



Note d'informations

## **Comparaison des méthodes de dosage des fibres sur produits agricoles**

Cette note de synthèse Foss propose une vue d'ensemble des méthodes de dosage des fibres végétales et des performances obtenues sur des aliments pour animaux

Par : Dr Jürgen Möller

# Insoluble cellulosique

Par la méthode de weende (fig 1) la détermination du taux de protéines, matières grasses, cendres, et humidité permet par le calcul de déterminer le taux d'hydrates de carbone à savoir : Hydrates de carbone = Pesée- humidité-protéines-lipides

Pour déterminer la cellulose brute, une hydrolyse à l'acide sulfurique 1,25% permet d'extraire les sucres et amidons puis une hydrolyse à la soude 1,25% extrait les protéines et une partie de l'hémicellulose et de la lignine. 2). La cellulose brute est utilisée pour estimer la qualité des productions d'origine agricole sur le principe qu'il s'agit de la fraction non digestible. La teneur en azote libre est calculée par différence entre les hydrates de carbone moins la cellule brute.

Développée au début du 19ème siècle, de nombreuses estimations de la valeur nutritive des produits agricoles sont toujours calculées sur le principe de la méthode de Weende. Ce calcul, même si différentes méthodes de mesure existent, reste la meilleure estimation de la quantité de parois végétales.

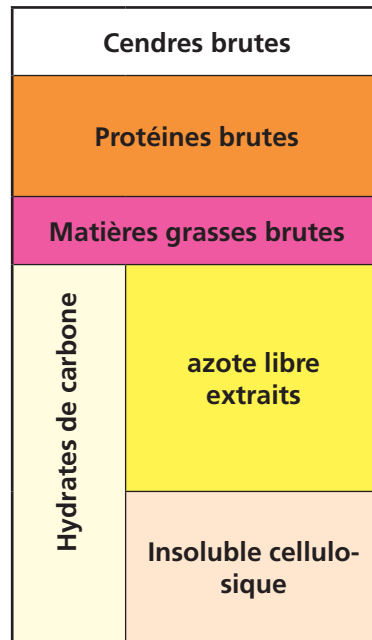


Illustration 1, méthode de Weende.

En moyenne, 80% de l'hémicellulose ou pentosanes et 50 à 90 % de la lignine sont

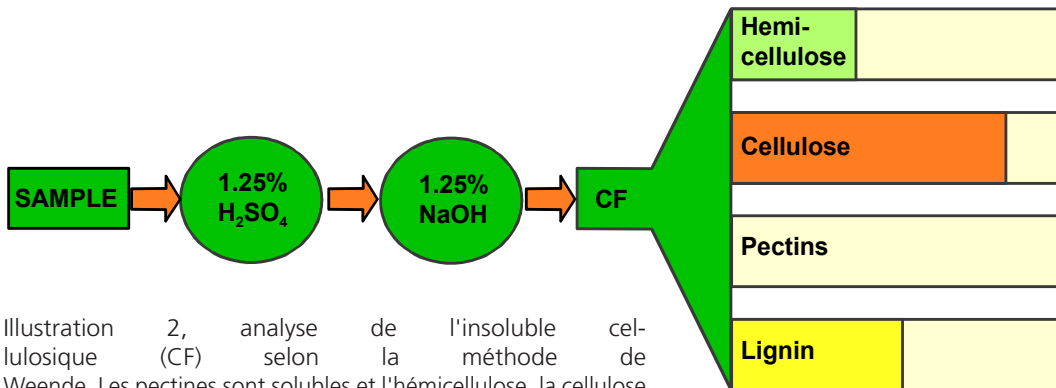


Illustration 2, analyse de l'insoluble cellulosique (CF) selon la méthode de Weende. Les pectines sont solubles et l'hémicellulose, la cellulose et la lignine ne sont que partiellement récupérées.

extraits par les hydrolyses séquentielles acide et basique. 50 à 80% de la cellulose reste. 2). Ainsi, la plupart de l'hémicellulose et de la lignine est comptabilisé dans l'azote libre et participe à la valeur en hydrate de carbone disponible. 1). L'azote libre de la paille et de l'herbe peuvent contenir jusqu'à 90% de ces substances (1). Du fait de l'approche approximative de la méthode de Weende pour déterminer les fractions non digestibles, l'azote libre apparaît comme moins digestible que la cellulose brute dans de nombreux cas. Dans le cas des végétaux et des céréales, l'erreur est moindre car la teneur en hémicellulose et lignine est plus faible. Elle peut néanmoins être importante.

# Fibres détergentes

Il y a eu de nombreuses tentatives pour remplacer la méthode Weende par des analyses caractérisant au mieux les fractions les moins nutritives. La plus répandue a été le concept des fibres détergentes développée par van Soest et ses collègues (1) voir figures 3 et 4.

Lors de la première étape, l'échantillon est traité avec une solution neutre (NDS) et rincé avec une amylase thermo-résistante qui rend soluble les sucres, les amidons et les pectines. Le résidu est constitué des parois végétales non ou moins digestibles, de l'hémicellulose, de la cellulose, et de la lignine. Dans la seconde étape, l'hémicellulose est solubilisée par une solution détergente acide (ADS). Reste dans le résidu, la cellulose et la lignine qui est traité par une solution d'acide sulfurique solubilisant la cellulose. L'ensemble de ces étapes est réalisé de façon consécutive afin d'estimer les teneurs en NDF, ADF, et ADL.

## Références globales

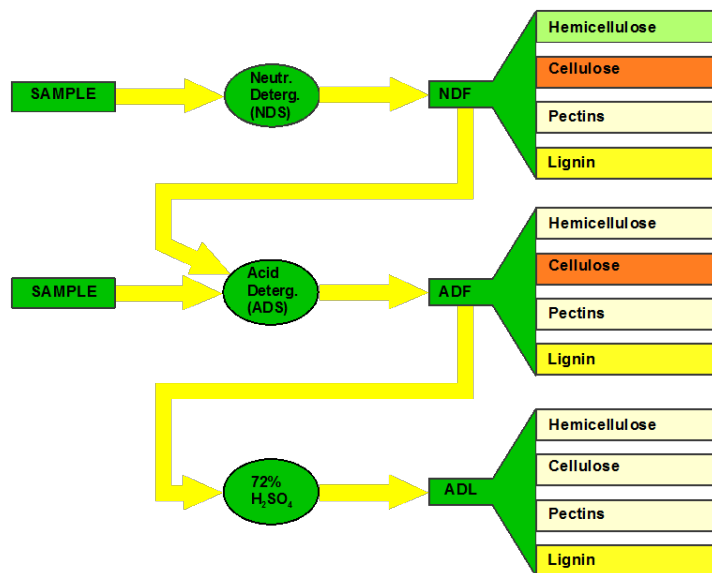


Illustration 3, Composés pariétaux selon van Soest

	<b>Cendres brutes</b>			
<b>Contenu cellulaire</b>	<b>Protéines brutes</b>			
	<b>Matières grasses brutes</b>			
	Sucre			
	Amidon			
	Pectines			
<b>Paroi cellulaire</b>	résidus organiques			
	Hémicellulose	<b>NDF</b>		
	Cellulose		<b>ADF</b>	
	Lignine			<b>ADL</b>

Illustration 4, Méthode de Weende modifiée selon van Soest

Récemment, de nouvelles méthodes de référence ont été présentées dans le magazine FOSS *In Focus* pour l'a NDF (2) et l'ADF / ADL (3) . Ces deux méthodes sont développées sur Fibertec ou sur creuset filtrant.

Un critère d'évaluation des méthodes de dosage des fibres n'est pas seulement le taux de récupération des fractions insolubles des plantes, mais aussi l'évaluation de la performance analytique de la méthode et son statut officiel. Pour la cellulose brute, de nombreuses méthodes peuvent être employées mais un petit nombre a atteint le stade de méthode de référence internationale (voir table 1). L'ISO 5498 décrit une méthode générique et l'ISO 6541 une méthode dédiée aux produits agroalimentaire. L'ISO 12099 propose les lignes directrices pour l'application de la spectrométrie NIR et souligne l'importance d'utiliser des méthodes officielles validées pour calibrer des instruments NIR. La méthode ISO 6865, la plus répandue et reconnue pour le dosage de la cellulose, repose sur le principe du creuset filtrant et est désormais la méthode de référence officielle au sein de la CEE (4).

ISO 5498:1981	<b>Produits alimentaires</b> Détermination de l'indice d'insoluble dit "cellulosique" - Méthode générale
ISO 6541:1981	<b>Produits agricoles</b> Détermination de l'indice d'insoluble dit "cellulosique" - Méthode de Scharrer modifiée
ISO 12099:2010	<b>Aliments des animaux, céréales et produits de meunerie</b> Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le proche infrarouge
ISO 6865:2000	<b>Aliments des animaux</b> Détermination de la teneur en cellulose brute - Méthode avec filtration intermé-

Tableau 1, Normes internationales pour la détermination de l'insoluble cel-

## Évaluation en aliments du bétail

Plusieurs méthodes d'analyse de la cellulose ont été évaluées et reportées dans le cadre des protocoles d'essais AAFCO ([www.aaeco.org](http://www.aaeco.org)). Avec plus de 300 participants, des centaines de données de différents produits et paramètres, l'AAFCO PTS propose des essais d'aptitude des plus intéressants. Avec cette approche, la table 2 présente les différentes méthodes de dosage des fibres avec les codes AAFCO dans la première colonne.

Pour cette étude, les échantillons PTS de l'année 2011 (table 3) ont été sélectionnés. Les statistiques des données ont été produites sur la base de la robustesse et des écarts-types. Plusieurs milliers de données rapportées ont été évaluées.

A partir de la moyenne de 130 participants, sur 12 échantillons témoins, 100% des laboratoires ont envoyé les résultats de la cellulose, 33% les données d'ADF, et 27% les données NDF. La différence significative entre méthodes est définie comme la différence absolue de chaque méthode divisée par son écart-type. Si cette valeur est supérieure à 3, une différence significative est observée.

Dans cette étude, à part quelques exceptions, les valeurs sont inférieures à 1. Cela signifie que les différentes méthodes sont robustes et fiables. Cela indique que les méthodes les plus utilisées actuellement sont stables et fiables.

La moyenne des écarts constatés pour la cellulose brute était de 0,2 et pour l'ADF et l'NDF de 0,3. L'écart type relatif reporté était de 10%.



## Conclusion

Bien que certaines méthodes soient plus rapides et traitent un volume plus important d'échantillons, la mise en oeuvre de la méthode officielle reste obligatoire dans le cadre de litiges ou de thématiques d'étiquetage des valeurs nutritionnelles. L'automatisation des méthodes officielles apportent, de ce fait, un avantage certain en termes de validation de méthode et ainsi d'optimisation des ressources au laboratoire.

## Références :

- (1) Van Soest, P.J. and McQueen, R.W.: *The chemistry and estimation of fibre*, Proc. Nutr. SOC. (1973), vol. 32, p 123-130
- (2) Möller, J.: *Feed Control – New Standard for Determination of Amylase-Treated Neutral Detergent Fibre (aNDF)*, In Focus, Vol. 29, No 2, 2005, p 12-14
- (3) Möller, J.: *Animal feeding stuff - Global Standard for the Determination of Acid Detergent Fibre (ADF) and Lignin*, In Focus, Vol. 32, No 2, 2008, p 22-24
- (4) RÈGLEMENT (CE) No 152/2009 DE LA COMMISSION du 27 janvier 2009 portant sur les méthodes d'échantillonnage et d'analyse destinées au contrôle officiel des aliments pour animaux, publié le 26.02.2009 dans le Journal officiel e l'Union européenne L 54/1.

# FOSS

FOSS  
Foss All é 1  
DK-3400 Hilleroed  
Danemark

Tél. : +45 7010 3370  
Fax : +45 7010 3371

info@foss.dk  
www.foss.dk