiologique a conduit à des travaux supplémentaires sur l'évaluation et le développement des méthodes. Aux États-Unis, l'Association internationale des analystes officiels (AOAC International) a effectué un examen des méthodes à utiliser pour l'étiquetage nutritionnel (Sullivan et Carpenter, 1993); de plus, des révisions approfondies des méthodes concernant les micronutriments ont été réalisées en 2002 au Royaume-Uni par la Food Standards Agency (FSA, Agence de normes alimentaires).

Des travaux pour le développement de matériaux de référence certifiés (MRC), effectués aux États-Unis par l'Institut national de normes et de technologies (NIST) et en Europe par le Bureau communautaire de référence (BCR), ont également contribué au developpement des méthodes.

Les premières évaluations de Stewart ont été mises à jour (voir tableau 6.1) sur la base d'une révision de la compatibilité des méthodes (Deharveng *et al.*, 1999). Dans ce tableau les «bonnes» méthodes sont celles qui ont été validées par des études interlaboratoires. Celles considérées comme «passables» ont fait l'objet d'une validation plus restreinte. Enfin, les méthodes considérées comme «non adéquates pour certains aliments» n'ont été validées que pour un petit nombre de matrices alimentaires. Il est important de noter que les résultats de ces évaluations ne sont consistants que si les mesures sont faites par des analystes confirmés sans prise en compte de la rapidité ou du coût de réalisation.

Le tableau n'inclut pas la large gamme des constituants bioactifs susceptibles d'être référencés dans des banques de données de composition. Pour la plupart de ces constituants, les méthodes n'ont pas encore été étudiées à grande échelle dans le cadre d'études interlaboratoires.

Choix des méthodes pour les nutriments

L'objectif principal des banques de données de composition est de fournir aux utilisateurs finaux des informations sur la composition nutritionnelle. Par conséquent, le premier critère pour choisir une méthode est sa capacité à fournir les données recherchées par les utilisateurs. C'est-à-dire produire des résultats qui pourront être interprétés pour établir la valeur nutritionnelle des aliments. Cependant, les besoins des utilisateurs de banques de données peuvent significativement différer, des besoins des experts chargés de la réglementation alimentaire et de ceux chargés du contrôle de la qualité des aliments au niveau de la production. Ainsi, la mesure en protéines (azote total multiplié par un facteur) convient dans la plupart des cas mais les teneurs individuelles en acides aminés fournissent une bien meilleure évaluation de la valeur nutritionnelle d'un aliment. La teneur en lipides totaux peut suffire à un contrôle de la qualité des aliments alors qu'un nutritionniste recherchera une évaluation séparée des

triglycérides, des stérols et des phospholipides, ainsi que des analyses détaillées sur les acides gras. De même, alors que les teneurs en glucides totaux peuvent être tout à fait suffisantes pour un contrôle de qualité, un nutritionniste souhaitera avoir des mesures spécifiques des différents glucides. (FAO/OMS, 1998). Par conséquent, des méthodes plus biochimiques sont souvent nécessaires pour inclure les données convenables dans les tables de composition des aliments.

Dans certains pays, le choix des méthodes peut être imposé par la réglementation nationale. Dans d'autres pays, les réglementations permettent souvent l'utilisation de méthodes fournissant des résultats comparables, c'est-à-dire similaires, aux valeurs obtenues par les méthodes officielles.

D'autres considérations peuvent également influencer le choix d'une méthode. L'utilisation de méthodes instrumentales technologiquement avancées peut engendrer un investissement important en vue d'acquérir l'instrumentation nécessaire. Des ressources considérables sont également nécessaires en termes de personnel formé à l'utilisation et à l'entretien de cet équipement. Le développement de ces méthodes instrumentales a pour conséquence de favoriser l'investissement plutôt que les frais de personnel; le but étant de réduire les coûts en réduisant les temps d'analyse.

Cependant, les analyses nutritionnelles peuvent parfaitement être effectuées sans cette instrumentalisation sophistiquée; des méthodes manuelles classiques et absolument fiables existent pour beaucoup de nutriments. Elles exigent davantage de main-d'œuvre que de capital.

Il est vrai que l'analyse de certains nutriments, comme les acides gras, exige une telle instrumentation spécialisée; en l'absence de celle-ci, le laboratoire devra chercher des collaborations pour acquérir les données.

Les laboratoires des pays en développement peuvent manquer de capacités d'investissement (particulièrement en devises), ainsi que de ressources pour la maintenance spécialisée et les fournitures nécessaires à une instrumentation de haute technologie. Par contre, des fonds d'aide locaux peuvent être mobilisés pour qu'un personnel technique ayant les connaissances de base requises puisse utiliser des méthodes n'exigeant aucune instrumentation et obtenir des données valides. Dans cette optique, une liste complète de méthodes éligibles a été établie au Chapitre 7.

Les laboratoires devraient plutôt focaliser leur attention sur l'évaluation et l'amélioration de la qualité et des performances des méthodes utilisées en routine que de proposer un catalogue étendu de méthodes nouvelles non testées, ou de perdre confiance en raison d'un manque d'équipement sophistiqué. Dans beaucoup de cas, la mise en place d'un système d'assurance de la qualité des données et la formation du personnel constituent les meilleurs moyens pour produire des données de qualité sur la composition des aliments.

En principe, la formation des analystes des laboratoires agroalimentaires, là où elle est assurée, porte sur la détection des composés prescrits par la réglementation. Ces composés sont souvent des contaminants présents à des niveaux bas et le choix des méthodes met généralement l'accent sur le seuil de détection, la sensibilité et la fidélité. Les exigences, en termes

d'incertitude et de fidélité, pour les analyses de nutriments destinées à une banque de données sur la composition des aliments, seront davantage influencées par le niveau d'apport recommandé du nutriment et par l'importance relative de l'aliment analysé dans le régime (Stewart, 1980). Un paradoxe serait que des analystes fassent, par exemple, des efforts considérables pour mesurer des teneurs en vitamines dans les aliments à un niveau de concentration qui n'a pas de signification au plan nutritionnel.

Cela montre qu'il est nécessaire que toutes les personnes impliquées dans la production de données connaissent les objectifs du projet, depuis l'échantillonnage jusqu'à l'analyse. Les protocoles d'échantillonnage doivent indiquer les niveaux d'exactitude attendus. Il est également important de maintenir un dialogue régulier entre les compilateurs et les équipes chargées de l'échantillonnage et des analyses durant toute la durée du projet.

Lors de la sélection d'une méthode, il est important de vérifier si elle est appropriée mais aussi nécessaire de prendre en compte ses performances analytiques.

Critères de choix des méthodes

Il est utile de rappeler un certain nombre de recommandations, suggérées par Egan (1974):

1. Il est important de préférer les méthodes dont la fidélité a été évaluée à partir d'études interlaboratoires impliquant plusieurs laboratoires.
2. Il est important de choisir des méthodes qui ont été recommandées ou adoptées par des organisations internationales.
3. Il est important de choisir des méthodes d'analyse qui sont applicables à un large spectre de matrices d'aliments plutôt qu'à celles qui ne peuvent être utilisées que pour des aliments spécifiques.

Une fois choisie, une méthode d'analyse doit aussi avoir des performances adéquates. Büttner *et al.* (1975) les résume comme des caractéristiques de fiabilité (spécificité, exactitude, fidélité et sensibilité) et de praticabilité (vitesse, coûts, exigences en un savoir-faire technique, fonctionnement et sécurité du laboratoire).

Par conséquent «la fiabilité» représente l'ensemble des critères de performance d'une méthode. Les analystes devraient aussi considérer un autre attribut relevant de l'ensemble de ces mesures, la «robustesse ou portabilité». Ces critères sont décrits ci-dessous.

Critères de performance des méthodes

(Adapté avec autorisation de Horwitz *et al.* [1978])

Fiabilité

Il s'agit d'un terme qualitatif qui exprime un degré de satisfaction lié aux performances d'une méthode, en termes d'applicabilité, spécificité, exactitude, fidélité, capacité de détection et sensibilité, tels que définis ci-dessous. C'est un concept composite (Egan, 1977). Il représente la

somme des critères mesurables de performance. L'analyte et les buts des analyses déterminent l'importance relative de chaque critère. Il est clair que l'analyse de constituants majeurs des aliments, tels que les protéines, les lipides et les glucides, ne demandent pas le même seuil de détection que celui nécessaire à la mesure de contaminants cancérigènes. Inversement, la mesure d'un constituant présent à des niveaux assez bas dans les aliments (par exemple la plupart des oligoéléments, le sélénium, le chrome ou vitamines telles que la vitamine D, la vitamine B_{12} et les folates) ne va pas nécessiter la même exactitude et fidélité que celle des constituants majeurs.

Grâce à l'analyse statistique des résultats d'un grand nombre d'études interlaboratoires réalisées sous la direction de l'AOAC et conduites par des analystes expérimentés, Horwitz, Kamps et Boyer (1980) ont montré l'existence d'une relation empirique forte qui lie la concentration du constituant analysé et la fidélité observée. La relation observée est:

$$CV = 2^{(1 - 0.5 \log C)}$$

où CV est le coefficient de variation et C la concentration en g/g.

Plusieurs experts utilisent cette relation pour évaluer la performance des méthodes pour les nutriments présents à de bas niveaux de concentration.

Applicabilité

Il s'agit aussi d'un terme qualitatif. Une méthode est applicable en fonction du contexte dans lequel elle sera utilisée, comme l'analyse d'une matrice alimentaire spécifique. L'applicabilité se rapporte à l'absence d'interférences avec d'autres constituants de l'aliment ou avec des propriétés physiques de la matrice qui pourraient rendre incomplète l'extraction du constituant. L'applicabilité de la méthode est aussi déterminée par la concentration du constituant. Des méthodes, applicables à de hautes concentrations, peuvent ne plus être applicables pour des concentrations basses. De même, une méthode peut être applicable à une matrice (par exemple la viande) mais inappropriée pour une autre (par exemple, un produit céréalier).

Toutes les méthodes non usuelles ou conçues pour un aliment spécifique doivent être soigneusement examinées quand elles sont utilisées pour une matrice différente de celles pour lesquelles elles ont été initialement prévues.

Spécificité

La spécificité d'une méthode est sa capacité à mesurer exclusivement la substance pour laquelle elle est utilisée. Beaucoup de méthodes sont «semi-spécifiques»: elles s'appuient sur l'absence de substances interférentes dans l'aliment analysé. Parfois, une méthode disposant d'une spécificité faible peut être acceptable quand le but de l'analyse est de mesurer toutes les substances similaires d'un groupe (par exemple, lipides totaux ou cendres).

Exactitude

L'exactitude est définie comme l'écart entre la valeur obtenue par la méthode et la «valeur vraie» de la concentration du constituant. Elle est souvent exprimée en terme de pourcentage d'exactitude. L'inexactitude est la différence entre la valeur mesurée et «la valeur vraie».

Le concept de «valeur vraie» est bien sûr théorique parce que, pour un nutriment dans un aliment, elle n'est jamais connue exactement. Par conséquent, toutes les résultats d'analyse ne sont que des estimations de cette valeur.

Büttner *et al.* (1975) pensent qu'il existe une valeur vraie pour tous les constituants qui se trouvent dans un échantillon d'aliment. C'est une hypothèse fondamentale pour le travail des analystes puisqu'il serait faux d'affirmer qu'un résultat obtenu sur une prise d'essai est la «valeur vraie» pour tous les échantillons de l'aliment. Pour toute méthode spécifique, l'erreur d'échantillonnage et les erreurs analytiques déterminent les limites de confiance pour toutes les valeurs obtenues.

L'exactitude d'une méthode est souvent déterminée par rapport aux valeurs assignées d'un analyte et, de préférence, par l'analyse de matériaux de référence certifiés (MRC) en utilisant plusieurs méthodes compatibles mises en œuvre par des analystes qualifiés afin de fournir des valeurs certifiées, ainsi que les limites de confiance de ces valeurs.

Fidélité

La fidélité est une mesure de l'écart entre des répétitions réalisées avec une même méthode sur un même échantillon. C'est une mesure quantitative de «dispersion» ou de variabilité d'une méthode d'analyse. À proprement parler, on mesure plutôt une imprécision en effectuant des répétitions sur un même échantillon (qui doit être homogène et stable). Les mesures peuvent être faites par un analyste dans un seul laboratoire pour évaluer la «répétabilité» (c'est-à-dire la fidélité intralaboratoire) ou par plusieurs analystes dans différents laboratoires pour évaluer la «reproductibilité» (c'est-à-dire la fidélité interlaboratoires). Des comparaisons peuvent aussi être faites entre différents analystes dans un laboratoire (appelée «concordance») et par un seul analyste en différentes occasions.

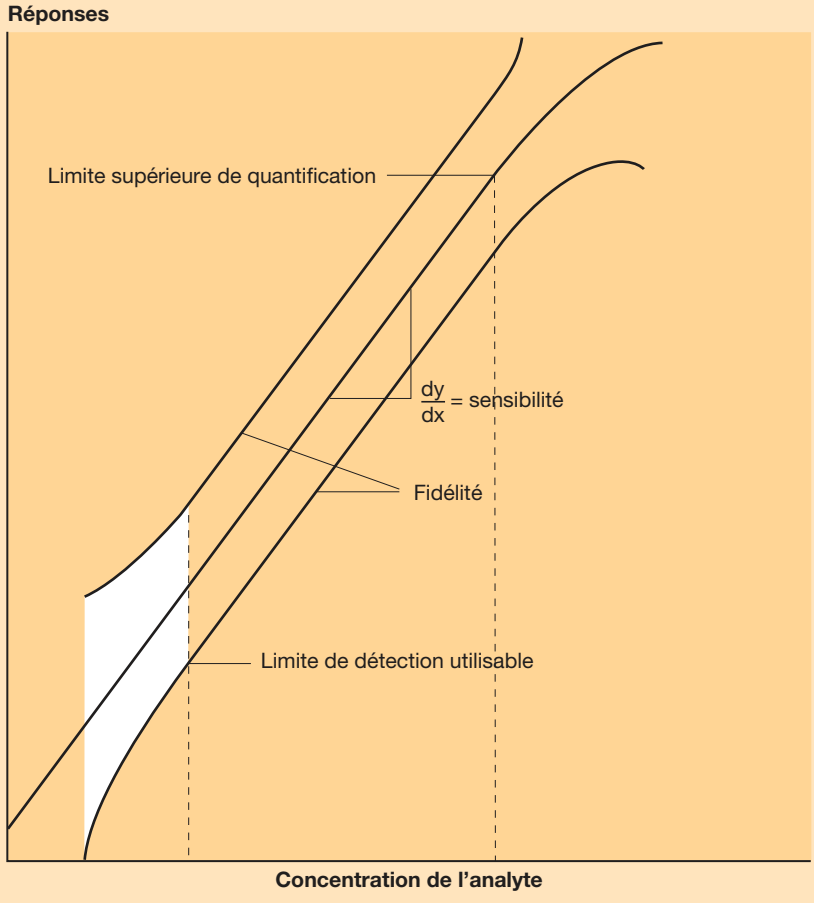
Dans chaque cas, l'écart-type S des valeurs analytiques est calculé (ce qui signifie qu'il doit y avoir un nombre suffisant de «répétitions»). L'écart-type est habituellement divisé par la valeur moyenne pour obtenir l'écart-type relatif SR, ou multiplié par 100 pour donner le coefficient de variation CV. Dans la littérature analytique, SR est utilisé pour la reproductibilité et sr pour la répétabilité.

Il est important de faire la distinction entre l'exactitude (voir la définition donnée ci-dessus) et la fidélité. On peut avoir une très haute fidélité (un SR bas) et une exactitude faible et, inversement, avoir une bonne exactitude avec une fidélité faible; dans ce cas les limites de confiance de la valeur obtenue seront très grandes. L'idéal est de combiner une haute fidélité (SR bas) avec une grande exactitude (comme indiqué à partir de la valeur obtenue avec un MRC).

Limite de détection

La limite de détection est la concentration minimale de la substance analysée qui peut être détectée. Elle entre rarement en jeu dans les études nutritionnelles car les concentrations très faibles en nutriments, même celles des oligoéléments ou des vitamines, ne sont pas souvent significatives sur le plan nutritionnel. Elles sont habituellement enregistrées comme «traces»

Figure 6.1 Réponse du détecteur en fonction de la concentration, illustrant les critères de performance des méthodes



Source: Modification et reproduction autorisées par Stanley L. Inhorn, ed., *Quality assurance practices for health laboratories*. Copyright 1978 par l'Association américaine de santé publique.

dans beaucoup de tables de composition. Cependant, il est utile de savoir si un nutriment est présent ou non et si on peut mettre un zéro avec certitude dans une banque de données. La limite de détection d'une méthode est la concentration pour laquelle la mesure est significativement différente de celle d'un échantillon blanc. Puisque les valeurs témoins ont aussi une certaine variabilité, la limite peut être définie comme étant supérieure à 2 écarts-types (des échatillons blancs) de la concentration de l'échatillon blanc. La limite de détection est au-dessous de la concentration à laquelle les valeurs peuvent être mesurées, ce qui signifie qu'elle est en dehors de la fourchette utilisable de la méthode.

Sensibilité

La sensibilité, en termes analytiques, est la pente de la courbe ou de la droite «concentration-réponse» (figure 6.1). Si la pente est forte, la méthode a une forte sensibilité; inversement, si la pente est faible la méthode a une faible sensibilité. Quand on s'intéresse à un petit intervalle de concentration, une forte sensibilité est souvent souhaitable; pour un grand intervalle de concentrations, une sensibilité basse peut être préférable. Dans la plupart des études sur la composition nutritionnelle, l'analyse des oligoéléments exige une forte sensibilité. Dans la pratique, cela peut être obtenu en augmentant la hauteur du signal de réponse par amplification électronique ou en jouant sur la concentration du constituant.

Habituellement, une haute sensibilité est requise pour l'analyse des contaminants. Même si les contaminants ne sont pas classiquement pris en compte dans les banques de données sur la composition des aliments, ils pourraient, à l'avenir, devenir plus importants, tout particulièrement ceux qui possèdent des propriétés antinutritionnelles ou qui présentent une certaine toxicité.

Robustesse

Il s'agit d'un critère qualitatif qui se réfère à la capacité d'une méthode à avoir des performances inchangées en présence de petites modifications du protocole analytique. Ces modifications peuvent inclure la durée des étapes, les changements de température ou les concentrations précises des réactifs. Elles incluent aussi les variations de compétence, de formation et d'expérience des analystes mettant en œuvre la méthode. Idéalement, durant le développement initial d'une méthode, ses concepteurs devraient avoir exploré et documenté la capacité de la méthode à résister à ces types de fluctuations et à fonctionner correctement sous différentes conditions. Des méthodes existent pour les examiner (Youden et Steiner, 1975).

Les concepteurs de méthodes d'analyse doivent identifier les étapes de leurs méthodes qui exigent une attention et un contrôle strict et les mentionner dans la publication qui décrit leur méthode.

Résumé des critères

La figure 6.1 fournit un diagramme résumant les critères des méthodes (adapté de Horwitz *et al.*, 1978). Dans la figure, la réponse (hauteur, surface, poids, volume, temps, densité optique ou un autre type de mesure) est désignée comme une fonction essentiellement linéaire jusqu'à un certain niveau qui définit le champ d'utilisation de la méthode. Dans le cas où une seule substance analysée produit la réponse, la méthode est spécifique; cette spécificité peut être inhérente à la méthode ou bien peut être obtenue par une élimination chimique des substances potentiellement interférentes. C'est, par conséquent, une propriété chimique de la substance analysée et des substances potentiellement interférentes. La sensibilité de la méthode est indiquée par la pente de la droite de réponse. L'intervalle de confiance indique la fidélité de la méthode. La différence entre la droite de réponse et une droite vraie hypothétique représente une mesure de l'exactitude. L'intervalle de confiance peut être calculé à

n'importe quel niveau, mais on utilise habituellement 95 pour cent et 99 pour cent. Dans le premier cas, il faut s'attendre à ce que seule une mesure sur 20 puisse tomber en dehors de l'intervalle et, dans le deuxième cas, seule une mesure sur 100. La zone blanche représente l'intervalle d'incertitude dans laquelle l'écart type relatif est si grand qu'une certitude ne peut être attribuée à une valeur.

Validation des méthodes d'analyse

Même les méthodes largement reconnues ont besoin d'être validées par les analystes, en utilisant leur propre personnel, réactifs et équipements (Wills, Balmer et Greenfield, 1980). Une validation des critères de la méthode doit être faite dans les conditions du laboratoire et l'on doit quantifier ses caractéristiques de performance en cohérence avec le but qu'on lui a fixé.

Évaluation globale de la méthode

Dans la première étape de la validation, les analystes doivent se familiariser avec la méthode telle qu'elle est décrite dans le protocole officiel. On commence toujours par un «exercice sur le papier» pour s'assurer que le principe de la méthode est bien compris et que les différentes étapes sont claires pour tous les analystes. La liste des réactifs requis est contrôlée en fonction des procédures. Occasionnellement, un réactif courant peut avoir été omis de la liste parce que les auteurs ont supposé que tous les laboratoires l'ont à portée de main. La standardisation de quelques réactifs peut être nécessaire avant la mise en route de la méthode. En même temps, les analystes doivent contrôler les équipements nécessaires et leurs qualifications techniques.

Enfin, les analystes doivent parcourir chaque étape et se familiariser entièrement avec leur objectif. À ce stade, il est suggéré qu'une évaluation critique de chaque étape soit faite, comme le recommande l'approche ANALOP (Southgate, 1995); cet exercice déterminera la possibilité d'erreur ou d'incertitude qui peut se produire si les conditions prescrites ne sont pas appliquées avec précision.

Le rôle du facteur temps peut être ou ne pas être déterminant. Par exemple, «laisser toute la nuit» peut impliquer une période de temps spécifique, c'est-à-dire de 6 heures du soir à 9 heures du matin le jour suivant (ce qui correspond à une durée de 15 heures); cela peut également vouloir dire que lorsque ce point est atteint, la méthode est mise en attente jusqu'au jour suivant pour une période indéterminée. Le facteur temps peut représenter une période minimale: par exemple, «faire bouillir pendant 10 minutes au bain-marie» peut signifier «exactement 10 minutes» ou «pendant que l'analyste prend son café». La compréhension des étapes critiques du facteur temps est particulièrement importante lorsqu'il s'agit d'une méthode employée pour la première fois et ce jusqu'à ce qu'elle passe en routine.

D'une manière analogue, les concentrations de certains réactifs sont critiques, surtout quand le réactif doit être utilisé en excès pour qu'une réaction soit entièrement achevée.

Appliquer le mode opératoire d'une méthode publiée comme on suit une recette de cuisine peut conduire à une catastrophe. L'analyste doit comprendre la logique de la méthode. Tester une méthode et éliminer des résultats est utile pour vérifier les étapes, surtout en ce qui concerne le facteur temps. Un personnel peu expérimenté peut demander plus de temps pour s'approprier une méthode, surtout si la procédure publiée indique qu'il y a plusieurs opérations critiques (par exemple dans la méthode d'analyse des polysaccharides non amylacés [Englyst, Quigley et Hudson, 1994] pour laquelle les étapes de mélange sont critiques). Cette évaluation achevée, l'analyste sera plus à même d'évaluer les différents critères de performance.

Applicabilité

L'applicabilité d'une méthode inconnue à une matrice alimentaire autre que celle pour laquelle elle a été développée ou utilisée auparavant exige un examen rigoureux. Il est souvent nécessaire de décider de façon intuitive comment la matrice se comportera pendant la phase d'extraction, qu'il y ait ou non une probabilité d'interférences entre les substances. La chimie de la substance à analyser et la fourchette de concentrations attendues pour ce nutriment dans le nouvel aliment devront donc être pris en considération.

Cependant, ces problèmes ne peuvent pas toujours être résolus intuitivement et la méthode doit être testée en vraie grandeur sur le produit alimentaire. L'utilisation de différentes prises d'essai mettra en évidence les interférences, tout comme elle indiquera les problèmes possibles lors de l'extraction ou avec les concentrations inadéquates des réactifs.

Le taux de récupération d'ajouts dosés, ajoutés à l'échantillon, peut permettre de savoir si l'extraction a été complète ou non. Les essais de récupération ne sont pas toujours adéquats car la molécule ajoutée peut être extraite plus facilement que le nutriment dans sa forme intrinsèque. Des taux de récupération très faibles indiquent l'existence de problèmes; de bons taux peuvent être considérés comme encourageants mais non concluants.

Des comparaisons avec des valeurs de la littérature obtenues sur la même matrice peuvent être utiles; il en est de même pour des études interlaboratoires.

Spécificité

Établir ce critère exige une connaissance de la chimie de la substance à analyser et de la matrice alimentaire. Une valeur peut être requise pour un groupe de substances telles que les lipides totaux (solubles dans un solvant lipide) ou les sucres pour lesquels une méthode semi-spécifique peut être adéquate. Les valeurs des triglycérides ou des glucides individuels exigent cependant une méthode plus spécifique. Certaines valeurs de vitamines doivent inclure toutes les formes actives; par exemple, les valeurs de la vitamine A (rétinol) doivent inclure d'autres rétinoïdes actifs. Ici encore la spécificité est essentielle.

Exactitude

C'est un critère très difficile à mesurer car la valeur vraie de l'échantillon est inconnue. La première étape est d'analyser des ajouts dosés de la substance pure à analyser. Les taux de récupération des ajouts sont utiles, surtout si des séries avec des niveaux d'ajouts diffé-

rents sont utilisées et qu'une comparaison est faite ensuite entre la sensibilité de la méthode des étalons purs et des ajouts dosés. Les taux de récupération tels qu'ils sont indiqués ci-dessus ne fournissent pas une preuve irréfutable de l'exactitude d'une méthode car ils supposent que l'analyte ajouté est extrait avec la même efficacité que le nutriment à l'état natif (Wolf, 1982).

Analyse d'échantillons de référence

L'analyse d'échantillons de référence, déjà analysés par un autre laboratoire, est un guide utile pour les analystes utilisant une méthode pour la première fois. Cette procédure constitue ce que l'on peut considérer comme un simple type d'étude collaborative.

Analyse des matériaux de référence certifiés

Les matériaux de référence certifiés sont des matériaux uniques pour quelques matrices alimentaires (limités actuellement mais en nombre croissant). Ils sont produits par des organisations nationales ou régionales, telles que l'Institut national des normes et de technologies (NIST, 2003a) aux États-Unis ou le Bureau communautaire de référence (BCR) pour l'Union européenne (BCR, 1990; Wagstaffe, 1985, 1990). Ces échantillons sont soigneusement homogénéisés et rigoureusement testés pour leur homogénéité et leur stabilité sous différentes conditions de conservation et de durée (Wolf, 1993). Ils sont ensuite analysés en utilisant des méthodes d'analyse bien définies. Quand c'est possible, plusieurs méthodes compatibles basées sur des principes différents sont utilisées. Les valeurs obtenues sont ensuite certifiées avec des limites de confiance définies pour ces valeurs. Les nutriments pour lesquels des MRC sont disponibles sont limités (mais augmentent). Leur utilisation est possible pour de nombreux constituants, y compris quelques oligoéléments, quelques lipides, des acides gras, l'azote total et le cholestérol.

Les MRC sont chers à produire et donc trop coûteux à utiliser pour des travaux de routine (disons avec chaque série d'analyses – mais cela serait l'idéal). Chaque laboratoire (ou groupe de laboratoires locaux) doit, par conséquent, étudier la possibilité de préparation interne de matériaux de référence en utilisant des approches similaires à celles utilisées pour produire les MRC (Southgate, 1995).

Le matériau interne homogénéisé est conservé dans plusieurs récipients individuels et utilisé couramment dans l'application de la méthode et parfois en même temps que le MRC. Il est utile de rapporter les valeurs obtenues durant une période donnée sur une carte de contrôle pour identifier les tendances vers des valeurs hautes ou basses. Une carte de contrôle se présente souvent comme une ligne centrale accompagnée de limites de contrôle basées sur une mesure statistique (écarts-type par exemple) pour des séries d'analyses (American Society for Quality Control, 1973). 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, ou 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 absolument 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, les mélanges de poudre pour la fabrication d'aliments parentéraux (Ekstrom *et al.*, 1984) et des matrices alimentaires similaires selon la disponibilité en aliments locaux, par exemple les farines de soja ou de poissons pour ASEANFOODS (Puwastien, 2000). Torelm *et al.* (1990) décrivent la fabrication d'un nouveau matériel de référence basé sur de la viande en conserve.

Une alternative est d'effectuer les analyses en utilisant un matériau de référence en routine ainsi qu'une carte de contrôle afin d'alerter le personnel de laboratoire si des problèmes nécessitent des mesures correctives.

Fidélité

La description originale d'une méthode telle que publiée donne habituellement des indications sur le niveau de fidélité obtenu par les études interlaboratoires, fournissant ainsi un niveau normalisé de performance. Chaque laboratoire, une fois son personnel familiarisé avec la méthode, doit évaluer son propre niveau de fidélité.

La première démarche pour l'analyste est d'évaluer sa répétabilité en analysant plusieurs répétitions du même échantillon (de préférence au moins 10 fois) et de calculer l'écart-type relatif. Dans un second temps, tous les analystes du laboratoire doivent analyser plusieurs répétitions du même échantillon (de préférence 10) afin d'établir la concordance existant dans le laboratoire. Quand une méthode est mise en place pour la première fois, il est utile d'en tester la répétabilité et la concordance en utilisant des étalons. L'utilisation d'étalons de concentrations inconnues, préparés par des collègues, donne une garantie supplémentaire quand on utilise une méthode qui n'est pas familière.

Enfin, la participation dans un essai d'intercomparaison ou d'aptitude pour établir la reproductibilité d'une méthode et pour évaluer la répétabilité du laboratoire avec d'autres analystes est une approche très profitable qui peut être utile pour le développement des compétences analytiques.

Des projets officiels existent pour les analyses d'aptitude de quelques nutriments. Ainsi, des échantillons pour analyse sont régulièrement fournis par le NIST (2003a) aux États-Unis et par l'Accréditation nationale des mesures et l'échantillonnage (NAMAS) au Royaume-Uni (UKAS, 2003). De même, l'Université de Wageningen aux Pays-Bas coordonne l'«Interna-

tional Plant-analytical Exchange» (IPE, 2003), qui fournit une structure pour le développement de la compétence analytique, particulièrement pour les oligoéléments.

Des difficultés peuvent être rencontrées lorsqu'il s'agit de l'entrée de matériaux alimentaires dans certains pays. La plupart des essais d'aptitude sont assez coûteux, ce qui peut devenir un facteur prohibitif là où les ressources sont très limitées. Dans ces cas de figures, l'organisation d'études interlaboratoires locales est à prendre en considération.

Études interlaboratoires

Il existe trois types d'études interlaboratoires. Le premier type, connu parfois sous le nom d'essai d'aptitude («round robin» ou «ring test») donne des évaluations comparatives de la performance de laboratoire. Des échantillons homogènes d'aliments, dont l'identité est souvent occultée, sont distribués par un organisme coordinateur, avec des instructions pour la préparation d'étalons et le calcul des résultats. Les résultats sont ensuite rassemblés au niveau central et analysés statistiquement. Les résultats sont fournis aux laboratoires participants sous la forme de graphiques représentant la performance de chaque laboratoire par rapport à l'analyse globale du groupe. Un numéro de code est attribué à chaque laboratoire afin qu'il puisse évaluer sa propre performance. Les observations aberrantes sont indiquées, c'est-à-dire les mesures statistiquement différentes de la moyenne et de la reproductibilité obtenues dans l'essai. Ce type d'étude collaborative est le plus avantageux pour les laboratoires impliqués dans l'analyse de la composition des aliments et qui désirent tester et améliorer leurs performances.

Le second type est celui utilisé par l'Association internationale des analystes officiels (Thompson et Wood, 2003; AOAC International, 2003) afin d'établir la performance d'une méthode. Dans ce cas, les laboratoires qui collaborent à l'exercice analysent une série d'échantillons d'aliments fournis par un coordinateur, en utilisant un protocole analytique commun. Des étalons et quelques réactifs pour lesquels les spécifications sont critiques (tels que les enzymes) sont aussi fournis par le coordinateur, de même que des formulaires pour calculer, exprimer et enregistrer les résultats. Une telle étude peut impliquer huit, (de préférence davantage) analystes et/ou laboratoires. Les résultats sont rassemblés et analysés statistiquement, généralement par un expert associé. Des critères de performance sont utilisés dans l'évaluation de la méthode avant qu'elle ne soit acceptée et intégrée au Manuel officiel des méthodes.

Un troisième type d'étude est utilisé par le BCR au sein de l'Union européenne, en particulier dans le développement de matériaux de référence certifiés. Dans ce cas, un groupe de laboratoires analyse des échantillons fournis par le coordinateur en utilisant leurs méthodes de routine. Des étalons peuvent être distribués avec les formulaires utilisés pour présenter les résultats. Ceux-ci sont centralisés puis traités statistiquement. Les conclusions sont renvoyées et les analystes sont ensuite convoqués à une réunion. Son but est d'évaluer les différentes méthodes des laboratoires, d'identifier porquoi les laboratoires qui utilisent la même méthode fournissent des valeurs différentes. Un accord est ensuite trouvé sur les protocoles qui doivent être suivis dans une deuxième étape.

Tableau 6.2 Pratiques opérationnelles pouvant conduire à des erreurs systématiques

Opération	*Pratiques communes*	*Remèdes*
Taille de la prise d'essai	Prises d'essai identiques ou quasiment similaires	Faire des répétitions sur des prises d'essai de différentes tailles
Réactifs utilisés	Toujours partir du même lot	Varier les sources de réactifs
Solutions étalons	Préparées à partir des mêmes stocks ou des mêmes séries de dilution	Préparer régulièrement de nouveaux standards
Répétition des analyses	Analysées dans le même lot ou au même moment	Analyser en double des lots différents ou à des jours différents. Participer à des études interlaboratoires
Analystes	Seulement un analyste	Mettre en œuvre régulièrement les analyses avec différents analystes. Collaborer avec différents analystes. Echanger des échantillons
Choix de la procédure	Seulement une procédure	Là où c'est possible, utiliser des méthodes fondées sur des principes différents. Collaborer avec d'autres laboratoires

Source: Modifiée à partir de Southgate, 1987.

Les résultats de la deuxième étape de l'étude identifieront souvent des méthodes dont la reproductibilité est satisfaisante et celles donnant des résultats similaires, bien qu'une troisième étape puisse être nécessaire. Ces méthodes sont ensuite utilisées dans une étude soigneusement contrôlée pour la certification des matériaux alimentaires destinés à servir de matériaux de référence certifiés. L'idéal est d'identifier des méthodes compatibles qui sont basées sur des principes physicochimiques différents. Dans certains cas la certification peut être réalisée avec les valeurs obtenues par une seule méthode.

Il est important que les laboratoires impliqués dans ces études interlaboratoires comprennent que leurs objectifs principaux sont l'amélioration de la performance analytique, l'amélioration des compétences analytiques et ne les perçoivent pas comme un contrôle de l'expertise des analystes.

Contrôle des calculs et analyses

Quand des résultats anormaux apparaissent dans des études interlaboratoires ou dans des analyses de routine, par exemple sur les cartes de contrôle, la première chose à faire est de passer en revue la logique et la réalisation des calculs car ce sont souvent les sources de résultats anormaux. La plupart des études interlaboratoires définissent les calculs de façon explicite afin d'éviter des problèmes, mais il en surgit toujours. C'est pour cette

raison que les formules de calcul doivent être établies de façon claire dans les protocoles analytiques.

La seconde étape est de répéter les analyses avec des étalons récemment préparés. Les erreurs de dilution et de pesée sont aussi des causes fréquentes d'erreurs.

Durant la troisième étape, les analyses sont répétées par un analyste plus expérimenté. Répéter des analyses en utilisant une prise d'essai provenant d'une étape antérieure d'analyse ne constitue pas un contrôle rigoureux en soi. Ce serait mieux si de nouvelles prises d'essai étaient utilisées. Une simple répétition ne procure pas non plus un contrôle satisfaisant car un biais portant sur l'étalon ou la matrice alimentaire peut aussi se reproduire.

Si les résultats anormaux persistent, l'analyste doit analyser un échantillon pris au hasard en utilisant seulement son numéro de code et, si possible, solliciter un collègue pour introduire l'échantillon en aveugle. Southgate (1987) a identifié une série de pratiques de laboratoire qui peuvent conduire les analystes à croire à tort qu'ils ont obtenu une bonne répétabilité et il suggère comment modifier les pratiques (tableau 6.2).

Toutes ces opérations permettent de garantir la qualité des données et leur documentation est essentielle pour les compilateurs de banques de données quand ils évaluent la qualité des données de laboratoire; elles sont discutées au Chapitre 8.

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^{e} 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*
Élimination physique de l'eau				
Étuve 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
Étuve 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
Réaction chimique				
Karl Fischer	Légère humidité, aliments hygroscopiques		Faibles	Voir ci-dessus
Méthodes physiques				
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	Elevés	Williams, 1975
Chromatographie				
CPG	Viandes et produits à base de viande		Élevés	Reineccius et Addis, 1973
CGS	Quelques produits à base de viande		Élevés	Khayat, 1974

Notes:
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*
Azote total				
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
Protéines				
N total × facteur	Tous les aliments	Variations en ANP	Faibles	FAO/WHO, 1973
N protéinique × 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 *et al.*, 1996; Bell, 1963
Méthodes applicables à des aliments spécifiques				
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 *et al.*, 1951; Huang *et al.*, 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 *et al.*, 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)*

Denrées alimentaires	*Facteur*
Produits d'origine animale	
Viandes et poissons	6,25
Gélatine	5,55
Lait et produits laitiers	6,38
Caséine	6,40
Lait maternel	6,37
Œuf	
Entier	6,25
Blanc	6,32
Jaune	6,12

Denrées alimentaires	*Facteur*
Produits d'origine végétale	
Blé	
Entier	5,83
Son	6,31
Germe	5,80
Endosperme	5,70
Riz et farine de riz	5,95
Seigle et farine de seigle	5,83
Orge et farine d'orge	5,83
Avoine	5,83
Millet	6,31
Maïs	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, $Ba(OH)_2$ ou LiOH) (Landry et Delhave, 1993). Il est classique de mesurer la leucine dans l'hydrolysat 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 (phénylisothiocyanate) 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 dérivatisation (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 ε-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 ε-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*
Lipides totaux				
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 *et al.*, 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 *et al.*, 1977a
Triglycérides				
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*
Acides gras				
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
Acides gras trans				
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 diéthyle 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.

Stérols

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 stérols, particulièrement les phytostérols.

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 stérols 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 dérivatisation 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 dérivatisation 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: α-glucanes (amidons, produits à base d'amidon hydrolysé et de glycogène) et un groupe beaucoup plus disparate de non-α-glucanes, (les polysaccharides non amylacés [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
Colorimétrique	Sucres simples, mélanges simples	Spécificité	Faibles	Southgate,1991; Hudson *et al.*, 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*
Polyols				
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
Oligosaccharides				
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 alditoles 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 amylacés (NSP).

Amidon. Cette catégorie comprend tous les α-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*
Amidon				
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 β-glucanes	Présence de β-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
Amidon résistant				
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
Polysaccharides non amylacés (NSP)				
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

Notes: 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.

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). 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 cellulosiques (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'alditols [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.

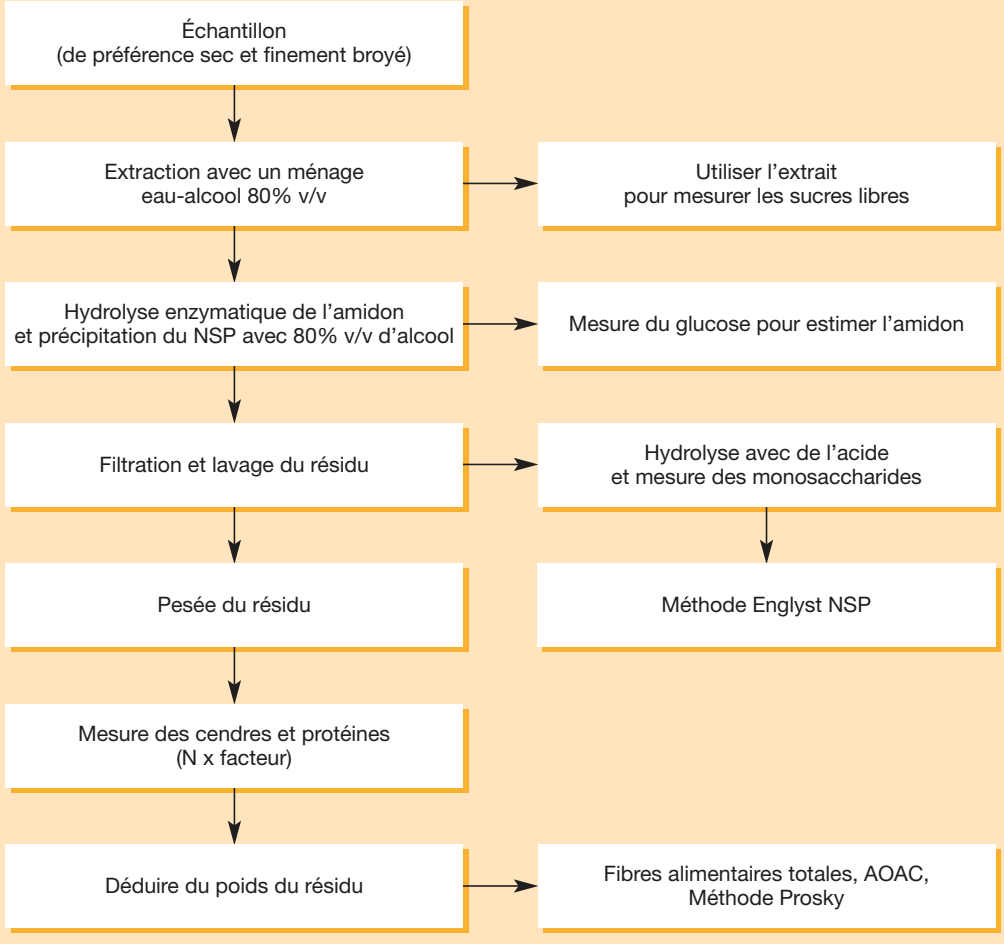
Les principes d'une telle approche sont schématiquement présentés dans la figure 7.1.

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



Notes: v/v = en volumes ; NSP = Polysaccharides non amylacés.

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 β-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 hydrolysat 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 procédure 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[a], K[a], Ca, Mg	Interférences	Modérés	Dvorak, Rubeska er Rezac, 1971
SAA en four au graphite	Na, K, Ca[a], Mg[a], Fe[a], Cu[a], Zn[a], Mn[a], Co[a], Cr[a]	Interférences provenant des anions; techniques spéciales d'élimination	Modérés à élevés	Osborne et Voogt, 1978; AOAC, 1984
SAA à génération d'hydrures	Se[a]		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 *et al.*, 1994; Suddendorf et Cook, 1984
Colorimétrie	K[b], Mg, Fe, Cu, Zn[b]	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.
[a] Méthode de choix.
[b] 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	Cotlove, Trantham et Bowman, 1958
	Électrode spécifique	Interférences	Modérés	De Clercq, Mertens et Massart, 1974
	Conductimètre automatisée		Élevés	Silva *et al.*, 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 *et al.*, 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 (Kjellevold-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 rétinoïdes; surestimations de caroténoïdes	Faibles	AOAC, 1984; Carr et Price, 1926
	CLHP	Identification des caroténoïdes	Modérés à élevés	Scott, 1992; Scott et Hart, 1993; Scott *et al.*, 1996; Wills et Rangga, 1996; Taungbodhitham *et al.*, 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
	CLHP	Interférence des lipides; deux étapes, préparation et séparation analytique, sont nécessaires pour la plupart des aliments	Élevés	Mattila *et al.*, 1993, 1994, 1995; MAFF, 1997
	Radio-immunologie		Élevés	Bates, 2000
Vitamine E	Colorimétrie	Composés interférents	Faibles	Tsen, 1961; Christie et Wiggins, 1978
	CPG		Modérés à élevés	Christie, Dean et Millburn, 1973
	CLHP	Techniques d'extraction	Élevés	Piironen *et al.*, 1984, 1987
Vitamine K	Colorimétrie	Manque de spécificité	Faibles	Irreverre et Sullivan, 1941; Hassan, Abd El Fattah et Zaki, 1975
	Chromatographie sur colonne		Faible	Matschiner et Taggart, 1967
	CPG		Modérés à élevés	Dialameh et Olson, 1969; Seifert, 1979
	CLHP	Interférence des lipides	Élevés	Cook *et al.*, 1999; Indyk et Woollard, 1997; Piironen et Koivu, 2000; Koivu *et al.*, 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

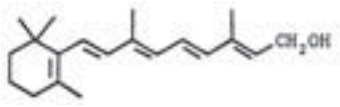
Ce sont les vitamines A, D, E, K et les caroténoïdes ayant une activité provitamine A. Puisque à présent l'intérêt en nutrition se porte aussi sur les caroténoïdes sans activité provitamine A, il est souhaitable de couvrir plusieurs de ces caroténoïdes.

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 rétinylique, le déhydrorétinol et le déhydrorétinaldéhyde. Les structures chimiques de ces substances sont données à la figure 7.2. L'activité des vitamères est largement similaire et, par convention, on leur donne une activité égale à celle de la vitamine A exprimée en rétinol *trans* total.

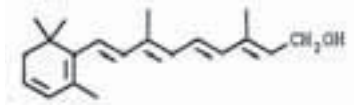
Les méthodes anciennes étaient basées sur la réaction colorimétrique de Carr-Price après séparation sur une colonne d'échange d'ions. Cette réaction ayant une forte probabilité d'être sujette à des interférences, la méthode de choix est maintenant la séparation par CLHP couplée à une mesure spectrophotométrique. 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

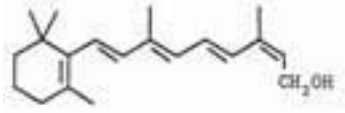
Figure 7.2 Structures des principaux rétinoïdes ayant une activité vitaminique A



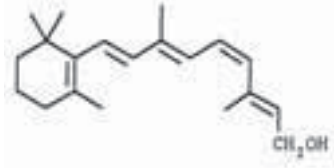
trans-rétinol total
(vitamine A_1 alcool)



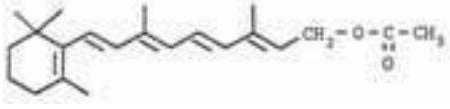
déhydrorétinol
(vitamine A_2 alcool)



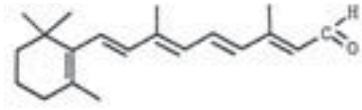
13-*cis*-rétinol
(néovitamine A_1 alcool)



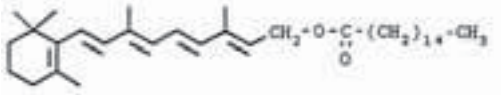
11-*cis*-rétinol



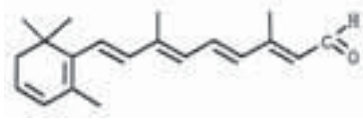
acétate de rétinyle



rétinaldéhyde



palmitate de rétinyle

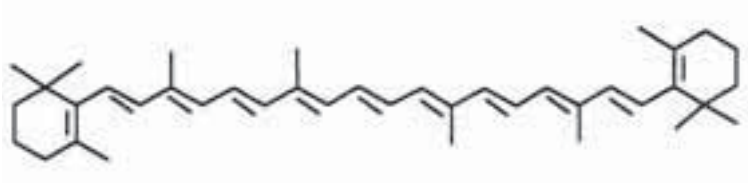


déhydrorétinaldéhyde

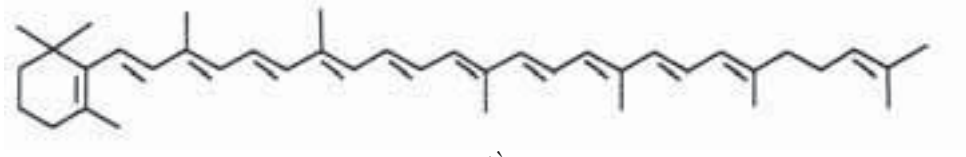
sont les β-carotènes, γ-carotènes, α-carotènes et β-crypthoxanthine (figure 7.3). Dans les années 90, on a démontré que beaucoup d'autres carotènes étaient biologiquement actifs comme antioxydants et, par conséquent, ce livre indique aussi les méthodes qui permettent de mesurer plusieurs caroténoïdes. 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 β-carotène (Brubacher, Müller-Mulot et Southgate, 1985). Elle a été remplacée par une séparation mieux résolue utilisant des colonnes d'échange

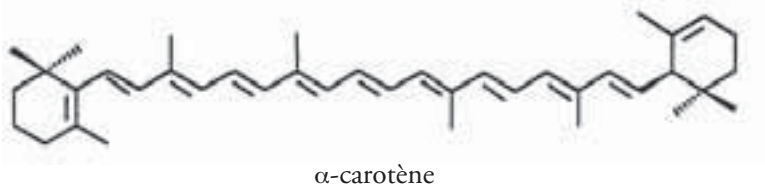
Figure 7.3 Structures des principaux caroténoïdes ayant une activité vitaminique A



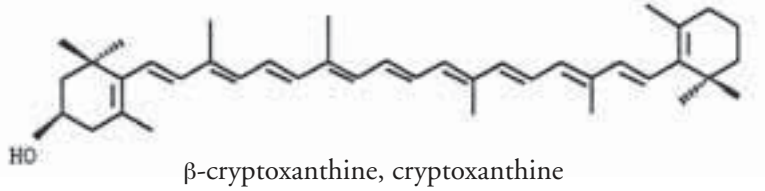
β-carotène



γ-carotène



α-carotène

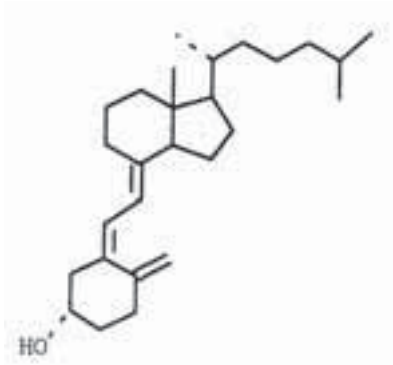


β-cryptoxanthine, cryptoxanthine

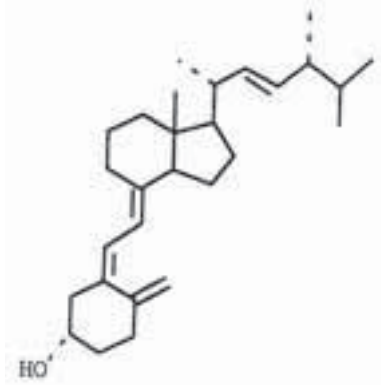
d'ions et la CLHP. Les conditions appliquées lors de la saponification sont très critiques et ont besoin d'être contrôlées avec soin en utilisant des mélanges étalons. Si l'on prend cette précaution, des valeurs comparables à celles d'autres méthodes peuvent être obtenues (Mangels *et al.*, 1993), avec 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



cholécalciférol
(vitamine D_3)



ergocalciférol
(vitamine D_2)

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_3) et l'ergocalciférol (D_2). Une UI est équivalant à 0,025 µg de cholécalciférol ou d'ergocalciférol. La vitamine D_3 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_2 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 (cholécalciférol et 25-hydroxycholécalciférol dans le jaune d'œuf [Mattila *et al.*, 1993], ergocalciférol et 25-hydroxyergocalciférol dans les champignons comestibles [Mattila *et al.*,1994] et le cholécalciférol, l'ergocalciférol 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.

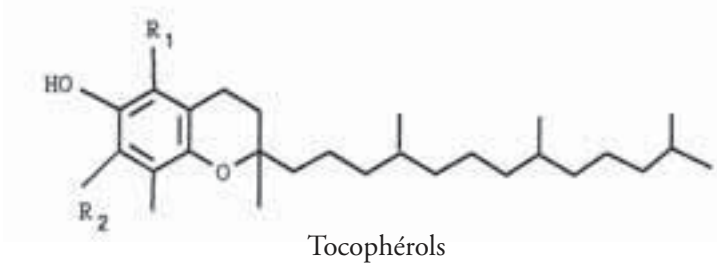
Le 25-hydroxycholécalciférol peut être mesuré par CLHP, comme mentionné plus haut (MAFF, 1997), mais l'emploi d'une méthode radio-immunologique (RIA) est probablement le meilleur choix lorsque les moyens financiers et les équipements nécessaires le permettent (Bates, 2000).

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 vitaminique différente, comparée à celle de l'α-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.

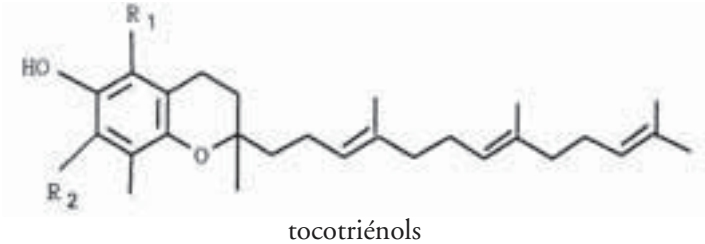
On peut employer une méthode colorimétrique s'appuyant sur la réaction Emmerie-Engel et la réduction du chlorure ferrique mais aussi sur la réaction avec α, α'-dipyridine ou 4,7-diphennanthroline. Les complexes formés sont plutôt instables et donnent une valeur du

Figure 7.5 Structures des principaux constituants ayant une activité vitaminique E



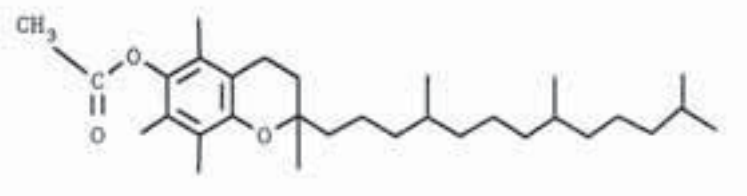
Tocophérols

R_1	R_2	
CH_3	CH_3	α-tocophérol (α- T)
CH_3	H	β-tocophérol (β- T)
H	CH_3	γ-tocophérol (γ- T)
H	H	δ-tocophérol (δ- T)



tocotriénols

R_1	R_2	
CH_3	CH_3	α-tocotriénol (α- T_3)
CH_3	H	β-tocotriénol (β- T_3)
H	CH_3	γ-tocotriénol (γ- T_3)
H	H	δ-tocotriénol (δ- T_3)



α-tocophérol acétate

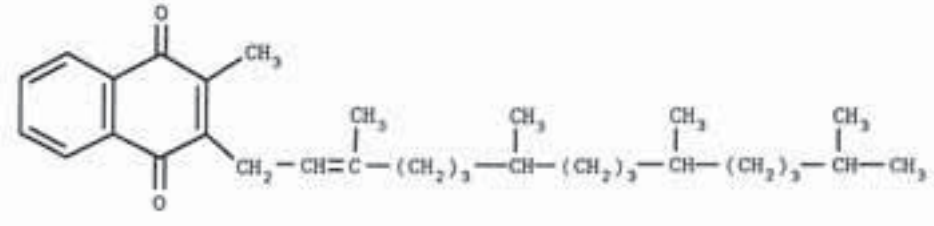
tocophérol total. La méthode colorimétrique a été remplacée d'abord par le CPG, puis par la CLHP qui est maintenant la méthode préférée.

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

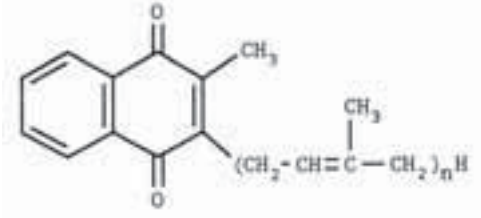
Vitamine K. L'activité de la vitamine K est assurée par le phylloquinone (K_1), les ménaquinones (groupe K_2) et la ménadione (K_3 synthétique). Leurs structures sont présentées à la figure 7.6.

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'éluât 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.

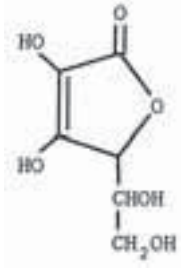
Vitamine C. Deux substances ont une activité vitaminique C: l'acide L-ascorbique et sa forme oxydée l'acide L-déhydroascorbique (figure 7.7). Le D-isomère (acide érythorbique), qui est utilisé comme additif alimentaire antioxydant, n'est pas biologiquement actif. L'acide ascorbique est un agent réducteur 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]).

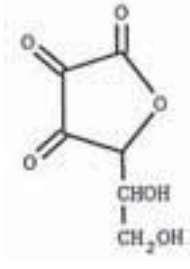
La méthode colorimétrique de Roe et Kuether (1943) basée sur une réaction avec le 2,4-dinitrophényl hydrazine mesure simultanément l'acide ascorbique et l'acide déhydroascorbique.

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
	CLHP	Opérations longues d'extraction et de séparation des homologues	Élevés	Keating et Haddad, 1982; Wimalasiri et Wills, 1983; Speek, Schrijiver et Schreurs, 1984; Schüep et Keck, 1990
Thiamine	Microbiologie	Temps	Faibles	Bell, 1974
	Fluorimétrie		Faibles	AOAC, 1984
	CLHP		Élevés	Fellman *et al.*,1982; van den Berg *et al.*, 1996; Wimalasiri et Wills, 1985
Riboflavine	Microbiologie	Temps	Faibles	Osborne et Voogt, 1978; AOAC, 1984
	Fluorimétrie		Faibles	AOAC, 1984
	CLHP		Élevés	Fellman *et al.*, 1982; Wimalasiri et Wills, 1985; Wills, Wimalasiri et Greenfield, 1985; Schüep et Steiner, 1988; van den Berg *et al.*, 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, Bergaentzlé et Hasselmann, 1999; Rose-Sallin *et al.*, 2001

(suite)

Tableau 7.12 *(fin)*

Vitamines	*Méthodes*	*Limites*	*Investissements*	*Références*
Vitamine B_6	Microbiologie	Temps de réponse aux différents complexes vitaminiques variables; Mesure globale seulement	Faibles	Osborne et Voogt, 1978; Guilarte, McIntyre et Tsan, 1980; Sullivan et Carpenter, 1993
	CHPL		Élevés	van den Berg et al., 1996; Ndaw *et al.*, 2000;
	Radiométrique-Microbiologique		Élevés	Guilarte, Shane and McIntyre, 1981
Vitamine B_{12}	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	Guilarte, 1985
	Radio-immunologie avec fixation de protéines		Élevés	Bates, 2000
	CHPL		Élevés	Lahély *et al.*, 1999

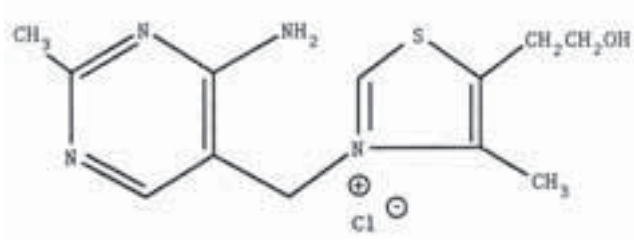
Notes: Les références indiquées ont été sélectionnées car elles fournissent des détails sur les modes opératoires et la validation.
CPG= chromatographie en phase gazeuse; CLHP = chromatographie liquide à haute performance.

gine que dans sa version semi-automatisée (méthodes n^{os} 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_{12}, 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_1) 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_6 sont présentes dans les aliments comme cofacteurs enzymatiques combinés au phosphate et doivent, par conséquent, être hydrolysées par une phosphatase avant analyse. Dans les premières méthodes publiées pour ces vitamines, différentes modes d'extraction ont été décrits mais de nombreuses études interlaboratoires (van den Berg

Figure 7.8 Structure de la thiamine (vitamine B_1)

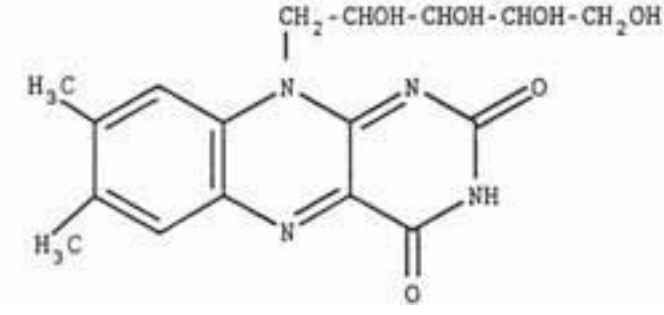


et al., 1996; Ndaw *et al.*, 2000) ont montré qu'une méthode commune de préparation des échantillons pouvait être utilisée.

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_2). 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_2)



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^{os} 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^{os} 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_6. Il y a cinq composés qui ont toutes une activité vitaminique B_6: 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_6 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^{os} 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_3)

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_{12}. Un groupe à molécules complexes possède une activité vitaminique B_{12} (figure 7.12). Classiquement, il est mesuré par une méthode microbiologique avec *Lactobacillus leichmanii*.

Les niveaux de vitamine B_{12} dans les aliments sont très faibles. La B_{12} 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^{os} 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_6

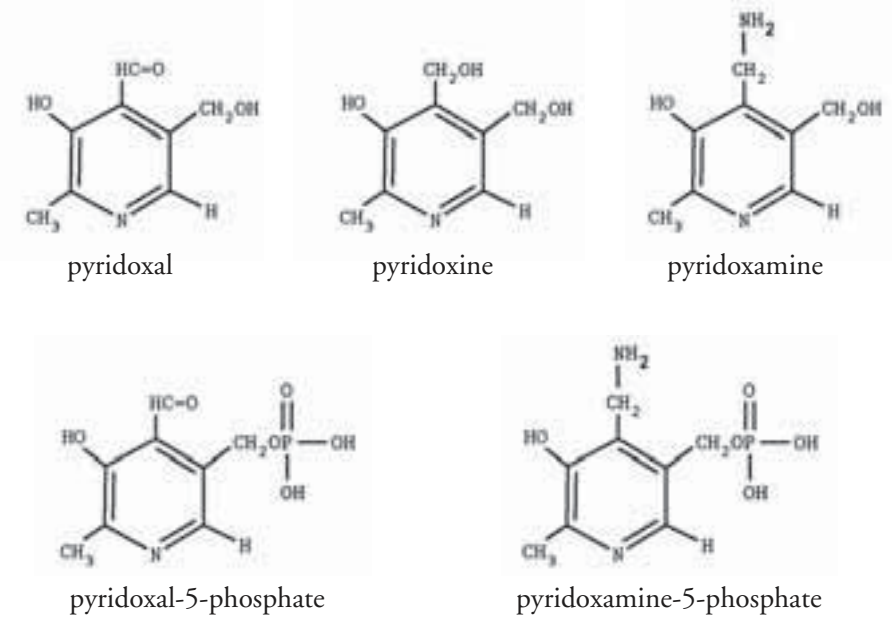
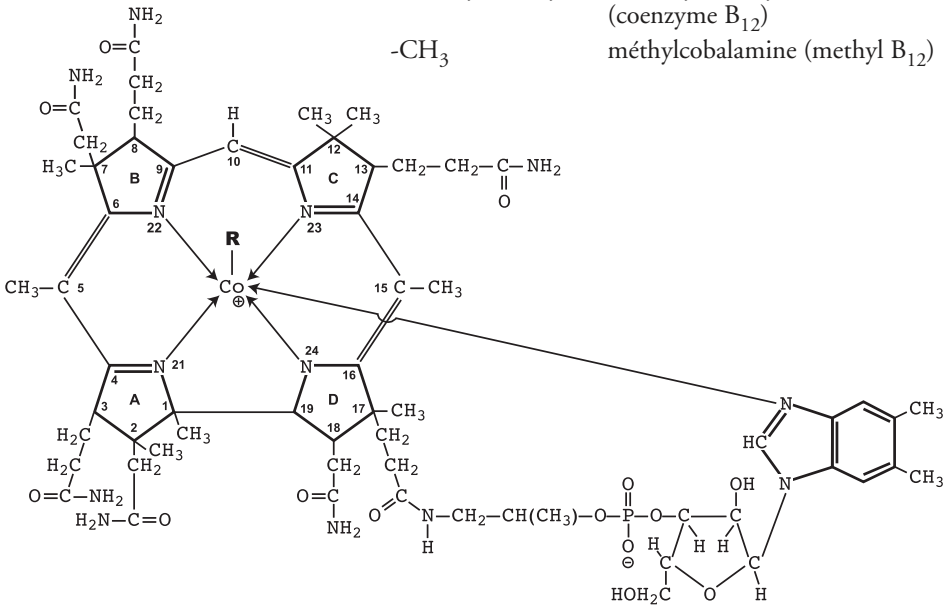


Figure 7.12 Structures de la vitamine B_{12} et de ses analogues

-R	Désignation autorisée
-CN	cyanocobalamine (vitamine B_{12})
-OH	hydroxocobalamine (vitamine B_{12a})
$-H_2O$	aquocobalamine (vitamine B_{12b})
$-NO_2$	nitritocobalamine (vitamine B_{12c})
5'-déoxyadénosyl	5'-déoxyadénosylcobalamine (coenzyme B_{12})
$-CH_3$	méthylcobalamine (methyl B_{12})



(±)-aminé-2 propanol

5,6-diméthyl-benzimidazole

R-cobrynamide (Facteur V_{1a})

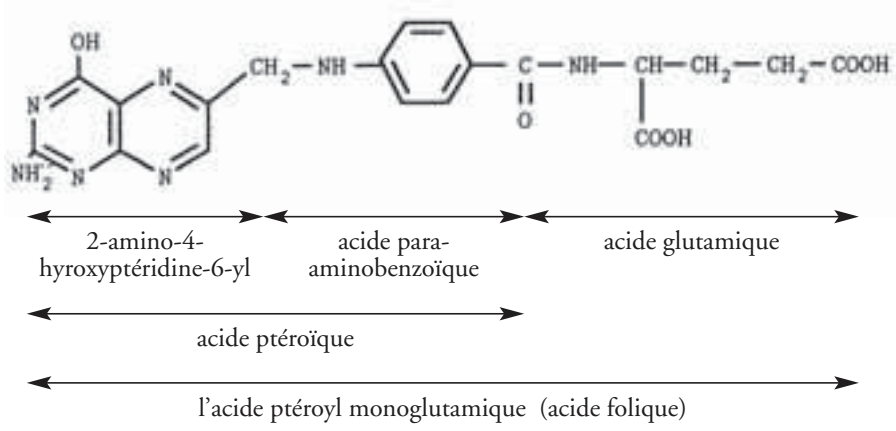
R-cobinamide (Facteur B)

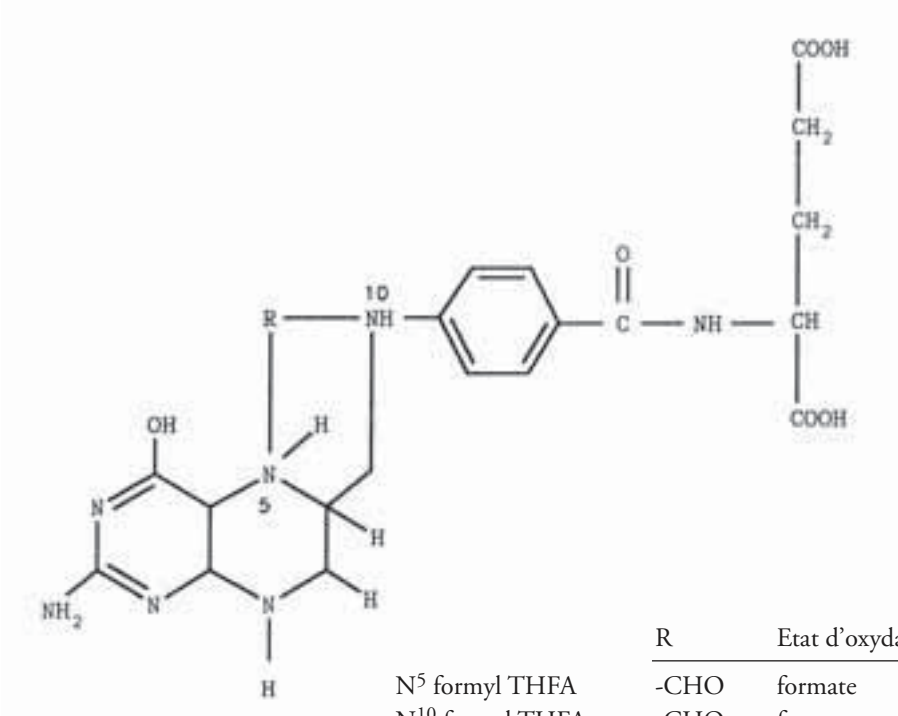
R-cobamide

R-cobalamine

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.* 7e ed. Lea et Febiger, Philadelphie, PA, États-Unis d'Amérique.

Figure 7.13 Structures de la folacine (folates)





	R	Etat d'oxydation
N^5 formyl THFA	-CHO	formate
N^{10} formyl THFA	-CHO	formate
N^5 formimino THFA	-CH=NH	formate
$N^{5,10}$ méthényl THFA	>CH	formate
$N^{5,10}$ méthylène THFA	$>CH_2$	formaldéhyde
N^5 méthyl THFA	$-CH_3$	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 rhamnosis (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^{os} 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

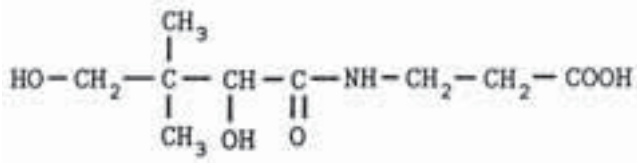
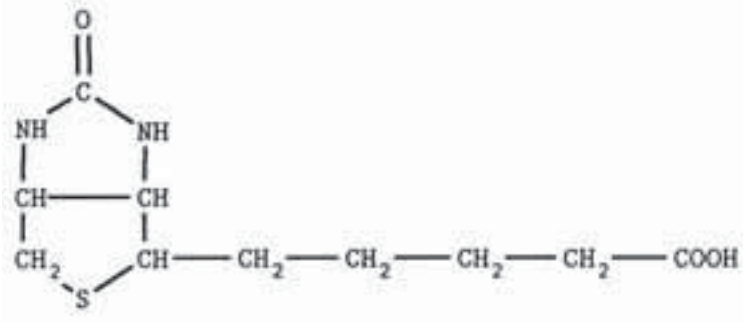


Figure 7.15 Structure de la biotine



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, kæmpférol, myricétine, lutéoléine 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.

Phytœstrogènes. 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 résorcylique 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 matairésinol, sécoisolaricirésinol, pinorésinol et isolaricirésinol sont des phytœstrogènes 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 matairésinol 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 triméthylsylylés.

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 énergétiques de quelques nutriments[a]

Constituant	*kcal/g*	*kJ/g*[b]
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:
[a] Chaque pays peut individuellement utiliser des facteurs complémentaires définis dans sa réglementation nationale.
[b] 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

Actions	*Objectif*
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

Qualité des données	Résumé de tous les éléments qui rendent les mesures appropriées à un usage attendu
Contrôle de la qualité	Modes opératoires et activités utilisés pour satisfaire les exigences de qualité
Assurance de la qualité des données	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
Bonnes pratiques de laboratoire	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 fausse 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 reparties 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[1] 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.

[1] 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 intérferants, 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 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

On 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 exprimées 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 dériveées 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
Vitamines					
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_6	mg	2		±0,01	0,006
Acide pantothénique	mg	2		±0,01	0,006
Biotine	mg	2		±0,01	0,006
Vitamine B_{12}	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_{12} 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 lorque 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 inclues 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 ± l% 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

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

Sources:
[1] Weihrauch, Kinsella et Watt, 1976.
[2] Posati, Kinsella et Watt, 1975.
[3] Anderson, Kinsella et Watt, 1975.
[4] Anderson, 1976.
[5] 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

Source	*Description*
Publications primaires	Articles dans la littérature scientifique contenant des données de composition
Publications secondaires	Revues 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

Paramètres	*Critères*
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 épluchures), 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*[1]
Critères d'échantillonnage			
Identification des aliments	Non ambiguë	Devient 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
Critères analytiques			
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	Etablie, 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:
[1] 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 generaux. 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 en µg d'équivalents rétinol, en additionnant le rétinol en µg, le β-carotène en µg divisé par 6 et le total des autres carotènes en µg divisé par 12 (FAO/OMS, 1967). D'autres modes de calcul permettent de tenir compte de differents 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 µg. 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; Bognàr 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 mauvaise 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

Note	*Documentation de la méthode d'analyse*	*Préparation des échantillons et méthode d'analyse appropriée*	*Contrôle de la qualité*
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	Raisonnable, 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

Somme des indices de qualité	*Code de confiance*	*Signification du code de confiance*
>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 d'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 relationel 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 function 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 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 les 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 le 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).

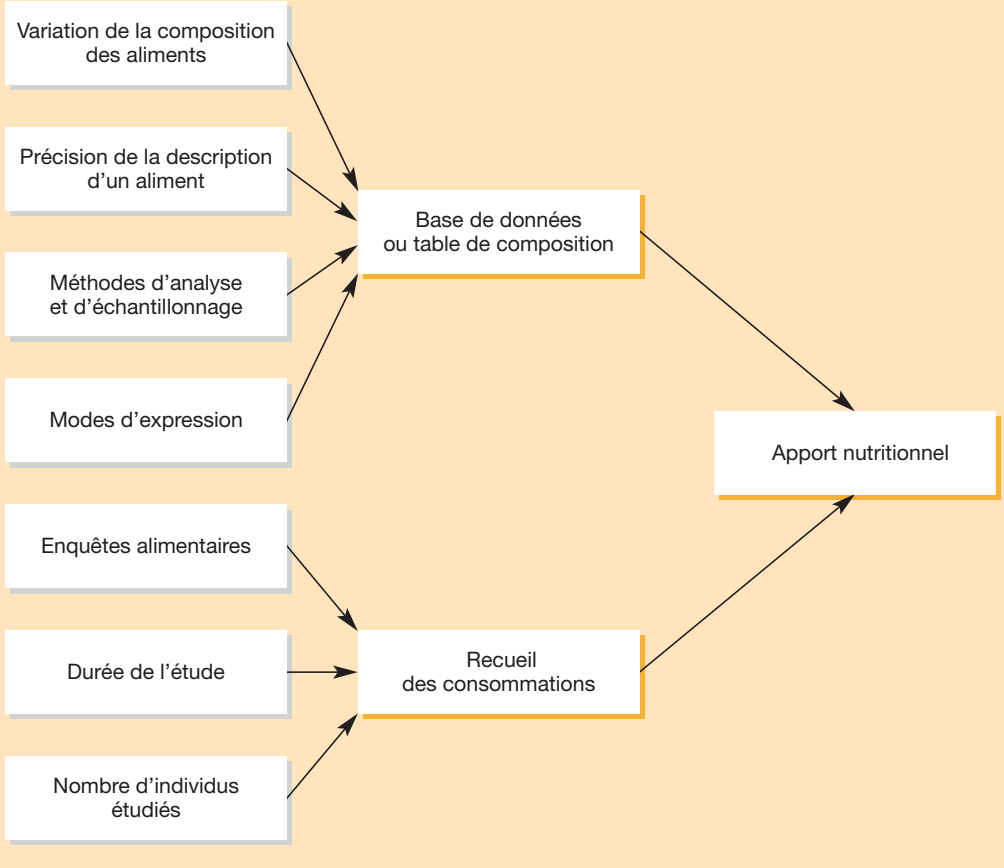
Les nombreuses fonctionnalités actuellement requises pour l'analyse des recueils alimentaires sont discutées en détail par Weiss (2001) et Stumbo (2001). Elles comprennent l'enregistrement des coordonnées du client; les possibilités de mise à jour de la banque de données de composition; la sélection 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 énormement 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 payement.

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

Depuis 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 conclussions 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 évènements, 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 a 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 postériori 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 phytœstrogènes, 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 d'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.

Annexe 1
Centres de données régionaux INFOODS

Pour plus d'informations visiter le site Web: http://www.fao.org/infoods/index_fr.stm

INFOODS
(International)
Coordinateur: Barbara Burlingame
Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture

AFROFOODS
Sous-régions:
SOAFOODS
(Afrique du Sud, Botswana, Djibouti, Lesotho, Malawi, Maurice, Namibie, Swaziland, Zambie, Zimbabwe)
ECAFOODS
(Érythrée, Éthiopie, Kenya, Madagascar, Ouganda, République-Unie de Tanzanie, Somalie, Soudan)
WAFOODS
(Bénin, Burkina Faso, Côte d'Ivoire, Gambie, Ghana, Libéria, Mali, Niger, Nigéria, Sénégal, Sierra Leone, Togo)
CAFOODS
(Burundi, Cameroun, Congo, Gabon, République centrafricaine, République démocratique du Congo, Rwanda, Seychelles, Tchad,)
LUSOFOODS
(Angola, Mozambique, etc.)
NAFOODS
(Algérie, Jamahiriya arabe libyenne, Maroc, Mauritanie, Tunisie)

ASEANFOODS
(Brunéi Darussalam, Cambodge, Indonésie, Malaisie, Myanmar, Philippines, République démocratique populaire lao, Singapour, Thaïlande, Viet Nam)

CARICOMFOODS
(Anguilla, Antigua-et-Barbuda, Bahamas, Barbade, Belize, Bermudes, Dominique, Grenade, Guyane, Îles Caïmanes, Îles Turques et Caïques, Îles Vierges britanniques, Jamaïque, Montserrat, Saint-Kitts-et-Nevis, Sainte-Lucie, Saint-Vincent-et-les Grenadines, Suriname, Trinité-et-Tobago)

CARKFOODS
(Afghanistan, Azerbaïdjan, Kazakhstan, Kirghizistan, Ouzbékistan, Tadjikistan, Turkménistan,)

EUROFOODS
(Allemagne, Autriche, Belgique, Croatie, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Israël, Italie, Luxembourg, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République slovaque, République tchèque, Royaume-Uni, Slovénie, Suède, Suisse, Turquie)
Sous-régions:
CEECFOODS
(Bulgarie, Croatie, Hongrie, Lituanie,

Pologne, République slovaque, République tchèque, Roumanie, Slovénie)

LATINFOODS
Sous-régions:
CAPFOODS
(Costa Rica, El Salvador, Guatemala, Honduras, Nicaragua, Panama)
MEXCARIBEFOODS
(Cuba, Mexique, République dominicaine)
SAMFOODS
(Argentine, Bolivie, Brésil, Chili, Colombie, Équateur, Paraguay, Pérou, Uruguay, Venezuela)

MEFOODS et GULFOODS
(Chypre, Égypte, Jordanie, Liban, Palestine, République arabe syrienne et les Emirats arabes unis)

NEASIAFOODS
(précédemment MASIAFOODS)
(Chine, Japon, Mongolie, Région administrative spéciale de Hong Kong [Chine], Région administrative spéciale de Macao [Chine], République de Corée, Taïwan Province de Chine)

NORAMFOODS
(Canada, Etats-Unis d'Amérique, Mexique)

OCEANIAFOODS
(24 pays et territoires)
(Australie, États fédérés de Micronésie, Fidji, Guam, Kiribati, Îles Cook, Îles Mariannes du Nord, Îles Marshall, Îles Pitcairin, Îles Salomon, Palaos, Papouasie-Nouvelle-Guinée, Polynésie française, Nauru, Nioué, Nouvelle-Zélande, Samoa, Samoa américaines, Secrétariat de la Communauté du Pacifique, Tokélaou, Tonga, Tuvalu, Vanuatu, Îles Wallis et Futuna)

SAARCFOODS
(Bangladesh, Bhoutan, Inde, Maldives, Népal, Pakistan, Sri Lanka)

Annexe 2
Calcul de la taille d'un échantillon

Au Chapitre 5, on a introduit la question du calcul de la taille de l'échantillon nécessaire pour estimer la moyenne d'une population avec un degré de confiance acceptable.

La taille optimale d'un échantillon est formellement basée sur un calcul à partir de l'équation suivante (Proctor et Meullenet, 1998):

$$t = \frac{x - \mu}{S\sqrt{n}}$$

avec

x = la moyenne de l'échantillon
μ = la moyenne de la population
S = l'écart-type de la moyenne de l'échantillon
n = la taille de l'échantillon (nombre de mesures)

L'équation peut être reformulée ainsi:

$$\text{Taille de l'échantillon} \geq (t_{\alpha\, n-1})^2\, S^2/(\text{exactitude} \times \text{moyenne})^2$$

L'application de cette équation demande de connaître plusieurs paramètres seulement disponibles si l'analyste dispose d'informations antérieures sur l'aliment. Dans l'idéal, elles résultent d'études pilotes servant à déterminer la moyenne et l'écart-type, à partir de données figurant dans la littérature ou, si ces données ne sont pas disponibles, à partir de valeurs intuitives.

Les valeurs de α définissent le niveau de confiance recherché. Si un niveau de confiance de 95 pour cent est requis, alors α est égal à 5 pour cent, c'est à dire 0,05. Le degré de liberté (df) est défini comme n – l. Ainsi, pour une taille d'échantillon de 10, df = 10 – 1 = 9.

Les valeurs de t sont lues dans les tables statistiques de Student (tables du t de Student), en utilisant la valeur de α et une estimation de la taille de l'échantillon.

L'exactitude est l'écart entre la valeur estimée de la valeur vraie (non connue). Une moyenne d'échantillon située à 10 pour cent de la moyenne de la population présente une exactitude de 0,1. En d'autres termes, l'intervalle de confiance est $x \pm 0{,}1\, x$.

Exemples des valeurs pour t:
Pour une taille d'échantillon de 10, α = 0,05, df = 9, t = 2,262. Ainsi t^2 = 5,1166.
Pour une taille d'échantillon de 20, α = 0,05, df = 19, t = 2,093. Ainsi, t^2 = 4,3806

Tableau A2.1 Calcul des nombres d'échantillons

Paramètre	*Humidité (g/100g)*	*Lipides (g/100g)*	*Cholestérol (g/100g)*
Taille effective de l'échantillon	24	24	24
Moyenne observée	49,9	13,4	16
Écart-type (S) observé	8,5	3,9	6,7
S^2	72,25	15,21	44,89
$t_{(\alpha = 0,05)}$	2,069	2,069	2,069
t^2	4,2808	4,2808	4,2808
$t^2 \times S^2$	309,285	65,11	192,165
Exactitude fixée à	0,1 (0,05)	0,1 (0,05)	0,1 (0,05)
Exactitude × moyenne	4,99 (2,495)	1,34 (0,67)	1,6 (0,8)
(Exactitude × moyenne)^2	24,9 (6,225)	1,7956 (0,4489)	2,56 (0,64)
Taille de l'échantillon requise pour une exactitude de 0,1	309,285/24,9 = 13	65,11/1,7956 = 37	192,165/2,56 = 76
Taille de l'échantillon requise pour une exactitude de 0,05	309,285/6,225 = 50	65,11/0,4489 = 146	192,165/0,64 = 301

Exemples de tailles d'échantillon calculées à partir de valeurs trouvées dans la littérature: Les exemples ci-dessous utilisent des données rapportées par Greenfield, Makinson et Wills (1984) pour l'humidité, les lipides et le cholestérol dans 24 échantillons de frites vendues au détail. Ces données illustrent le fait que différents nutriments ont besoin de différentes tailles d'échantillon pour arriver au même niveau de confiance parce qu'ils ont des variances différentes.

Le tableau A2.1 résume les données et les calculs.

Cela montre que pour une exactitude de 0,1, la collecte de 10 échantillons (une taille d'échantillonnage souvent utilisée) ne serait pas adéquate pour estimer la moyenne avec un niveau de confiance suffisant dans les trois cas. Une taille d'échantillon de 13 environ serait adéquate pour l'humidité, 37 pour les lipides et 76 pour le cholestérol qui a montré la plus grande variabilité. Cela peut être expliqué par le fait que quelques-unes de ces frites ont été cuites dans des huiles végétales virtuellement sans cholestérol.

Si le calcul est fait pour obtenir des limites de confiance avec une exactitude de 0,05 alors un échantillon de 50 serait nécessaire pour l'eau, 146 pour les lipides et plus de 300 pour le cholestérol.

Les exemples montrent que la taille de l'échantillon sera plus grande pour les nutriments qui ont une plus grande variabilité que pour des nutriments peu variables. Dans la pratique, la plupart des protocoles d'échantillonnage ont besoin de faire des jugements intuitifs pour le calcul de la taille de l'échantillon à collecter.

Annexe 3
Méthodes de préparation des aliments pour analyse

La documentation sur la préparation des échantillons est aussi importante que les autres aspects des protocoles analytiques eux-mêmes. On doit prendre soin de séparer correctement la partie comestible de la partie non comestible (déchets) et de noter les descriptions et le poids de ces fractions. Lors de la préparation de l'échantillon, on doit aussi enregistrer les mesures ménagères ou les tailles des portions avec leurs désignations (par exemple, une tranche), dimensions et poids. Si la mesure en volume est possible (par exemple, pour les liquides, poudres, substances granulées), la densité de l'aliment doit être mesurée et notée.

Aliments homogènes

- **Solides**
  - ***Friables:*** réduire en miettes et mélanger
  - ***Gluants:*** congeler et broyer à froid
  - ***Hygroscopiques:*** placer rapidement l'aliment dans un container prépesé et hermétiquement scellé pour le peser
- **Émulsions:** mesurer le poids plutôt que le volume; chauffer et mélanger
- **Liquides avec solides en suspension:** homogénéiser ou échantillonner pendant un mélange doux

Division en quatre parts

Les produits volumineux, s'ils sont symétriques, peuvent être réduits de taille par cette technique. Le principe est qu'un quart doit être représentatif du tout. Tout aliment symétrique doit être coupé en quarts et un quart de chaque lot utilisé pour l'analyse chimique. Les aliments ovales ou allongés (par exemple, la pomme de terre ou le concombre) doivent être coupés en huit parties et deux huitièmes sont pris comme quart parce que ces huitièmes peuvent représenter différentes parties de la plante (par exemple tige et fleurs).

- **Produits alimentaires volumineux.** Les aliments de grandes tailles, tels que le pain entier ou les morceaux de viande, sont coupés en portions similaires puis peuvent être réduits en quarts et échantillonnés et préparés pour l'analyse.
- **Produits alimentaires constitués de petits éléments** (farine, riz, légumes, petits fruits, unités coupées mélangées). Ces aliments sont divisés en quarts comme suit: le tout est versé sur une surface propre et inerte puis mélangé plusieurs fois avec une spatule en polyéthylène ou en verre. Après arasement, on divise de mélange en quatre parties égales. Les deux portions opposées sont écartées. Les deux portions restantes sont mélangées et broyées à nouveau de la même manière.

- **Aliments en portions** (le produit acheté est composé d'unités individuelles). Lorsque l'on fait les prélèvements dans des paquets de biscuits, des cartons d'œufs, des lots de petits pains, etc., il est d'usage de prendre une unité sur quatre pour fabriquer un échantillon composite. Pour le pain, il est intéressant de prendre une tranche sur quatre et un talon, le tout doit ensuite être complètement broyé avant une autre réduction. Le principe est de garder le même rapport mie-croûte entre le pain broyé et le pain entier (voir ci-dessous).

Préparation des prises d'essai pour des types particuliers d'aliments

- **Céréales:**
  - ***Farines et graines.*** Les unités sont mélangées sur une surface propre, sèche et inerte avec une spatule en polyéthylène ou en verre. Le mélange peut être divisé en quarts (voir ci-dessus). À ce stade, il convient de prélever une prise d'essai importante qui servira aux analyses minérales (digestions par voies sèche ou humide). Les graines volumineuses (par exemple le maïs) doivent être broyées. Les broyages ne sont pas nécessaires pour les farines fines.
  - ***Pains non tranchés.*** Les pains entiers sont divisés en quarts, qui sont chacun prélevés, pesés, coupés et séchés à température ambiante, puis pesés à nouveau. Les quarts séchés à l'air sont broyés avec un pilon dans un mortier puis bien mélangés dans une coupelle avec une spatule.
  - ***Gâteaux, pâtisserie, céréales cuites, puddings à base de céréales.*** Les produits volumineux doivent être réduits en quarts. Les quarts ou les aliments de petite taille doivent être broyés et mélangés complètement dans une coupelle avec une spatule. Une grande prise d'essai doit être faite pour une analyse minérale et le reste doit être homogénéisé mécaniquement. Si la vitamine C doit être analysée (dans les gâteaux aux fruits, par exemple) une prise d'essai non homogénéisée doit être directement et immédiatement mise dans de l'acide métaphosphorique, mais le mélange restant doit être complètement homogénéisé. Les produits difficiles à homogénéiser peuvent être congelés et écrasés dans un sac en polythène dans un broyeur à marteau (Osborne et Voogt, 1978).
  - ***Biscuits.*** Chaque quatrième unité est prélevée dans le paquet ou le lot, broyée dans un mortier avec un pilon, mélangée, puis une grande prise d'essai est alors faite pour l'analyse minérale. Si des noix et/ou des fruits secs sont présents dans l'échantillon, un broyage peut être nécessaire pour améliorer la taille des particules.
  - ***Céréales pour petit déjeuner.*** Ces céréales peuvent être mises en quarts puis broyées dans un mortier avec un pilon; des prises d'essai peuvent être faites pour l'analyse inorganique. Les céréales qui contiennent beaucoup de lipides et/ou de sucres peuvent nécessiter une congélation puis un écrasement dans un sac en polyéthylène.
- **Viandes et poissons (crus, cuits et transformés).** Pour certaines viandes, il est plus pratique d'analyser séparément les graisses et les fibres musculaires. La somme des valeurs trouvées donne la valeur finale de l'aliment entier. La portion comestible de chaque unité est coupée en gros morceaux avec un couteau tranchant (le poisson est écrasé avec une fourchette) et mélangée avec une spatule dans un récipient. Une partie est congelée et écrasée dans un

sac en polyéthylène, puis utilisée pour les analyses minérales. Le reste de l'échantillon est haché, mélangé avec soin, puis des prises d'essai sont faites pour d'autres analyses. On doit prendre soin d'éviter la séparation des graisses durant le mélange.

- **Légumes:**
  - ***Légumineuses.*** On peut les traiter comme des graines et une grande prise d'essai avant broyage est utile pour l'analyse inorganique. Les enveloppes de graines détachées doivent être minutieusement mélangées avec le reste de l'aliment à analyser.
  - ***Légumes feuilles ou formés par des inflorescences.*** Les légumes à feuilles de petite taille tels que les choux de Bruxelles doivent être mis ensemble dans un récipient, coupés en gros morceaux et mélangés à nouveau rapidement. Une prise d'essai doit être prélevée pour l'analyse inorganique et une autre mise dans de l'acide métaphosphorique pour l'analyse de la vitamine C. Les légumes à feuilles de grande taille (par exemple le chou, la laitue chinoise) doivent être coupés en quarts. Tous les légumes à feuilles larges doivent être coupés en gros morceaux et mélangés, et cela doit être fait très rapidement. Après mélange, des prises d'essai peuvent être effectuées pour l'analyse de la vitamine C, la vitamine A, les carotènes, la vitamine E et les nutriments inorganiques; le reste peut être haché. Les côtes sont quelquefois très difficiles à couper et peuvent demander à être hachées séparément et réintégrées à l'échantillon global.
  - ***Racines et tubercules.*** Ils peuvent être coupés en quarts s'ils sont volumineux puis taillés en cubes, passés au hachoir mécanique pendant environ 20 secondes et mélangés rapidement. Des prises d'essai peuvent alors être prélevées pour toutes les analyses.
  - ***Autres.*** Quelques légumes tels que le concombre et la tomate peuvent être traités comme des fruits.
- **Fruits**. Les gros fruits (par exemple, l'ananas et la pastèque) ou de taille moyenne (comme la pomme) sont à couper en quarts. Les petits fruits (par exemple les cerises) doivent être divisés en quarts en utilisant la méthode proposée pour les aliments constitués de petits éléments. Les quarts doivent être hachés grossièrement et des prises d'essai non homogénéisées effectuées immédiatement pour les analyses de la vitamine C et les minéraux. Le mélange restant peut alors être homogénéisé pour préparer un échantillon pour d'autres analyses. Les bananes vertes et quelques autres fruits ne doivent pas être homogénéisés mécaniquement ou violemment parce que l'amidon qu'ils contiennent peut se transformer en glucose. Les fruits secs peuvent être difficiles à homogénéiser mécaniquement et nécessiter un hachage à la main.
- **Lait et produits laitiers:**
  - ***Lait liquide et lait concentré.*** Les contenus des unités doivent être mélangés doucement dans un récipient fermé en polyéthylène ou en verre.
  - ***Lait en poudre.*** Il doit être traité comme de la farine.
  - ***Fromage.*** La texture du fromage déterminera son traitement. Des unités de fromage friable peuvent être émiettées et mélangées; le fromage frais peut être écrasé et mélangé; les fromages durs ou caoutchouteux seront râpés avec une râpe en polyéthylène.
  - ***Yaourt, crème, crème glacée, lait concentré sucré, fromage très mou.*** Les unités doivent

être mélangées dans un récipient avec une spatule. Celles contenant des fruits et/ou des noix doivent être homogénéisées mécaniquement après avoir prélevé une large prise d'essai pour les analyses inorganiques.
- ***Beurre:*** voir ci-dessous (matières grasses).

- **Œufs:**
  - ***Frais.*** Les œufs frais sans leur coquille doivent être battus vivement avec une fourchette; après avoir retiré les prises d'essai pour les analyses inorganiques, le reste est homogénéisé mécaniquement.
  - ***En poudre.*** Les œufs en poudre doivent être traités comme de la farine.
- **Matières grasses et huiles:**
  - ***Huiles.*** Si nécessaire, les unités doivent être chauffées doucement puis mélangées par agitation à 30 °C.
  - ***Matières grasses.*** Les unités de beurre, margarine, saindoux et graisse de cuisson doivent être ramollies au bain-marie puis mélangées doucement. Les unités de saindoux peuvent être écrasées puis mélangées avec une fourchette. Il faut faire attention de ne pas briser l'émulsion graisse/eau lors de l'homogénéisation des pâtes à tartiner à faible teneur en lipides.
- **Noix.** Les lots de noix doivent être écrasés séparément avec pilon et un mortier, puis bien mélangés dans un récipient. Une prise d'essai est prélevée pour les analyses inorganiques et le mélange restant est homogénéisé mécaniquement pour d'autres analyses.
- **Sucres, sirops et confiseries**
  - ***Sucres.*** Les sucres raffinés doivent être traités comme de la farine.
  - ***Sirops.*** On utilisera le poids plutôt que le volume. Les sirops concentrés doivent être chauffés puis mélangés doucement mais complètement.
  - ***Confiserie.*** Les échantillons de confiserie doivent être congelés et broyés sur une surface rafraîchie ou mélangés dans de l'azote liquide qu'on laissera évaporer dans une chambre froide. Tout mélange d'unités déjà broyées doit se faire également en chambre froide.
- **Sauces:**
  - ***Sauces visqueuses.*** Les unités doivent être chauffées doucement puis bien mélangées.
  - ***Sauces fluides.*** Celles-ci doivent être agitées.
  - ***Sauces biphasiques*** (par exemple sauce pour salades). Ces produits doivent être parfaitement homogénéisés et mélangés. Des prises d'essai sont faites pour des analyses inorganiques et le restant est à nouveau homogénéisé pour de futures analyses.
- **Boissons**. Il faut dégazer les boissons gazeuses en les soumettant à une basse pression ou en les transvasant d'un récipient à un autre. La densité doit être mesurée en pesant un volume défini; les unités doivent être mélangées en les remuant.
- **Aliments et plats composés et préparés.** C'est la forme sous laquelle beaucoup d'aliments sont consommés. Les produits doivent être rapidement homogénéisés, mélangés avec soin, puis homogénéisés à nouveau. On supposera que l'homogénéisation en laboratoire n'introduit pas une contamination supérieure à celle observée lors d'une préparation domestique ou industrielle. Il faut bien faire attention à mélanger les sous-parties, telles que le

muscle, les graisses, les légumes, etc., qu'on peut trouver dans des plats composés. Pour la mesure de la vitamine C, il est préférable de faire une prise d'essai dans le premier mélange homogénéisé. Si les plats préparés sont chauds, la rapidité est essentielle pour prévenir la perte d'humidité. Un repas complet peut être traité de la même manière.

Équipements nécessaires pour le traitement et la préparation des échantillons pour analyse

- **Général:**
  Plateaux (pour transporter les aliments)
  Récipients (capacité de 0,5 à 4 litres)
  Spatules
  Planches à découper (en polyéthylène ou en bois)
  Couteaux de cuisine, aiguiseur à couteau
  Ouvre-boîtes
  Cuillères (de plusieurs dimensions)
  Tamis en plastique, passoires
  Thermomètre pour four, thermomètre à viande
  Thermoscelleuse électrique pour les sacs de congélation
  Larges feuilles de plastique résistant (pour couvrir la paillasse et les aliments pulvérulents)
  Couverts de cuisine et vaisselle
- **Homogénéiseurs:**
  - ***Équipements domestiques:***
    Robot de cuisine (peut être équipé de lames spéciales en titane ou autres)
    Moulin à café
    Mixeur d'aliments
    Bamix (homogénéisateur à main)
    Hachoir (à main ou électrique)
    Râpes (sans tranchants métalliques)
  - ***Équipements de laboratoire***
    Centrifugeuse Sorval Omnimix
    Turrax
    Mixeur Waring
    Mixeur Ato
    Pilon et mortier automatiques
    Broyeur à couteau
    Broyeur à billes
    Broyeur à marteau
    Mélangeur robot en coupe (disponible dans différentes dimensions, selon le service attendu)

Annexe 4
Exemples de procédures de préparation des échantillons analytiques

Racines

Procédure d'échantillonnage

On achète en double environ un kilogramme pour chaque espèce dans les principaux centres de distribution du pays. En ville, les lieux d'achat sont faits au hasard, en fonction du volume de vente des différents types de points de vente (supermarché, grossiste, vente à la ferme, etc.).

Procédures en laboratoire

1. Prendre les quarts opposés de chaque aliment acheté, les couper en dés et les mettre dans un hachoir domestique puis mélanger aussitôt dans un récipient avec une spatule en plastique:
   a) 2 × 20 g sont mis dans de l'acide métaphosphorique pour l'analyse de la vitamine C;
   b) 2 × 5 g sont mis dans de l'éthanol chaud 80 pour cent v/v pour analyser les sucres, l'amidon et les fibres alimentaires;
   c) 2 × 10 à 20 g (une plus grande portion si l'aliment contient peu de folates) sont mis dans un tampon ascorbate 1 pour cent de w/v pour l'analyse des folates;
   d) de larges prises d'essai sont faites en prévision de leur digestion pour l'analyse des constituants minéraux qui peut être réalisées dans les semaines suivantes;
   e) des prises d'essai lyophilisées sont stockées pour les analyses d'acides aminés.
   f) Le restant, mélangé, coupé en cubes, est congelé, stocké à -20 °C puis analysé dans les deux semaines à venir pour l'analyse des vitamines du groupe B.
2. Les quarts restants sont coupés en tranches, homogénéisés et mélangés:
   a) 2 × 10 g sont pris pour l'analyse de l'humidité;
   b) le reste est congelé et conservé à -20 °C pour l'analyse de l'azote total, du phosphore, du chlore, du soufre, des lipides et des caroténoïdes.

Viandes

Exemple: 20 pièces de viande sont achetées (à raison de deux dans chacune des 10 régions retenues); les achats sont répartis entre les bouchers et les supermarchés dans la proportion de 7/3, de façon homogène à travers toutes les régions. Un morceau provenant de chaque région restera pour être analysé cru, un autre pour être analysé grillé.

Viande crue

Chaque morceau est pesé, mesuré – y compris l'épaisseur de la graisse superficielle –, divisé en partie comestible (graisse et muscle) et en partie non comestible (os et nerfs) qui sont pesées séparément:

1. Les 10 sous-échantillons de muscle sont coupés en gros morceaux et mélangés dans un récipient:
   a) 100 g sont retirés, congelés et broyés; l'échantillon broyé est mixé pour être mélangé une seconde fois:
      i) 2 × 20 g sont pris pour être calcinés en vue de l'analyse des constituants inorganiques;
      ii) le reste est conservé à -20 °C dans un sac en polyéthylène hermétiquement scellé, avec le moins d'air possible, pour les analyses de contrôle;
   b) Le mélange frais restant est coupé en cubes et bien mélangé à nouveau:
      i) 2 × 10 g sont pris pour analyse de l'humidité;
      ii) 2 × 50 g sont chauffés avec une solution de KOH alcoolique et congelés pour l'analyse du rétinol;
      iii) 2 × 50 g sont pris immédiatement pour l'analyse de la thiamine;
      iv) des prélèvements, stabilisés avec un antioxydant, sont conservés à une température de -30 °C pour l'analyse des acides gras;
      v) des prélèvements sont congelés pour l'analyse des vitamines du groupe B (à réaliser en l'espace de deux semaines), des lipides, de l'azote total, des autres minéraux et des vitamines D et E;
      vi) des prélèvements sont conservés à -30° C et gardés sous azote dans un récipient fermé pour l'analyse du cholestérol et autres stérols.
2. Les 10 sous-échantillons de graisse sont traités de la même façon.

Viande cuite

Les pièces de viande sont pesées avant et après cuisson au grill, puis traitées de la même façon que les pièces crues. La partie maigre et la graisse sont analysées séparément (Paul et Southgate, 1977).

Annexe 5
Calculs des teneurs en acides gras dans 100 g d'aliment et 100 g d'acides gras totaux

Quand on calcule les acides gras présents dans un aliment, il faut tenir compte du fait que les lipides totaux contiennent des triglycérides (dont une proportion est du glycérol qui n'est pas un acide gras), des phospholipides et des composés insaponifiables tels que les stérols.

Pour les aliments dans lesquels les lipides totaux correspondent pratiquement aux triglycérides, un facteur de correction adéquat est basé sur la moyenne de la longueur de la chaîne des acides gras présents dans l'aliment. Les facteurs pour les aliments contenant des quantités importantes de phospholipides et de matières insaponifiables dépendent de la classe de l'aliment. Des valeurs suggérées pour ces facteurs sont données au tableau A5.1.

Tableau A5.1 Facteurs de conversion à appliquer aux lipides totaux pour obtenir les valeurs en acides gras totaux contenus dans la matière grasse

Aliment	*Facteur*
Blé, orge, seigle[1]	
grain entier	0,72
farine	0,67
son	0,82
Avoine, entier[1]	0,94
Riz, usiné[1]	0,85
Lait et produits laitiers	0,945
Œufs[2]	0,83
Graisses et huiles, toutes sauf la noix de coco	0,956
Huile de noix de coco	0,942
Légumes et fruits	0,80
Avocat	0,956
Noix	0,956

Aliment	*Facteur*
Bœuf[3]	
maigre	0,916
gras	0,953
Agneau	voir le bœuf
Porc[4]	
maigre	0,910
gras	0,953
Volaille	0,945
Cervelle[4]	0,561
Cœur[4]	0,789
Rognon[4]	0,747
Foie[4]	0,741
Poissons[5]	
gras	0,90
maigres	0,70

Sources:
[1] Weihrauch, Kinsella et Watt (1976).
[2] Posati, Kinsella et Watt (1975).
[3] Anderson, Kinsella et Watt (1975).
[4] Anderson (1976).
[5] Exler, Kinsella et Watt (1975).

Ces facteurs sont utilisés dans les exemples suivants:

Si dans 100 g de lait de chèvre on a 4,5 g de lipides
Alors il y a
4,5 × 0,945 = 4,25 g d'acides gras totaux dans 100 g de lait de chèvre

Quand des données sur des acides gras individuels sont disponibles, les valeurs peuvent être converties du g/100 g de l'aliment au g/100 g d'acides gras totaux. Par exemple, si dans 100 g de lait de chèvre on a 1,15 g d'acide palmitique, l'équation suivante est appliquée pour obtenir l'acide palmitique en g/100 g d'acides gras totaux:

100/4,25 × 1,15 = 27 g/100 g d'acides gras totaux

Si les données sont exprimées en acide gras pour 100 g d'acide gras totaux et que l'on connaît la teneur en acides gras totaux, elles peuvent être converties sur la base de g/100g d'aliment. Par exemple, si nous savons que la teneur en acide palmitique dans le lait de chèvre est de 27 g/100 g d'acides gras totaux et que la valeur de ceux-ci est de 4,25 g/100 d'aliment, l'équation suivante peut être appliquée pour calculer l'acide palmitique en g pour 100 g d'aliment:

4,25 x 27/100 = 1,15 g/100 g d'aliment

Source: Paul et Southgate, 1978

Annexe 6
Calcul de la composition des plats préparés à partir de recettes

La méthode de calcul se présente comme suit. Les poids des ingrédients crus sont utilisés pour calculer les quantités de nutriments dans la recette. Une correction est appliquée aux ingrédients restés sur les ustensiles et la vaisselle utilisés à ce stade de la préparation. Le poids de la recette crue est ensuite mesuré en utilisant une balance domestique avec une résolution de 1 g (une balance avec moins de précision peut être utilisée si le poids total des ingrédients est de plus de 500 g). La recette est alors cuisinée et pesée à nouveau (une correction mineure tenant compte du fait que l'on pèse un plat chaud et à la température ambiante n'est généralement pas nécessaire). On considère que la différence de poids est due à l'eau. La composition du plat préparé est calculée en divisant la quantité totale des nutriments de la recette, calculée à partir des ingrédients crus, par le poids de la recette cuite, puis multiplié par 100. La teneur en eau des ingrédients crus moins la perte de poids lors de la cuisson divisé par le poids du plat cuit donne la teneur en eau du plat préparé, si cela est demandé. La procédure détaillée pour le calcul de la teneur en nutriment des plats composés est présentée ci-dessous (d'après Rand *et al.*, 1991):

1. Sélectionner ou créer une recette appropriée.
2. Déterminer le poids et la teneur en nutriments pour chaque ingrédient.
3. Rapporter les teneurs en nutriments par ingrédient aux portions comestibles, si approprié.
4. Corriger la quantité des ingrédients après les effets dus à la cuisson:

   soit

   - si des données pour les ingrédients cuits sont disponibles, utiliser des facteurs de rendement pour ajuster le poids du plat cru au plat cuit;

   soit

   - si les données pour les ingrédients cuisinés ne sont pas disponibles, utiliser les données pour les ingrédients non cuisinés et appliquer des facteurs de rendement pour ajuster les changements de poids et des facteurs de rétention pour les pertes de nutriments ou les gains durant la cuisson.
5. Additionner le poids des ingrédients pour obtenir le poids de la recette.
6. Additionner les teneurs en nutriments des ingrédients pour obtenir la teneur en nutriments de la recette.
7. Ajuster le poids de la recette et les teneurs en nutriments pour refléter les changements en lipides et/ou eau quand le plat est cuit; faire un ajustement additionnel pour les déchets; appliquer des facteurs de rétention si ceux-ci sont disponibles pour toute la recette.

8. Déterminer la quantité des aliments préparés avec cette recette.
9. Déterminer les valeurs finales par poids (par exemple pour 100 g), volume (par exemple par gobelet) ou taille de portion, selon les besoins.

Annexe 7

Liste des principaux ouvrages relatifs aux banques de données sur la composition des aliments

AOAC. 1990. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists.*15e édition. Association des chimistes analytiques officiels, Washington, DC, Etats-Unis.

AOAC International. 1995. *Official methods of analysis of AOAC International.* 2 vols.16e édition. Association of Analytical Communities, Arlington, VA, Etats-Unis.

AOAC International. 2000. *Official methods of analysis of AOAC International.* 17e édition. Association of Analytical Communities, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

AOAC International. 2002. *Official methods of analysis of AOAC International.* 17e édition. 1re révision. Association of Analytical Communities, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

AOAC International. 2003. *Official methods of analysis of AOAC International.* 17e édition. 2e révision. Association of Analytical Communities, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Ball, G.F.M. 1994. *Water-soluble vitamin assays in human nutrition.* Chapman & Hall, Londres, Royaume-Uni.

Ball, G.F.M. 1998. *Bioavailability and analysis of vitamins in foods.* Chapman & Hall, Londres, Royaume-Uni.

Belitz, H.D. & Grosch, W. 1999. *Food chemistry.* 4e édition. Springer, Berlin, Allemagne.

Christie, W.W. 2003. *Lipid analysis.* The Oily Press, Bridgwater, Royaume-Uni.

De Leenheer, A.P., Lambert, W.E. & Van Bocxlaer, J., eds. 2000.*Modern chromatographic analysis of vitamins.* 3rd ed. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Efiok, B.J.S. 1993. *Basic calculations for chemical and biological analysis.* AOAC International. Arlington, VA, Etats-Unis.

Eitenmiller, R.R. & Landen, Jr, W.O. 1998. *Vitamin analysis for the health and food sciences.* Woodhead Publishing, Cambridge, Royaume-Uni.

Gilbert, J., ed. 1984. *Analysis of food contaminants.* Elsevier Science Publishing, New York, Etats-Unis.

Greenfield, H., ed. 1995. *Quality and accessibility of food-related data*. Proceedings of the First International Food Data Base Conference. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Harris, D.C. 1997. *Exploring chemical analysis*. W.H. Freeman and Company, New York, Etats-Unis.

James, C.S. 1995. *Analytical chemistry of foods*. Londres, Blackie Academic & Professional. *Journal of AOAC International*. AOAC International. *Journal of Food Composition and Analysis*. Londres, Elsevier, Arlington, VA, Etats-Unis.

Kirk, R.S. & Sawyer, R. 1991. *Pearson's chemical analysis of foods*. 9e édition. Longman Scientific and Technical, Harlow, Royaume-Uni.

Klensin, J.C. 1992. *INFOODS food composition data interchange handbook*. Tokyo, Université des Nations Unies (disponible en anglais sur le site http://www.unu.edu/unupress/unupbooks/80774e/80774E00.htm).

Klensin, J.C., Feskanich, D., Lin, V. Truswell, A.S. & Southgate, D.A.T. 1989. *Identification of food components for INFOODS data interchange*. Tokyo, Université des Nations Unies (disponible en anglais sur le site http://www.unu.edu/unupress/unupbooks/80774e/80774E00.htm).

Kramer, R. 1998. *Chemometric techniques for quantitative analysis*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Lawn, R.E., Thompson, M. & Walker, R.F. 1997. *Proficiency testing in analytical chemistry*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Macrae, R., ed. 1988. *HPLC in food analysis*. 2e édition. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

McCleary, B.V. & Prosky, L., eds. 2001. *Advanced dietary fibre technology*. Blackwell Science, Oxford, Royaume-Uni.

Meier, P.C. & Zund, R.E. 2000. *Statistical methods in analytical chemistry*. 2e édition. Wiley, New York, Etats-Unis et Chichester, Royaume-Uni,

Miller, D.D. 1998. *Food chemistry: a laboratory manual*. Wiley, New York, Etats-Unis.

Nielsen, S.S., ed. 1998. *Food analysis*. 2e édition. Aspen Publishers, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Nollet, L.M., ed. 1996. *Handbook of food analysis*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Nollet, L.M., ed. 2000. *Food analysis by HPLC*. 2e édition. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Pare, J.R. & Belanger, J.M.R., eds. 1997. *Instrumental methods in food analysis*. Elsevier, Amsterdam, Pays-Bas.

Pomeranz, Y. & Meloan, C.E. 1994. *Food analysis: theory and practice*. 3e édition. New York, Etats-Unis, Chapman & Hall.

Rand, W.M., Pennington, J.A.T., Murphy, S.P. & Klensin, J.C. 1991. *Compiling data for food composition data bases*. Tokyo, United Nations University Press (disponible en anglais sur le site http://www.unu.edu/unupress/unupbooks/80772e/80772E00.htm).

Ratliff, T.A. 2003. *The laboratory quality assurance system: a manual of quality procedures and forms*. 3e édition. Wiley, New York, Etats-Unis, et Chichester, Royaume-Uni,

Rucker, R.B., Suttie, J.W., McCormick, D.B. & Machlin, L.J., eds. 2001. *Handbook of vitamins*. 3e édition. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Schlotke, F., Becker, W., Ireland, J., Møller, A., Ovaskainen, M.L., Monspart, J. & Unwin I. 2000. *EUROFOODS recommendations for food composition database management and data interchange*. COST Report EUR19538. Luxembourg.

Scott, A.O. ed. 1998. *Biosensors for food analysis*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Shaw, P.E. ed. 1988. *Handbook of sugar separations in foods by high performance liquid chromatography*. CRC Press, Boca Raton, FL, Etats-Unis.

Skoog, D.A. & Leary, J.J. 1998. *Principles of instrumental analysis*. 4e édition. Saunders College Publishing, New York, Etats-Unis.

Sørensen, H., Sørensen, S., Bjergegaard, C. & Michaelsen, S. 1998. *Chromatography and capillary electrophoresis in food analysis*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. 1991. *Determination of food carbohydrates*. 2e édition. Elsevier Applied Science. Barking, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. 1995. *Dietary fibre analysis*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Stoeppler, M., Wolf, W.R. & Jenks, P.J., eds. 2000. *Reference materials for chemical analysis certification, availability, and proper usage*. Wiley, Chichester, Royaume-Uni.

Sullivan, D.M. & Carpenter, D.E., eds. 1993. *Methods of analysis for nutrition labeling*. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Taylor, J.K. 1987. *Quality assurance of chemical measurements*. Lewis Publishers, Chelsea, MI, Etats-Unis.

Rand, W.M., Pennington, J.A.T., Murphy, S.P. & Klensin, J.C. 1991. *Compiling data for food composition data bases*. Université des Nations Unies. Tokyo, Japon.

Wernimont, G.T. 1985. *Use of statistics to develop and evaluate analytical methods*. Association des chimistes analytiques officiels. Washington, DC, Etats-Unis.

Wetzel, D.L.B & Charalambous, G. 1998. *Instrumental methods in food and beverage analysis*. Elsevier, New York, Etats-Unis et Oxford, Royaume-Uni.

Wood, R., Nilsson, A. & Wallin, H. 1998. *Quality in the food analysis laboratory*. Royal Society of Chemistry Information Services, Cambridge, Royaume-Uni.

Bibliographie

AACC Technical Committee Report. 1981. Collaborative study of an analytical method for insoluble dietary fiber in cereals. *Cereal Foods World,* 26: 295–297.

Aalbersberg, W. 1999. *Proceedings of the Fifth OCEANIAFOODS Conference*, Nouméa, Nouvelle-Calédonie, 25–27 Mai 1998. University of the South Pacific and Secretariat for the Pacific Community, Nouméa, Nouvelle-Calédonie.

Acheson, K.J., Campbell, I.T., Edholm, O.G., Miller, D.S. & Stock, M.J. 1980. The measurement of food and energy intake in man – an evaluation of some techniques. *Am. J. Clin. Nutr.*, 33: 1147–1154.

AICR. 1996. *Dietary phytochemicals and cancer prevention and treatment.* American Institute for Cancer Research. Plenum Press, New York, Etats-Unis.

Allison, R.G. & Senti, F.R. 1983. *A perspective on the application of the Atwater System of Food Energy Assessment.* Life Sciences Research, Office. Federation of American Societies for Experimental Biology, Bethesda, MD, Etats-Unis.

Ames, B.N. 1983. Dietary carcinogens and anticarcinogens. *Science,* 221: 1256–1264.

Anastassiadis, P.A. & Common, R.H. 1968. Some aspects of the reliability of chemical analyses. *Anal. Biochem.*, 22: 409–423.

Anderson, B.A. 1976. Comprehensive evaluation of fatty acids in foods. VII. Pork products. *J. Am. Diet. Assoc.*, 69: 44–49.

Anderson, B.A., Kinsella, J.A. & Watt, B.K. 1975. Comprehensive evaluation of fatty acids in foods. II. Beef products. *J. Am. Diet. Assoc.*, 67: 35–41.

Ang, C.Y. & Moseley, F.A. 1980. Determination of thiamin and riboflavin in meat and meat products by high-pressure liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, 28: 483–486.

Anklam, E., Burke, A. & Isengard, H.D., eds. 2001. Water determination in food – a challenge for the analysts. A selection of papers from the 1st international workshop, Ispra, Italie, 6–7 avril 2000. *Food Control*, 12(7): 393–498.

Ansell, G.B., Hawthorne, J.N. & Dawkins, R.M.C., eds. 1973. *Form and function of phospholipids.* Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam, Pays-Bas.

AOAC. 1980. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists.* 13e édition. Association des chimistes analytiques officiels, Washington, DC, Etats-Unis.

AOAC. 1984. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists.* 14e édition. Association des chimistes analytiques officiels, Washington, DC, Etats-Unis.

AOAC. 1990. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists.* 15e édition. Association des chimistes analytiques officiels, Washington, DC, Etats-Unis.

AOAC International. 1995. *Official methods of analysis of AOAC International.* 2 vols. 16e édition. Association of Analytical Communities, Arlington, VA, Etats-Unis.

AOAC International. 2002. *Official methods of analysis of AOAC International.* 17e édition current through 1re révision. Association of Analytical Communities, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

AOAC International. 2003. *Method validation programs* (disponible sur le site http://www.aoac.org/vmeth/page1.htm).

AOCS. 1998. *Official methods and recommended practices of the AOCS.* 5e édition. American Oil Chemists' Society. Champaign, IL, Etats-Unis.

Appelqvist, L.A. & Nair, B.M. 1976. An improved technique for the gas-liquid chromatographic separation of the N-trifluoroacetyl n-intyl derivatives of amino acids. *J. Chromatogr.*, 124: 239–425.

Arab, L. 1985. Summary of survey of food composition tables and nutrient data banks in Europe. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl. 1): 39–45.

Arab, L., Wittler, M. & Schettler, G. 1987. Eurocode 2 system. *In* L. Arab, ed. *European food composition tables in translation*, pp. 132–154. Berlin, Springer Verlag.

Arcot, J. Shrestha, A.K. & Gusanov, U. 2002. Enzyme protein binding assay for determining folic acid in fortified cereal foods and stability of folic acid under different extraction conditions. *Food Control*, 13(4-5): 245-252.

Arella, F., Lahély, S., Bourguignon, J.B. & Hasselmann, C. 1996. Liquid chromatographic determination of B_1 and B_2 in foods. A collaborative study. *Food Chem.*, 56: 81–86.

Aro, A., Kosmeijer-Schuil, T., van de Bovenkamp, P., Hulshof, P., Zock, P. & Katan, M.B. 1998. Analysis of C-18:1 *cis* and *trans* fatty acid isomers by the combination of gas-liquid chromatography of 4,4-dimethyloxazoline derivatives and methyl esters. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 75: 977–985.

Ashworth, R.B. 1987. Ion-exchange separation of amino acids with postcolumn orthopthalaldehyde detection. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70: 248–252.

Asp, N.-G. & Johannsen, C.-G. 1984. Dietary fibre analysis. *Nutr. Abstr. Rev.*, 54A: 735–752.

Asp, N.-G., Johanssen, C.-G., Hallmer, H. & Siljestrom, M. 1983. Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. *J. Agric. Food Chem.*, 31: 476–482.

ASQC. 1973. *Statistical Committee. Glossary and tables for statistical quality control.* American Society for Quality Control, Milwauke, WI, Etats-Unis.

Atwater, W.O. & Bryant, A.P. 1900. The availability and fuel value of food materials. *Conn. (Storrs) Agricultural Experiment Stations 12th Annual Report 1899*, pp. 73–110. Storrs, CT, Etats-Unis.

Atwater, W.O. & Woods, C.D. 1896. *The chemical composition of American food materials*. United States Department of Agriculture Office of Experiment Stations, Bulletin 28. Government Printing Office, Washington, DC, Etats-Unis.

Aulik, D.J. 1974. Sample preparation for nutrient analysis. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 57: 1190–1192.

Bailey, J. 1991. Country report. South Pacific Commission. *Proceedings of the Second OCEANIAFOODS Conference*, pp. 21–26. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

Ball, G.F.M. 1994. *Water-soluble vitamin assays in human nutrition*. Chapman and Hall, Londres, Royaume-Uni.

Ball, G.F.M. 1998. *Bioavailability and analysis of vitamins in foods*. Chapman and Hall, Londres, Royaume-Uni.

Barnes, S., Coward, L., Kirk, M. & Smith, M. 1998. A highly sensitive HPLC-mass spectrometry method to analyze isoflavone phytoestrogens and their metabolites. *Polyphenols Actualites*, 18: 26–29.

Barnett, S.A., Frick, L.W. & Baine, H.M. 1980. Simultaneous determination of vitamins A, D_2 or D_3, E, and K_1 in infant formulas and dairy products by reversed-phase liquid chromatography. *Anal. Chem.*, 52: 610–614.

Bates, C.J. 1997. Vitamin analysis. *Ann. Clin. Biochem.*, 34: 599–626.

Bates, C.J. 2000. Vitamins: fat and water soluble: analysis. *In* R.A. Meyers, ed. *Encyclopaedia of analytical chemistry*, pp. 7390–7425. John Wiley, Chichester, Royaume-Uni.

Bate-Smith, E.C. 1973. Haemanalysis of tannins: the concept of relative astringency. *Phytochemistry*, 12: 907-912.

Bauernfeind, J.C. 1972. Carotenoid vitamin A precursors and analogs in foods and feeds. *J. Agric. Food Chem.*, 20: 456–473.

Bauernfeind, J.C., Brubacher, G.B., Klaui, H.M. & Marusich, W.L. 1971. Use of carotenoids. *In* O. Isler, ed. *Carotenoids*, pp. 743–770. Basel, Birkhäuser Verlag.

BCR. 1990. *Food and agricultural measurements*. Brussels, Community Bureau of Reference, Commission of the European Communities.

Beare-Rogers, J.L. & Dieffenbacher, A. 1990. Determination of n-3 and n-6 unsaturated fatty acids in vegetable oils and fats by capillary gas liquid chromatography. *Pure Appl. Chem.*, 62: 795–802.

Beaton, G.H. 1982. Evaluation of nutrition interventions: methodologic considerations. *Am. J. Clin. Nutr.*, 35: 1280–1289.

Beaton, G.H. 1987. Consideration of food composition variability: what is the variance of the estimate of one-day intakes? Implications for setting priorities. *In*W.M. Rand, C.T. Windham, B.W. Wyse & V.R. Young, eds. *Food composition data: a user's perspective*, pp. 194–205. Université des Nations Unies, Tokyo, Japon.

Becker, W. 2002. Norfoods – recent activities. *J. Food Compos. Anal.,* 15(4): 485–489.

Beecher, G.R. 1991. Sources of variability in the carotenoid level and vitamin A activity of foods. *Proceedings of the Fifteenth National Nutrient Databank Conference*, pp. 33–42. Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, VA, Etats-Unis.

Beecher, G.R. & Khachik, F. 1984. Evaluation of vitamin A and carotenoid data in food composition tables. *J. Nat. Cancer Inst.*, 73: 1397–1404.

Beecher, G.R. & Vanderslice, J.T. 1984. Determination of nutrients in foods: factors that must be considered. *In* K.K. Stewart & J.R. Whitaker, eds. *Modern methods of food analysis,* pp. 29–55. AVI Publishing Co., Westport, CT, Etats-Unis.

Bell, J.G. 1971. Separation of oil-soluble vitamins by partition chromatography on Sephadex LH2O. *Chem. Ind. (Londres),* 7: 201–202.

Bell, J.G. 1974. Microbiological assay of vitamins of the B-group in foodstuffs. *Laboratory Practice*, 23: 235–242, 252.

Bell, J.G. & Christie, A.A. 1974. Gas-liquid chromatographic determination of vitamin D_2 in fortified full-cream dried milk. *Analyst,* 99: 385–396.

Bell, P.M. 1963. A critical study of methods for the determination of nonprotein nitrogen. *Anal. Biochem.*, 5: 443–451.

Bellomonte, G., Costantini, A. & Giammarioli, S. 1987. Comparison of modified automatic Dumas method and the traditional Kjeldahl method for nitrogen determination in infant food. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70: 227–229.

Bender, A.E. 1978. *Food processing and nutrition.* Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Bender, A.E. & Nik-Daud, N.J. 1984. Folic acid: assay and stability. *In* P. Zeuthen, J.C. Cheftel, C. Eriksson, M. Jul, H. Leniger, P. Linko, G. Varela & G. Vos, eds. *Thermal processing and quality of foods*, pp. 880–884. Elsevier Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Benson, J.V. & Patterson, J.A. 1973. Chromatographic advances in amino acids and peptide analysis using spherical resins and their applications in biochemistry and medicine. *In* A. Niederwieser & G. Pataki, eds. *New techniques in amino acids, peptide, and protein analysis*, pp. 1–73. Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor MI, Etats-Unis.

Bergaentzlé, M., Arella, A., Bourguignon, J.B. & Hasselman, C. 1995. Determination of vitamin B_6 – a collaborative study. *Food Chem.*, 52: 81–86.

Bergström, L. 1985. Activities of Norfoods: the Nordic project on food composition tables and nutrient data banks. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl.1): 11–13.

Bergmeyer, H.U., ed. 1974. *Methods of enzymatic analysis.* 2e édition. Verlag Chemie, Weinheim, Allemagne.

Bergström, L. 1994. *Nutrient losses and gains in the preparation of foods.* Report 32. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Bernstein, L. & Woodhill, J.M. 1981. Food composition tables: a review by dietitians. *In* H. Greenfield & R.B.H. Wills, eds. Tables of food composition: an Australian perspective. *Food Technol. Aust.,* 33: 115–117.

Bilde, B. & Leth, T. 1990. The Danish food monitoring system. Status after the first 5-year period. *In*W. Becker & S. Danfors, eds. *Proceedings of the 4th EUROFOODS Meeting*, pp. 109–129. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Bingham, S.A. 1987. The dietary assessment of individuals: methods, accuracy, new techniques and recommendations. *Nutrition Abstracts and Reviews,* A57: 705–742.

Bingham, S.A. 1991. Limitations of the various methods for collecting dietary intake data. *Annals of Nutrition and Metabolism,* 35: 117–127.

BIPM. 1998. *The International System of Units (SI)*. 7e édition. Bureau international des poids et mesures, Organisation intergouvernementale de la Convention du Mètre, Paris, France.

BIPM. 2003. *The International System of Units (SI)*. Bureau international des poids et mesures (disponible sur le site http://www.bipm.fr/enus/3-SI/si.html).

Birch, G.G. & Parker, K.J., eds. 1983. *Dietary fibre*. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Blackburn, S. 1968. *Amino acid determination. Methods and techniques*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Blaxter, K. 1989. *Energy metabolism in animals and man*. Cambridge University Press, Cambridge, Royaume-Uni.

Bligh, E.G. & Dyer, W.J. 1959. A rapid method of total lipid extraction and purification. *Can. J. Biochem. Physiol.*, 37: 911–917.

Bognár, A. 1981. Determination of thiamine and riboflavin in food by using HPLC. *Deutsche Lebensm. Rundschau*, 77: 431–436.

Bognár, A. & Piekarski, J. 2000. Guidelines for recipe information and calculation of nutrient composition of prepared foods (dishes). *J. Food Compos. Anal.*, 13(4): 391–410.

Bolton-Smith, C., Price, R.J.G., Fenton, S.T., Harrington, D.J. & Shearer, M.J. 2000. Compilation of a provisional UK database for the phylloquinone (vitamin K_1) content of foods. *Br. J. Nutr.,* 83: 389–399.

Booth, V.H. 1971. Problems in the determination of FDNB-available lysine. *J. Sci. Food Agric.*, 22: 658–666.

Bowen, H.J.M. 1959. The determination of chlorine, bromine and iodine in biological material by activation analysis. *Biochem. J.*, 73: 381–384.

Bradley, R.L. 1998. Moisture and total solids. *In* S.S. Nielsen, ed. *Food analysis*. 2e édition, pp. 119–139. Aspen, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Brand, J.C., Cherikoff, V. & Truswell, A.S. 1985. The nutritional composition of Australian Aboriginal bushfoods. 3. Seeds and nuts. *Food Technol. Aust.*, 37: 275–279.

Brand, J.C., Rae, C., McDonell, J., Lee, A., Cherikoff, V. & Truswell, A.S. 1983. The nutritional composition of Australian Aboriginal bushfoods. 1. *Food Technol. Aust.*, 35: 293–298.

Brand-Miller, J., James, K.W. & Maggiore, P.M.A. 1993. *Tables of composition of Australian Aboriginal foods*. Aboriginal Studies Press, Canberra, Australie.

Brand-Miller, J.C., Wolever, T.M.S., Colagiuri, S. & Foster-Powell, K. 1999. *The glucose revolution: the authoritative guide to the glycemic index, the ground breaking medical discovery*. Marlowe & Co., New York, Etats-Unis.

Brauer, G., ed. 1963. *Handbook of preparative inorganic chemistry*. Vol. 1. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Bressani, R. 1983. The data required for a food data system. *Food Nutr. Bull.*, 5: 69–76.

Brown, G.M. & Reynolds, J.J. 1963. Biogenesis of water-soluble vitamins. *Ann. Rev. Biochem.*, 32: 419–462.

Brown, S.S., Büttner, J., Mitchell, F.L., Rubin, M. & Cooper, G.R. 1976. When is a reference method a reference method? Reply. *Clin. Chem.*, 22: 285–286.

Brown J.C., Faulks, R.M. & Livesey G. 1993. Developing an international food energy system. *Food Technology International (Europe)*, pp. 29–33.

Brubacher, G., Müller-Mulot, W. & Southgate, D.A.T., eds. 1985. *Methods for the determination of vitamins in foods*Elsevier Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Bruce, Å. & Bergström, L. 1983. User requirements for databases and applications – nutrition research. *Food Nutr. Bull.*, 5: 24–29.

Bueno, M.P. 1997. Collaborative study: determination of retinol and carotene by high performance liquid chromatography. *Food Chem.*, 59: 165–170.

Burkitt, D.P. & Trowell, H.C. 1975. *Refined carbohydrates foods and disease. The implications of dietary fibre*. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Burlingame, B.A. 1992. Country reports, New Zealand. *Proceedings of the third OCEANIAFOODS Conference*, Décembre 1991, Auckland, pp. 14–20. New Zealand Institute for Crop and Food Research, Palmerston North, Nouvelle-Zélande.

Burlingame, B.A. 1996. Development of food composition data base management systems: the New Zealand experience. *Food Chem.*, 57(1): 127–131.

Burlingame, B.A. 1998. Food nomenclature and terminology: standards and harmonisation for food composition databases and food trade. *In* D.W. Fitzpatrick, J.E. Anderson & M.L. L'Abbe, eds. *16th International Congress of Nutrition Proceedings: from nutritional science to nutrition practice for better global health,* Montreal, Canada, pp. 304–307. Canadian Federation of Biological Societies, Ottawa, Canada.

Burlingame, B., ed. 2000. Special Issue: Third International Food Data Conference: Back to Basics, Rome, 1999. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 283–762.

Burlingame, B. 2001. Analysing the total diet. *J. Food Compos. Anal.*, 14: 451–452.

Burlingame, B., ed. 2002. Special Issue: Fourth International Food Data Conference, Bratislava, Août, 2001. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 335–530.

Burlingame, B.A., Milligan, G.C., Quigley, R.J. & Spriggs, T.W. 1995a. *FOODfiles manual.* New Zealand Institute for Crop and Food Research, Palmerston North, Nouvelle-Zélande.

Burlingame, B.A., Cook, F.M., Duxfield, G.M. & Milligan, G.C. 1995b. Food data: numbers, words and images. *In* H. Greenfield, ed. *Quality and accessibility of foodrelated data.* Proceedings of the First International Food Data Base Conference, pp. 175–182. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Burns, R.E. 1963. *Methods of tannin analysis for forage crop evaluation.* Technical Bulletin NC 32. Georgia Agricultural Experiment Stations,University of Georgia College of Agriculture, Athens, GA, Etats-Unis.

Burns, R.E. 1971. Method for estimation of tannin in grain sorghum. *Agron. J.*, 63: 511–512.

Bushway, R.J. 1985. Separation of carotenoids in fruits and vegetables by high performance liquid chromatography. *J. Liq. Chromatogr.*, 8: 1527–1547.

Buss, D.H. 1981. The requirements for and use of compositional data at the national level. SCI Symposium on Uses and Abuses of Food Tables. Unpublished MS.

Buss, D., Finglas, P., West, C. & Serra, F. 1998. Analytical priorities for national food composition databases in Europe: results from COST Action 99 questionnaires. *Food Chem.*, 63: 103–114.

Büttner, J., Borth, R., Boutwell, J.H. & Broughton, P.M.G. 1975. International Federation of Clinical Chemistry. Provisional recommendation on quality control in clinical chemistry. Part 1. General principles and terminology. *J. Clin. Chem. Clin. Biochem.*, 13: 523–531.

Buttriss, J., Bundy, R. & Hughes, J. 2000. An update on vitamin K: contribution of MAFF-funded research. *Nutrition Bulletin – British Nutrition Foundation*, 25: 125–134.

Buzzard, I.M., Schakel, S.F. & Ditter-Johnson, J. 1995. Quality control in the use of food and nutrient databases for epidemiologic studies. *In* H. Greenfield, ed. *Quality and accessibility of food-related data.* Proceedings of the First International Food Data Base Conference, pp. 241–252. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Caceres, I., Barahona, F. & Polo, C. 1986. El analisis integro de los vinos. IV. Cromatografia de liquidos de alta eficacia. *Aliment. Equip. Tecnol.*, 5: 141–152.

Cameron, M.E. & van Staveren, W.A., eds. 1988. *Manual of methodology for food consumption studies.* Oxford Medical Publications, Oxford, Royaume-Uni.

Campbell, V.A. & Dodds, M.L. 1967. Collecting dietary information from groups of older people. *J. Am. Diet. Assoc.*, 51: 29–33.

Cantle, J.E., ed. 1982. *Atomic absorption spectrometry. Techniques and instrumentation in analytical chemistry.* Vol. 5. Amsterdam, Elsevier Scientific Publishing.

Carmody, J. 1987. Development of the Australian Nutrient Data Bank – computer aspects. *In* R. English & I. Lester, eds. *Proceedings of the First OCEANIAFOODS Conference*, pp. 51–61. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

Carpenter, K.J. 1960. The estimation of the available lysine in animal-protein foods. *Biochem. J.*, 77: 604–610.

Carpenter, K.J. 1986. *The history of scurvy and vitamin C.* Cambridge University Press, Cambridge, Royaume-Uni.

Carpenter, D.E., Ngeh-Ngwainbi, J. & Lee, S. 1993. Lipid analysis. *In* D.M. Sullivan & D.E. Carpenter, eds. *Methods of analysis for nutritional labeling*, pp. 85–104. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Carr, F.H. & Price, E.A. 1926. Colour reactions attributed to vitamin A. *Biochem. J.*, 20: 497–501.

Caselunge, M.B. & Lindeberg, J. 2000. Biosensor-based determination of folic acid in fortified foods. *Food Chem.*, 70: 523–532.

Casey, P.J., Speckman, K.R., Ebert, F.J. & Hobbs, W.E. 1982. Radioisotope dilution technique for determination of vitamin B_{12} in foods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 65: 85–88.

Cashel, K. 1990. Compilation and scrutiny of food composition data. *Food Aust.*, (Suppl.) 42: S21–24, 28.

Cashel, K.M. & Greenfield, H. 1995. The effects of Australian, US and Royaume-Uni food composition tables on estimates of food and nutrient availability in Australia. *In* H. Greenfield, ed. *Quality and accessibility of food-related data.* Proceedings of the First International Food Data Base Conference, pp. 225–239. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Champ, M. 1992. Determination of resistant starch in foods and food products: interlaboratory study. *European J. Clin. Nutr.*, 46 (Suppl. 2): S51–S67.

Chan, W., Brown, J. & Buss, D.H. 1994. *Miscellaneous foods.* Fourth supplement to the 5e édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods.* Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Chan, W., Brown, J., Church, S.M. & Buss, D.H. 1996. *Meat products and dishes.* Sixth supplement to the 5e édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods.* Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Chan, W., Brown, J., Lee, S. & Buss, D.H. 1995. *Meat, poultry and game.* Fifth supplement to the 5e édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods.* Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Chang, S.K.C. 1998. Protein analysis. *In* S.S. Nielsen, ed. *Food analysis.* 2e édition, pp. 237–249. Aspen, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Charalambous, G., ed. 1984. *Analysis of foods and beverages.* Academic Press, New York, Etats-Unis.

Charrondiere, U.R., Vignat, J. & Riboli, E. 2002. Differences in calculating fibre intake of a British diet when applying the British, Danish and French food composition tables. *IARC Sci. Publ.,* 156: 39–40.

Charrondiere, U.R., Vignat, J., Moller, A., Ireland, J., Becker, W., Church, S., Farran, A., Holden, J., Klemm, C., Linardou, A., Mueller, D., Salvini, S., Serra-Majem, L., Skeie, G., van Staveren, W., Unwin, I., Westenbrink, S., Slimani, N. & Riboli, E. 2002. The European Nutrient Database (ENDB) for Nutritional Epidemiology. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 435–451.

Cherikoff, V., Brand, J.C. & Truswell, A.S. 1985. The nutritional composition of Australian Aboriginal bushfoods. 2. Animal foods. *Food Technol. Aust.*, 37: 208–211.

Choi, K.K. & Fung, K.W. 1980. Determination of nitrate and nitrite in meat products by using a nitrate ion-selective electrode. *Analyst*, 105: 241–245.

Christian, G.D. & Feldman, F.J. 1970. Methods of sample preparation. In *Atomic absorption spectroscopy. Applications in agriculture, biology, and medicine*, pp. 187–214. Wiley-Interscience, New York, Etats-Unis.

Christie, A.A. & Wiggins, R.A. 1978. Developments in vitamin analysis. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*. Vol.1, pp. 1–42. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Christie, A.A., Dean, A.C. & Millburn, B.A. 1973. The determination of vitamin E in food by colorimetry and gas-liquid chromatography. *Analyst*, 98: 161–167.

Christie, W.W. 2003. *Lipid analysis: isolation, separation, identification and structural analysis of lipids*. The Oily Press, Bridgwater, Royaume-Uni.

Chug-Ahuja, J.K., Holden, J.M., Forman, M.R., Mangels, A.R., Beecher, G.R. & Lanza, E. 1993. The development and application of a carotenoid database for fruits, vegetables and selected multicomponent foods. *Amer. J. Diet. Assoc.*, 93: 318–323.

Clarke, R., Hilakivi-Clarke, L., Cho, E., James, M.R. & Leonessa, F. 1996. Estrogens, phytoestrogens and breast cancer. In *Dietary phytochemicals and cancer prevention and treatment,* pp. 63–85. American Institute for Cancer Research. Plenum Press, New York, Etats-Unis.

Cohen, S.A. & Strydom, D.J. 1988. Amino acid analysis utilizing phenylisothiocyanate derivatives. *Anal. Biochem.*, 174: 1–16.

Coni, E., Caroli, S., Ianni D. & Bocca, A. 1994. A methodological approach to the assessment of trace elements in milk and dairy products. *Food Chem.*, 50: 205–210.

Cook, K.K., Mitchell, G.V., Grundel, E, & Rader, J.I. 1999. HPLC analysis for *trans* vitamin K_1 and dihydro-vitamin K_1 in margarines and margarine-like products using C30 stationary phase. *Food Chem.*, 67: 79–88.

Cooke, J.R. & Moxon, R.E.D. 1981. The detection and measurement of vitamin C. *In* J.N. Counsell & D.H. Hornig, eds. *Vitamin C (ascorbic acid).* Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Coppock, J.B.M., Knight, R.A. & Vaughan, M.C. 1958. The moisture content of white bread. *Nutrition (Londres),* 12: 63–66.

Corner, J. 1978. The application of ion selective electrodes to food analysis. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*, Vol. 1, pp. 197–222. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Cotlove, E., Trantham, R.A. & Bowman, R.L. 1958. An instrument and method for the automatic, rapid, accurate and sensitive titration of chloride in biologic samples. *J. Lab. Clin. Med.,* 51: 461–468.

Coulter, J.R. & Hann, C.S. 1973. Gas chromatography of amino acids. *In* A. Niederwieser & G. Pataki, eds. *New techniques in amino acid, peptide and protein analysis*, pp. 75–128. Ann Arbor Science Publishers. Ann Arbor, MI, Etats-Unis.

Coward, L., Kirk, M., Albib, N. & Barnes, S. 1996. Analysis of plasma isoflavones by reversed phase HPLC-multiple reaction ion monitoring mass-spectrometry. *Clin. Chim. Acta*, 247: 121–142.

Cowin, I. & Emmett, P. 1999. The effect of missing data in the supplements to McCance and Widdowson's food tables on calculated nutrient intakes. *Eur. J. Clin. Nutr.,* 53: 891–894.

Crable, J.V. & Smith, R.G. 1975. Classification of analytical methods. *J. Am. Ind. Hyg. Assoc.*, 36: 149–153.

Crop & Food Research. 2003. New Zealand food composition data for nutrition information panels (disponible sur le site http://www.crop.cri.nz/psp/fcdnip).

Crowell, E.P. & Burnett, B.B. 1967. Determination of the carbohydrate composition of wood pulps by gas chromatography of the alditol acetates. *Anal. Chem.*, 39: 121–124.

Cronin, D.A. & McKenzie, K. 1990. A rapid method for the determination of fat in foodstuffs by infrared spectrometry. *Food Chem.*, 35: 39–49.

Cullen, M., Lambe, J., Kearney, J. & Gibney, M. 1999. An analysis of the incremental value of retaining brand-level information in food consumption databases in estimating food additive intake. *Food Additives and Contaminants*, 16: 93–97.

Cummings, J.H., Englyst, H.N. & Wood, R. 1985. Determination of dietary fibre in cereals and cereal products – collaborative trials. Part I. Initial trial. *J. Assoc. Public Anal.*, 23: 1–35.

Currie, L.A. & Svehla, G. 1990. *Recommendations for the presentation of results of chemical analysis*. International Union of Pure and Applied Chemistry. Analytical Chemistry Division, Commission on Analytical Nomenclature. Unpublished draft, juillet 1990.

Dam, H. & Sondergaard, E. 1967. The determination of vitamin K. *In* P. Gyorgy & W.N. Pearson, eds, *The vitamins*. 2e édition, Vol. 6, pp. 245–260. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Danford, D.E. 1981. Computer applications to medical nutrition problems. *J. Parent. Ent. Nutr.*, 5: 441–446.

Danish Veterinary and Food Administration. 2003. Danish food composition databank (disponible sur le site http://www.foodcomp.dk/fcdb_default.htm).

Davey, J.P. & Ersser, R.S. 1990. Amino acid analysis of physiological fluids by highperformance liquid chromatography with phenylisothiocyante derivatization and comparison with ion-exchange chromatography. *J. Chromatogr.*, 528: 9–23.

Dawson, I. 1998. *New salad and vegetable crops from Australia's sub-Antarctic Islands*. Publication No. 98/145. Rural Industries R&D Corporation, Canberra, Australie.

Dawson, R.M.C., Elliott, D.C., Elliott, W.H. & Jones, K.M. 1969. *Data for biochemical research*. 2e édition. Oxford University Press, Londres, Royaume-Uni.

Day, B.P.F. & Gregory, J.F. 1981. Determination of folacin derivatives in selected foods by high-performance liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, 29: 374–377.

Day, K.C. 1980. Recipe, a computer programme for calculating the nutrient content of foods. *J. Hum. Nutr.*, 34: 181–187.

Day, K.C. 1985. Nutrition data banks from the point of view of the computer programmer. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl. 1): 54–59.

Dean, A.C. 1978. Method for the estimation of available carbohydrates in foods. *Food Chem.*, 3: 241–250.

De Clercq, H.L., Mertens, J. & Massart, D.L. 1974. Analysis of chloride in milk with a specific ion electrode. *J. Agric. Food Chem.*, 22: 153–154.

De Geeter, H. & Huyghebaert, A. 1992. Amino acid analysis. *In* L.M.L. Nollet, ed. *Food analysis by HPLC*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Deharveng, G., Charrondiere, U.R., Slimani, N., Southgate, D.A. & Riboli, E. 1999. Comparison of nutrients in the food composition tables available in the nine European countries participating in EPIC [European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition]. *Eur. J. Clin. Nutr.,* 53: 60–79.

De Leenheer, A.P., Lambert, W.E. & De Ruyter, M.G.M. 1985. *Modern chromatographic analysis of the vitamins*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Dennison, D.B. & Kirk, J.R. 1977. Quantitative analysis of vitamin A in cereal products by high speed liquid chromatography. *J. Food Sci.*, 42: 1376–1379.

de Pablo, S. 1999. *Tabla de composición de alimentos de América Latina* (disponible sur le site http://www.rlc.fao.org/bases/alimento/default.htm). **de Pablo, S.** 2001. *LATINFOODS: presente y futuro*. 4° Congreso Latinoamericano de Ciencia de Alimentos, 12–15 de noviembre de 2001. Campinas, Brazil. Abstract P101. Libro de resúmenes, 28.

de Pablo, S. 2002. SAMFOODS: Food composition activities in Latin American countries, 1999-2000. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 481–484.

Department of Community Services and Health. 1989–91. *Composition of foods, Australia*. Vols 1–5. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

Deshpande, S.S., Cheryan, M. & Salunkhe, D.K. 1986. Tannin analysis of food products. *CRC Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 24: 401–449.

Deutsch, M.J. & Weeks, C.E. 1965. Microfluorimetric assay for vitamin C. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 48: 1249–1256.

Deutsche Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie. 1990. (Souci, Fachmann & Kraut) *Food composition and nutrition tables*. 4e édition. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, Allemagne.

Dialameh, G.H. & Olson, R.E. 1969. Gas-liquid chromatography of phytyl ubiquinone, vitamin E, vitamin K_1 and homologs of vitamin K_2. *Anal. Biochem.*, 32: 263–272.

Dignan, C.A., Burlingame, B.A., Arthur, J.M., Quigley, R.J. & Milligan, G.C. 1994. *The Pacific Islands Food Composition Tables*. South Pacific Commission, New Zealand Institute for Crop and Food Research and International Network of Food Data Systems, Palmerston North, Nouvelle-Zélande.

Dische, Z. 1955. New color reactions for determination of sugars in polysaccharides. *In* D. Glick, ed. *Methods of biochemical analysis*. Vol. 2, pp. 313–358. Interscience Publishers, New York, Etats-Unis.

Dutton, G.G.S. 1973. Applications of gas-liquid chromatography to carbohydrates. Part I. *Adv. Carbohydr. Chem.*, 28: 11–160.

Dvorak, J., Rubeska, I. & Rezac, Z. 1971. *Flame photometry: laboratory practice*. Iliffe, Londres, Royaume-Uni.

EC. 1990. Council Directive of 24 September 1990 on nutrition labelling rules of foodstuffs. *Official Journal of the European Communities*. EEC 90/496: 40–44 (aussi disponible sur le site http://europa.eu.int/scadplus/leg/en/lvb/l21092.htm).

Eckschlager, K. 1961. *Errors, measurement and results in chemical analysis*. Van Nostrand Reinhold, Londres, Royaume-Uni.

Egan, H. 1971. Problems and progress in analytical methods. *Food Cosmet. Toxicol.*, 9: 81–90.

Egan, H. 1974. *Report of the Government Chemist*. Her Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

Egan, H. 1977. Methods of analysis: an analysis of methods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 60: 260–267.

Egan, H., Kirk, R.S. & Sawyer, R. 1981. *Pearson's chemical analysis of foods*. Churchill Livingstone, Edinburgh, Royaume-Uni.

Egan, H., Kirk, R.S. & Sawyer, R.S. 1987. *Pearson's chemical analysis of foods*. 8e édition. Longman Scientific and Technical, Harlow, Royaume-Uni.

Egberg, D.C. 1979. Semi-automated method for niacin and niacinamide in food products: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 62: 1027–1030.

Egberg, D.C., Heroff, J.C. & Potter, R.H. 1977. Determination of all-*trans* and 13-*cis* vitamin A in food products by high-pressure liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, 25: 1127–1132.

Eisses, J. & De Vries, H. 1969. Chemical method for the determination of vitamin D in evaporated milk with elimination of cholesterol by digitonin precipitation. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 52: 1189–1195.

Eitenmiller, R.R. & Landen, Jr, W.O. 1998. *Vitamin analysis for the health and food sciences*. Woodhead Publishing, Cambridge, Royaume-Uni.

Ekström, L-G., Fuchs, G., Johnsson, H., Larsson, B., Mattson, P., Torelm, I. & Schröder, T. 1984. *Livsmedelkontroll. Handbok för Livsmedellaboratorier. Part 1*. Statens Livsmedelsverk, Uppsala, Suéde.

Eldridge, A.C. & Kwolek, W.F. 1983. Soybean isoflavones: effect of environment and variety on composition. *J. Agric. Food Chem.*, 31: 394–396.

Ellefson, W. 1993. Provisions of the Nutrition Labeling and Education Act (1993). *In* D.M. Sullivan & D.E. Carpenter, eds, *Methods of analysis for nutritional labeling*, pp. 3–331. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Elliott, G.R., Odam, E.M. & Townsend, M.G. 1976. An assay procedure for the vitamin K_1 2,3-epoxide-reducing system of rat liver involving high-performance liquid chromatography. *Biochem. Soc. Trans.*, 4: 615–617.

Elsevier. 2003. *Journal of Food Composition and Analysis*. Londres (disponible sur le site http://www.elsevier.com/locate/issn/0889-1575).

English, R. 1990. Composition of foods, Australia. *Food Aust.*, 42: S5–S7.

English, R. & Lester, I. 1987. *Proceedings of the First OCEANIAFOODS Meeting*. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

English, R. & Lewis, J. 1991. *Nutritional values of Australian foods*. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

Englyst, H.N. & Cummings, J.H. 1988. Improved method for measurement of dietary fiber as non-polysaccharides in plant foods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 71: 808–814.

Englyst, H.N. & Hudson, G.J. 1987. Colorimetric method for routine measurement of dietary fiber as non-starch polysaccharides. A comparison with gas-liquid chromatography. *Food Chem.*, 24: 63–76.

Englyst, H.N. & Hudson, G.J. 1996. The classification and measurement of dietary carbohydrates. *Food Chem.*, 57: 15–21.

Englyst, H.N., Anderson, V. & Cummings, J.H. 1983. Starch and non-starch polysaccharides in some cereal foods. *J. Sci. Food Agric.*, 34: 1434–1440.

Englyst, H.N., Kingman, S.M. & Cummings, J.H. 1992. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. *European J. Clin. Nutr.*, 46, Supplement 2: S33–S50.

Englyst, H.N., Quigley, M.E. & Hudson, G.J. 1994. Determination of dietary fibre as non-starch polysaccharides with gas-liquid chromatography, high-performance liquid chromatography, or spectrophotometric measurement of component sugars. *Analyst*, 119: 1497–1509.

Englyst, H.N., Wiggins, H.S. & Cummings, J.H. 1982. Determination of non-starch polysaccharides in plant foods by gas-liquid chromatography of constituent sugars as alditol acetates. *Analyst*, 107: 307–318.

Englyst, K.N., Englyst, H.N., Hudson, G.J., Cole, T.J. & Cummings, J.H. 1999. Rapidly available glucose in foods: an *in vitro* measurement that reflects the glycemic response. *Am. J. Clin. Nutr.*, 69: 448–454.

Enig, M.G., Pallansch, L.A., Sampugna, J. & Keeney, M. 1983. Fatty acid composition of the fat in selected food items with emphasis on *trans* components. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 60: 1788–1795.

European Commission. 2003. *Measurement and testing* (disponible sur le site http://europa.eu.int/comm/research/growth/gcc/ga03.html#top).

Exler, J. 1982. *Iron content of food*. Home Economics Research Report No. 45. United States Department of Agriculture, Washington, DC, Etats-Unis.

Exler, J., Kinsella, J.E. & Watt, B.K. 1975. Lipids and fatty acids of important finfish. New data for nutrient tables. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 52: 154–159.

Exler, J., Lemar, L. & Smith, J. 2003. *Fat and fatty acid content of selected foods containing* trans*-fatty acids*. Special Purpose Table No. 1, USDA (disponible sur le site http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/Data/index.html#trans).

FAO. 1971. *Manual of food quality control*. Vol. 1. *Food control laboratory*, by P.G. Martin. Food and Nutrition Paper 14/1. Rome.

FAO. 1972. *Food composition table for use in East Asia*. United States Department of Health, Education, et Welfare et FAO. (disponible en anglais sur le site http://www.fao.org/docrep/003/X6878E/X6878E00.htm).

FAO. 1973. *Energy and protein requirements*. Report of a Joint FAO/OMS Ad Hoc Expert Committee. FAO Nutrition Meetings No. 52. Rome.

FAO. 1982. *Food composition tables for the Near East*. United States Department of Agriculture et FAO (disponible en anglais sur le site http://www.fao.org/docrep/003/X6879E/X6879E00.htm). **FAO.** 1995. *Codex Alimentarius*. Vol. 13. Méthodes d'analyse et d'echantillonnage. Rome.

FAO. 1996. *Déclaration de Rome sur la sécurité alimentaire mondiale et Plan d'action du Sommet mondial de l'alimentation*. Rome (disponible sur le http://www.fao.org/docrep/003/w3613f/w3613f00.htm

FAO. 2002. *Report of the International Rice Commission*. Vingtième session, 23–26 Juillet 2002, Bangkok, Thaïlande.

FAO. 2003. Les bases de données statistiques de la FAO (disponible sur le site http://faostat.fao.org/default.aspx).

FAO/LATINFOODS. 2002. *Tabla de composición de alimentos de América Latina* (disponible en espagnol sur le site http://www.rlc.fao.org/bases/alimento/default.htm; http://www.inta.cl/latinfoods).

FAO/OMS. 1967. *Requirements of vitamin A, thiamine, riboflavine and niacin*. OMS Technical Report Series No. 362; FAO Report Series No. 41. Rome, FAO.

FAO/OMS. 1973. *Energy and protein requirements*. Report of a Joint FAO/OMS Ad Hoc Expert Committee. FAO Nutrition Meetings Report Series No. 52. Rome, FAO.

FAO/OMS. 1992. C*onférence Internationale sur la Nutrition et Déclaration et plan d'action mondial pour la nutrition de la CIN* (disponible sur le ftp://ftp.fao.org/es/esn/nutrition/Icn-f/ICNCONTS.HTM).

FAO/OMS. 1996. *Graisses et huiles dans la nutrition humaine*. Rapport d'une consultation mixte FAO/OMS d'experts. Etudes FAO: Alimentation et Nutrition 57. Rome, FAO/OMS.

FAO/OMS. 1998. *Carbohydrates in human nutrition*. Report of a FAO/OMS expert consultation Rome, 1997. Etudes FAO: Alimentation et Nutrition 66. Rome.

FAO/OMS. 1999 *Comprendre le Codex Alimentarius* (disponible sur le site http://www.fao.org/docrep/W9114F/W9114F00.htm).

FAO/OMS. 2001 (revisée). *Codex Alimentarius. Étiquetage des denrées alimentaires. Textes complets*. Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires. Rome (disponible sur le site http://www.fao.org/docrep/005/y2770f/y2770f00.HTM).

FAO/OMS. 2003a. *Commission du Codex Alimentarius.* (disponible sur le site http://www.codexalimentarius.net/web/index_fr.jsp

FAO/OMS. 2003b. *Codex Alimentarius: Normes Codex officielles* (disponible sur le site http://www.codexalimentarius.net/web/standard_list.do?lang=fr).

FAO/OMS. 2004. *Codex Alimentarius*: general guidelines on sampling in CAC/GL (disponible sur le site http://www.codexalimentarius.net/web/standard_list.do?lang=en).

FAO/OMS/UNU. 1985. Besoin énergetiques et besoins en protéines. Rapport d'une consultation conjointe d'experts FAO/OMS/UNU Série de rapports techniques OMS 724. Genève, OMS.

Faulks, R.M. & Timms, S.B. 1985. A rapid method for determining the carbohydrate fraction of dietary fibre. *Food Chem.*, 17: 273–287.

FDA. 2001. *Code of Federal Regulations*. Title 21, Vol. 2, revised as of 1 avril 2001. 21CFR101.9. United States Government Printing Office, Washington, DC, Etats-Unis.

FDA. 2003. Regulatory fish encyclopedia (disponible sur le site http://www.cfsan.fda.gov/~frf/rfe0.html).

Federal Register. 1990. 55: 29487, National Archives and Records Administration, Washington, DC, Etats-Unis.

Federal Register. 1993. 58: 2070, National Archives and Records Administration. Washington, DC, Etats-Unis.

Fehily, A.M. & Bird, O. 1986. The dietary intakes of women in Caerphilly, South Wales: a weighed and a photographic method compared. *Hum. Nutr. Appl. Nutr.*, 40A: 300–307.

Feinberg, M., Ireland-Ripert, J. & Favier, J.-C. 1991. LANGUAL: un language international pour la description structurée des aliments. *Sci. Aliments*, 11: 193–214.

Feinberg, M., Ireland-Ripert, J. & Favier, J.-C. 1992. Validated databanks on food composition: concepts for modeling information. *World Rev. Nutr. Diet.*, 68: 49–93.

Fellman, J.K., Artz, W.E., Tassinari, P.D., Cole, C.L. & Augustin, J. 1982. Simultaneous determination of thiamin and riboflavin in selected foods by highperformance liquid chromatography. *J. Food Sci.*, 47: 2048–2050, 2067.

Fennell, R.W. & West, T.S. 1969. Recommendations for the presentation of the results of chemical analysis. *Pure Appl. Chem.*, 18: 439–442.

Ferren, W.P. & Shane, N.A. 1969. Potentiometric determination of fluoride in beverages by means of the ion selective solid state electrode. *J. Food Sci.*, 34: 317–319.

Finglas, P.M. & Faulks, R.M. 1984. HPLC analysis of thiamin and riboflavin in potatoes. *Food Chem.*, 15: 37–44.

Finglas, P.M. 1996. Special Issue:The Second International Food Data Base Conference: Food Composition Research – The Broader Context., 28–30 Août 1995, *Food Chem.*, 57: 127-131. Lahti, Finlande.

Finglas, P.M. & Faulks, R.M. 1987. Critical review of HPLC methods for the determination of thiamin, riboflavin and niacin in foods. *J. Micronutrient Anal.*, 3: 251–283.

Finglas, P.M., Wigertz, K., Vahteristo, L., Witthoft, C., Southon, S. & de Froidmont- Gortz, I. 1999. Standardisation of HPLC techniques for the determination of naturally occurring folates in food. *Food Chem.*, 64: 245–255.

Finley, J.W. & Duang, E. 1981. Resolution of ascorbic, dehydroascorbic and diketogulonic acids by paired-ion reversed-phase chromatography. *J. Chromatogr.*, 207: 449–453.

Firestone, D. & Horwitz, W. 1979. IUPAC gas chromatographic method for determination of fatty acid composition: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 62: 709-721.

Fiske, C.H. & Subbarow, Y. 1925. The colorimetric determination of phosphorus. *J. Biol. Chem.*, 66: 375–400.

Fleck, A. & Munro, H.N. 1965. The determination of organic nitrogen in biological materials. A review. *Clin. Chim. Acta*, 11: 2–12.

Florentino, R.F., Lontoc, A.V., Portugal, T.R. & Aguinaldo, A.R. 1986. *The need for food reference materials in Asia*. Paper presented at the 2nd International Symposium on Biological Reference Materials, Neuherberg, Allemagne.

Folch, J., Lees, M. & Stanley, G.H.S. 1957. A simple method for the isolation and purification of total lipides from animal tissues. *J. Biol. Chem.*, 226: 497–509.

Folkes, D.J. & Taylor, P.W. 1982. Determination of carbohydrates. *In* R. Macrae, ed. *HPLC in food analysis*, pp. 149–166. Academic Press. Londres, Royaume-Uni.

Food and Nutrition Research Institute/National Research Council of the Philippines. 1985. *Proceedings of the First National Workshop on Food Composition Data, Generation, Compilation and Use*. Laguna, Philippines.

Food Chemistry. 1996. Special issue: The Second International Food Data Base Conference, 57, 1. Elsevier Applied Science, Great Yarmouth, Royaume-Uni.

Food Standards Agency. 2002a. *McCance and Widdowson's The Composition of Foods.* Sixth summary edition. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Food Standards Agency. 2002b. *Report on the Review of Analytical Method Development under the Food Standards Agency's Research Programme N08*

(disponible sur le site http://www.foodstandards.gov.uk/science/research/nutritionresearch/ n08programme/n08review/).

Foster, L.H. & Sumar, S. 1996. Selenium concentrations in soya based milks and infant formulae available in the United Kingdom. *Food Chem.*, 65: 93–98.

Foster-Powell, K. & Miller, J.B. 1995. International tables of glycemic index. *Am. J. Clin. Nutr.,* 62: 871S–890S.

Frank, G.C., Farris, R.P. & Berenson, G.S. 1984. Comparison of dietary intake by 2 computerized analysis systems. *J. Am. Diet. Assoc.*, 84: 818–820.

Frankel, E.N. & Meyer. A.S. 2000. The problems of using one-dimensional methods to evaluate multifunctional foods and biological antioxidants. *J. Sci. Food. Agric.*, 80: 1925–1941.

Frappier, F. & Gaudry, M. 1985. Biotin. *In* A.P. De Leenheer, W.E. Lambert & De Ruyter, M.G.M., eds. *Modern chromatographic analysis of the vitamins*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Fraser, T.R., Brendon-Bravo, M. & Holmes, D.C. 1956. Proximate analysis of wheat flour carbohydrates. 1. Methods and scheme of analysis. *J. Sci. Food. Agric.*, 7: 577–589.

FSANZ. 2003. *Nutrition panel calculator*. Food Standards Australia New Zealand (disponible sur le site http://www.foodstandards.gov.au/mediareleasespublications/nutritionpanelcalculator/).

Gaitan, E. 1990. Goitrogens in food and water. *Ann. Rev. Nutr.*, 10: 21–39.

Galeazzi, M.A.M., Lima, D.M., Colugnati, F.A.B., Padovani, R.M. & Rodriguez-Amaya, D.B. 2002. Sampling plan for the Brazilian TACO project. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 4, 499–505.

Garfield, F.M. 1984. *Quality assurance principles for analytical laboratories*. Association des chimistes analytiques officiels, Arlington,VA, Etats-Unis.

Gebhardt, S.E., Elkins, E.R. & Humphrey, J. 1977. Comparison of two methods for determining the vitamin A value of clingstone peaches. *J. Agric. Food Chem.*, 25: 629–632.

Gehrke, C.W. & Leimer, K. 1971. Trimethylsilylation of amino acids. Derivatization and chromatography. *J. Chromatogr.*, 57: 219–238.

Gibson, R.S. 1990. *Principles of nutritional assessment*. Oxford University Press, New York, Etats-Unis.

Gilbert, J., ed. 1984. *Analysis of food contaminants*. Elsevier Science Publishing, New York, Etats-Unis.

Goenaga, X. 1994. The role of the Community Bureau of Reference in harmonizing compliance with the laws of the Commission of the European Communities. *Food Additives and Contaminants,* 11: 169–176.

Goering, H.K. & Van Soest, P.J. 1970. *Forage fiber analyses (apparatus, reagents, procedures, and some applications)*. United States Department of Agriculture Handbook No. 379. Washington, DC, Etats-Unis.

Gonzalez, A.G., Pablos, F., Martin, M.J. & Leon-Camacho, M.S. 2001. HPLC analysis of tocopherols and triglycerides in coffee and their use as authentication parameters. *Food Chem.*, 73: 93–101.

Gonzalez-Llano, D., Polo, C. & Ramos, M. 1990. Update of HPLC and FPLC analysis of nitrogen compounds in dairy products. *Lait*, 70: 255–277.

Government of Canada. 2002. *Regulations amending the Food and Drug Regulations (Nutrition Labelling, Nutrient Content Claims and Health Claims).* FOOD AND DRUGS ACT SOR/2003-11 (disponible sur le site http://canadagazette.gc.ca/partII/2003/20030101/html/sor11-e.html).

Greenfield, H., ed. 1987a. The nutrient composition of Australian meats and poultry. *Food Technol. Aust.*, 39: 181–240.

Greenfield, H. 1987b. Improving the quality of food composition data in the Oceania region. *In* R. English & I. Lester, eds. *Proceedings of the First OCEANIAFOODS Conference*, pp. 34–38. Australian Government Publishing Service, Canberra, Australie.

Greenfield, H. 1989. Opportunities and constraints in a regional food composition programme for the Pacific islands. In *Food Forums Proceedings*, pp. 217–220. Chemistry International. Queensland Government Analytical Laboratory, Brisbane, Australie.

Greenfield, H. 1990a. The Oceaniafoods regional food composition network. *In* W. Becker & S. Danfors, eds. *Proceedings of the 4th EUROFOODS Meeting*, pp. 25–35. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Greenfield, H., ed. 1990b. Uses and abuses of food composition data. *Food Aust.* (Suppl.), 42: S1–S44.

Greenfield, H. 1991a. *Study of nutritive composition of foods in Indonesia.* Report series no. SEA/NUT/126. OMS-SEARO. New Delhi, Inde.

Greenfield, H. 1991b. Experiences of food composition studies at the national and international level. *Proc. Nutr. Soc. Aust.*, 16: 96–103.

Greenfield, H., ed. 1995. *Quality and accessibility of food-related data.* Proceedings of the First International Food Data Base Conference. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Greenfield, H. & Badcock, J., eds. 1988. *First Technical Workshop on Pacific Food Composition Tables. Report and Proceedings.* South Pacific Commission, Nouméa, Nouvelle-Calédonie.

Greenfield, H. & Kusolwat, S. 1991. The nutrient composition of Australian fresh retail sausages and the effects of cooking on fat content. *J. Sci. Food Agric.*, 57: 65–75.

Greenfield, H. & Southgate, D.A.T. 1985. A pragmatic approach to the production of good quality food composition data. *ASEAN Food J.*, 1: 47–54.

Greenfield, H. & Southgate, D.A.T. 1992. *Food composition data: production, management and use.* Elsevier Science Publishers, Barking, Royaume-Uni.

Greenfield, H. & Wills, R.B.H. 1979. Composition of Australian foods. 1. Tables of food composition and the need for comprehensive Australian tables. *Food Technol. Aust.*, 31: 458–463.

Greenfield, H. & Wills, R.B.H., eds. 1981. Tables of food composition: an Australian perspective. *Food Technol. Aust.*, 33: 101–130.

Greenfield, H., Kuo, Y.L., Hutchison, G.I. & Wills, R.B.H. 1987. Composition of Australian foods. 33. Lamb. *Food Technol. Aust.*, 39: 202–207.

Greenfield, H., Loong, C.Y., Smith, A.M. & Wills, R.B.H. 1990. Sodium and potassium contents of home-cooked and cafeteria foods. *J. Hum. Nutr. Diet.*, 3: 107–116.

Greenfield, H., Makinson, J. & Wills, R.B.H. 1984. Lipids in French fries: a retail and laboratory study. *J. Food Technol.*, 19: 239–245.

Gregory, J.F. 1980. Comparison of high-performance liquid chromatographic and *Saccharomyces uvarum* methods for the determination of vitamin B_6 in fortified breakfast cereals. *J. Agric. Food Chem.*, 28: 486–489.

Gregory, J.F. & Feldstein, D. 1985. Determination of vitamin B_6 in foods and other biological materials by paired-ion high-performance liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, 33: 359–363.

Gregory, J.F. & Kirk, J.R. 1978. Assessment of storage effects on vitamin B_6 stability and bioavailability in dehydrated food systems. *J. Food. Sci.*, 43: 1801–1808; 1815.

Gregory, J.F., Day, B.P.F. & Ristow, K.A. 1982. Comparison of high performance liquid chromatographic, radiometric and *Lactobacillus casei* methods for the determination of folacin in selected foods. *J. Food Sci.*, 47: 1568–1571.

Gross, J., Gabai, M. & Lifshitz, A. 1971. Carotenoids in juice of Shamouti orange. *J. Food Sci.*, 36: 466–473.

Guanghan, L., Qiongling, W., Xiaogang, W., Tong, Z. & Xin, Y. 1999. Polarographic determination of trace fluoride in foods. *Food Chem.*, 66, 519–523.

Gudmand-Hoyer, E., ed. 1991. *Methodological aspects of* in vivo *measurements of starch digestibility*. Euresta Report Flair AGRF /0027. Euresta, Copenhague, Danemark.

Guilarte, T.R. 1985. Analysis of biotin levels in selected foods using a radiometric microbiological method. *Nutr. Rep. Int.*, 32: 837–845.

Guilarte, T.R., McIntyre, P.A. & Tsan, M.F. 1980. Growth response of the yeasts *Saccharomyces uvarum* and *Kloeckera brevis* to the free biologically active forms of vitamin B_6. *J. Nutr.*, 110: 954–958.

Guilarte, T.R., Shane, B. & McIntyre, P.A. 1981. Radiometric-microbiologic assay of vitamin B_6 application to food analysis. *J. Nutr.*, 111: 1869–1875.

Guillon, F., Amadò, R., Amaral-Collaço, M.T., Andersson, H., Asp, N., Bach, G., Knudsen, K.E., Champ, M., Mathers, J., Robertson, J.A., Rowland., I. & Van Loo, J., eds. 1998. *Functional properties of non-digestible carbohydrates.* Imprimeria Parentheses, Nantes, France.

Gunstone, F.D., Harwood, J.L. & Padley, F.B. 1994. *The lipid handbook.* 2e édition. Chapman and Hall, Londres, Royaume-Uni.

Gurr, M.I. 1992. *Role of fats in food and nutrition*. 2e édition. Elsevier Applied Science, Londres, Royaume-Uni. **Gurr, M.I., Harwood J.L. & Frayn, K.N.** 2002. *Lipid biochemistry*. 4e édition. Blackwell Science, Oxford, Royaume-Uni.

Gustavson, K.H. 1956. *The chemistry of tanning processes*. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Hagerman, A.E. & Butler, L.S. 1978. Protein precipitation method for the quantitative determination of tannins. *J. Agric. Food Chem.*, 26: 809–812.

Hallberg, L. & Rossander, L. 1982. Effect of different drinks on the absorption of non-heme iron from composite meals. *Hum. Nutr. Appl. Nutr.*, 36A: 116–123.

Hammond, E.W. 1982. Determination of lipids *In* R. Macrae, ed. *HPLC in food analysis*, pp. 167–185. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Hankin, J.H., Le Marchand, L., Kolonel, L.N., Henderson, B.E. & Beecher, G. 1995. Developing a food composition data base for studies in the Pacific Islands. *Proceedings of the First International Food Data Base Conference,* pp. 217–224. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Harnly, J.M. & Wolf, W.R. 1984. Quality assurance for atomic spectroscopy. *In* G. Charalambous, ed. *Analysis of foods and beverages*, pp. 483–504. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Harris, R.S. & Karmas, E., eds. 1988. *Nutritional evaluation of food processing*. 3e édition. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

Harris, W.E. & Kratchovil, B. 1974. Sampling variance in analysis for trace components in solids. *Anal. Chem.*, 46: 313–315.

Hassan, S.S.M., Abd El Fattah, M.M. & Zaki, M.T.M. 1975. Spectrophotometric determination of vitamin K_3. *Z. Anal. Chem.*, 275: 115–117.

Hauser, E. & Weber, U. 1978. Der Einsatz der Infrarot-Reflexions-Analyse bei der schnellen Ermittlung der wertbestimmenden Anteile von Fleisch und Fleischwaren. *Fleisch-wirtschaft*, 58: 452–459.

Haytowitz, D.B., Pehrsson, P.R. & Holden, J.M. 2000. Setting priorities for nutrient analysis in diverse populations. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 425–433.

Haytowitz, D.B., Pehrsson, P.R. & Holden, J.M. 2002. The identification of key foods for food composition research. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 2, 183–194.

Haytowitz, D.B., Pehrsson, P.R., Smith, J., Gebhardt, S.E., Matthews, R.H. and Anderson, B.A. 1996. Key foods: setting priorities for nutrient analysis. *J. Food Compos. Anal.*, 9(4): 331–364.

Head, M.K. & Gibbs, E. 1977. Determination of vitamin A in food composites by high speed liquid chromatography. *J. Food Sci.*, 42: 395–398.

Hegenauer, J. & Saltman, P. 1972. Resolution of ascorbic, dehydroascorbic, and diketogulonic acids by anion-exchange column chromatography. *J. Chromatogr.*, 74: 133–137.

Heidelbaugh, N.D., Huber, S.C., Bednavzk, J.F., Smith, M.C., Rambaut, P.C. & Wheeler, H.O. 1975. Comparison of three methods of calculating protein content of foods. *J. Agric. Food Chem.*, 23: 611–613.

Hellendoorn, E.W., Noordhoff, M.G. & Slagman, J. 1975. Enzymatic determination of the: indigestible residue (dietary fibre) content of human food. *J. Sci. Food Agric.*, 26: 1461–1468.

Henneberg, W. & Stohmann, F. 1859. Uber das Erhaltungsfutter volljahrigen Rindviehs. *J. Landwirtsch*, 3: 485–551

Henneberg, W. & Stohmann, F. 1860, 1864. *Beiträge zur Begründung einer rationellen Fütterung der Wiederkäuer I & II*. Braunschweig.

Henry, C.J.K. & Chapman, C., eds. 2002. *The nutritional handbook for food processors*. Woodhead Publishing, Cambridge, Royaume-Uni.

Hepburn, F.N. 1982. The USDA National Nutrient Databank. *Am. J. Clin.*, 35: 1297–1301.

Herbeth, B., Musse, N., Cubeau, J., Fabien-Soule, V., Faivre, J., Fantin, M., Giachetti, L., Hercberg, S., Lemoine, A., Mejean, L., Pequignot, G., Romon-Rousseaux, M., Schlienger, J.L., Tichet, J. & Walker, P. 1991. Base de données sur la composition des aliments. Etude comparative de 11 systèmes informatisés. *Bull. FFN*, 41: 24–34.

Hertog, M.G.L., Hollman, P.C.H. & Venema, D.P. 1992. Optimization of quantitative HPLC determination of potential anticarcinogenic flavonoids in vegetables and fruits. *J. Agric. Food Chem.*, 40: 1591–1598.

Hertzler, A.A. & Hoover, L.W. 1977. Development of food tables and use with computers. *J. Am. Diet. Assoc.*, 70: 20–31.

Hester, R.E. & Quine, D.E.C. 1976. Quantitative analysis of food products by pulsed NMR. *J. Food Technol.,* 11: 331–339.

Hipsley, E.H. 1953. Dietary "fibre" and pregnancy toxaemia. *Br. Med. J.*, ii: 420–422.

Hitchcock, C. & Hammond, E.W. 1980. The determination of lipids in foods. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 2, pp. 185–224. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Hofsass, H., Grant, A., Alcino, N.J. & Greenbaum, S.B. 1976. High-pressure liquid chromatographic determination of vitamin D_3 in resins, oils, dry concentrates, and dry concentrates containing vitamin A. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 59: 251–260.

Holden, J.M. & Davis, C.S. 1990. Use of cholesterol reference materials in a nation wide study of the cholesterol content of eggs. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 338: 476–478.

Holden, J.M., Bhagwat, S.A. & Patterson, K.Y. 2002. Development of a multinutrient data quality evaluation system. *J. Food Compos. Anal.*, 15(4): 339–348.

Holland, B., Brown, J. & Buss, D.H. 1993. Fish and fish products. Third supplement to the 5^{e} édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B., Unwin, I.D. & Buss, D.H. 1988. *Cereals and cereal products*. Third supplement to McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B., Unwin, I.D. & Buss, D.H. 1989. *Milk products and eggs*. Fourth supplement to McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B., Unwin, I.D. & Buss, D.H. 1991. *Vegetables, herbs and spices*. Fifth supplement to McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B. Unwin, I.D. & Buss, D.H. 1992. *Fruit and nuts*. First supplement to the 5e édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B., Welch. A.A. & Buss, D.H. 1992. *Vegetable dishes*. Second supplement to the 5e édition of McCance and Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Holland, B., Welch, A.A., Unwin, I.D., Buss, D.H., Paul, A.A. and Southgate, D.A.T. 1991. McCance and Widdowson's *The composition of foods*. 5e édition. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Hollman, P.C.H. & Katan, M.B. 1988. Bias and error in the determination of common macronutrients in foods: interlaboratory trial. *J. Am. Diet. Assoc.*, 88: 556–563.

Hollman, P.C.H. & Wagstaffe, P.J. 1990. BCR reference materials for major nutritional properties – intercomparison of methods. *In*W. Becker & S. Danfors, eds. *Proceedings of the 4th EUROFOODS Meeting*, pp. 154–155. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Hollman, P.C.H., Slangen, J.H., Wagstaffe, P.J., Faure, U., Southgate, D.A.T. & Finglas, P.M. 1993. Intercomparison of methods for the determination of vitamins in foods. Part 2. Water-soluble vitamins. *Analyst,* 118, 481–488.

Hood, R.L. 1975. A radiochemical assay for biotin in biological materials. *J. Sci. Food Agric.*, 26: 1847–1852.

Hoover, L.W. 1983a. Computerized nutrient data bases. I. Comparison of nutrient analysis systems. *J. Am. Diet. Assoc.*, 82: 501–505.

Hoover, L.W. 1983b. Computers in nutrition, dietetics and food service management: a bibliography. 2e édition. University of Missouri, Columbia, MO, Etats-Unis.

Hoover, L.W. & Perloff, B.P. 1983. Computerized nutrient data bases. II. Development of model for appraisal of nutrient data base capabilities. *J. Am. Diet. Assoc.*, 82: 506–508.

Hoover, L.W. & Perloff, B.P. 1984.*Model for review of nutrient data base capabilities*. 2e édition. University of Missouri-Columbia Printing Services, Columbia, MO, Etats-Unis.

Hoover, W.L., Melton, J.R. & Howard, P.A. 1971. Determination of iodide in feeds and plants by ion-selective electrode analysis. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 54: 760–763.

Hornig, D. 1972. Glass-fibre paper chromatography of ascorbic acid and related compounds. *J. Chromatogr.*, 71: 169–170.

Horn-Ross, P.L., Lee, M., John, E.M. & Koo, J. 2000. Source of phytoestrogens exposure among non-Asian women in California. *Cancer Causes and Control*, 11: 299–302.

Horn-Ross, P.L., Barnes, S., Kirk. M., Coward, L., Parsonnet, J. & Hiatt, R.A. 1997. Urinary phytoestrogen levels in young women from a multiethnic population. *Cancer Epidemiol. Biomarkers Prev.*, 6: 339–345.

Horwitz, W. 1976. The inevitability of variability. *J. Assoc. Off. Anal Chem.*, 59: 238–242.

Horwitz, W. 1990. Nomenclature for sampling in analytical chemistry (Recommendations 1990). *Pure Appl. Chem.*, 62: 1193–1208.

Horwitz, W. Kamps, L.R. & Boyer, K.W. 1980. Quality assurance in the analysis of foods and trace constituents. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 63(6): 1344–1354.

Horwitz, W., Cohen, S., Hankin, L., Krett, J., Perrin, C.H. & Thornburg, W. 1978. Analytical food chemistry. *In* S.L. Inhorn, ed. *Quality assurance practices for health laboratories*, pp. 545–646. American Public Health Association, Washington, DC, Etats-Unis.

House, S.D. 1997. Determination of total, saturated and monounsaturated fats in foodstuffs by hydrolytic extraction and gas chromatographic quantitation: collaborative study. *J. AOAC International*, 80(3): 555–563.

Huang, A.S., Tanudjaja, L. & Lum, D. 1999. Content of alpha-, beta-carotene, and dietary fiber in 18 sweetpotato varieties grown in Hawaii. *J. Food Compos. Anal.*, 12(2): 147–151.

Huang, J., Marshall, R.T., Anderson, M.E. & Charoen, C. 1976. Automated modified Lowry method for protein analysis of milks. *J. Food Sci.*, 41: 1219–1221

Hubbard, W.D., Sheppard, A.J., Newkirk, D.R. & Osgood, T. 1977. Comparison of various methods for the extraction of total lipids, fatty acids, cholesterol and other sterols from food products. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 54: 81–83.

Hudson, G.J. & Bailey, B.S. 1980. Mutual interference effects in the colorimetric methods used to determine the sugar composition of dietary fibre. *Food Chem.*, 5: 201–206.

Hudson, G.J., John, P.M.V. & Paul, A.A. 1980. Variation in the composition of Gambian foods: the importance of water in relation to energy and protein content. *Ecol. Food Nutr.*, 10: 9–17.

Hudson, G.J., John, P.J., Bailey, B.S & Southgate, D.A.T. 1976. The automated determination of carbohydrates. The development of a method for available carbohydrates and its application to foodstuffs. *J. Sci. Food Agric.*, 27: 681–687.

Hulshof, K.F.A.M., Beemster, C.J.M., Westenbrink, S. & Lowik, M.R.H. 1996. Reduction of fat intake in the Netherlands: the influence of food composition data. *Food Chem.,* 57: 67–70.

Hunt, W.H., Falk, D.W., Eldon, B. & Norris, K.H. 1977a. Collaborative study on infrared reflectance devices for the determination for the determination of protein and oil in soya beans. *Cereal Foods World*, 22: 534–536.

Hunt, D.C., Jackson, P.A., Mortlock, R.E. & Kirk, R.S. 1977b. Quantitative determination of sugars in foodstuffs by high-performance liquid chromatography. *Analyst*, 102: 917–920.

Hudson, G.J., John, P.M.V. & Paul, A.A. 1980. Variation in the composition of Gambian foods: the importance of water in relation to energy and protein content. *Ecol. Food Nutr.*, 10: 9–17.

Hutabarat, L.S., Greenfield, H. & Mulholland, M. 2000. Quantitative determination of isoflavones and coumestrol in soybean by column liquid chromatography. *J. Chromatogr. A.*, 886: 55–63.

Hutchison, G.I., Nga, H.H., Kuo, Y.L. & Greenfield, H. 1987. Composition of Australian foods. 36. Beef, lamb and veal offal. *Food Technol. Aust.*, 39: 223–237.

ICUMSA. 2004. International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (disponible sur le site http://web.unife.it/progetti/icumsa/index.htm).

ILSI. 2003. ILSI crop composition database (disponible sur le site http://www.cropcomposition.org/).

Inam, R. & Somer, G. 2000. A direct method for the determination of selenium and lead in cow's milk by differential pulse stripping voltammetry. *Food Chem.*, 69: 345–350.

Indyk, H.E. & Wollard, D.C. 1997. Vitamin K in milk and infant formulas. Determination of phylloquinone and menaquiinone-4. *Analyst,* 122: 465–469.

INFOODS. 2003. Le Réseau international des systèmes de données sur l'alimentation. (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/index_fr.stm). *Centres de données régionaux INFOODS* (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/data_fr.stm). *Projets techniques* (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/projects_fr.stm). *Projets techniques: Systèmes de nomenclature, de terminologie et de classification des aliments* (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/nomenclature_fr.stm).
Projets techiniques: Échange international de données sur la composition des aliments (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/interchange_fr.stm).

Ihnat, M. 1982. Application of atomic absorption spectrometry to the analysis of foodstuffs. *In* J.E. Cantle, ed. *Atomic absorption spectrometry*, pp. 139–220. Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam, Pays-Bas.

Ihnat, M. 1984. Atomic absorption and plasma atomic emission spectrometry. *In* K.K. Stewart & J.R. Whitaker, eds. *Modern methods of food analysis*, pp. 129–66. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

Inhorn, S.L., ed. 1978. *Quality assurance practices for health laboratories*. American Public Health Association, Washington, DC, Etats-Unis.

IPE. 2003. *The Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories* (disponible sur le site http://www.wepal.nl/wepal/ipe.htm).

Ireland, J.D. & Møller, A. 2000. Review of international food classification and description. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 529–538.

IRMM. 2003. Institute for Reference Materials and Measurements (disponible sur le site http://www.irmm.jrc.be/ [follow the prompts to catalogue, food & agriculture]).

Irreverre, F. & Sullivan, M.X. 1941. A colorimetric test for vitamin K_1. *Science*, 94: 497–498.

Isaac, R.A. & Johnson, W.C. 1976. Determination of total nitrogen in plant tissue, using a block digester. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 59: 98–100.

Isaksson, B. 1980. Urinary nitrogen output as a validity test in dietary surveys. *Am. J. Clin. Nutr.*, 33: 4–5.

Isherwood, S.A. & King, R.T. 1976. Determination of calcium, potassium, chlorine, sulphur and phosphorus in meat and meat products by X-ray fluorescence spectroscopy. *J. Sci. Food Agric.*, 27: 831–837.

ISO (Organisation Internationale de normalisation). 2003. (Page principale disponible sur le site en anglais sur le site http://www.iso.ch/iso/en/ISOOnline.frontpage et en français sur le site http://www.iso.ch/iso/fr/ISOOnline.frontpage)
ISO 5725 series. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 1: Principes généraux et définitions
ISO 7870.Cartes de contrôle - Principes généraux et introduction à l'emploi
ISO 8466-1. Qualité de l'eau - Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance - Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage
ISO 9000. Compendium. International standards for quality management.
ISO 9000. Quality management and quality assurance standards. Guidelines for selection and use.
ISO 9000:2000. Systèmes de management de la qualité - Principes essentiels et vocabulaire.
ISO 9000-3:1997. *Normes pour le management de la qualité et l'assurance de la qualité - Partie 3: Lignes directrices pour l'application de l'ISO 9001:1994 au développement, à la mise à disposition, à l'installation et à la maintenance du logiciel.*
ISO 9000-4:1993.*Normes pour la gestion de la qualité et l'assurance de la qualité - Partie 4: Guide de gestion du programme de sûreté de fonctionnement*
ISO 9004. Quality management and quality system elements.
ISO 9004:2000. *Systèmes de management de la qualité - Lignes directrices pour l'amélioration des performances*
ISO Guide 49. Guidelines for the development of a quality manual for testing laboratories.
ISO-IEC Guide 51.*Aspects liés à la sécurité - Principes directeurs pour les inclure dans les normes.*

IUPAC. 1979. *Standard method for the analysis of oils, fats and their derivatives.* International Union of Pure and Applied Chemistry. Pergamon Press, Oxford, Royaume-Uni.

Iyengar, G.V., Tanner, J.J., Wolf, W.R. & Zeisler, R. 1987. Preparation of a mixed diet reference material for the determination of nutrient elements, selected toxic elements, and organic nutrients. A preliminary report. *Sci. Total Env.*, 62: 235–252.

Jacobs, D.R., Elmer, P.J., Gordon, D., Hall, Y. & Moss, D. 1985. Comparison of nutrient calculation systems. *Am. J. Epidemiol.*, 121: 580–592.

Jakob, E. & Elmadfa, I. 1996. Application of a simplified HPLC assay for determination of phylloquinone vitamin K_1. in animal and plant food items. *Food Chem.*, 56: 87–91.

James, W.P.T., Bingham, S.A. & Cole, T.J. 1981. Epidemiological assessment of dietary intake. *Nutr. Cancer*, 2: 203–212.

Jay, J.M. 1984. Microbiological assays. *In* K.K. Stewart & J.R. Whitaker, eds. *Modern methods of food analysis*, pp. 227–263. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

Jekel, A.A., Vaessen, H.A.M.G. & Schothorst, R.C. 1998. Capillary gas chromatographic method for determining non-derivatised sterols – some results of analysing duplicate 24-h-diet samples collected in 1994. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 360: 595–600.

Jelliffe, D.B. & Jelliffe, E.F.P. 1989. *Community nutritional assessment.* Oxford University Press, Oxford, Royaume-Uni.

Jones, D.B. 1931; updated in 1941. *Factors for convening percentages of nitrogen in foods and feeds into percentages of proteins.* United States Department of Agriculture Circular No. 183, Washington, DC, Etats-Unis.

Jones, D.B., Munsey, V.E. & Walker, L.E. 1942. Report of Committee on Protein Factors. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 25: 118–120.

Jonker, D., Van der Hoek, G.D., Glatz, J.F.C., Homan, C., Posthumus, M.A. & Katan, M.B. 1985. Combined determination of free, esterified and glycosilated plant sterols in foods. *Nutr. Rep. Int.*, 32: 943–951.

Joslyn, M. 1970. *Methods in food analysis.* 2e édition. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Journal of Food Composition and Analysis. 2000. Special Issue: 3rd International Food Data Conference 13, 4. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Journal of Food Composition and Analysis. 2001. Special Issue: 24th National Nutrient Databank Conference 14, 3. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Journal of Food Composition and Analysis. 2002. Special Issue: 4th International Food Data Conference 15, 4. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Journal of Food Composition and Analysis. 2003a. Guide for authors (disponible sur le site http://www.elsevier.com/locate/issn/08891575).

Journal of Food Composition and Analysis. 2003b. Special Issue: 26th National Nutrient Databank Conference 16, 3. Elsevier, Londres, Royaume-Uni.

Journal of the American Dietetic Association. 2003 (disponible sur le site http://www.adajournal.org).

Kamman, J.F., Labuza, T.P. & Warthesen, J.J. 1980. Thiamin and riboflavin analysis by high performance liquid chromatography. *J. Food Sci.*, 45: 1497–1499, 1504.

Kane, P.F. 1987. Comparison of HgO and CuSO4/TiO2 as catalysts in manual Kjeldahl digestion for determination of crude protein in animal feed: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70: 907–911.

Karkeck, J. 1976. *Proceedings of the (First) National Nutrient Databank Conference*. Seattle, WA, Etats-Unis.

Karlstrom, B., Asp, N.-G., Torelm, I. & Vessby, B. 1988. Comparison between calculations and chemical analyses of nutrients in three different seven-day menus with special reference to dietary fibre. *In* B. Karlstrom. *Dietary treatment of type 2 diabetes mellitus*. Uppsala University. (thesis)

Keating, R.W. & Haddad, P.R. 1982. Simultaneous determination of ascorbic acid and dehydroascorbic acid by reversed-phase ion-pair high-performance liquid chromatography with pre-column derivatisation. *J. Chromatogr.*, 245: 249–255.

Keely, P.B., Martinsen, C.S., Hunn, E.S. & Norton, H.H. 1982. Composition of native American fruits in the Pacific Northwest. *J. Am. Diet. Assoc.*, 81: 568–572.

Kennedy, G., Burlingame, B. & Nguyen, N. 2003. Nutritional contribution of rice and impact of biotechnology and biodiversity in rice-consuming countries. *Proceedings of the 20th Session of the International Rice Committee*, Bangkok, Thailand, pp. 59–69. Rome, FAO.

Kennedy, G. & Burlingame, B. 2003. Analysis of food composition data on rice from a plant genetic resources perspective. *Food Chem.*, 80: 589-596.

Khachik, F., Beecher, G.R., Goli, M.B. & Lusby, W.R. 1992. Separation and quantification of carotenoids in foods. In L. Packer, ed. *Methods of enzymology, carotenoids*, pp. 347–359. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Khayat, A. 1974. Rapid moisture determination in meat by gas chromatography. *Can. Inst. Food Sci. Technol. J.*, 7: 25–28.

Khayat, A., Redenz, P.K. & Gorman, L.A. 1982. Quantitative determination of amino acids in foods by high-pressure liquid chromatography. *Food Technol.*, 36: 46–50.

King, R.D., ed. 1978. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 1. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

King, R.D., ed. 1980. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 2. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

King, R.D., ed. 1984. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 3. Applied Science Publishers, Royaume-Uni.

King, R.A. & Bignell, C.M. 2000. Concentrations of phytoestrogens and their glycosides in Australian soya beans and soya foods. *Aust. J. Nutr. Diet.*, 57: 70–78.

King-Brink, M. & Sebranek, J.G. 1993. Combustion method for determination of crude protein in meat and meat products: collaborative study. *J. AOAC International*, 76(4): 787–793.

Kinsella, J.E., Posati, L., Weihrauch, J. & Anderson, B. 1975. Lipids in foods: problems and procedures in collating data. *CRC Crit. Rev. Food Technol.* 5: 299–324.

Kirchhoff, E. 2002. Online-publication of the German food composition table "Souci-Fachmann-Kraut" on the Internet. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 465–472.

Kirk, J.R. & Ting, N. 1975. Fluorometric assay for total vitamin C using continuous flow analysis. *J. Food Sci.*, 40: 463–466.

Kjeldahl, J. 1883. A new method for the determination of nitrogen in organic matter. *Z. Anal. Chem.,* 22: 366.

Kjellevolde-Malde, M., Bjorvatn, K. & Julshamn, K. 2001. Determination of fluoride in foods by the use of alkali fusion and fluoride ion-selective electrode. *Food Chem.*, 73: 373–379.

Klapper, D.C. 1982. New low-cost fully automated amino acid analyses using gradient HPLC. *In* M. Elzinga, ed. *Methods in protein sequence analysis*. Vol. 25, pp. 509–515. Humana Press, Clifton, NJ, Etats-Unis.

Klensin, J.C. 1987. Systems considerations in the design of INFOODS. *In*W.M. Rand, C.T. Windham, B.W. Wyse & V.R. Young, eds. *Food composition data: a user's perspective*, pp. 212–223. United Nations University Press, Tokyo, Japon.

Klensin, J.C. 1992. *INFOODS: food composition data interchange handbook*. United Nations University Press, Tokyo, Japon.

Klensin, J.C., Feskanich, D., Lin, V., Truswell, A.S. & Southgate, D.A.T. 1989. *Identification of food components for INFOODS data inter-change*. United Nations University Press, Tokyo, Japon.

Klump, S.P., Allred, M.C., MacDonald, J.L. & Ballam, J.M. 2001. Determination of isoflavones in soy and selected foods containing soy by extraction, saponification, and liquid chromatography: collaborative study. *J. AOAC International*, 84: 1865–1883.

Kodicek, E. & Lawson, D.E.M. 1967. Vitamin D. *In*W.H. Sebrell & R.S. Harris, eds. *The vitamins*. 2e édition, Vol. 3, pp. 211–244. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Koivistoinen, P.E., Asp, N.-G., Englyst, H.N., Hudson, G.J., Hyvonen, L., Kalloi, H. & Salo-Väänänen, P.P. 1996. Memorandum on terms, definitions and analytical procedures of protein, fat and carbohydrate in foods for basic composition data, issues and recommendations. *Food Chem.*, 57: 33–35.

Koivu, T., Piironen, V., Lampi, A-M. & Mattila, P. 1999. Dihydrovitamin K_1 in oils and margarines. *Food Chem.*, 64: 411–414.

Kolthoff, I.M. & Elving, P.J. 1978. *Treatise on analytical chemistry*. Part I. Theory and practice. 2e édition. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Konig, J. 1878. *Chemie der menschlichen Nahrungs- und Genussmittel*. Berlin, Springer.

Koshy, K.T. 1982. Vitamin D: an update. *J. Pharm. Sci.*, 71: 137-153.

Kovacs, M.I.P., Anderson, W.E. & Ackman, R.G. 1979. A simple method for the determination of cholesterol and some plant sterols in fishery-based products. *J. Food Sci.*, 44: 1299–1305.

Kramer, A. & Twigg, B.A. 1970. *Fundamentals of quality control for the food industry*. 3e édition, Vol. 1. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

Krane, W. 1989. *Fish: five-language dictionary of fish, crustaceans, and molluscs*. Osprey Books, Huntington Station, New York, Etats-Unis.

Kuhnlein, H.V., Calloway, D.H. & Harland, B.F. 1979. Composition of traditional Hopi foods. *J. Am. Diet. Assoc.*, 75: 37–41.

Kuhnlein, H.V., Chan, H.M., Leggee D. & Barthet, V. 2002. Macronutrient, mineral and fatty acid composition of Canadian Arctic traditional food. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 545–566.

Kumar, S., Aalbersberg, W., English, R.M. & Ravi, P. 2001. *Pacific Island foods.* Vol. 2. *Nutrient composition of some Pacific Island foods and the effect of earth-oven cooking.* IAS Technical Report 2001/1. Institute of Applied Sciences and The Department of Chemistry, University of the South Pacific.

Lahély, S., Bergaentzlé, M. & Hasselmann, C. 1999. Fluorimetric determination of niacin in foods by high-performance chromatography with post-column derivatization. *Food Chem.*, 65(1): 129–133.

Lahély, S., Ndaw, S., Arella, F. & Hassellman, C. 1999. Determination of biotin in foods by high-performance liquid chromatography with post-column derivatization and fluorimetric detection. *Food Chem.*, 65(2): 253–258.

Lakin, A.L. 1978. Determination of nitrogen and estimation of protein in foods. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques.* Vol. 1, pp. 43–74. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Landry, J. & Delhave, S. 1993. The tryptophan contents of wheat, maize and barley grains as a function of nitrogen content. *Cereal Chem.*, 18: 259–266.

Langsford, W.A. 1979. A food and nutrition policy. *Food Nutr. Notes Rev.*, 36: 100–103.

LATINFOODS. 2000. *Tabla de composición de alimentos de América Latina* (disponible sur le site http://www.rlc.fao.org/bases/alimento/default.htm).

LATINFOODS. 2003. *Tabla de composición de alimentos de América Latina* (disponible sur le site http://www.inta.cl/latinfoods/default.htm).

Lee, J.W.S. & Latham, S.D. 1976. Rapid moisture determination by a commercial-type microwave oven technique. *J. Food Sci.*, 41: 1487.

Lee, R.D., Nieman, D.C. & Rainwater, M. 1995. Comparison of eight microcomputer dietary analysis programs with the USDA Nutrient Data Base for Standard Reference. *J. Am. Diet. Assoc.,* 95: 858–867.

Lee, C.Y., Shallenberger, R.S. & Vittum, M.T. 1970. Free sugars in fruits and vegetables. *NY Food Life Sci. Bull. Food Sci. Tech.*, 1: 1–12.

Leung, J., Fenton, T.W., Mueller, M.M. & Clandinin, D.R. 1979. Condensed tannins of rapeseed meal. *J. Food Sci.*, 44: 1313–1316.

Li, B.W., Schumann, P.J. & Wolf, W.R. 1985. Chromatographic determinations of sugars and starch in a diet composite reference material. *J. Agric. Food Chem.*, 33: 531–536.

Lichon, M.J. & James, K.W. 1990. Homogenization methods for analysis of foodstuffs. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 73: 820–825.

Liggins, J., Grimwood, R. & Bingham, S.A. 2000. Extraction and quantification of lignan phytoestrogens in food and human samples. *Anal. Biochem.*, 287: 102–109.

Lindner, K. & Dworschak, E. 1966. Für Serienuntersuchungen geeignete flammenphotometrische Methode zur Bestimmung von Kalium, Natrium, Calcium und Magnesium in Lebensmitteln. *Z. Lebensmitt. Unters. Forsch.*, 131: 207–215.

Linussen, E.E.I., Sanjur, D. & Erikson, E.C. 1974. Validating the 24 hr recall method as a dietary survey tool. *Arch. Latinoam. Nutr.*, 24: 227–294.

Litchfield, C. 1972. *Analysis of triglycerides*. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Livesey, G. 1984. The energy equivalents of ATP and the energy value of food proteins and fats. *Br. J. Nutr.*, 51: 15–28.

Livesey, G. 1991. The energy value of carbohydrate and "fibre" for man. *Proc. Nutr. Soc. Aust.*, 16: 79–87.

Livesey, G. 2001. A perspective on foods energy standards for nutritional labelling. *Br. J. Nutr.*, 85: 271–287.

Louekari, K. 1990. Estimation of heavy metal intakes based on household survey. *Näringforskning* , 34: 107–112.

Lowry, G.H., Rosenbraugh, R.J., Farr, A.L. & Randall, R.J. 1951. Protein measurements with the Folin phenol reagent. *J. Biol. Chem.*, 193: 263–275.

Lupien, J.R. 1994. The FAO food composition initiative. *Food, Nutrition and Agriculture,* 12: 2–5.

Macdiarmid, J. & Blundell, J. 1998. Assessing dietary intake: who, what and why of under-reporting. *Nutrition Research Reviews,* 11: 231–253.

Machlin, L.J., ed. 1984. *Handbook of vitamins.*, Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Macrae, R., ed. 1982. *HPLC in food analysis*. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Madden, J.P., Goodman, S.J. & Guthrie, H.A. 1976. Validity of the 24-hr recall. *J. Am. Diet. Assoc.*, 68: 143–147.

MAFF. 1997. *Determination of 25-OH vitamin D in selected foodstuffs*. Food Surveillance Information Sheet No. 101. Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, Londres, Royaume-Uni.

MAFF. 1998. *Fatty acids*. Seventh supplement to the 5e édition of McCance & Widdowson's *The composition of foods*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Makinson, J.H., Greenfield, H., Wong, M.L. & Wills, R.B.H. 1987. Fat uptake during deep-fat frying of coated and uncoated foods. *J. Food Compos. Anal.*, 1: 93–101.

Makower, B. & Nielsen, E. 1948. Use of lyophilization in determination of moisture content of dehydrated vegetables. *Anal. Chem.*, 20: 856–859.

Mandel, J. & Nanni, L.F. 1978. Measurement evaluation. *In* S.L. Inhorn, ed. *Quality assurance practices for health laboratories,* pp. 209–272. American Public Health Association. Washington, DC, Etats-Unis.

Manes, J.D., Fluckiger, H.B. & Schneider, D.L. 1972. Chromatographic analysis of vitamin K_1: application to infant formula products. *J. Agric. Food Chem.*, 20: 1130–1132.

Mangels, A.R., Holden, J.M., Beecher, G.R., Forman, M.R. & Lanza, E. 1993. Carotenoid content of fruits and vegetables: an evaluation of analytic data. *Amer. J. Diet. Assoc.*, 93: 284–296.

Mann, N.J., Sinclair, A.J., Percival, P., Lewis, J.L., Meyer, B.J. & Howe, P.R.C. 2003. Development of a database of fatty acids in Australian foods. *Nutr. Diet.*, 60: 42–45.

Margetts, B.M. & Nelson, M., eds. 1997. *Design concepts in nutritional epidemiology.* 2e édition. Oxford University Press, Oxford, Royaume-Uni.

Margolis, S.A., ed. 1982. *Reference materials for organic nutrient measurement.* National Bureau of Standards. Washington, DC, Etats-Unis.

Marr, J.W. 1971. Individual dietary surveys: purposes and methods. *World Rev. Nutr. Diet.*, 13: 105–264.

Marshall P.A. & Trenerry V.C. 1996. The determination of nitrite and nitrate in foods by capillary ion electrophoresis. *Food Chem.*, 57(2): 339-345.

Masson, L. 2000. LATINFOODS: food composition activities in Latin American countries, 1997–1999. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 685–688.

Matschiner, J.T. & Taggart, W.V. 1967. Separation of vitamin K and associated lipids by reversed-phase partition column chromatography. *Anal. Biochem.*, 18: 88–93.

Mattila, P., Piironen, V., Uusi-Rauva, E. & Koivistoinen, P. 1993. Determination of 25-hydroxycholecalciferol in egg yolk by HPLC. *J. Food Compos. Anal.*, 5: 281–290.

Mattila, P., Piironen, V.I., Uusi-Rauva, E.J. & Koivistoinen, P.E. 1994. Vitamin D contents in edible mushrooms. *J. Agric. Food Chem.*, 42: 2449–2453. **Mattila, P.H., Piironen, V.I., Uusi-Rauva, E.J. & Koivistoinen, P.E.** 1995. Contents of cholecalciferol, ergocalciferol, and their 25-hydroxylated metabolites in milk products and raw meat and liver as determined by HPLC. *J. Agric. Food Chem.*, 43: 2394–2399.

Maxon, E.D. & Rooney, L.W. 1972. Evaluation of methods for tannin analysis in sorghum grain. *Cereal Chem.*, 49: 719–728.

Mazur, L.P., Fotsis, T., Wahala, K., Ojala, S., Salakka, A. & Adlercreutz, H. 1996. Isotope dilution gas chromatographic-mass spectrometric method for determination of isoflavonoids, coumestrol and lignans in food samples. *Anal. Biochem.*, 233: 169–180.

McCance, R.A. & Lawrence, R.D. 1929. *The carbohydrate content of foods.* Med. Res. Coun. Spec. Rep. Ser. No. 135. His Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCance, R.A. & Shipp, H.L. 1933. *The chemistry of flesh foods and their losses on cooking.* Med. Res. Coun. Spec. Rep. Ser. No. 187. His Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCance, R.A. & Widdowson, E.M. 1940 *The chemical composition of foods.* Med. Res. Coun. Spec. Rep. Ser. No. 235. His Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCance, R.A. & Widdowson, E.M. 1946. *The chemical composition of foods*. 2e édition. Med. Res. Coun. Spec. Rep. Ser. No.235. His Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCance, R.A & Widdowson, E.M. 1960. *The composition of foods*. 3e édition. Spec. Rep. Ser. No. 297. Her Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCance, R.A., Widdowson, E.M. & Shackleton, L.R.B. 1936. *The nutritive value of fruits, vegetables and nuts*. Med. Res. Coun. Spec. Rep. Ser. No. 213. His Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

McCann, A., Pennington, J.A.T., Smith, E.C., Holden, J.M., Soergal, D. & Wiley, R.C. 1988. FDA's factored food vocabulary for food product description. *J. Am. Diet. Assoc.*, 88: 336–341.

McCleary, B.V. & Prosky, L., eds. 2001. *Advanced dietary fibre technology*. Blackwell Science, Oxford, Royaume-Uni.

McCollum, E.V. 1957. *A history of nutrition*. Houghton Mifflin Co., Boston, MA, Etats-Unis.

McCrae, J.E. & Paul, A.A. 1979. *Foods of rural Gambia*. Cambridge, UK and Keneba, The Gambia, MRC Dunn Nutrition Unit.

McCrae, J.E. & Paul, A.A. 1996. *Foods of rural Gambia*. 2e édition. The Gambia, MRC Dunn Nutrition Unit, Cambridge, Royaume-Uni and Keneba.

McCullough, M.L., Karanja, N.M., Lin, P.H., Obarzanek, E., Phillips, K.M., Laws, R.L., Vollmer, W.M., O'Connor, E.A., Champagne, C.M. & Windhauser, M.M. 1999. Comparison of 4 nutrient databases with chemical composition data from the Dietary Approaches to Stop Hypertension trial. DASH Collaborative Research Group. *J. Am. Diet. Assoc.,* 99 (Suppl. 8): S45–53.

McDowell, M. 1993. Brand information collection in NHANES III: What are the issues to consider? *18th National Nutrient Databank Conference Proceedings*, pp. 83–85.

McGovern, G. 1977. *US Senate Select Committee on Nutrition and Human Needs. Dietary Goals for the United States*. United States Government Printing Office, Washington, DC, Etats-Unis.

McKinstry, P.J., Indyl, H.E. & Kim, N.D. 1999. The determination of major and minor elements in milk and infant formula by slurry nebulisation and inductively coupled plasma-optical emission spectrometry ICP-OES. *Food Chem.*, 65(2): 245–252.

McKnight, G.S. 1977. A colorimetric method for the determination of submicrogram quantities of protein. *Anal. Biochem.*, 78: 86–92.

McMurray, C.H., Blanchflower, W.J. & Rice, D.A. 1980. Influences of extraction techniques on determination of ⟨-tocopherol in animal feedstuffs. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 63: 1258–1261.

Meagher, L.P., Beecher, G.R., Flanagan, V.P. & Li, B.T. 1999. Isolation and characterisation of lignans, isolariciresinol, and pinoresinol, in flaxseed meal. *J. Agric. Food Chem.*, 47: 3173–3180.

Mergregian, S. 1954. Rapid spectrophotometric determination of fluoride with zirconium-eriochrome cyanine R Lake. *Anal. Chem.*, 26: 1161–1166.

Merken, H.M. & Beecher, G.R. 2000. Liquid chromatographic method for the separation and quantification of prominent flavonoid aglycones. *J. Chromatogr.*, A897: 177–184.

Merrill, A.L. & Watt, B.K. 1955. *Energy value of foods, basis and derivation.* Agric. Handbook. No. 74. United States Department of Agriculture, Washington, DC, Etats-Unis.

Miles, C., Hardison, N., Weihrauch, J.L., Prather, E., Berlin, E. & Bodwell, C.E. 1984. Heats of combustion of chemically different lipids. *J. Am. Diet. Assoc.*, 84: 659–664.

Miles, C.W., Hardison, N., Weihrauch, J.L., Bodwell, C.E. & Prather, E.S. 1982. Heats of combustion of fats from foods containing chemically different lipids. Abst. No. 769. *Fed. Proc. Fed. Am. Soc. Exp. Biol.*, 41: 401.

Miller, D.S. & Judd, P.A. 1984. The metabolisable energy value of foods. *J. Sci. Food Agric.*, 35: 111–116.

Miller, D.S. & Payne, P.R. 1959. A ballistic bomb calorimeter. *Br. J. Nutr.*, 13: 501–508.

Ministry of Health. 1996. New Zealand. National Plan of Action for Nutrition (available at http://www.moh.govt.nz/moh.nsf/49ba80c00757b8804c256673001d47d0/4fec8d0ae16a818f4c256671001eb88b?OpenDocument).

Mitsuhashi, T. & Kaneda, Y. 1990. Gas chromatographic determination of total iodine in foods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 73: 790–792.

Møller, A. & Ireland, J. 2000a. *LanguaL 2000. Documentation of changes from version 0.* Cost report EUR 19541. European Commission, Luxembourg.

Møller, A. & Ireland, J. 2000b. *LanguaL 2000 – The LanguaL thesaurus.* Report by the COST Action 99 – EUROFOODS Working Group on Food Description, Terminology and Nomenclature, Report No. EUR 19540. European Commission, Luxembourg.

Monro, J.A. & Burlingame, B.A. 1996. Carbohydrates and related food components: INFOODS tagnames, meanings and uses. *J. Food Compos. Anal.*, 9: 100–118.

Moore, S. & Stein, W.H. 1948. Photometric ninhydrin method for use in the chromatography of amino acids. *J. Biol. Chem.*, 176: 367–388.

Morgan, K.J. 1980. *Proceedings of the Fifth National Nutrient Databank Conference.* East Lansing, MI, Etats-Unis.

Morrison, I.M. 1972a. A semi-micro method for the determination of lignin and its use in predicting the digestibility of forage crops. *J. Sci. Food Agric.*, 23: 455–463.

Morrison, I.M. 1972b. Improvements in the acetyl-bromide technique to determine lignin and digestibility and its application to legumes. *J. Sci. Food Agric.*, 23: 1463–1469.

Munro, H.N. & Fleck, A. 1966. Recent developments in the measurement of nucleic acids in biological materials. *Analyst*, 91(79): 78–88.

Murphy, J. & Cashman, K. 2001. Selenium content of a range of Irish foods. *Food Chem.*, 74: 493–498.

Murphy, P.A., Song, T., Buseman, G. & Barua, K. 1997. Isoflavones in soy-based infant formulas. *J. Agric. Food Chem.*, 45: 4635–4638.

Murphy, S.P. 2002. Dietary reference intakes for the U.S. and Canada: update on implications for nutrient databases. *J. Food Compos. Anal.*, 15(4): 411–417.

Murphy, E.W., Watt, B.K. & Rizek, R.L. 1974. US Department of Agriculture Nutrient Data Bank. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 57: 1198–1204.

Ndaw, S., Bergaentzle, M., Aoude-Werner, D. & Hasselmann, C. 2000. Extraction procedures for the liquid chromatographic determination of thiamin, riboflavin and vitamin B_6 in foodstuffs. *Food Chem.*, 71: 129–138.

Nelson, M. 2000. Methods and validity of dietary assessment. *In* J.S. Garrow, W.P.T. James & A. Ralph, eds. *Human nutrition and dietetics.* 10e édition, pp. 311–331. Churchill Livingstone, Edinburgh, Royaume-Uni.

Ngeh-Ngwainbi, J., Lin, J. & Chandler, A. 1997. Determination of total, saturated, unsaturated, and monounsaturated fats in cereal products by acid hydrolysis and capillary gas chromatography. *J. AOAC International,* 80: 359–372.

Nield, C.H., Russell, W.C. & Zimmerli, A. 1940. The spectrophotometric determination of vitamins D_2 and D_3. *J. Biol. Chem.*, 136: 73–79.

Nielsen, S.S. 1998. *Food analysis.* 2e édition. Aspen Publishers, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

NIST. 2003a. *Standard reference materials* (disponible sur le site http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/232/232.htm).

NIST. 2003b. *NIST reference on constants, units, and uncertainty* (disponible sur le site http://physics.nist.gov/cuu/Units/index.html).

Noll, J.S., Simmonds, D.H. & Bushuk, W.C. 1974. A modified biuret reagent for the determination of protein. *Cereal Chem.*, 52: 610–616.

Nutrition and Dietetics. 2003. Guidelines for authors submitting manuscripts (disponible sur le site http://www.ajnd.org.au/Guidelines.html).

Nutrition Society of Malaysia. 2003. Malaysian foods composition database (disponible sur le site http://www.nutriweb.org.my/searchfood.php).

OECD. 1992. *The OECD principles of good laboratory practice.* Environment Monograph 45. Paris, Organisation for Economic Co-operation and Development.

OECD. 1999. *OECD Series on Principles of GLP and Compliance Monitoring Number 4 (Revised). Quality assurance and GLP* (disponible sur le site http://www.olis.oecd.org/olis/1999doc.nsf/LinkTo/env-jm-mono(99)20).

Office of Research Integrity. 1998. Commission makes recommendations to safeguard good scientific practice. *ORI Newsletter*, 6(3): 9–10 (disponible sur le site http://ori.dhhs.gov/html/publications/newsletters.asp).

Office of Science and Technology. 1998. *Safeguarding good scientific practice.* A joint statement by the Director General of the Research Councils and the Chief Executives

of the UK Research Council. Issued 18 décembre 1998 (disponible sur le site http://www2.ost.gov.uk/research/councils/safe.htm).

Oh, H.I. & Hoff, J.E. 1979. Fractionation of grape tannins by affinity chromatography and partial characterisation of the fractions. *J. Food Sci.*, 44: 87–89.

O'Keefe, L.S. & Warthesen, J.J. 1978. A high pressure liquid chromatographic method for determining the stability of free methionine in methionine-fortified food systems. *J. Food Sci.*, 43: 1297–1300.

Oles, P., Gates, G., Kensinger, S., Patchell, J., Schumacher, D., Showers, T. & Silcox, A. 1990. Optimization of the determination of cholesterol in various food matrixes. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 73: 724–728.

OMC. 1998a. *Accord sur l'application des mesures sanitaires et phytosanitaires.* Genève, Suisse, Organisation mondiale du commerce (disponible sur le site http://www.wto.org/english/res_e/booksp_e/agrmntseries4_sps_e.pdf et http://www.wto.org/french/docs_f/legal_f/15-sps.pdf).

OMC. 1998b.Accord sur les obstacles techniques au commerce. Genève, Suisse, Organisation mondiale du commerce (disponible sur le site http://www.wto.org/french/docs_f/legal_f/17-tbt.pdf)

Osborne, B.G. & Fearn, T. 1983. Collaborative evaluation of near infrared reflectance analysis for the determination of protein, moisture and hardness in wheat. *J. Sci. Food Agric.*, 34: 1011–1017.

Osborne, D.R. & Voogt, P. 1978. *The analysis of nutrients in food.* Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Paech, K. 1956. General procedures and methods of preparing plant materials. *In* K. Paech & M.V. Tracey. *Modern methods of plant analysis.* Vol. 1, pp. 1–25. Springer-Verlag, Berlin, Allemagne.

Paquot, C. & Hautfenne, A., eds. 1987. *Standard methods for the analysis of oils, fats and their derivatives.* 7e édition and supplements. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). Blackwell Science Publications, Oxford, Royaume-Uni.

Parkany, M., ed. 1995. *Quality assurance and TQM for analytical laboratories.* Proceeding of the 6th International Symp. on the Harmonization of the role of Laboratory Quality Assurance in relation to Total Quality Management (TQM), décembre 1995, Melbourne, Australia. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Parrish, D.B. 1980. Determination of vitamin E in foods – a review. *CRC Crit. Rev. Food Sci. Nutr.*, 13: 161–187.

Patton, G.M., Fasulo, J.M. & Robbins, J.C. 1990a. Analysis of lipids by high performance chromatography. Part I. *Meth. Nutr. Biochem.*, 1: 493–500.

Patton, G.M., Fasulo, J.M. & Robbins, J.C. 1990b. Analysis of lipids by high performance chromatography. Part II. Phospholipids. *Meth. Nutr. Biochem.*, 1: 549–556.

Paul, A.A. 1969. The calculation of nicotinic acid equivalents and retinol equivalents in the British diet. *Nutrition (Londres)*, 23: 131–136.

Paul, A.A. 1977. *Changes in food composition. Effects of some newer methods of production and processing*. BNF Bulletin No. 21: 173–186.

Paul, A.A. 1983. Food composition and the use of food composition tables. *In* B. Schurch, ed. *Nutrition education in Third World communities*, pp. 82–99. Nestlé Foundation Publication Series. Vol. 3. Bern, Hans Huber.

Paul, A.A. & Southgate, D.A.T. 1970. Revision of "The composition of foods": some views of dieticians. *Nutrition (Londres)*, 24: 21–24.

Paul, A.A. & Southgate, D.A.T. 1977. A study on the composition of retail meat: dissection into lean, separable fat and inedible portion. *J. Hum. Nutr.*, 31: 259–272.

Paul, A.A. & Southgate, D.A.T. 1978. *McCance and Widdowson's The composition of foods*. 4e édition. Her Majesty's Stationery Office, Londres, Royaume-Uni.

Paul, A.A. & Southgate, D.A.T. 1988. Conversion into nutrients. *In* M.W. Cameron & W.A. Van Staveren, eds. *Manual on methodology for food consumption studies*. Oxford University Press, Oxford, Royaume-Uni.

Pennington, J.A.T. 2001. Annotated bibliography on bioactive food components. National Institutes of Health. Unpublished PDF file available from jp157@nih.gov

Pennington, J.A.T. 2002. Food composition data bases for bioactive food components. *J. Food Compos. Anal.*, 15(4): 419–434.

Pennington, J.A.T. & Hernandez, T.B. 2002. Core foods of the US food supply. *Food Addit. Contam.,* 19: 246–271.

Pennington, J. & Stumbo, P., eds. 2004. Special issue: Joint 5th International Food Data Conference and 27th US National Nutrient Databank Conference. *J. Food Compos. Anal.*, 17 (en cours d'impression). Elsevier, Londres, Royaume-Uni.

Pennington, J.A.T., Hendricks, T.C., Douglas, J.S., Petersen, B. & Kidwell, J. 1995. International Interface Standard for Food Databases. *Food Additives Contaminants*, 12: 809–820.

Percy, P.F. & Vacquelin, N.L. 1818. Sur la qualité nutritive des aliments comparés entre eux. *Bull. Fac. med. Paris*, 6: 75–91.

Perissé, J. 1983. Heterogeneity in food composition table data. *FAO Food Nutr. Rev.*, 9: 14–17.

Perloff, B.P., ed. 1978. *Proceedings of the Third National Nutrient Databank Conference*. Arlington, VA, Etats-Unis.

Perloff, B.P. 1983. Nutrient data bases: availability, options and reliability. *Proceedings of the Eighth National Nutrient Databank Conference*. Minneapolis, MN, Etats-Unis.

Perloff, B. 1991. USDA's National Nutrient Databank. *Proceedings of 15th Nutrient Databank Conference*, pp. 11–17. Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, VA, Etats-Unis.

Perry, C.R., Beckler, D.G., Pehrsson, P. & Holden, J. 2000. A national sampling plan for obtaining food products for nutrient analysis. *Proceedings of the Annual Meeting of the American Statistical Association*, pp. 267–272. American Statistical Association, Alexandria, VA, Etats-Unis.

Peterson, W.R. & Warthesen, J.J. 1979. Total and available lysine determinations using high pressure liquid chromatography. *J. Food. Sci.*, 44: 994–997.

Petot, G. & Houser, H.B. 1979. *Proceedings of the Fourth National Nutrient Databank Conference*. Cleveland, OH, Etats-Unis.

Pettinati, J.D. & Swift, C.E. 1977. Collaborative study of accuracy and precision of the rapid determination of fat in meat products by Foss-Let method. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 60: 853–858.

Pfeiffer, S.L. & Smith, J. 1975. Nitrate determination in baby food, using the nitrate ion selective electrode. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 58: 915–919.

Philips, D.R. & Wright, A.J.A. 1982. Studies on the response of *Lactobacillus casei* to different folate monoglutamates. *Br. J. Nutr.*, 47: 183–189.

Phillips, D.R. & Wright, A.J.A. 1983. Studies on the response *of Lactobacillus casei* to folate vitamin in foods. *Br. J. Nutr.*, 49: 181–186.

Phillips, K.M., Tarrago-Trani, M.T. & Stewart, K.K. 1999. Phytosterol content of experimental diets differing in fatty acid composition. *Food Chem.*, 64: 415–422.

Piironen, V. & Koivu, T. 2000. Quality of vitamin K analysis and food composition data in Finland. *Food Chem.*, 68: 223–226.

Piironen, V., Koivu T., Tammisalo, O. & Mattila, P. 1997. Determination of phylloquinone in oils, margarines, and butter by high-performance liquid chromatography with electrochemical detection. *Food Chem.*, 59(3): 473–480.

Piironen, V., Syvaeoja, E.L., Varo, P., Salminen, K. & Koivistoinen, P. 1987. Tocopherols and tocotrienols in Finnish foods: vegetables, fruits and berries. *J. Agric. Food Chem.*, 34: 742–746.

Piironen, V., Varo, P., Syvaoja, E.L., Salminen, K. & Koivistoinen, P. 1984. Highperformance liquid chromatographic determination of tocopherols and tocotrienols and its application to diets and plasma of Finnish men. I. Analytical method. *Int. J. Vit. Nutr. Res.*, 54: 35–40.

Pomeranz, Y. & Meloan, C.E. 1978. *Food analysis: theory and practice*. 2e édition. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

Pomeranz, Y. & Moore, R.B. 1975. Reliability of several methods for protein determination in wheat. *Baker's Dig.*, 49: 44–58.

Pomeranz, Y., Moore, R.B. & Lai, F.S. 1977. Reliability of five methods for protein determination in barley and malt. *Am. Soc. Brew. Chem.*, 35: 86–93.

Posati, L.P., Kinsella, J.E. & Watt, B.K. 1975. Comprehensive evaluation of fatty acids in foods. III. Eggs and egg products. *J. Am. Diet. Assoc.*, 67: 111–115.

Price, K.R. & Fenwick, G.R. 1985. Naturally occurring oestrogens in foods – a review. *J. Food Addit. Contam.*, 2: 73–106.

Proctor, A. & Meullenet, J.-F. 1998. Sampling and sampling preparation. *In* S.S. Nielsen, ed. *Food analysis*. 2e édition. pp. 71–82. Aspen Publications, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Prosky, L., Asp, N.-G., Furda, I., DeVries, J.W., Schweizer, T.F. & Harland, B.F. 1984. Determination of total dietary fiber in foods, food products, and total diets: interlaboratory study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 67: 1044–1052.

Prosky, L., Asp, N.-G., Furda, I., DeVries, J.W., Schweizer, T.F. & Harland, B.F. 1985. Determination of total dietary fiber in foods and food products: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 68: 677–679.

Prosky, L., Asp, N.-G., Schweizer, T.F., DeVries, J.W. & Furda, I. 1988. Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in foods and food products: interlaboratory study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 71: 1017–1023.

Prosky, L., Asp. N.-G., Schweizer, T.F., DeVries, J.W. & Furda, I. 1992. Determination of insoluble and soluble dietary fiber in foods and food products: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 75: 360–367.

Pryde, A. & Gilbert, M.T. 1979. *Applications of high performance liquid chromatography*. Chapman and Hall, Londres, Royaume-Uni.

Punwar, J.K. 1975. Gas-liquid chromatographic determination of total cholesterol in multi-component foods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 58: 804–810.

Puwastien, P. 2000. Report: Food Composition Programme of ASEANFOODS 1995–1999. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 659–667.

Puwastien, P., Sungpuag, P. & Judprasong, K. 1999. *Interlaboratory study 1997–1998: development of food reference materials for nutrition labelling analytical quality control programme*. Institute of Nutrition, Mahidol University, Nakhon Pathom, Thaïlande.

Puwastien, P., Burlingame, B.A., Raroengwichit, M. & Sungpuag, P. 2000. *ASEAN food composition tables*. Institute of Nutrition, Mahidol University, Nakhon Pathom, Thaïlande.

Quigley, M.E. & Englyst, H.N. 1994. Determination of uronic acid constituents of non-starch polysaccharides. *Analyst*, 119: 1511–1518.

Quigley, M.E., Hudson, G.J. & Englyst, H.N. 1997. Determination of resistant short chain carbohydrates non-digestible oligosaccharides using gas-liquid chromatography. *Food Chem.*, 65: 381–390.

Quigley, R.J., Burlingame, B.A., Milligan, G.C. & Gibson, J.J. 1995. *Fats and fatty acids in New Zealand foods*. New Zealand Institute for Crop and Food Research, Public Health Commission, Palmerston North, Nouvelle-Zélande.

Rader, J.L., Weaver, C.M. & Angyal, G. 2000. Total folate in enriched cereal-grain products in the United States following fortification. *Food Chem.*, 70: 275–289.

Rand, W.M. & Young, V.R. 1983 International Network of Food Data Systems (INFOODS): report of a small international planning conference. *Food Nutr. Bull.*, 5: 15–23.

Rand, W.M., Pennington, J.A.T., Murphy, S.P. & Klensin, J.C. 1991. *Compiling data for food composition data bases*. United Nations University Press, Tokyo, Japon.

Rand, W.M., Windham, C.T., Wyse, B.W. & Young, V.R., eds. 1987. *Food composition data: a user's perspective*. United Nations University Press, Tokyo, Japon.

Rappoport, A.E., Gaulin, R.P., Smariga, J.A. & Taylor, W.R. 1978. Laboratories, facilities and services. *In* S.L. Inhorn, ed. *Quality assurance practices for health laboratories*, pp. 173–208. American Public Health Association, Washington, DC, Etats-Unis.

Rechigl, M., ed. 1982. *Handbook of nutritive value of processed food*. Vol. 1. Food for human use. CRC Press, Boca Raton, FL, Etats-Unis.

Rees, H.W., Donnahey, P.L. & Goodwin, T.W. 1976. Separation of C27, C28 and C29 sterols by reversed-phase high-performance liquid chromatography on small particles. *J. Chromatogr.*, 116: 281–291.

Reineccius, G.A. & Addis, P.B. 1973. Rapid analysis of moisture in meat by gas-liquid chromatography. *J. Food Sci.*, 38: 355.

Ribadeau-Dumas, B. & Grappin, R. 1989. Milk protein analysis. *Lait*, 69: 357–416.

Riboli, E. 1991. *European prospective study on nutrition, cancer and health*. Report of the pilot study, phase II (janvier 1990–février 1991) and Protocol of the Prospective Study. International Agency for Research on Cancer, Lyon, France.

Riboli, E. & Kaaks, R. 1997. The EPIC project, rationale and study design. *Inter. J. Epidemiology*, 26 (Suppl. 1): S5–S14.

Riboli, E., Hunt, K.J., Slimani, N., Ferrari, P., Norat, T., Fahey, M., Charrondiere, U.R., Hemon, B., Casagrande, C., Vignat, J., Overvad, K., Tjonneland, A., Clavel-Chapelon, F., Thiebaut, A., Wahrendorf, J., Boeing, H., Trichopoulos, D., Trichopoulou, A., Vineis, P., Palli, D., Bueno de Mesquita, H.B., Peeters, P.H.M., Lund, E., Engeset, D., Gonzalez, C.A., Barricarte, A., Berglund, G., Hallmans, G., Day, N.E., Key, T.J., Kaaks, R. & Saracci, R. 2002. European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition (EPIC): study populations and data collection. *Public Health Nutrition*, 5(6b): 1113–1124.

Ricketson, S. 1995. International and Australian copyright considerations in data and data compilations. *In* H. Greenfield, ed. *Quality and accessibility of food-related data.* Proceedings of the First International Food Data Base Conference, pp. 257–273. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Roberts, H.A. 1974. The statistics of nutrition sampling and analysis. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 57: 1181–1189.

Rodriguez-Amaya, D.B. 1989. Critical review of provitamin A determination in plant foods. *J. Micronutr. Anal.*, 5: 191–225.

Roe, J.H. & Kuether, C.A. 1943. The determination of ascorbic acid in whole blood and urine through the 2,4-dinitrophenyihydrazine derivative of dehydroascorbic acid. *J. Biol. Chem.*, 147: 399–407.

Rolando, B., Tonelli, D. & Girotti, S. 1980. Analysis of total phenols using the Prussian Blue method. *J. Agric. Food Chem.*, 28: 1236–1238.

Ronalds, J.A. 1974. Determination of the protein content of wheat and barley by direct alkaline distillation. *J. Sci. Food Agric.*, 25: 179–185.

Rose, R.C. & Nahrwold, D.L. 1981. Quantitative analysis of ascorbic and dehydroascorbic acid by high-performance liquid chromatography. *Anal. Biochem.*, 114: 140–145.

Rose-Sallin, C., Blake, C.J., Genoud, D. & Tagliaferri, E.G. 2001. Comparison of microbiological and HPLC-fluorescence detection methods for the determination of niacin in fortified food products. *Food Chem.*, 73: 473–480.

Rottka, H., Polenski, W. & Scherz, H. 1985. Review of food composition tables and nutrient data banks in Europe. 3.9 Federal Republic of Germany. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl. 1): 25–26.

Rowe, C.T. 1973. *Food analysis by atomic absorption spectroscopy*. Varian Techtron, Springvale, CA, Etats-Unis.

Royal Society. 1972. *Metric units, conversion factors and nomenclature in nutritional and food sciences*. Report of the subcommittee on metrication of the British National Committee for Nutritional Sciences. Londres, Royaume-Uni.

Sachs, R. 1959. Rejection of measurements. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 42: 741–748.

Sadler, G.D. & Murphy, P.A. 1998. pH and titratable acidity. *In* S.S. Nielsen, ed. *Food analysis*. 2e édition, pp. 99–117. Aspen Publishers, Gaithersburg, MD, Etats-Unis.

Salo-Väänänen, P.P. & Koivistoinen, P.E. 1996. Determination of protein in foods: comparison of net protein and crude protein (N · 6.25) values. *Food Chem.*, 57: 27–31.

Salvini, S., Gnagnarella, P., Parpinel, M.T., Boyle, P., Decarli, A., Ferraroni, M., Giacosa, A., La Vecchia, C., Negri, E. & Franceschi, S. 1996. The food composition database for an Italian food frequency questionnaire. *J. Food Compos. Anal.,* 9: 57–71.

Sandell, E.B. 1959. *Colorimetric determination of traces of metals*. 3e édition. Interscience Publishers, New York, Etats-Unis.

Sarwar, G. & Botting, H.G. 1993. Evaluation of liquid chromatographic analysis of nutritionally important amino acids in food and physiological samples. *J. Chromatogr. (Biomed. Applic.*), 615: 1–22.

Sawyer, R. 1984. Food composition and analytical accuracy. *In* G.G. Birch & K.J. Parker, eds. *Control of food quality and food analysis*, pp. 39–64. Elsevier Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Schakel, S.F. 2001. Maintaining a nutrient database in a changing marketplace: keeping pace with changing food products – a research perspective. *J. Food Compos. Anal.,* 14: 315–322.

Schlack, J.E. 1974. Quantitative determination of L-ascorbic acid by gas-liquid chromatography. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 57: 1346–1348.

Schlotke, F., Becker, W., Ireland, J., Møller, A., Ovaskainen, M.-L., Monspart, J. & Unwin, I. 2000. EUROFOODS recommendations for food composition database management and data interchange. *J. Food Compos. Anal.,* 13(4): 709–744.

Schubert, A., Holden, J.M. & Wolf, W.R. 1987. Selenium content of a core group of foods based on a critical examination of published analytical data. *Am. Diet. Assoc.*, 87: 285–296; 299.

Schüep, W. & Keck, E. 1990. Measurement of ascorbic acid and erythorbic acid in processed meats. *Z. Lebens. Unters. Forsch.*, 191: 290–292.

Schüep, W. & Steiner, K. 1988. Determination of vitamin B_2 in complete feeds and premixes with HPLC. In *Analytical methods for vitamins and carotenoids in feed*, pp. 30–32. Roche Publication 2101. Basel, Suisse.

Scott, K.J. 1992. Observations of some of the problems associated with the analysis of carotenoids in food by HPLC. *Food Chem.*, 45: 357–364.

Scott, K.J. & Hart, D.J. 1993. Further observations on problems associated with the analysis of carotenoids by HPLC 2. Column temperature. *Food Chem.*, 47: 403–405.

Scott, K.J., Finglas, P.M.F., Searle, R., Hart, D.J. & de Fridmont-Gortz, I. 1996. Interlaboratory studies of HPLC procedures for the analysis of carotenoids in foods. *Food Chem.*, 57: 85–90.

Scott, R.W. 1979. Colorimetric determination of hexuronic acids in plant material. *Anal. Chem.*, 51: 936–41.

Scrimshaw, N.S. 1994. The importance of the International Network of Food Data Systems (INFOODS). *Food, Nutrition and Agriculture*, 12: 6–11.

Seifert, R.M. 1979. Analysis of vitamin K_1 in some green leafy vegetables by gas chromatography. *J. Agr. Food Chem.*, 27: 1301–1304.

Selvendran, R.R. & Du Pont, M.S. 1980. Simplified methods for the preparation and analysis of dietary fibre. *J. Sci. Food Agric.*, 31: 1173–1182.

Selvendran, R.R. & Du Pont, M.S. 1984. Problems associated with the analysis of dietary fibre and some recent developments. *In* R.D. King, ed. *Food analysis techniques.* Vol. 3, pp. 1–68. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Selvendran, R.R., Ring, S.G. & Du Pont, M.S. 1979. Assessment of procedures used for analysing dietary fibre and some recent developments. *Chem. Ind. (Londres)*, 7: 225–230.

Shaw, P.E., ed. 1988. *Handbook of sugar separations in foods by high performance liquid chromatography.* CRC Press, Boca Raton, FL, Etats-Unis.

Shearer, M.J. & Bolton-Smith, C. 2000. The UK food data-base for vitamin K and why we need it. *Food Chem.*, 68(2): 213–218.

Shen, C.J., Chen, I.S. & Sheppard, A.J. 1982. Enzymatic determination of cholesterol in egg yolk. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 65: 1222–1224.

Sheppard, A.J., Hubbard, W.D. & Prosser, A.R. 1974. Evaluation of eight extraction methods and their effects upon total fat and gas liquid chromatographic fatty acid composition analysis of food products. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 51: 416–418.

Shrestha, A.K., Arcot, J. & Paterson, J. 2000. Folate assay of foods by traditional and tri-enzyme treatments using cryoprotected *Lactobacillus casei. Food Chem.*, 71: 545–552.

Silva, F.V., Souza, G.B., Ferraz, L.F.M. & Nogueira, A.R.A. 1999. Determination of chloride in milk using sequential injection automatic conductimetry. *Food Chem.*, 67: 317–322.

Silvestre, M.P.C. 1997. Review of methods for the analysis of protein hydrolysates. *Food Chem.*, 60: 263–271.

Singer, L. & Armstrong, W.D. 1959. Determination of fluoride in blood serum. *Anal. Chem.*, 31: 105–109.

Singer, L. & Ophaug, R.H. 1986. Determination of fluoride in foods. *J. Agr. Food Chem.*, 34: 510–513.

Sivell, L.M., Bull, N.L., Buss, D.H., Wiggins, R.A., Scuffam, D. & Jackson, P.A. 1984. Vitamin A activity in foods of animal origin. *J. Sci. Food Agric.*, 35: 931–939.

Slimani, N. 1991 Etude de la comparabilité de tables de composition alimentaire utilisées dans le cadre d'études epidémiologiques multicentriques. *In* E. Riboli, ed. *European prospective study on nutrition, cancer and health*. Report of the pilot study, phase II (janvier 1990–février 1991) and protocol of the prospective study. Annex 2, pp. 1–55. International Agency for Research on Cancer, Lyon, France.

Slimani, N., Charrondiere, U.R., van Staveren, W. & Riboli, E. 2000. Standardisation of food composition databases for the European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition, general theoretical concept. *J. Food Compos. Anal.*, 13: 567–584.

Slimani, N., Riboli, E. & Greenfield, H. 1995. Food composition data requirements for nutritional epidemiology of cancer and chronic diseases. *In* H. Greenfield, ed. *Quality and accessibility of food-related data*. Proceedings of the First International Food Data Base Conference, Sydney, 1993, pp. 209–216. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Slover, H.T. 1980. Nutrient analysis by glass capillary gas chromatography. *In* K.K. Stewart, ed. *Nutrient analysis of foods: the state of the art for routine analysis*, pp. 25–42. Association des chimistes analytiques officiels, Arlington, VA, Etats-Unis.

Smith, L.M., Dunkley, W.L., Francke, A. & Dairiki, T. 1978. Measurement of *trans* and other isomeric unsaturated fatty acids in butter and margarine. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 55: 257-261.

Smits, L.E., Smith, N., Schönfeldt, H. & Heinzle, P.H. 1998. The nutritional content of South African milk and liquid milk products. Dairy Industry Centre, Irene, Afrique de Sud.

Snedecor, G.W. 1956. *Statistical methods*. 5e édition. Iowa State Press, Ames, IO, Etats-Unis.

Snell, E.E. 1948. Use of microorganisms for assay of vitamins. *Physiol. Rev.*, 28: 255–282.

Somogyi, J.C. 1974. National food composition tables. *In* D.A.T. Southgate. *Guidelines for the preparation of tables of food composition*, pp. 1–5. Karger, Basel, Suisse.

Sosulski, F.W. & Imafidon, G.I. 1990. Amino-acid composition and nitrogen to protein conversion factors for animal and plant foods. *J. Agric. Food Chem.*, 38: 135–136.

Souci, Fachmann and Kraut. *See* Deutsche Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie. 1990.

Souci-Fachmann-Kraut. 2003. *Food composition and nutrition tables*. Online database. Medpharm GmbH Scientific Publishers (disponible sur le site: http://www.sfk-online.net/cgibin/ start.mysql?language=english).

South Pacific Commission. 1982. *Report from South Pacific Working Group on Pacific food (composition) tables*. Nouméa, Nouvelle-Calédonie.

Southgate, D.A.T. 1969. Determination of carbohydrates in food. II. Unavailable carbohydrate. *J. Sci. Food Agric.*, 20: 331–335.

Southgate, D.A.T. 1971. A procedure for the measurement of fats in foods. *J. Sci. Food Agric.*, 22: 590–591.

Southgate, D.A.T. 1974. *Guidelines for the preparation of food composition tables*. Karger, Basel, Suisse.

Southgate, D.A.T. 1976. *Determination of food carbohydrates*. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. 1983. Availability of and needs for reliable analytical methods for the assay of foods. *Food Nutr. Bull.*, 5: 30–39.

Southgate, D.A.T. 1985. Criteria to be used for acceptance of data in nutrient data bases. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl.): 49–53.

Southgate, D.A.T. 1987. Reference materials for improving the quality of nutritional data for foods. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 326: 660–664.

Southgate, D.A.T. 1991. *Determination of food carbohydrates*. 2e édition. Elsevier Applied Science, Barking, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. 1995. *Dietary fibre analysis*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. 1999. Food composition, calorie value and macronutrient content. *In* K. van der Heijden, M. Younes, L. Fishbein & S. Miller, eds. *International food safety handbook*, pp. 493–504. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Southgate, D.A.T. & Greenfield, H. 1984. *Development of analytical programmes for nutrients*. Symposium on Chemistry and the Developing Countries, British Association for the Advancement of Science, Londres, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. & Greenfield, H. 1988. Guidelines for the production, management and use of food composition data: an INFOODS project. *In* K. Fox & L. Stockley, eds. *Proceedings of the Second EUROFOODS Workshop*. août 1985. *Food Sci. Nutr.*, 42F: 15–23. Norwich, Royaume-Uni.

Southgate, D.A.T. & Greenfield, H. 1992. Principles for the preparation of nutritional databases and food composition tables. *World Rev. Nutr. Diet.*, 68: 27–48.

Southgate, D.A.T. & Durnin, J.V.G.A. 1970. Calorie conversion factors. An experimental re-assessment of the factors used to calculate the energy value of human diets. *Br. J. Nutr.*, 24: 517–535.

Southgate, D.A.T. & Finglas, P.M. 1993. Intercomparison of Spanner, S. 1973. Separation and analysis. *In* G.B. Ansell, J.N. Hawthorne & R.M.C. Dawson, eds. *Form and function of phospholipids*, pp. 43–65. Elsevier, Amsterdam, Pays-Bas.

Southgate, D.A.T. & Paul, A.A. 1978. The new "McCance and Widdowson": a guide to the fourth édition of McCance and Widdowson's "The composition of foods". *J. Hum. Nutr.*, 32: 137–142.

Southgate, D.A.T., Paul, A.A., Dean, A.C. & Christie, A.A. 1978. Free sugars in foods. *J. Hum. Nutr.*, 32: 335–47.

Spanner, S. 1973. Separation and analysis of phospholipids. *In* G.B. Ansell, J.N. Hawthorne & R.M.C. Dawson, eds. *Form and function of phospholipids*, pp. 43–65. Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam, Pays-Bas.

Speek, A.J., Schrijver, J. & Schreurs, W.H.P. 1984. Fluorometric determination of total vitamin C and total isovitamin C in foodstuffs and beverages by high-performance liquid chromatography with precolumn derivatization. *J. Agric. Food Chem.*, 32: 352–355.

Speijers, G.J.A. & Van Egmond, H.P. 1999. Natural toxins. III. Inherent plant toxins. *In* K. van der Heijden, M. Younes, L., Fisbein & S. Miller, eds. *International food safety handbook*, pp. 369–380. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Stahl, E. 1965. *Thin layer chromatography. A laboratory handbook*. Academic Press, New York, Etats-Unis.

Stancher, B. & Zonta, F. 1982. High-performance liquid chromatographic determination of carotene and vitamin A and its geometric isomers in foods. Applications to cheese analysis. *J. Chromatogr.*, 238: 217-–225.

Steadman, J.H. 1999. Assessment of risks arising from food alterations during transport, storage, and preservation. *In* K. van der Heijden, M. Younes, L. Fishbein & S. Miller, eds. *International food safety handbook*, pp. 317–339. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Steele, D.J. 1976. Microwave heating applied to moisture determination. *Lab. Pract.*, 25: 515–521.

Stein, S., Bohlen, P., Stone, J., Dairman, W. & Udenfriend, S. 1973. Amino acid analysis with fluorescamine at the picomole level. *Arch. Biochem. Biophys.*, 155: 202–212.

Stekelenburg, G.J. & Desplanque, J. 1966. *Deproteination by ultrafiltration with centrifugal force. Techniques in amino acid analysis*. Chertsey, UK, Technicon Instruments.

Stewart, K.K. 1980. Nutrient analysis of foods: state of the art for routine analysis. *In* K.K. Stewart, ed. *Nutrient analysis of foods: state of the art for routine analysis,* pp. 1–19. Proceedings of a nutrient analysis symposium. Association des chimistes analytiques officiels, Arlington, VA, Etats-Unis.

Stewart, K.K. 1981. Nutrient analysis of food: a review and strategy for the future. *In* G.R. Beecher, ed. *Human nutrition research*, pp. 209–224. BARC Symposium No. 4. Allan Bliss & Osman Publishers, Totowa, NJ, Etats-Unis.

Stewart, K.K. 1982. Problems in the measurement of organic nutrients in food products: an overview. *In* S.A. Margolis, ed. *Reference materials for organic nutrient measurement*, pp. 18–24National Bureau of Standards, Washington, DC, Etats-Unis.

Stewart, K.K. 1983. State of the food composition data: an overview with some suggestions. *Food Nutr. Bull.*, 5: 54–68.

Stock, A.L. & Wheeler, E.F. 1972. Evaluation of meals cooked by large-scale methods: a comparison of chemical analysis and calculation from food tables. *Br. J. Nutr.*, 27: 439–444.

Stockley, L. 1985. Changes in habitual food intake during weighed inventory surveys and duplicate diet collections. A short review. *Ecol. Food Nutr.*, 17: 263–270.

Stockley, L. 1988. Food composition tables in the calculation of the nutrient content of mixed diets. *J. Hum. Nutr. Diet.*, 1: 187–195.

Stockley, L., Faulks, R.M., Broadhurst, A.J., Jones, F.A., Greatorex, E.A. & Nelson, M. 1985. An abbreviated food table using food groups for the calculation of energy, protein and fat intake. *Hum. Nutr. Appl. Nutr.*, 39A: 339–348.

Stoeppler, M. 1985. Trace metal analysis for the German Environmental Specimen Bank. *In*W.R. Wolf, ed. *Biological reference materials: availability, uses, and need for nutrient measurement*, pp. 281–297. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Straub, O. 1971. Lists of natural carotenoids. *In* O. Isler, ed. *Carotenoids*, pp. 771–850. Birkhauser Verlag, Basel, Suisse.

Stumbo, P. 2001. Funding nutrition software development: the Small Business Innovation Research (SBIR) Program. *J. Food Compos. Anal.,* 14: 329–332.

Suddendorf, R.F. & Cook, K.K. 1984. Inductively coupled plasma emission spectroscopic determination of nine elements in infant formula: collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 67: 985–992.

Sullivan, D.M. 1993. Proximate and mineral analysis. *In* D.M. Sullivan & D.E. Carpenter, eds. *Methods of analysis for nutritional labeling*, pp. 105–109. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Sullivan, D.M. & Carpenter, D.E., eds. 1993. *Methods of analysis for nutritional labeling*. Cholesterol: p. 102. AOAC International, Arlington, VA, Etats-Unis.

Sweeney, J.P. & Marsh, A.C. 1970. Separation of carotene stereoisomers in vegetables. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 53: 937–940.

Sweeney, R.A. & Rexroad, P.R. 1987. Comparison of LECO FP-228 "Nitrogen Determinator" with AOAC copper catalyst Kjeldahl method for crude protein. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 70: 1028–1030.

Tan, S.P., Wenlock, R.W. & Buss, D.H. 1985. *Immigrant foods*. Second supplement to McCance and Widdowson's *The composition of foods*. HMSO, Londres, Royaume-Uni.

Tanaka, Y., De Luca, H.P. & Ikekawa, N. 1980. High-pressure liquid chromatography of vitamin D metabolites and analogs. *Methods Enzymol.*, 67: 370–385.

Tanner, J.T., Iyengar, G.V. & Wolf, W.R. 1990. Organic nutrient content of the US Food and Drug Administration's total diet and its possible use as a standard reference material. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 338: 438–440.

Taungbodhitham, A.K., Jones, G.P., Wahlquist, M.L. & Briggs, D.R. 1998. Evaluation of extraction method for the analysis of carotenoids in fruits and vegetables. *Food Chem.*, 63: 577–584.

Taylor, J.K. 1987. *Quality assurance of chemical measurements*. Lewis Publishers, Chelsea, MI, Etats-Unis.

Taylor, R.F. 1983. Chromatography of carotenoids and retinoids. *In* J.C. Giddings, E. Grushka, J. Cazes & P.R. Brown, eds. *Advances in chromatography*. Vol. 22, pp. 157–213. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Taylor, W.H. 1957. Formol titrations: and evaluation of its various modifications. *Analyst*, 82: 488–498.

Theander, O. & Åmen, P. 1982. Studies on dietary fibre. A method for the analysis and chemical composition of total dietary fibre. *J. Sci. Food Agric.*, 33: 340–344.

Thompson, H.T., Dietrich, L.S. & Elvehjem, C.A. 1950. The use of *Lactobacillus leichmanii* in the estimation of vitamin B_{12} activity. *J. Biol. Chem.*, 184: 175–180.

Thompson, J.N., Hatina, G. & Maxwell, W.B. 1979. Determination of vitamins E and K in foods and tissues using high performance liquid chromatography. *In* H.S. Hertz & S.N. Chesler, eds. *Trace organic analysis: a new frontier in analytical chemistry*. Special Publication 519. Proceedings of the 9th Materials Research Symposium, pp. 279–288. National Bureau of Standards, Washington, DC, Etats-Unis.

Thompson, J.N., Hatina, G., Maxwell, W.B. & Duval, S. 1982. High performance liquid chromatographic determination of vitamin D in fortified milks, margarine, and infant formulas. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 65: 624–631.

Thompson, M. & Howarth, R.J. 1973. The rapid estimation and control of precision by duplicate determinations. *Analyst*, 98: 153–160.

Thompson, M. & Wood, R. 1993. The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories. Technical Report of the IUPAC/ISO/AOAC Symp. on Harmonization of Quality Assurance Systems in Chemical Analysis, Genève, mai 1991. *Pure & Appl. Chem.*, 65: 2123–2144.

Thompson, R.H. & Merola, G.V. 1993. A simplified alternative to the AOAC official method for cholesterol in multi-component foods. *J. AOAC Int.*, 76: 1057–1068.

Thung, S.B. 1964. Comparative moisture determinations in dried vegetables by drying after lyophilisation or by the Karl Fischer method. *J. Sci. Food Agric.*, 15: 236–244.

Tkachuk, R. 1969. Nitrogen to protein conversion factors for cereals and oilseed meals. *Cereal Chem.*, 46: 419–423.

Toma, R.B. & Tabekhia, M.M. 1979. High performance liquid chromatographic analysis of B-vitamins in rice and rice products. *J. Food Sci.*, 44: 263–5, 268.

Torelm, I. 1997. *Variations in major nutrients and nutrient sata in Swedish foods*. Uppsala, Swedish University of Agricultural Sciences. (thesis)

Torelm, I., Croon, L.-B., Kolar, K. & Schroder, T. 1990. Production and certification of a fresh reference material for macronutrient analyses. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 338: 435–437.

Trowell, H. 1972. Ischemic heart disease and dietary fiber. *Am. J. Clin Nutr.*, 25: 926–932.

Trowell, H., Southgate, D.A.T., Wolever, T.M.S., Leeds, A.R., Gassull, M.A. & Jenkins, D.J.A. 1976. Dietary fibre redefined. *Lancet*: 1: 967.

Truswell, A.S., Bateson, D.J., Madifiglio, K.C., Pennington, J.A.T., Rand, W.R. & Klensin, J.C. 1991. INFOODS guidelines: a systematic approach to describing foods to facilitate international exchange of food composition data. *J. Food Compos. Anal.*, 4: 18–38.

Tsen, C.C. 1961. An improved spectrophotometric method for the determination of tocopherols using 4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline. *Anal. Chem.*, 33: 849–851.

Udy, D.C. 1971. An improved dye method for estimating protein. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 48: 29A–33A.

UISN. 1978. Generic descriptors and trivial names for vitamins and related compounds. Recommendations Committee 1/1. *Nutr. Absr. Rev.*, 48A: 831–835. Union Internationale des sciences de la nutrition.

UISN. 2003. International Union of Nutritional Sciences Task Forces. Union Internationale des sciences de la nutrition (disponible sur le site en anglais http://www.iuns.org/taskforces.htm).

UKAS. 2003. United Kingdom Accreditation Service (disponible sur le site http://www.ukas.org or http://www.ukas.com).

United States Code of Federal Regulations. 2003. Federal Register, Title 21, Chapter I – Part 101 (disponible sur le site http://www.access.gpo.gov/nara/cfr/cfrhtml_00/Title_21/21cfr101_00.html).

Unwin, I. & Møller, A. 2003. *Eurocode 2 Food Coding System* (disponible sur le site http://www.vfd2.dk/eurocode).

Unwin, I.D. 2000. EUROFOODS guidelines for recipe information management. *J. Food Compos. Anal.*, 13(4): 745–754.

Unwin, I.D. & Becker, W. 2002. Software management of documented food composition data. *J. Food Compos. Anal.*, 15: 491–497.

USDA. 1976–1990. *Composition of foods. Raw, processed, prepared*. Agriculture Handbook No. 8, Sections 1–21. United States Department of Agriculture, Washington, DC, Etats-Unis.

USDA. 2003a. *National nutrient database for standard reference. Release 16*. Nutrient Data Laboratory. Agricultural Research Service, United States Department of Agriculture (disponible sur le site http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/Data/SR16/ sr16.html).

USDA. 2003b. *National Nutrient Databank Conference*. Nutrient Data Laboratory (disponible sur le site http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/conf/).

USDA. 2003c. *Table of nutrient retention factors. Release 5* (disponible sur le site http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/Data/index.html#retention).

USDA. 2003d. *Human Nutrition Program. Mission statement* (disponible sur le site http://www.ars.usda.gov/research/programs/programs.htm?NP_CODE=107).

USDA/Iowa State University. 2002. USDA-Iowa State University isoflavones database (disponible sur le site http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/Data/isoflav/isoflav.html).

Usher, C.D. & Telling, G.M. 1975. Analysis of nitrate and nitrite in foodstuffs: a critical review. *J. Sci. Food Agric.*, 26: 1793–1805.

Vahteristo, L., Finglas, P.M., Witthoft, C., Wigertz, K., Seale, R. & de Froidmont Goertz, I. 1996. Third EU MAT intercomparison study on food folate analysis using HPLC procedures. *Food Chem.*, 57(1): 109–111.

Van Camp, J. & Huyghebaert, A. 1996. Analysis of protein in foods. *In* L.M.L. Nollet, ed. *Handbook of food analysis*. Vol. 1. *Physical characterization and nutrient analysis*, pp. 277–309. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

van den Berg, H., van Schaik, F., Finglas, P.M., & de Froidmont, I. 1996. Third EU MAT intercomparison on methods for the determination of vitamins B_1, B_2 and B_6 in food. 1996. *Food Chem.*, 57: 101–108.

van Egmond, H.P. 1984. Determination of mycotoxins. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 3, pp. 99–144. Elsevier Applied Publishers, Londres, Royaume-Uni.

van Egmond, H.P. & Speijers, G.J.A. 1999. Natural toxins. I. Mycotoxins. *In* K. van de Heijden, M. Younes, L. Fishbein & S. Miller. *International food safety handbook*, pp. 341–355. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

van het Hof, K.H., West, C.E., Weststrate, J.A. & Hautvast, J. 2000. Dietary factors that affect the bioavailability of carotenoids. *J. Nutr.,* 130(3): 503–506.

van Loon, J.C. 1980. *Analytical atomic absorption spectroscopy*. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

van Niekirk, P.J. 1973. The direct determination of free tocopherols in plant oils by liquid-solid chromatography. *Anal. Biochem.*, 52: 533–7.

van Niekirk, P.J. 1982. Determination of vitamins. *In* R. Macrae, ed. *HPLC in food analysis*, pp. 187–225. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

van Soest, P.J. & Robertson, J.B. 1977. Analytical problems of fiber. *In* L.F. Hood, E.K. Wardrip & G.N. Bollenback, eds. *Carbohydrates and health*, pp. 69–83. AVI Publishing, Westport, CT, Etats-Unis.

van Soest, P.J. & Wine, R.H. 1967. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. IV. Determination of plant cell-wall constituents. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 50: 50–55.

van Soest, P.J. & Wine, R.H. 1968. Determination of lignin and cellulose in acciddetergent fiber with permanganate. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 51: 780–785.

Vanderslice, J.T., Brownlee, S.G., Cortissoz, M.E. & Maire, C.E. 1985. Vitamin B_6 analysis: sample preparation, extraction procedures, and chromatographic separations. *In* A.P. De Leenheer, W.E. Lambert & M.G.M. De Ruyter, eds. *Modern chromatographic analysis of the vitamins*. Marcel Dekker, New York, Etats-Unis.

Vanderveen, J.E. & Pennington, J.A.T. 1983. Use of food composition data by governments. *Food Nutr. Bull.*, 5: 40–45.

Voedingsraad. 1982. *Advies inzake een centraal databestand van analysegegevens van voedingsmiddelen*. The Hague, Commissie Centraal Databestand Analysegegevens Voedingsmiddelen.

Vonk, R.J., Hagedoorn, R.E., de Graaf, R., Elzinga, H., Tabak, S., Yang, Y.-X. & Stellaard, F. 2000. Digestion of so-called resistant starch sources in the human small intestine. *Am. J. Clin. Nutr.* 72: 432-8.

Wagstaffe, P.J. 1985. Development of food-oriented analytical reference materials by the Community Bureau of Reference (BCR). *In* W.R. Wolf, ed. *Biological reference materials: availability, uses, and need for nutrient measurement*, pp. 63–78. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Wagstaffe, P.J. 1990. Reference materials, reference values and validation of nutritional data. *In* W. Becker & S. Danfors, eds. *Proceedings of the 4th Eurofoods Meeting*, pp. 69–84. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Wall, L.L., Gehrke, C.W., Nenner, T.E., Carthey, R. & Rexroad, P.R. 1975. Total protein nitrogen: evaluation and comparison of four different methods. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 58: 811–817.

Watt, B.K., Gebhardt, S.E., Murphy, E.W. & Butrum, R.R. 1974. Food composition tables for the 70's. *J. Am. Diet. Assoc.*, 64: 257–261.

Weedon, B.C.L. 1971. Occurrence. *In* O. Isler, ed. *Carotenoids*, pp. 29–59. Birkhäuser Verlag, Basel, Suisse.

Weihrauch, J.L., Kinsella, J.E. & Watt, B.K. 1976. Comprehensive evaluation of fatty acids in foods. VI. Cereal products. *J. Am. Diet. Assoc.*, 68: 335–340.

Weihrauch, J.L, Posati, L.P., Anderson, B.A. & Exler, J. 1977. Lipid conversion factors for calculating fatty acid contents of foods. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 54: 36–40.

Weiss, R. 2001. Research and industry partnership in nutrient calculation software development. *J. Food Compos. Anal.,* 14: 253–261.

Wernimont, G.T. 1985. *Use of statistics to develop and evaluate analytical methods*. Association des chimistes analytiques officiels, Arlington, VA, Etats-Unis.

West, C.E., ed. 1985. EUROFOODS: towards compatibility of nutrient data banks in Europe. *Ann. Nutr. Metab.*, 29 (Suppl. 1): 5–72.

West, C.E. 1990. Eurocode – practical experiences. *In*W. Becker & S. Danfors, eds. *Proceedings of the 4th Eurofoods Meeting*, pp. 133–135. National Food Administration, Uppsala, Suéde.

Whistler, R.L. & Wolfrom, M.L. 1962. *Methods in carbohydrate chemistry*. Vol. 1. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Widdowson, E.M. 1967. Development of British food composition tables. *J. Am. Diet. Assoc.*, 50: 363–367.

Widdowson, E.M. 1974. A brief history of British food composition tables. *In* D.A.T. Southgate. *Guidelines for the preparation of tables of food composition*, pp. 53–57. Karger, Basel, Suisse.

Widdowson, E.M. & McCance, R.A. 1943. Food tables. Their scope and limitations. *Lancet*, i: 230–232.

Wiggins, R.A. 1977. Separation of vitamin D_2 and vitamin D_2 by high-pressure liquid chromatography. *Chem. Ind. (Londres)*, 20: 841–842.

Wilcox, K.R., Baynes, T.E., Crable, J.V., Duckworth, J.K., Huffaker, R.H., Martin, R.E., Scott, W.L., Stevens, M.V. & Winstead, M. 1978. Laboratory management. *In* S.L. Inhorn, ed. *Quality assurance practices for health laboratories*, pp. 3–126. American Public Health Association, Washington, DC, Etats-Unis.

Willett, W. 1998. *Nutritional epidemiology*. 2e édition. Oxford University Press, New York, Etats-Unis.

Williams, A.P. 1982. Determination of amino-acids and peptides. *In* R. Macrae, ed. *HPLC in food analysis,* pp. 285–311. Academic Press, Londres, Royaume-Uni.

Williams, P.C. 1975. Application for near infra-red reflectance spectroscopy to analysis of cereal grains and oilseeds. *Cereal Chem.*, 52: 561–576.

Williams, R.C., Baker, D.R. & Schmit, J.A. 1973. Analysis of water-soluble vitamins by high-speed ion-exchange chromatography. *J. Chromatogr. Sci.*, 11: 618–624.

Williams, R.C., Schmit, J.A. & Henry, R.A. 1972. Quantitative analysis of the fatsoluble vitamins by high-speed liquid chromatography. *J. Chromatogr. Sci.*,10: 494–501.

Williams, P.C., Norris, K.H., Johnsen, R.L., Standing, K., Fricioni, R., Macaffrey, D. & Mercier, R. 1978. Comparison of physicochemical methods for measuring total nitrogen in wheat. *Cereal Foods World*, 23: 544–547.

Williams, R.D. & Olmsted, W.H. 1935. A biochemical method for determining indigestible residue (crude fiber) in feces: lignin, cellulose, and non-water-soluble hemicelluloses. *J. Biol. Chem.*, 108: 653–666.

Wills, R.B.H. & Greenfield, H. 1981. Methodological considerations in producing data for food composition tables. *Food Technol. Aust.*, 33: 122–124.

Wills, R.H.B. & Rangga, A. 1996. Determination of carotenoids in Chinese vegetables. *Food Chem.*, 56: 451–455.

Wills, R.B.H., Balmer, N. & Greenfield, H. 1980. Composition of Australian foods. 2. Methods of analysis. *Food Technol. Aust.*, 32: 198–204.

Wills, R.B.H., Francke, R.A. & Walker, B.P. 1982. Analysis of sugars in foods containing sodium chloride by high-performance liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, 30: 1242–1244.

Wills, R.B.H., Lim, J.S.K. & Greenfield, H. 1987. Composition of Australian foods. 40. Temperate fruits. *Food Technol. Aust.*, 39: 520–521, 523.

Wills, R.B.H., Shaw, C.G. & Day, W.R. 1977. Analysis of water-soluble vitamins by high pressure liquid chromatography. *J. Chromatogr. Sci.*, 15: 262–266.

Wills, R.B.H., Wimalasiri, P. & Greenfield, H. 1981. Composition of Australian foods. 5. Fried take-away foods. *Food Technol. Aust.*, 33: 26–27.

Wills, R.B.H., Wimalasiri, P. & Greenfield, H. 1983. Liquid chromatography, microfluorometry, and dye-titration determination of vitamin C in fresh fruit and vegetables. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 66: 1377–1379.

Wills, R.B.H., Wimalasiri, P. & Greenfield, H. 1985. Comparative determination of thiamin and riboflavin in foods by high-performance liquid chromatography and fluorimetric methods. *J. Micronutr. Anal.*, 1: 23–29.

Wills, R.H.B., Lim, J.S.K., Greenfield, H. & Bayliss-Wright, T. 1983. Nutrient composition of taro *Colocasia esculenta* cultivars from the Papua New Guinea highlands. *J. Sci. Food Agric.*, 34: 1137–1143.

Wimalasiri, P. & Wills, R.B.H. 1983. Simultaneous analysis of ascorbic and dehydroascorbic acid in fruit and vegetables by high-performance liquid chromatography. *J. Chromatogr.*, 256: 368–371.

Wimalasiri, P. & Wills, R.B.H. 1985. Simultaneous analysis of thiamin and riboflavin in foods by high-performance liquid chromatography. *J. Chromatogr.*, 318: 412–416.

Windham, C.T., Wyse, B.W., Sorensen, A. & Hansen, R.G. 1983. Use of nutrient databases for identifying nutritional relationships to public health issues and developing educational programs. *Food Nutr. Bull.*, 5: 46–53.

Wolever, T.M.S., Vorter, H.H., Bjorck, I., Brand-Miller, J., Brighenti, F., Mann, J.I., Ramdath, D.D., Granfeldt, Y., Holt, S., Perry, T.L., Ventner, C. & Wu, X. 2003. Determination of the glycaemic index of food: interlaboratory study. *Eur. J. Clin. Nutr.*, 57: 475–482.

Wolf, W.R. 1981. Assessment of inorganic nutrient intake from self-selected diets. *In* G.R. Beecher, ed. *Human nutrition research (BARC Symposium No. 4)*, pp. 175–196. Allenheld, Osmun Publishers, Totowa, NJ, Etats-Unis.

Wolf, W.R. 1982. Trace element analysis in food. *In* A. Prasad, ed. *Clinical, biochemical and nutritional aspects of trace elements*, pp. 427–446. Alan R. Liss, New York, Etats-Unis.

Wolf, W.R., ed. 1985. *Biological reference materials: availability, uses, and need for validation of nutrient measurement*. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Wolf, W.R. 1993. Reference materials. *In* D.M. Sullivan & D.E. Carpenter, eds. *Methods of analysis for nutritional labeling*, pp. 111–122. Association of Official Analytical Chemists, Arlington, VA, Etats-Unis.

Wolf, W.R. & Harnly, J.M. 1984. Trace element analysis. *In* R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 3, pp. 69–97. Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Wolf, W.R. & Ihnat, M. 1985a. Evaluation of available biological reference materials for inorganic nutrient analysis. *In*W.R. Wolf, ed. *Biological reference materials availability, uses, and need for validation of nutrient measurements*, pp. 89–105. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Wolf, W.R. & Ihnat, M. 1985b. Preparation of total diet reference material (TDD-1). *In* W.R. Wolf, ed. *Biological reference materials: availability, uses, and need for validation of nutrient measurement*, pp. 179–193. John Wiley, New York, Etats-Unis.

Wolf, W.R., Iyengar, G.V. & Tanner, J.T. 1990. Mixed diet reference materials for the nutrient analysis of foods: preparation of SRM-1548 Total Diet. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 338: 473–475.

Woollard, D.C., Indyk, H.E. & Christiansen, S.K. 2000. The analysis of pantothenic acid in milk and infant formulas by HPLC. *Food Chem.*, 69: 201–208

Wootton, M., Kok, S.H. & Buckle, K.A. 1985. Determination of nitrite and nitrate levels in meat and vegetable products by high-performance liquid chromatography. *J. Sci. Food Agric.*, 36: 297–304.

Wright, A.J.A. & Phillips, D.R. 1985. The threshold growth response of *Lactobacillus casei* to 5-methyl tetrahydrofolic acid: implications for folate assays. *Br. J. Nutr.*, 53: 569–573.

Wu Leung, W.T. & Flores, M. 1961. *Food composition table for use in Latin America.* Guatemala City, Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá y Bethesda NIH, National Institutes of Health, Bethesda, MD, Etats-Unis.

Wu Leung, W.T., Busson, F. & Jardin, C. 1968. *Food composition tables for use in Africa.* Atlanta, MD, Etats-Unis, USDHEW et Rome, FAO.

Wu Leung, W.T., Butrum, R.R. & Cheng, F.H. 1972. *Food composition table for use in East Asia.* Atlanta, MD, Etats-Unis, USDHEW et Rome: FAO.

Xu, X., Harris, K.S., Wang, H-J., Murphy, P.A. & Hendrich, S. 1994. Bioavailability of soybean isoflavones depends upon gut microflora in women. *J. Nutr.*, 125: 2307–2315.

Yang, Y. 2002. *Final report on the 2nd MASIAFOODS meeting.* Beijing, 3–7 décembre 2002 (disponible sur le site http://www.fao.org/infoods/data_en.stm).

Yoshida, K., Yamamoto, Y. & Fujiwara, M. 1982. A simple analytical method for niacin and nicotinamide in foods by high performance liquid chromatography. *Shokuhin Eiseigaku Zasshi*, 23: 428–433.

Youden, W.J. 1959. Accuracy and precision: evaluation and interpretation of analytical data. *In* I.M. Kolthoff & P.J. Elving, eds. *Treatise on analytical chemistry*, pp. 47–66. Interscience Encyclopaedia, New York, Etats-Unis.

Youden, W.J. 1962. Accuracy of analytical procedures. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 45: 169–73.

Youden, W.J. & Steiner, E.A. 1975. *Statistical manual of the Association of Official Analytical Chemists.* AOAC, Arlington, VA, Etats-Unis.

Young, R.W. 1984. Food and its pesticides. In R.D. King, ed. *Developments in food analysis techniques*. Vol. 3, pp. 145-174. Elsevier Applied Science Publishers, Londres, Royaume-Uni.

Zak, B. 1980. Cholesterol methodology for human studies. *Lipids*, 15: 698-704.

Zakaria, M., Simpson, K., Brown, P.R. & Krstulovic, A. 1979. Use of reversed-phase high-performance liquid chromatographic analysis for the determination of provitamin A carotenes in tomatoes. *J. Chromatogr.*, 176: 109-117.

Ziegler, R.G. 2001. The future of phytochemical databases. *Am. J. Clin. Nutr.*, 74: 4-5.

Index des sujets traités

Acides aminés, 14, 20, 93, 122, 212
analyse des, 92, 110, **114-117**, 201
expression, 56, 179, **180**, 185
Acides gras, 10, 20, 57, 60, 94
analyse des, 92, 117-123
calcul, 186, 200, 240-241
effet du stockage, 88
expression, 180, 186
Acides nucléique, 117
Acides organiques, 57, **62** , 76, **134**, 180, 199, 210
Acide pantothénique, 59
analyse de, 92, 150, 157, 158
expression, 180
Acide uronique, 64, 65, 123, 125, 132
Additifs, 5, 10, 12, 16, 53, 54, 59, 62, **67**
Alcool, 57, 62
analyse de, 133
énergie de, 161
expression, 180
Alginates, 65
Aliments (*voir aussi* les aliments individuellement, et Sélection des aliments), 40, 42, 72-75
diététiques, 42
ethniques, 36
liquides, 42
manquants (*voir aussi* Appariement), 16, 213
non cultivés, 42
pour enfant, 36
préparés, 42
rapides, 42, 75
sélection (*voir* Sélection des aliments)
sources pour analyse, 72-75
transformés, 42
Aluminium, **58**
Amidon (*voir aussi* Glucides), 57, 62, 64, 107, 123, 161, 184, 201
analyse de, 92, 127-129
résistant, 92, 127-129
Analyse (*voir aussi* Méthode d'analyse)
en aveugle, 175
planification, 20, 27-33, 51-5
programme pour 27-33
répétée, 172, 173
Anions, 67, **137-139**
Appariement des aliments, 215, 218
Apport nutritionnel et alimentaire, 1, 2, 19, 211-214, 217-218, 220, 227
Arrondir, 182
Arsenic, 58
Assurance de la qualité, 12, 15, 79, 90, 163-175, 192
certification d'un matériau, 97, 102-104, 170, 171, 190 , 221
définition, 164
domaine d'application, 165
gestion, 166-168
performance d'une méthode, 91-95, 99-101
performance de laboratoire, 95-96, 104
Azote et composés azotés (*voir aussi* les composés azotés individuellement), 56, 179, 183
analyse des, 93, 110-117
Azote non-protéique, 56, 57, 92, 110, 112, 186, 201
Azote protéique, 57, 59, 92, 111, 112

Banque de données
d'archives, 11, 32, 54, 66, **195-203**
compatibility of (*voir* Limitations of banques de données)

critères, 14-16
épidémiologique, 2, 8, 17, 18, 75, 213, 215, 221, 222, 227
erreurs d'utilisation (*voir* Banques de données - utilisateurs, *et* Limitations des banques de données)
évaluation (*voir* Évaluation des data)
gestion, 5, 10-13, **23-31**, 219, 226
limites (*voir* Limitations des banques de données)
logiciel de gestion, 5, 32, 34, 181, 195, 205, 208, 220
méthodes de compilation, 189-206
objectifs, 25
programmes (*voir aussi* gestion), 13, 14
de référence, 11-12, 31, **55-59**, 196-198, 202
sources de données, **9-12**, **28-29**, 189-196, 202
utilisateur, **11-13**, 31, 56-59, 185, **197-198**, 202, 205
utilisation (*voir aussi* Management), 16-22
Base de données de composition (*voir* Banque de données)
Biotine, 59, 158
analyse de, 92, 145, **158**
expression, 180
Boissons, 38-41, 56, 62, 133
Bore, 92
Bromure de cyanogène, 153
Budget, 28, 30
efficacité économique, 6-7, 25, 174

Cadmium, 58
Caféine, 67
Calcium, 20, 36, 58, 137, 210, 214
Calculs, 7, 9, 12, 15, 21, 42, 52, 55, 105, 174, 198, 205, 209, **211**, 215, 226
recette/par algorithme, 9, 12, 75, 200, 224, **242**
à partir de données analytiques, 112, 123, 181, 183, 185, 187, **198-200**, 240
Caroténoïdes, 37, 58, 92, 140-143, 185, 199, 200, 210, 224, 225, 238
Cations, 135, 136, **137**, 180
Cellulose, 57, 62, 65, 123, 130, 132
Cellulose-lignine, 123
Cendres, 45, 52, 57, **66**, 96, 107, 131, 133, **134**, 170, 171, 177, 185
Céréals, 38, 41, 73, 96, 101, 108, 110, 118, 121, 127, 128, 153, 170, 210
Champignons, 41, 117, 144, 145, 159,
Chiffres significatifs, 162, 169, **182**, 183, 185, 187, 188
Chlorure, 7, 58, 92, 138, 139, 211
Cholestérol, 20, 53, 56, 60
analyse, 92, 102, **122**, 170
expression, 180
Chrome, 92, 96, 136
Classification des aliments (*voir* Groupe d'aliments)
Cobalt, 58, 92
Codes (indice) de confiance, 16, 144, 196, 200, **203-204**
Codes de qualité (*voir* Code de confidence)
Commerce, 1, 2, 18, 24, 25, 26, 37, 183
Compilation des données, 2, 3, 22-31, **189-206**
Composés bioactifs, 51, 53, **67**, **158-160**
Composition des plats préparés à partir de recettes (*voir* Calculs)
Constituants majeurs, analyse des, 66, 96, **107-109**, 111, 123, 134
Contaminants, 5, 10, 12, 47, 53-58, 59, ***66***, 77, 94, 96, 99, 159
Contrôle des calculs et analyses, **105**, 173-175
Contrôle de la qualité, 163-177
définition, 164
de l'échantillon, 168

performances d'une méthode, 170-177
Copyright, 29
Coumestrol, 67, 159, 160
Cuivre, 20, 92, 137
Cyanures, 67, 154

Densité, 12, 56, 182, 210
Description de l'aliment (*voir aussi* Nomenclature des aliments), 14, 15, 22, 47, 207
Dextrines, 184
Disaccharides, 20, 63, 64, 120, 123, 131, 161
Documentation, 82-87, 90, 165, 179, 191, 198, 200, 203, 205, 208, 226-227
Données analytiques, 2, 7, 11, 15, 52, 139, 161, 163-179, 191, 200, 211, 214, 224, 227
Données manquantes, 16, 179, 181, 208, 213, 215, 216, 227
Données de composition (*voir* Banque de données *et* Utilisateurs)
mode d'expression, 180, 182, 198-200
types, **7-9**, 179-180

Eau, 56
analyse de, 109-101
effet du stockage, 210
expression, 183
Écart-type relatif (SR), 97, 103
Échange de données, 195
Échantillon (*voir aussi* Echantillonnage)
composite, 70, 77, 80, 86, 87, 205
définitions, 77, 80
enregistrement, 11, 12, 14-15, 31, 61, 83-87, 191, 202
étiquetage, 82-86, 90
gestion, 72-75, 80-87, 192, 205, 235
préparation, 90, 192, 193, 216-220
stockage, 87-88, 167, 205
Échantillon analytique, 70, 80, **85-89**, 175, **233-237**
Échantillon authentique, 172
Échantillonnage
aléatoire, 72, 73, 75, 77
documentation, 79, 82, 87, 89-90, 202, 204
enregistrement de l', 82-86
équipement pour, 82-89, 237
erreurs, 71, 72, 89-90
étapes, 70-79
méthodes, 77-79
nombre et taille, 76, 81, 231-232
non aléatoire, 75, 77, 78
objectifs, 69
plan, 70-72, 79-90, 201-204
procédures, 70-72, 79-90, 238-239
représentativité, 7, 77-79, 87
recherche sur, 224
sélectif, 77-78
stratifié, 77-78
vocabulaire, 71, 73, 77, 80
Émulsifiant, 67
Énergie
détermination de, 186, **187**, 199
expression, 161, 162, 180, 187, 199
Enrichissement, 18, 20, 157, 205, 210, 224
Épaississant, 67
Épidémiologie nutritionnelle, 2, 213, 220, 222
Étalon, 102-109, 111-115, 119, 121-122, 124, 127, 128, 137, 142, 143, 145, 147, 152, 161
Étiquetage des aliments, **55**, 62, 81, 85, 184, 199, 220, 225, 227
Étiquetage des échantillons (*voir* Échantillon)
Études interlaboratoires, 93, **104**, 178
Évaluation de la qualité, 164
Évaluation des données, 163, 189-206

Facteurs antinutritionnels, **67**, 99
Facteurs anti-vitamines, 67
Facteurs de conversion, 7, 12, 55, 57, 183, 184, 193
acides gras, 57, 186, 187
azote en protéine, 30, 56, 57, **59-60**, 110, **111-113**, 183
équivalent carotène, 58, 199
énergie, 53, **144**, **145**,179, 180
folate, 59
unité internationale, 79, 14, 144
vitamine A activité (équivalent rétinol), 58, **199-200**
vitamine D, 58, 144
vitamine E (équivalent tocophérol), 58
Facteurs de rendement, 9, 43, 242
Facteurs de rétention, 9, 10, 42, 200, 211, 242
FAO (*voir* Food and Agriculture Organisation of the United Nations)
Fer, 18, 20, 36, 37, 51, 58, 87, 92, 137, 212, 225
Fer, **héminique**, 58, 92, 225
Fer, **non-héminique**, 58, 225
Fibres alimentaires, 20, 53, 57, 123, 184, 213, 216, 224
analyse des, 88, 92, **128-133**, 225
composées des, 63-64
définition, 62, 132, 185
énergie, 161, 199
expression, 180
Fibre brute, 107, 109, 123
Fluor, 57, 93, 138, 139
Folates, 20, 21, 59, 151, 203, 210, 211, 216, 224
analyse des, 92, 96, 150, 156-157
effet du stockage, 88
expression, 180
Food and Agriculture Organisation of the United Nations, 2, 14, 19, 23, 36, 38, 39, 55, 60, 183, 219, 228
Formation professionnelle, 19, 89, 90, 94, 99, 165, 167, 207, 221, **228**
Fruits, 3, 38, 41, 62, 73, 81, 84, 159, 186, **210**

Gestion des banque de données (*voir* Banque de données - gestion)
Glucides (*voir aussi* les composés individuels), 20, 51-53, 57, **60-65**, 76, 88, **123-132**, 184, 214, 215
analyse des, 92-95, 109, 115, 117, **123-132**
disponibles, 62, 184
énergie, 160-162
en équivalent monosaccharides, 184, 201
expression, 180
non disponibles (*voir* Fibres alimentaires)
par différence (*voir* Glucides totaux et disponibles)
totaux, 94, 184
Glycérol, 63, 161, 201, 240
Glycogène, 57, 62, 64, 123, 127, 161, 184
Glucosinolates, 53, 67
Goitrigènes, 53, 67
Gommes, 65
Groupe d'aliments, **36-43**, 80, 84, 183, 225

Habitudes alimentaires (*voir aussi* Sélection des aliments), 8
Hémagglutinines, 67
Hémicellulose, 62, 65, 132
Homogénéisation (méthodes d'), 87
Huiles et graisses, 38, 39, 41, 121
Humidité (*voir aussi* Eau), 7, 9, 21, 57, 88, 92, 107-111, 118, 171, 183, 205, 232, 236, 238-239

Identification des aliments, 73-75, 82-87, 90, 192
Identificateurs des composants de INFOODS, 16, 63-65, 185, 199
Indice glycémique, 57, 129
Industrie agroalimentaire, 24-26, 32, 35, 227
INFOODS, 2, 6, 14, 16, **23**
Insectes, 39, 46, 87, 110, 166
Inuline, 64
Iode, 37, 58, 122, 138, 139
Isoflavones, 67, 159, 160

Lait et produits laitiers, 38, 41, 65, 73, 76, 84, 103, 110, 113, 171, 172, 184, 186, 210, 235, 240, 241
Lathyrogène, 67
Légumes, 38, 41, 46, 62, 73, 110, 117, 127, 159, 186, 210, 233-237, 240
Lignanes, 67, 158
Limitations des banques de données, 21-22, 79, 207-218
Limite de détection (LOD), 97-98, 145, 181
Limite de quantification (LOQ), 181
Lipides (*voir constituants individuels*), 20, 38, 44-47, 51, 57, 107, 214
  analyse des, 117-121
  effet du stockage, 87, 88
  énergie, 161
  expression, 180
Livres et manuels essentiels, 244-246
Logiciel, 32, 34, 179, 181, 206, 208, 209, 212, 214, 216, 218, 220
  pour apport nutritionnel, 181, 208, 209, 214, **216**, **218-219**
Lysine, 116, 117

Magnésium, 58, 92, 137, 214
Manganèse, 58, 92, 136
Manuels, 167, 176, **244-246**
Matériaux de référence, 93, 97, 98, **102**, 144, **170-171**, 177, 202, 226
Mercure, 58, 112, 166
Métaux lourds (*voir aussi* les composés individuels), 53, 66
Méthode d'analyse, 8, 54-162, 165, 168, 193, 222, 224
  applicabilité, 92, **96**, **101**, 108, 110, 116
  choix de la, 91-106, 130-133, 163, 164, 170, 192
  contrôle de la qualité (*voir aussi* Contrôle de la qualité), 102-106, **163-178**
  détectabilité, 97-98
  exactitude, **95-102**, 165, 169, 170, 173-174
  fiabilité, 95, 96, 163, 172, 177
  fidélité, **95-99**, **103**, 164, 167, 169, 173, 182
  limites de, 97, 98
  modification, 132, 194, 203
  reproductibilité, 97, 103-104
  robustesse, 95, 99
  rapporter les résultats, 31, 58, 59, 177
  sensibilité, 95, 98, **99**, 102, 114, 169
  spécificité, **95-101**, 124, 126, 169
  validation, 164, 165, 168, **170-173**, 194, 203, 204
Méthode de cuisson (*voir* Préparation des aliments)
Méthode statistique, 97, 104, 171, 173, 182, 197, 198, 201-204, 211, 217
Mimosine, 67
Minéraux (les *voir aussi* individuellement), 10, 22, 51, 58, 66, 76, 134, 170, 177, 238, 239
  analyse des, 136-139
  effet du stockage, 88
  expression, 180

Mise à jour des banques de données, 24, 26, **33**, 39, 40, 205, **208**, 216
Mode d'expression, 179, 182, 184, **192-193**, 200, 201, 215, 216
Mollusques et crustacés, 38, 41, 113
Molybdène, 84
Monosaccharides (*voir aussi* Sucres), 20, 57, 63
Mucilages, 65
Mytoxines, 53, 66

Niacine (vitamine B_3), 59, 180, 200, 216
  analyse de, 92, 149, 153
  effet du stockage, 88
  expression, 180, 200
Nickel, 58, 130, 133, 161
Nitrate, 58, 138, 139
Nitrite, 58, 138, 139
Nitrosamines, 67
Noix, 38, 39, 41, 113, 186, 234, 236, 240
Nutriments (*voir aussi* les nutriments individuellement)
  facteurs de variation, 7-10, 33, 76, 87-88, 109, 183, 209, 224
  nomenclature, 183-187, 199, 221
  sélection des, 26, 51-67

Oeuf, 38, 41, 113, 120, 144, 145, 186
Oligoéléments essentiels, 58
Oligosaccharides, 57, **62**, 63, 64, 65, 123, 126, **127**
Organismes génétiquement modifiés (OGM), 224
Oxalates, 53

Partie comestible, 12, 47, 56, 86, 179, 183, 192, 205, 215
  définition, **46**, **183**, 209
  détermination, 30, 46
  préparation, 30, **43**, 80
Phospholipides, 52, **60**, 92, 94, **111**, 120, 240
Phosphore, 58, 92, 137, 138, 238
Phytates, 53
Phytoestrogènes, 59, 159-160, 224
Plomb, 58, 166
Poisson, 38, 41, 46, 76, 110, 113, 117, 122, 144, 186, 192, 221
Politique alimentaire et nutritionnelle, 17-19, 24, 25
Polyols (ou polyalcools), 57, **62**, 63, 64, 65, 126, **127**, 129, 130, 161
Polyphénol, 67
Polysaccharides, 57, 62, 64, 65, 185
  algues, 65
  analyse des, 92, 123, 127-133
  cellulosiques, 62, 65
  non-amylacés (NSP) (*voir aussi* Fibres alimentaires), 62
  non-cellulosique, 62, 64, 65
Potassium, 13, 20, 58, 92
Préparation des aliments (*voir aussi* Calcul, recette/algorithme), 9, 10, **43-47**, 75, 86, 88, 200, 210, 215,
Préparation des aliments pour l'analyse, 133, 136, 139, 231-237
Présentation des données, 40, 42, 43, 61, 79, 197
Prises d'essais, 89
  préparation des, 233-237
Protéines, 20, 36, 37, 161
  analyse, 92, 93, 107, **110-117**, 183, 184
  effet du stockage, 88
  énergie, 161
  expression, 180
  facteurs, 57, 59
  valeurs, 51, 52, 57, 59, 183, 184
Pyridoxine (*voir aussi* Vitamine B_6), 153, 154

Qualité des données, 2, 11, 13, 15, 29, 106, 163-178, 201, 221, 223
assurance de la (*voir* assurance de la qualité)

Recherche sur la nutrition (*voir aussi* Banque de données - épidémiologique *et* apport nutritionnel), 1, 7-9, 17, 18, 21, 52
Régimes
institutionnels, **19**, 42
thérapeutiques, 17, 18, **19-20**
Réglementation alimentaire (voir aussi Étiquetage nutritionnel), 2, 7-10, **19-21**, 45, 51, 55, 93, 94, 161
Répétitions, 163, 166, **173**
Résidus, 59, 63, 66, 133, 135
Rétinoïdes, 58, 101, 140, 141
Riboflavine (vitamine B_2), 59, 88
analyse 92, 149, 151, 152
expression 180
Rôle du laboratoire, 94, 95, 166-168

Santé publique, 19, 22, 25, 37, 51, 53, 58, 80, 89
Sauces, 38, 42, 236
Sélection des aliments, 15, 26, 35-49
Sélénium, 58, 92, 96, 112, 137
Sodium, 7, 13, 20, 42, 53, 58, 92, 137, 171, 211
Solanine, 67
Sorbitol, 64
Soufre, 115, 16, 138, 139, 160, 238
Sources de données (*voir* Banque de données, sources de données)
Statistique de production et consommation alimentaire, 18, 29, 36, 39, 73, 74
Stérols, 53, 57, **60**, 94, 120, **122-123**, 158, 237, 238
Stérols de plantes, 158
Substances pectiques, 62, 64
Sucres (*voir aussi* Monosaccharides et Disaccharides), 20, 57, 62-65, 88, 92, 123-127, 129, 130, 184
Sucres libres (*voir* Sucres)
Sulfate, 65

Table de composition, imprimée, 1, 2, 5, 6, 10-13, 16, 24, 56
Tagnames (*voir* Identificateurs des composants de INFOODS)
Taille des portions, 30
Tannins, 67, 158
Taux de récupération, 101, 102, 115
Théobromine, 67
Théophylline, 67
Thiamine (vitamine B_1), 58, 88, 214
analyse de, 92, 149, 151
expression, 180
Tocophérols, 58, 145, 146, 180
Tocotriénols, 58, 145, 146
Toxiques, 10, 16, **67**
Traces, 180-181
Transformation des aliments, 7, 10, 19, 40, 47, 215
Triglycérides, **57**, 60, 92, 94, 118, 121, 184, 201
Tryptophane, 59, 114, 115, 116, 117, 153, 200

Unité (*voir aussi* Mode d'expression), 12, 13, 79, 141, 162, 179, 180, 182, 194, 200
United Nation University, 2, 14, 19, 23
UNU (*voir* United Nation University)
Utilisateurs, 26-34, 79, 164, 195, 207

Valeurs
calculées, **6**, **9**, 55, 169, **181**, 184, 208, 224
empruntées, 9, 16, 92, 208, 213
imputées, 6, 7, 15, 16, 181
zéro, **181**
Variabilité
analytique, 96-99, 177, 196, 198
de la composition des aliments, 14-18, 69-72, 75-76, 80, 81, 109, 196, 209-211, 224
Viandes, 13, 14, 18, 33, 38, 41, 42, 46, 47, 64, 73, 81, 96, 103, 108, 111, 113, 117, 127, 144, 192, 209, 214, 233, 234, 238, 239,
Vitamines (*voir aussi* les vitamines individuellement), 10, 58, 59, 66, 224
analyse des, 81, 88, 92, 96, 97, 139-155, 185
effet du stockage, 76, 88, 210
expression, 79, 180
Vitamine A (*voir aussi* Rétinoïdes, Caroténoïdes), 37, 52, 58
analyse, 92, 141-144, 225
expression, **180**, 185, **199**, 200
Vitamine B, complexe (*voir aussi* vitamines B individuelles), 59, 151
analyse de, 92, 150-155
Vitamine C, 36, 37, 58, 203, 210, 211, 213
analyse de, 92, 150-151, 169
expression, 180
Vitamine D, 53, 58, 224, 225
analyse de, 92, 140, 144-145, 225
expression, 180
Vitamine E, 58
analyse de, 92, 145-147
expression, 180
Vitamine K, 58, 224
analyse de, 92, 147-148
expression, 180
Volaille, 38, 41, 86, 186, 2408

Zinc, 58, 92, 137, 147, 214

Heather Greenfield *a une licence en zoologie et de physiologie, un doctorat en nutrition, et est diplômée en santé publique. Elle s'est installée en Australie en 1975, où elle a enseigné la nutrition à l'Université de New South Wales. Elle a été à l'initiative des travaux sur la composition des aliments australiens, s'engageant dans le programme national sur la composition des aliments et dans le Réseau international des systèmes de données alimentaires (INFOODS). Elle a donné des conseils à plusieurs pays quant à leurs programmes sur la composition des aliments, a formé des étudiants de nombreux pays dans le domaine de la composition des aliments; elle a en outre donné de nombreuses consultations pour l'industrie agroalimentaire. Elle poursuit activement ses recherches en matière de composition des aliments, en nutrition de santé publique et en santé osseuse, domaines dans lesquels elle a produit de nombreuses publications.*

David Southgate *a une licence en chimie et biologie Il a obtenu un doctorat en biochimie et a commencé à travailler avec le Professeur McCance et le Docteur Widdowson en 1955 sur la révision de la troisième édition du livre* La composition des aliments *(1960). Ses recherches à cette époque portaient sur la disponibilité de l'énergie et, en particulier, sur les glucides dans les aliments. En 1972, il a travaillé avec le Groupe des nutritionnistes européens sur des directives pour élaborer des tables nationales de composition des aliments. Ce travail a été à la base de sa collaboration avec Alison Paul sur la quatrième édition du livre* La composition des aliments *(1978). Depuis lors, il a poursuivi son engagement avec EUROFOODS et INFOODS dans le développement de bases de données compatibles et de haute qualité sur la composition des aliments et dans la formation sur leur production. Il travaille également sur le développement d'une base de données sur la composition des aliments pour l'Etude prospective européenne sur le cancer et la nutrition (EPIC).*

ISBN 978-92-5-204949-4

9 789252 049494

TC/M/Y4705F/1/06.07/1000

Les données sur la composition des aliments sont essentielles pour diverses raisons dans de nombreux domaines d'activité. Réaliser un réseau international de bases de données compatibles sur la composition des aliments est une tâche importante qui requiert une approche systématique pour la production mais aussi la compilation de données de bonne qualité. La publication *Données sur la composition des aliments* propose un ensemble de directives visant à aider les spécialistes et les organisations engagés dans l'analyse des aliments, dans la compilation, la diffusion et l'utilisation des données. L'objectif principal de cette publication est de montrer comment obtenir des données de bonne qualité qui répondent aux besoins des multiples utilisateurs de bases de données sur la composition des aliments. Ces directives sont basées sur l'expérience acquise dans des pays où les programmes sur la composition des aliments ont été mis en œuvre depuis de nombreuses années.

D'une manière générale, le plan de l'ouvrage suit les étapes d'un programme standard de création d'une base de données complète sur la composition des aliments, à savoir: la sélection des aliments et des composants pour les analyses, l'échantillonnage des aliments, les méthodes analytiques, la compilation et la documentation des données, l'utilisation des données et le maintien de la qualité à chaque étape. Cet ouvrage constitue un guide indispensable pour les spécialistes dans les domaines de la santé et de la recherche agricole, des politiques de développement, de la sécurité sanitaire, de la réglementation alimentaire, du développement des produits alimentaires, de la nutrition clinique, de l'épidémiologie, mais aussi dans beaucoup d'autres domaines où les données de composition des aliments constituent une ressource fondamentale.