HAL
open science

# Influence d'une technique de désinfestation par micro-ondes sur les critères de qualité physico-chimiques et biochimiques de la datte

Max Reynes

## To cite this version:

Max Reynes. Influence d'une technique de désinfestation par micro-ondes sur les critères de qualité physico-chimiques et biochimiques de la datte. Alimentation et Nutrition. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1997. Français. NNT : 1997INPL137N . tel-01776310

**HAL Id: tel-01776310**

**https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01776310**

Submitted on 24 Apr 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

97INPL137N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

THESE
Présentée à

**L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

pour obtenir le titre de
**DOCTEUR DE L'INPL**

Spécialité

BIOTECHNOLOGIES ET INDUSTRIES ALIMENTAIRES

par

**MAX REYNES**

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

Sujet :

# INFLUENCE D'UNE TECHNIQUE DE DESINFESTATION PAR MICRO-ONDES SUR LES CRITERES DE QUALITE PHYSICO-CHIMIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DATTE

*Soutenue le 26 novembre 1997*

Membres du jury :

| | | |
|---|---|---|
| MM. | ENSA Toulouse | Président |
| | | Rapporteur |
| D. STUARGA | Professeur Université de Bourgogne | Rapporteur |
| C. AYMARD | Ingénieur de Recherche CNRS Montpellier | Examinateur |
| J. GANRY | Directeur scientifique CIRAD-FLHOR Montpellier | Examinateur |
| M. METCHE | Professeur Emérite ENSAIA-INPL Nancy | Examinateur |

D 136 019237 8

136019 2378 97INPL137N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

[M] 1989 REYNES, M.

THESE
Présentée à

**L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

pour obtenir le titre de
**DOCTEUR DE L'INPL**

Spécialité

BIOTECHNOLOGIES ET INDUSTRIES ALIMENTAIRES

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

par

**MAX REYNES**

Sujet :

# INFLUENCE D'UNE TECHNIQUE DE DESINFESTATION PAR MICRO-ONDES SUR LES CRITERES DE QUALITE PHYSICO-CHIMIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DATTE

*Soutenue le 26 novembre 1997*

Membres du jury :

| | | | |
|---|---|---|---|
| MM. | M. BAILLY | Professeur ENSA Toulouse | Président |
| | | | Rapporteur |
| | D. STUARGA | Professeur Université de Bourgogne | Rapporteur |
| | C. AYMARD | Ingénieur de Recherche CNRS Montpellier | Examinateur |
| | J. GANRY | Directeur scientifique CIRAD-FLHOR Montpellier | Examinateur |
| | M. METCHE | Professeur Emérite ENSAIA-INPL Nancy | Examinateur |

# REMERCIEMENTS

Je remercie , en premier lieu Monsieur Metche , qui a été mon professeur de biochimie à l'ENSAIA il y a de cela 20 ans.Il a dépensé beaucoup de temps et fait preuve de beaucoup de patience pour m'épauler, m'encourager à réaliser et à terminer ce travail. J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur BAILLY, président du jury, et Mr STUARGA, rapporteur qui ont bien voulu consacrer une partie de leur précieux temps à corriger mon travail.

Cette étude a pu être réalisée, correctement , grâce aux échanges scientifiques et techniques réalisés dans le cadre d'un programme de coopération avec le Centre de Recherche Phoenicicole de la datte de Degache, en Tunisie. Que soit remerciés Mr RHOUMA , directeur de ce centre et Mr Habib BOUAHABIDI, technologue , par ailleurs amis de longue date, qui m'ont appris à connaître et apprécier les dattes , notamment la Deglet Nour .

Je tiens à remercier plus particulièrement les proches collaborateurs de l'Unité de Recherche Technologie et Qualité du CIRAD-FLHOR, qui ont , chacun à leur manière, permis la réalisation des travaux : Nathalie MOLI, Cécile BERNARD, Anne GUILLAUMONT, Marc LEBRUN, mais aussi:

.. les documentalistes du FLHOR: Me Chantal Loison, Melle Boyer et Me Jolivet;

.. mes " tuteurs", collègues et amis Christian AYMARD, Didier OLLE, André THEMELIN,

.. tout comme Denis LOEILLET de l'Unité Economie et Marché, qui a contribué à l'approche "marché" de la datte en Tunisie,

.. Pierre et Denis de l'atelier pour leurs aides efficaces et rigoureuses lors des différents essais réalisés dans la Halle de technologie du CIRAD,

.. et Philip SHAW de L'USDA (United State Department of Agriculture) de Floride qui nous a permis de mettre au point une méthodologie adaptée pour l'analyse d'arômes de dattes...

.. mais aussi...Honoré Tabuna, Lamia Bouziri, Hélène Bruno, Carlos Cashetta, étudiants de passage au laboratoire ...

Je remercie mes supérieurs hierarchiques , Jean Pierre GAILLARD , Directeur du département CIRAD-FLHOR et Jacky GANRY Directeur Scientifique et adjoint au Directeur de ce même département , qui ont réussi à me motiver pour entreprendre ce périlleux pari...

Je n'oublierai pas de citer les appuis infaillibles au niveau analytique de Georges PIOMBO du GERDAT, Ange RISTERUCCI de BIOTROP, Fabrice DARVIEUX et Emile CROSS du CIRAD CP,

..ni ceux de mes collègues de l'Unité d'entomologie du Cirad-CA, et de l'INRA Valbonne (Mrs BRUN et MARROT , Me DAUMAL), qui m'ont appris les notions de base d'entomologie , et procuré les agents d'infestation (pyrales, etc..)

Qu'il me soit permis , enfin de remercier Messieurs LALLEMAN, BERTAUD, du "Club des Industriels Micro-ondes", qui m'ont donné toute confiance en me demandant de participer au congrès du Génie des procédés de Marrakech. L'occasion m'a ainsi été offerte de discuter de l' application industrielle potentielle du procédé étudié avec les industriels maghrébins, soucieux de limiter l'utilisation du bromure de méthyle, mais aussi Mr DELMOTTE du CNRS(Thiais) qui m'a procuré les précieuses données portant sur les caractérisations diélectriques des dattes .

Je ne pourrai pas parler de ceux qui m'ont fait confiance , si je ne citais pas Monsier Claude CAUSTIER, industriel de Perpignan et spécialiste des usines de dattes "clés en main", éternel "Candide", qui m'a poussé à vérifier tous les paramètres pour s'assurer que ce procédé apporterait réellement un plus à la profession...

Enfin , merci à ma famille d'avoir accepté de passer beaucoup de temps à m'attendre, et de m'avoir encouragé à réaliser ce travail.

# *SOMMAIRE*

# SOMMAIRE

INTRODUCTION ET OBJECTIFS DU TRAVAIL ..... p 1

SITUATION DU MARCHE DE LA DATTE ..... p 4

**1- ENVIRONNEMENT MONDIAL** ..... p 4

1-1 La production mondiale ..... p 4
1-2 Le marché européen ..... p 5
1-3 Les exigences de qualité ..... p 5

**2- LA FUMIGATION ET LES TAUX DE RESIDUS** ..... p 6

2-1 La mention "naturelle" ..... p 6
2-2 La qualité commerciale ..... p 8

LA DATTE - CONNAISSANCE ACTUELLE DU FRUIT ..... p 9

**1- LE PALMIER-DATTIER ET LA DATTE** ..... p 9

1-1 Le palmier-dattier ..... p 9
1-1-1 Origine botanique ..... p 9
1-1-2 Ecologie et répartition dans le monde ..... p 10
1-2 La datte ..... p 13
1-2-1 Formation et maturation de la datte ..... p 13
1-2-2 Classification selon les critères de quliaté des dattes ..... p 15
1-3 Composition chimique et biochimique de la datte ..... p 18
1-3-1 Composition chimique ..... p 18
1-3-2 Principales activités enzymatiques de la datte ..... p 30
1-3-2-1 L'invertase ..... p 30
1-3-2-2 Activité polyphénoloxydasique ..... p 33
1-3-2-3 Activités peroxydasiques ..... p 33
1-3-2-4 Enzymes pectinolytiques : galacturonases (pgases) et pectine méthylestérase ..... p 34

**2- QUALITE DE LA DATTE ET TECHNOLOGIE** ..... p 38

2-1 Les prétraitements en palmeraie ..... p 38
2-1-1 Pollinisation et effets métaxiniques du pollen ..... p 38
2-1-2 Protection des régimes et maturation artificielle ..... p 38
2-2 Les traitements en usine (hors désinsectisation) ..... p 40
2-2-1 Le triage ..... p 40
2-2-2 Le séchage ou réessuyage ..... p 40
2-2-3 La réhumidification et l'enrobage ..... p 42
2-2-4 Valorisation des dattes ..... p 42
2-3 La datte et les insectes ..... p 45
2-3-1 Les infestants ..... p 45
2-3-2 Les différentes techniques de désinsectisation ..... p 49
2-3-2-1 Les techniques expérimentées ..... p 49
2-3-2-2 La fumigation ..... p 54

**3- LES MICRO-ONDES** ..... p 59

3-1 Définitions et principes d'utilisation ..... p 59
3-2 Caractéristiques physiques ..... p 64
3-2-1 Les puissances ..... p 64
3-2-2 Autres données ..... p 65
3-3 Réglementation et applications industrielles ..... p 65
3-3-1 Réglementation et sécurité ..... p 65
3-3-2 Applications à l'agro-alimentaire ..... p 66
3-4 Les micro-ondes et la désinsectisation ..... p 68
3-4-1 Données de base ..... p 68
3-4-2 Principes physiques généraux de désinsectisation ..... p 68
3-4-3 le cas de la datte ..... p 70

MATERIELS ET METHODES ..... p 73

**1- MATIERE PREMIERE ET OBTENTION DE LOTS HOMOGENES** ..... p 73

1-1 Qualité de la matière première ..... p 73
1-2 Réalisation des lots homogènes ..... p 73
1-2-1 Caractérisation des cultivars ..... p 73
1-2-2 Analyses physico-chimiques et biochimiques ..... p 74
1-2-3 Etude de l'influence du traitement micro-ondes ..... p 74
1-3 Traitement thermique ..... p 76

**2- ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES DATTES** ..... p 76

2-1 Mesures physiques ..... p 76
2-2 Analyses chimiques ..... p 76
2-3 Activités enzymatiques ..... p 82

**3- LE TRAITEMENT DES DATTES** ..... p 85

3-1 Infestation artificielle des dattes ..... p 85
3-2 Contrôle de la mortalité et de l'éclosion des oeufs ..... p 86

**4- TRAITEMENT PAR LES MICRO-ONDES** ..... p 86

4-1 Désinfestation et méthodologie employée ..... p 86
4-2 Le matériel pilote ..... p 86
4-2-1 Particularités de ses composants mécaniques ..... p 86
4-2-2 Les caratéristiques électriques ..... p 87
4-2-3 Réglage du matériel pilote ..... p 87

**5- LE SECHAGE** ..... p 90

5-1 Description de la boucle de séchage employée ..... p 90
5-1-1 Modèle ..... p 90
5-1-2 Capacité ..... p 90
5-1-3 caractéristiques techniques ..... p 90
5-2 Conditions de séchage ..... p 92

**6- TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNEES** ..... p 93

6-1 Elimination des valeurs aberrantes ..... p 93
6-2 Traitement des données ..... p 93

RESULTATS ET DISCUSSIONS ..... p 94

**1- CRITERES DE QUALITE DES DATTES ET PLUS PARTICULIEREMENT DE LA VARIETE DEGLET NOUR** ..... p 94

1-1 Caractéristiques morphologiques et physico-chimiques de quelques variétés de dattes de Tunisie ..... p 94
1-2 Caractérisation des principaux composés aromatiques des 3 principales variétés de dattes (Deglet Nour, Kentichi, Alligh) ..... p 101

**2- DESINSECTISATION DES DATTES PAR LE BROMURE DE METHYLE**..... p 107

2-1 Influence du traitement sur les critères physico-chimiques..... p 107
2-2 Influence du traitement au niveau des acides aminés..... p 107
2-3 Influence de la fumigation sur les constituants de l'arôme..... p 110

**3- TRAITEMENT DE DESINSECTISATION PAR MICRO-ONDES**..... p 111

3-1 Caractérisation diélectrique des dattes ..... p 111
3-2 Détermination de la température de destruction des oeufs et des larves contenues dans les dattes..... p 113
3-2-1 Détermination de l'homogénéité du traitement..... p 113
3-2-2 Détermination des température létales..... p 113
3-2-3 Détermination des durées de traitement..... p 113
3-2-4 Bilan énergétique..... p 115
3-2-5 Validité du traitement..... p 115

**4- INFLUENCE DU TRAITEMENT MICRO-ONDES SUR LA QUALITE DES DATTES**..... p 116

4-1 Evolution des critères physiques et biochimiques..... p 116
4-1-1 Teneur en eau..... p 116
4-1-2 Activité de l'eau..... p 117
4-1-2-1 Etablissement des courbes de sorption..... p 117
4-1-2-2 Evolution en fonction du traitement micro-ondes..... p 117
4-1-3 Le pH..... p 119
4-1-3-1 Evolution du pH en fonction du traitement micro-onde..... p 119
4-1-3-2 Evolution du pH en fonction de l'Aw, des températures de séchage et d'un traitement ou non aux micro-ondes..... p 121
4-1-4 Teneur en acides aminés libres..... p 122
4-1-4-1 Evolution de la teneur en acides aminés, à 25°C avec ou sans traitement micro-ondes..... p 122
4-1-4-2 Evolution des teneurs en acides aminés libres en fonction de l'Aw et des températures..... p 126
4-1-4-3 Evolution des acides aminés engagés dans les structures protéiques..... p 127
4-1-5 Evaluation du brunissement..... p 127
4-1-6 La couleur et son évolution..... p 133
4-1-6-1 Influence du traitement micro-ondes..... p 133
4-1-6-2 Evolution des indices de couleur en fonction de l'Aw, et de la température de séchage..... p 135
4-2 Influence du traitement micro-ondes sur la composition chimique et biochimique..... p 137
4-2-1 Les polyphénols..... p 137
4-2-1-1 Etude de l'influence du traitement micro-ondes..... p 137
4-2-1-2 Evolution de la teneur en polyphénols en fonction de la température de l'Aw..... p 137

4-2-2 Les arômes ..... p 144
4-2-2-1 Influence du traitement micro-ondes ..... p 144
4-2-2-2 Analyse de la variation des teneurs en molécules aromatiques par ACP ..... p 145
4-3 Activités enzymatiques ..... p 145
4-3-1 L'invertase ..... p 145
4-3-1-1 Etude de l'effet du traitement micro-ondes ..... p 146
4-3-1-2 Influence du traitement micro-ondes sur la qualité des dattes durant le séchage ..... p 146
4-3-2 Les polygalacturonases ..... p 148
4-3-2-1 L'extraction des substances pectiques ..... p 148
4-3-2-2 Influence du traitement par les micro-ondes ..... p 148
4-3-2-2-1 Sur les pectines solubles (PSE) ..... p 148
4-3-2-2-2 Sur les protopectines (pH) ..... p 149
4-3-2-3 Activité de la polygalacturonase en fonction des températures de séchage, de l'Aw initiale et du traitement micro-ondes ..... p 149
4-3-3 Les pectine-méthylestérases (PME) ..... p 151
4-3-3-1 Les fonctions méthoxyles des pectines solubles ..... p 151
4-3-3-2 Les fonction méthoxyles des protopectines ..... p 151
4-3-4 La polyphénoloxydase ..... p 152
4-3-4-1 Etude des caractéristiques de la polyphénoloxydase ..... p 152
4-3-4-2 Activité de la polyphénoloxydase et traitement micro-ondes ..... p 153
4-3-5 Les peroxydases ..... p 154
4-3-5-1 Caractérisation de l'activité ..... p 155
4-3-5-2 Influence du traitement micro-ondes et des conditions de séchage sur l'activité peroxydasique ..... p 157

CONCLUSIONS ..... p 160

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ..... p 163

ANNEXES

Annexe 1 : Publications

Identification of volatile date components and use of multivriable analysis to distinguish date varieties
*Journal of Food Quality, 1996*

Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie
*Fruits, 1994*

Annexe 2 : Brevet d'invention

# *INTRODUCTION*

# INTRODUCTION

Quatre mille ans avant Jésus-Christ, la Datte était déjà connue et faisait l'enjeu de relations commerciales, dans une zone située au Sud de l'Irak (DOWSON et ATEN - 1963). Son évolution dans le monde et son importance en régions désertiques lui a donné un intérêt quasi stratégique. De nombreuses variétés ont vu le jour et les demandes des populations locales comme celles des pays industrialisés ont confirmé un intérêt alimentaire de ce fruit. En effet, la datte, fruit très riche en sucres et en calories, constitue l'un des aliments de base pour de nombreuses populations.

Actuellement sa production, dont un tiers est réparti sur le pourtour méditerranéen, a été estimée à 3,4 millions de tonnes en 1993. La datte représente également une des principales ressources d'exportation pour des pays comme l'Irak, l'Iran, l'Algérie et la Tunisie. Ces exportations se situent au troisième rang mondial en volume. La première variété produite est la Deglet Nour, riche en saccharose et possédant une saveur particulière très recherchée.

La qualité des dattes commercialisées est, en effet, dépendante des conditions de culture, de l'irrigation de la protection du régime et de l'ensoleillement ; autant de facteurs qui procurent aux fruits une spécificité de "terroir". Si le nombre de variétés est très important (plus de 200 seulement en Tunisie (RHOUMA, 1994) la production de dattes doit tenir compte des phénomènes de maturation, des problèmes liés à la récolte et des technologies appliquées dans les usines de conditionnement nécessaires pour désinsectiser et stabiliser (séchage) ces fruits.La filière datte des principaux **pays méditerranéens** souffre d'un problème crucial lié à son mode de production, qu'est l'infestation par *Ephestia myelois*. En effet, les productions dattières en oasis, sous forme parcellaire et sous forme combinée avec d'autres cultures nécessaires à l'alimentation des populations locales, comme les légumes, mais aussi les fruits, amènent des contaminations difficile à traiter d'une manière brutale, en raison de l'équilibre instable de ces milieux. Chaque année, plusieurs milliers de tonnes (15 000 tonnes en Tunisie) selon le G.I.D. *Groupement Interprofessionnel de la datte* (1991,1993) sont perdus.

Les pertes post-récolte sont essentiellement dues à des attaques d'insectes qui s'introduisent dans le fruit, empêchant toute consommation en frais, toute exportation, toute conservation. La nécessité de maîtriser la qualité des dattes implique de revoir certains traitements, comme la désinfestation. Afin de commercialiser un produit sain, les producteurs de dattes ont mis en oeuvre diverses techniques de désinsectisation dont la plus répandue est aujourd'hui la fumigation utilisant des produits chimiques. Cette méthode très efficace appliquée par les planteurs et les industriels utilise le plus fréquemment le bromure de méthyle, produit toxique et cancérigène pour l'homme. Son utilisation fait déjà l'objet d'une réglementation très stricte, voire d'une interdiction aux Etats-unis. L'alternative, comme moyen de désinfestation que pourrait constituer un traitement à la chaleur, basé sur l'utilisation des micro-ondes, à une fumigation par le bromure de méthyle, pourrait répondre à la demande de la filière dattes (REYNES, 1995).

La désinsectisation des dattes reste ainsi un des principaux traitements à maîtriser pour permettre une meilleure alimentation des populations locales, mais aussi pour pouvoir répondre aux exigences des marchés internationaux. Les répercussions éventuelles engendrées par un traitement de désinsectisation basé sur l'utilisation des micro-ondes susceptibles de remplacer la fumigation, sur la chimie et la biochimie des constituants des dattes font l'objet du présent travail.

LES OBJECTIFS DU TRAVAIL REALISE

La nécessité de connaître les effets de ces techniques de désinsectisation nous a conduit à étudier les points suivants :

*1. L'analyse des principaux critères de qualité de la datte et de la Deglet Nour*

La connaissance des principaux critères de la qualité de la datte, pour les principales variétés et notamment pour celle de la variété Deglet Nour, pour une zone considérée (Sud Tunisien), que ce soit au niveau physico-chimique, aromatique (puisque un traitement basée sur la chaleur est proposé), mais aussi biochimique s'avère nécessaire car jusqu'à présent non réalisé.

La forte hétérogénéité qui peut apparaître entre terroirs et même entre fruits d'un site de culture oblige à s'intéresser uniquement pour les besoins de l'étude à des échantillons de même provenance, cueillis à un stade de maturité bien défini et dans des conditions de culture connues. Cette collecte a été réalisée en liens étroits avec le Centre de Recherche phoenicicole de Degache, près de Tozeur, en Tunisie.

La Deglet Nour, de par sa teneur équilibrée en différents sucres (glucose, fructose, saccharose) et sa teneur en eau, de l'ordre de 25%, est "la datte" par excellence dont il convient de maîtriser et suivre les critères de qualité après un nouveau type de traitement de désinfestation.

En effet, les principales qualités commerciales de ce fruit, sont le rapport des teneurs en sucre/eau, une note aromatique très caractéristique, et une **couleur claire** (de laquelle vient son nom=doigt du soleil), qui ne doivent pas être altérées.

*2. Les arômes de dattes*

Peu de données existent sur le sujet, et notamment sur la Deglet Nour, les aspects physico-chimiques restant les seules connaissances de base généralement développées. Tout traitement thermique expose le produit à une altération des émissions volatiles, et notamment les arômes, leur connaissance peut revêtir, dans le cas d'un traitement micro-ondes un intérêt de validation de la méthode et de caractérisation de son effet altérant ou non.

La caractérisation de l'arôme de dattes, au niveau technique et scientifique, oblige, de par la richesse en sucres, à adapter les techniques d'analyse à cette composition. L'analyse aromatique comparée de plusieurs cultivars pourrait être un moyen de différenciation variétale au même titre que la morphologie, la teneur en sucres et un critère déterminant de signe d'altération.

*3. Influence sur les principaux critères de qualité d'un procédé de désinfestation basé sur la fumigation avec du bromure de méthyle*

Le traitement au bromure, couramment employé jusqu'à présent, dans les pays méditerranéens, à des doses plus ou moins maîtrisées et pour le moins très empiriques, a un effet destructif certain sur les oeufs et larves d'insectes. Son influence sur les principaux critères physico-chimiques de la datte (teneurs en sucres, pH, acidité, etc.) et sur l' aminogramme en vue d' étudier les évolutions éventuelles de chacun des acides aminés, dans des conditions d'utilisation proches de l'industrie.

La maîtrise de l'analyse des composés aromatiques devrait permettre d'évaluer si l'utilisation du bromure de méthyle provoque la formation de nouveaux composés ou modifie sensiblement certains autres.

*4. La détermination des conditions de désinfestation, basé sur l'utilisation d'une technique micro-ondes*

La mise en oeuvre d'une technique basée sur l'utilisation des micro-ondes oblige tout d'abord à en connaître la faisabilité au niveau physique en déterminant les constantes diélectriques caractérisant le comportement de la datte, que sont ε et ε' qui sont respectivement la constante de permittivité et la constante des pertes, à plusieurs températures.

Il fallait déterminer les conditions de traitement (température et durée d'application) adaptées à la destruction des oeufs et des larves dans la dattes.

5. *Traitement de désinfestation basé sur l'utilisation des micro-ondes : incidences sur la qualité de la datte :*

L'application du traitement permettant la destruction des insectes sera réalisée sur différents lots, pour connaître son influence sur chacun des critères de caractérisation de la qualité, mais aussi après une étape de séchage qui permettra d'analyser le comportement des lots traités ou non au niveau physico-chimique, biochimique.

Les dattes, afin d'améliorer l'homogénéité, seront équilibrées dans des conditions d'activité de l'eau bien précises.

5.1. Les incidences du traitement micro-ondes sur les principaux critères de qualité au niveau physico-chimique, et sur l'évolution de ceux ci après séchage :

. Les teneurs en eau, activité de l'eau finales, pH, acides aminés, sucres, polyphénols, arômes comparés avant et après traitement dans les conditions de désinfestation, permettront d'apprécier l'incidence du traitement sur chacun de ces facteurs.

L'évaluation de la couleur, mais aussi du brunissement non enzymatique permettra de vérifier l'influence éventuelle du traitement sur l'apparition de précurseurs pouvant intervenir dans les réactions de Maillard. L'énergie d'activation du brunissement non enzymatique sera déterminé.

5.2 les incidences du traitement sur les critères biochimiques de la datte, et leur évolution après une phase de séchage

La caractérisation des activités enzymatiques de la polyphénoloxydase, mais aussi de la peroxydase, en fonction de la température, renseignera sur leur comportement durant les conditions de traitement.

. La connaissance de cinétiques des principales enzymes telles la polyphénoloxydase, la peroxydase, la polygalacturonase, avec la détermination des énergies d'activation, permettra d'évaluer l'importance ou l'impact du traitement sur le brunissement enzymatique.

. Les conditions de séchage appliquées aux échantillons traités ou non renseigneront sur le comportement de ces activités enzymatiques.

# SITUATION DU MARCHE DE LA DATTE

## 1- ENVIRONNEMENT MONDIAL

### *1-1 La production mondiale*

Avec 4 millions de tonnes produites par plus d'une trentaine de pays, la datte est la 15ème production fruitière mondiale. Elle a doublé en 20 ans et triplé en 30 ans.

La principale zone de production de la datte s'étend du Maroc, à l'Ouest, au Pakistan, à l'Est. Les douze premiers pays producteurs réalisent plus de 95 % de la production mondiale. Parmi ceux-ci, quatre dépassent la barre du demi-million de tonnes : l'Iran, l'Egypte, l'Arabie Saoudite et l'Irak. La Tunisie arrive en 11ème position derrière le Maroc, avec une production évaluée par la F.A.O. à 90 000 tonnes. A l'exception de la Libye, tous les pays ont augmenté leur production. A noter la très forte progression des Emirats Arabes Unis qui, depuis 1980, ont multiplié leur production par près de 4.

LA PRODUCTION MONDIALE - X 1000 TONNES

| Producteurs | Moyenne 1979-81 | 1993 provisoire | Taux croissance % | % total |
|---|---|---|---|---|
| Monde entier | 2578 | 3823 | 48 | 100 |
| 1 - Iran | 261 | 655 | 151 | 17 |
| 2 - Egypte | 414 | 615 | 49 | 16 |
| 3 - Arabie Saoudite | 377 | 560 | 49 | 15 |
| 4 - Irak | 495 | 550 | 11 | 14 |
| 5 - Pakistan | 202 | 320 | 58 | 8 |
| 6 - Algérie | 201 | 210 | 4 | 5 |
| 7 - Soudan | 130 | 140 | 8 | 4 |
| 8 - E. A. Unis | 47 | 176 | 274 | 5 |
| 9 - Oman | 70 | 133 | 90 | 3 |
| 10 - Maroc | 79 | 111 | 41 | 3 |
| **11 - Tunisie** | **51** | **90** | **76** | **2** |
| 12 - Libye | 91 | 77 | -15 | 2 |

*Source : FAO / Présentation : CIRAD-FLHOR*

### *1-2 Le Marché Européen*

Premier marché mondial d'importation, l'Union Européenne importe 44 000 tonnes de dattes par an (G.I.D., 1993) pour un chiffre d'affaires de 76 millions d' Ecus (103 millions $US). Selon les données Eurostat, le marché de l'UE-12, représente 20 % des importations mondiales en volume et 40 % en valeur.

➢ *Les principales origines*

L'extrême concentration de l'offre est une des principales caractéristiques du marché communautaire. La Tunisie détient 44 % (G.I.D., 1993) du marché en volume, soit environ 19 000 tonnes. Loin derrière, l'Algérie et l'Iran contribuent chacun pour 16 % (7 000 tonnes). Le Pakistan, les Etats-Unis et Israël ferment la marche avec une part de marché respective de 8,6 et 6 %. Ces sept pays producteurs détiennent depuis 1991 entre 90 et 97 % du marché communautaire !

Cette répartition du marché a subi de profonds changements ces dernières années. L'embargo commercial décrété contre l'Irak a eu pour conséquence un arrêt des importations communautaires à partir de 1991 alors même que ce pays détenait 10 % du marché et jusqu'à 32 % en 1987.

La Tunisie, premier pays exportateur, développe depuis maintenant plus de dix ans, de manière régulière ses exportations vers l'Europe. Cette régularité est égalée, avec des volumes toutefois moindres, par l'Iran et le Pakistan. L'Algérie, enfin, qui développait de manière constante ses exportations vers l'Europe, est depuis 1993 dans une situation d'attente.

Une autre spécificité du marché communautaire tient à l'existence d'un marché de réexportation intra et extra-communautaire très important : entre 5 et 7 600 tonnes par an durant la dernière décennie. La France joue un rôle important : 70 à 90 % des réexportations passent entre les mains de ses opérateurs. La localisation des usines de conditionnement à Marseille, des lignes maritimes privilégiées (Afrique du Nord/Marseille), des liens économiques très forts entre certains pays producteurs et la France sont quelques-unes des raisons du rôle prédominant que la France joue dans le domaine de la réexportation.

### *1-3 Les exigences de qualité*

Les règles de qualité peuvent être abordées sous deux angles : la qualité minimale définie par les normes officielles de qualité, et la qualité commerciale définie par la concurrence et par la demande.

Pour illustrer et positionner le travail de recherche entrepris, nous avons pris en exemple la situation de la Tunisie, principal fournisseur de l'Union Européenne.

➢ *Les normes officielles de qualité*

Un certain nombre d'organisations nationales et internationales ont défini des normes de qualité pour les dattes. Trois d'entre elles (la norme tunisienne et deux normes internationales) sont présentées dans le **Tableau 1**. Elles sont très proches les unes des autres. Le texte du Codex Alimentarius peut être considéré comme la norme minimale.

Le texte tunisien (NT *Norme tunisienne* 45.15) diffère du texte CEE/ONU (qui tient lieu de référence) sur l'absence de règles claires quant à la présence ou non dans les lots normalisés d'insectes vivants. La norme CEE/ONU dans son chapitre II.A.i précise : "Dans toutes les catégories, compte-tenu des dispositions particulières prévues pour chaque catégorie et des tolérances admises, **les dattes doivent être (...) exemptes d'insectes vivants ou de tout parasite vivant (...).**" Il n'y a pas de tolérance pour ce type de défaut. Les lots contaminés seraient donc exclus de la vente.

## 2- LA FUMIGATION ET LES TAUX DE RÉSIDUS

Un des procédés de désinsectisation des dattes est la fumigation. Le bromure de méthyle et parfois le phosphure d'hydrogène est couramment utilisé. Les dattes sont supposées avoir subi une fumigation dès leur arrivée dans l'usine de conditionnement. Dans aucun des textes normatifs, il n'est fait mention des taux maximum de résidus de bromure de méthyle autorisés. La France, dans une note de service du 11 décembre 1989[1] concernant le contrôle de la qualité des fruits secs et séchés dans le marché intérieur, fixe pour les dattes, les raisins secs et les figues, la teneur maximale exprimée en ions $Br^-$ (mg/kg) à 100. Une teneur maximale en phosphure d'hydrogène (PH3) est de même déterminée dans le cas de la datte et d'autres fruits secs (pruneaux, figues séchées, raisins secs, bananes séchées et fruits à coque) : 0,1 mg/kg.

Ce taux de résidus sera sans nul doute révisé à la baisse à court ou moyen terme. L'adoption de technologies de désinsectisation plus douces dans le traitement post-récolte de la datte ou l'utilisation de doses moins fortes sont des domaines à explorer sans plus attendre.

### *2-1 La mention "naturelle"*

Deux types de dattes font l'objet d'un commerce : les dattes fumigées (en branche ou en vrac) et les dattes fumigées et glucosées. Il semble y avoir pour le premier type de dattes une certaine ambiguité quant à la dénomination portée sur les emballages : dattes naturelles Deglet Nour de Tunisie. L'utilisation du terme naturel est réglementé de manière stricte, en particulier en Europe. Le recours à un traitement post-récolte comme la fumigation interdit l'utilisation de la mention "naturelle".

---

[1] Note de service du 11 décembre 1989 (DGCCRF n°5539). Contrôle de la qualité des fruits secs et séchés dans le marché intérieur. 6P.(DGCCRF: Direction Générale de la consommation de la concurrence de la République Française)

*Tableau 1 : Normes de qualité :*

| | CEE/ONU DF-08 | | | NORME TUNISIENNE NT 45.14 (1985) | | | CODEX ALIMENTARIUS FAO/OMS |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Taux humidité<br>- variété sucre canne (1)<br>- variété sucre inverti(1)<br>- variété Deglet Nour(1) naturel | <br>< 26 %<br>< 30 %<br>< 30 % | | | <br>max 26 %<br>max 30 %<br>max 30 % | | | <br>max 26 %<br>max 30 %<br>max 30 % |
| Additifs alimentaires autorisés | | | | sirop de glucose | | | Glycérol , Sorbitol |
| Catégorie | Extra - I - II | | | Extra - I - II | | | |
| Calibrage minimal et tolérance | 4,75 g<br>max 10 % avec poids inférieur | | | max 10 % avec poids inférieur | | | 4.75 g<br>max 5 % avec poids inférieur |
| | | | | Extra | I | II | |
| | | | | 7 g | 6 g | 4.75 g | |
| Tolérances de qualité | Extra | I | | Extra | I | II | |
| - Tolérance globale | 5 | 10 | 20 | 5 | 10 | 20 | 1 |
| - Fruits aigres/pourris/moisis | 0 | 0 | 1 | 0 | 0 | 1 | 6 |
| - " contaminés insectes morts | 3 * | 5 * | 8 * | 3 | 5 | 6 | 0 |
| - " contaminés insectes vivants | 0 | 0 | 0 | 2 | 4 | 6 | 6 |
| - " endommagés/immatures | 2 | 4 | 6 | 3 | 5 | 7 | 7 |
| - " tachés | 3 | 5 | 7 | | | | |
| - Impuretés minérales en g/kg | | | | | | | |
| Dattes traitées | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Dattes à l'état naturel | 2 | 2 | 2 | 1 | 2 | 3 | 1 |
| Branchette<br>- Longueur minimale<br>- Fruits / 10 cm de longueur<br>- % autorisé de fruits détachés<br>- Catégorie concernée | <br>10 cm<br>4<br>10 % en poids<br>Extra & I | | | <br>10 cm<br>4<br>10 %<br>Extra & I | | | |
| Marquage<br>- Identification<br><br>- Nature du produit<br><br><br>- Origine du produit<br>- Caractérisation. Commerciales | <br>Emballeur et/ou expéditeur.<br><br>Datte / nom variété / en régime ou en branchettes<br><br>Nom du pays<br>Catégorie/poids net unitaire | | | <br>Emballeur et/ou expéditeur. et/ou producteur.<br>Datte Deglet Nour de Tunisie ou Datte commune de Tunisie / en régime ou en branchette<br>cf ci-dessus<br>Catégorie/date limite utilisation/poids net unitaire | | | <br>Emballeur. et/ou distributeur et/ou importateur, Etc.<br>Datte ou datte enrobée de sirop de glucose<br>Pays d'origine<br>Poids net/date limite de conso. |
| Désinsectisation | | | | opération obligatoire avant mise en marché. Opération certifiée. | | | |
| Note : * Allemagne/Pologne/Suisse/UK souhaitent le maintien des tolérances Extra 2%, I 4% et II 6% | | | | | | | |

(1) le mot variété est ici utilisé d'une manière générique pour indiquer les dattes riches en saccharose (sucre de canne, les dattes appelées "sèches), les dattes à sucre inverti, riches en glucose et fructose que sont les dattes appelées "molles) ; la variété Deglet Nour contenant les sucres invertis et du saccharose étant appelée datte "demi -molle".

. ***Du champ d'application des normes***

La norme tunisienne précise dans ses chapitres 1 et 2 son domaine et son champ d'application : "La présente norme a pour objet de définir les qualités que doivent présenter les dattes à tous les stades de la commercialisation, après conditionnement et emballage (...). La présente norme vise les dattes à l'état naturel ou traitées (...) destinées à être livrées aux consommateurs. Elle ne s'applique pas aux dattes destinées à une utilisation industrielle, aux dattes pressées, ni aux dattes congelées".

Il apparaît très clair à la lecture de ces chapitres, que la norme s'applique à la fois aux dattes commercialisées sur le marché national (marchés locaux, marchés de gros, détaillant...) et à l'exportation. La réalité est toute autre. La norme est difficilement appliquée à l'exportation. Quant aux dattes destinées au marché national, elles ne sont soumises actuellement à aucune procédure de normalisation ni de contrôle.

. ***De la normalisation et de son application***

Les enquêtes menées auprès des opérateurs en Tunisie ainsi que l'étude du système mis en oeuvre par le service de contrôles tunisien, donnent à penser qu'une grande partie des dattes exportées ne respecte pas les normes minimales de commercialisation. Les taux maximums d'humidité, d'infestation, l'obligation de fumiger, le calibre minimum et enfin les règles concernant les dattes en branches (minimum de 4 fruits pour 10 cm de branche) ne sont, généralement, pas respectées.

**2-2 La qualité commerciale**

La mise en conformité des produits à des normes de qualité, n'empêche pas les opérateurs d'aller plus loin dans leur quête du "zéro défaut". Le niveau atteint par les produits concurrents, la recherche de meilleurs prix, l'approvisionnement de nouveaux circuits de distribution et une demande plus exigeante, sont quelques-unes des raisons qui poussent certains industriels à développer des politiques ambitieuses de qualité. Quel est pour le commerce la définition d'une datte de qualité ?

Les réponses sont bien entendu multiples, les caractéristiques (qui correspondent en fait à une norme réaliste des professionnels de la filière) le plus souvent citées sont :

- un taux d'humidité inférieur à 20 %,
- un taux d'infestation garanti inférieur à 1 %,
- des produits calibrés,
- une transparence de la datte Deglet Nour.

Dans tous les cas, une exigence d'homogénéité est souhaitée.

# *LA DATTE*

# *CONNAISSANCE ACTUELLE DU FRUIT*

# LA DATTE. CONNAISSANCE ACTUELLE DU FRUIT

## 1- LE PALMIER DATTIER ET LA DATTE

### 1-1 Le palmier dattier

#### *1-1-1 Origine botanique*

Le palmier dattier a toujours été dans l'esprit du grand public associé au concept du désert. En effet, il est le symbole de présence et de survie dans les immensités désertiques. Il apporte à l'habitant des oasis non seulement un abri contre le vent et le soleil mais aussi, par ses fruits, une base de nourriture riche en énergie et en minéraux.

L'origine botanique du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est un sujet très controversé et qui a donné lieu à de nombreux travaux : STICKNEY (1950) cité par DOWSON et ATEN (1963); PEREAU LEROY (1958); MUNIER (1960); DOWSON et ATEN (1963); MUNIER (1973). L'essentiel des hypothèses a été analysé et mentionné par CATHY (1929) et WERTH (1933). Ce dernier auteur a résumé les tendances d'opinions en les classant en deux groupes. Dans le premier, le dattier provient d'une ou plusieurs formes sauvages réparties dans son aire actuelle de culture. Dans le second, le dattier provient du genre Phoenix, existant encore dans le voisinage actuel de culture. MUNIER (1973), pense que le dattier provient de l'hybridation de plusieurs Phoenix à habitus semblables au dattier et que l'origine des formes cultivées doit se situer dans la zone marginale septentrionale ou orientale du Sahara, la désertification du Sahara ayant entraîné la régression des formes primitives.

* *Taxonomie*

La botanique du palmier dattier a été étudiée plus spécialement par certains auteurs dont TACKOLM et DRAR, (1950) ; CHEVALIER (1952) ; MUNIER (1973). Selon la classification de LINNE établie en 1734 (MUNIER -1973), le palmier dattier se positionne de la façon suivante dans le règne végétal :

<u>classe</u> Monocotylédone ; ordre Spadiciflore ; famille des Arénacées ; tribu ou sous famille des Coryphinées ; genre Phoenix; espèce dactylifera.

Le mot phoenix dérivant de Phoenix, nom du dattier chez les Grecs de l'Antiquité qui le considéraient comme l'arbre des phéniciens. Dactylifera vient du latin dactylos dérivant du grec "daktulos" signifiant doigt, en raison de la forme du fruit.

D'après CHEVALIER (1952), il existe 12 espèces de Phoenix : *P. Dactylifera, P. Atlantica, P. Canariensis, P. Reclinata, P. Sylvestris, P. Hulilis, P. Hanceana, P. Robelinï, P. farinifera, P. Rupicila, P. Paludosa.* BARREVELD (1993) souligne que *Phoenix Sylvestris* est surtout rencontré en Inde où il est considéré comme une source de sucre alors que *P. Canariensis* est le palmier ornemental rencontré le long des côtes méditerranéennes.

*1-1-2 Ecologie et répartition dans le monde*

L'origine géographique du palmier dattier est tout aussi incertaine et discutée. Cependant, d'après certains hiéroglyphes (4 000 ans avant notre ère) et d'autres documents anciens, il semblerait que le dattier provienne de l'actuel Sud de l'Irak ainsi que d'une partie de l'Est de l'Egypte **(Figure 1)**.

Selon MUNIER (1973) **(Figure 2)**, le palmier dattier peut mesurer jusqu'à 30 mètres de hauteur, pour un diamètre de 1 mètre. Comme la plupart des monocotylédones, il a un système racinaire fasciculé. Le tronc est appelé stipe et présente une forme cylindrique. Sa propagation se fait par voie végétative ou par graine.

Le palmier dattier est une plante bien adaptée aux climats sahariens chauds et secs. En raison de sa grande variabilité, il possède de larges facultés d'adaptation. Il peut vivre sur des sols ingrats, sur de bonnes terres, sur du sable et même sur des sols à forte teneur en argile. Cependant, il ne peut pas vivre sans eau, c'est pour cela qu'il est localisé près des ressources hydriques du sol pour qu'il puisse satisfaire ses besoins en eau au niveau des racines.
"Le dattier vit les pieds dans l'eau et la tête au feu du ciel." Proverbe arabe (MUNIER, 1973).

Quelle que soit son origine, il était cultivé dans les zones arides et semi-arides de l'ancien monde avant de se propager accidentellement ou volontairement vers le Nord de la Mésopotamie, vers la Libye, l'Algérie et le Maroc. Enfin, des missionnaires ont introduit le palmier en Amérique Latine ainsi que dans le Sud des Etats-Unis (Californie, Arizona).

La distribution géographique du palmier dattier est assez étendue dans l'hémisphère Nord entre les 10 et 35 degrés parallèles. Il se situe également, pour des microclimats particuliers et d'une façon marginale, entre le 9°' et le 39°44' degrés parallèles par exemple au Cameroun et à Elche en Espagne.
Selon MUNIER (1973), sa présence est signalée sur tous les continents **(Figure 3)** :

➢ *En Europe* : sur les rivages de la Méditerranée, il est surtout cultivé comme arbre ornemental. Il n'y a guère que dans la partie méridionale de la Péninsule Ibérique (Palmeraie d'Elche) que le dattier est cultivé pour la production de ses fruits.

➢ *En Afrique* : la culture de palmier dattier est pratiquée de façon très ancienne en Afrique Méditerranéenne, au Sud de l'Atlas, depuis l'Atlantique jusqu'en Egypte. Parmi les principaux pays producteurs, on peut citer le Maroc, l'Algérie, la Tunisie, la Libye et l'Egypte. On retrouve encore la culture du palmier dattier dans certains pays d'Afrique Saharo-soudanaise, d'Afrique Orientale et même l'Afrique du Sud.

➢ *En Asie* : le dattier est présent dans des pays tels que : Chypre, Israël, la Jordanie, le Liban, la Syrie, l'Arabie Saoudite, le Yémen, l'Iran, le Pakistan, le Turkmenistan (ex-URSS), l'Irak où se trouvent 37 % des peuplements de dattiers du globe(BLATTER,1926).

➢ *En Amérique* : il se situe dans les pays comme les États-unis (Arizona, Californie, Texas), le Pérou, le Brésil, l'Argentine, la Colombie, le Mexique et l'Equateur.

➢ *En Australie* : il est cultivé dans la partie désertique du Queensland et dans les territoires du Nord.

*Figure 1 : Propagation de la culture du palmier dattier dans l'ancien continent (MUNIER, 1973)*

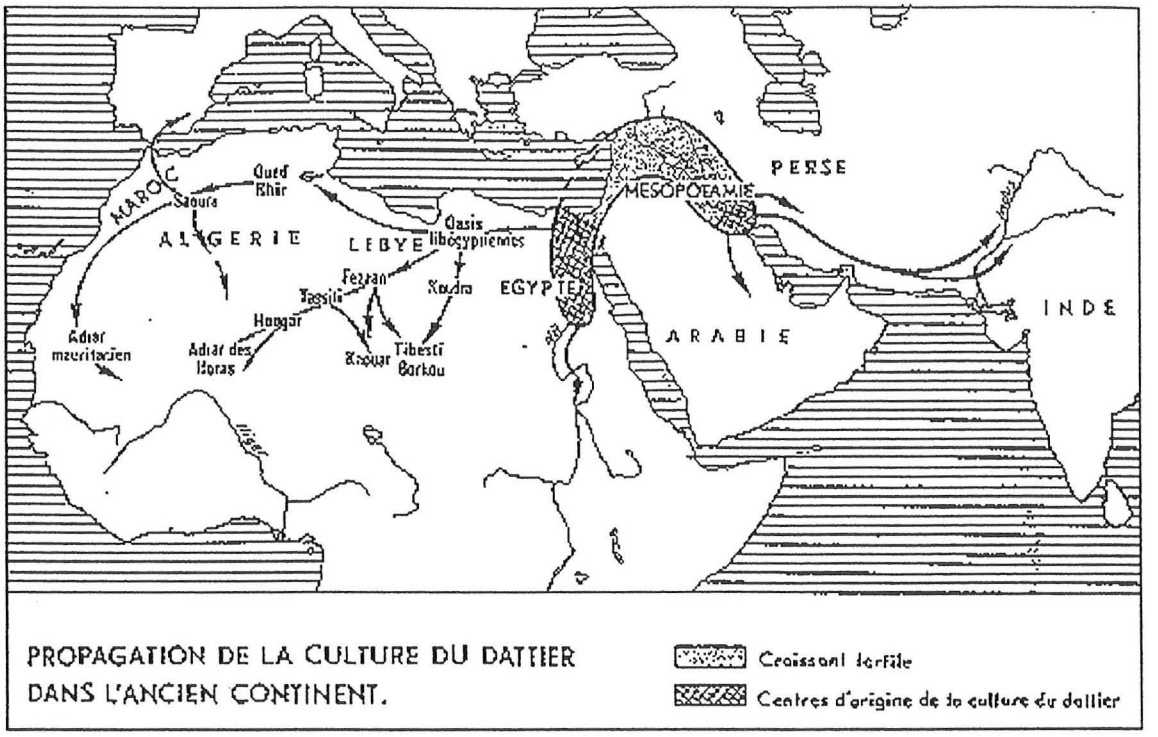



*Figure 2 : Figuration schématique du dattier - Souce : MUNIER, 1973*

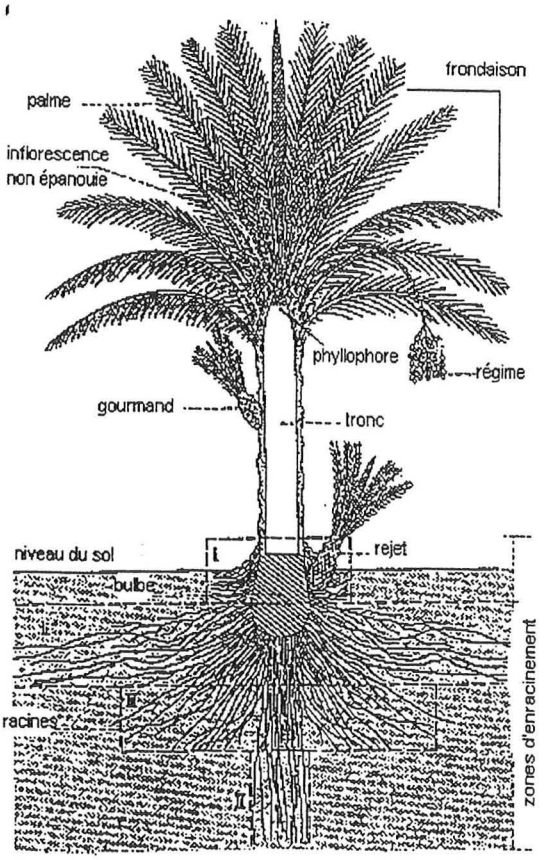


*Figure 3 : Répartition géographique des palmiers dattiers dans le monde*
*Source MUNIER, 1973*

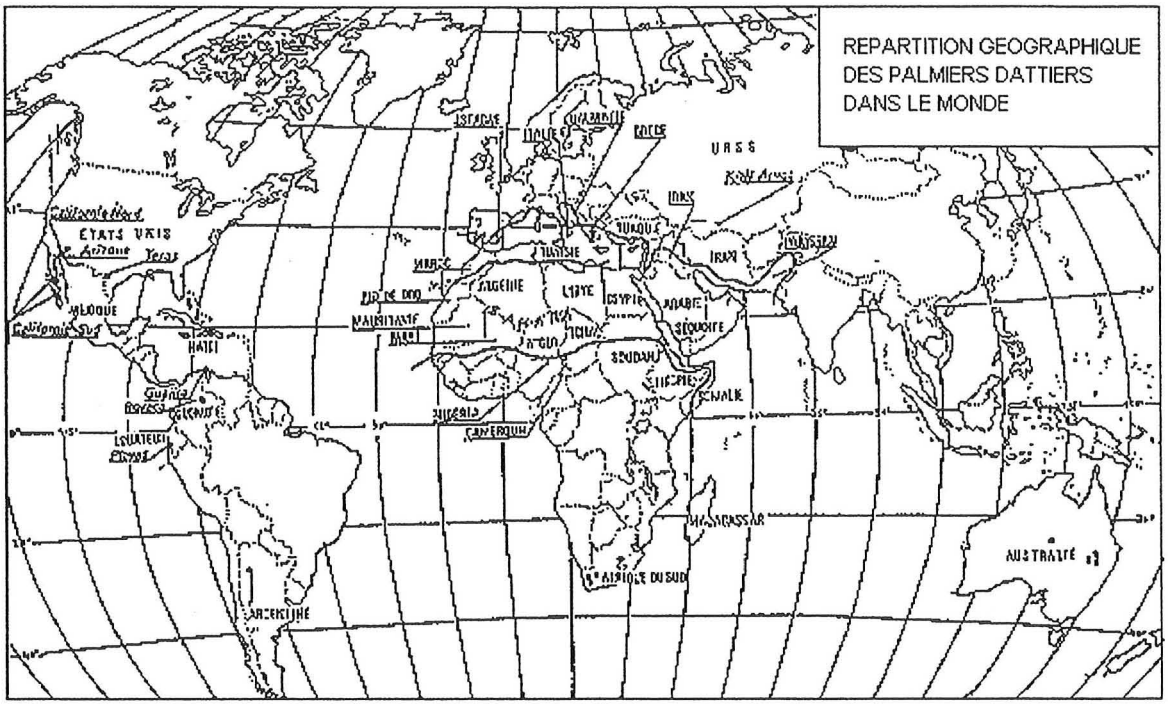
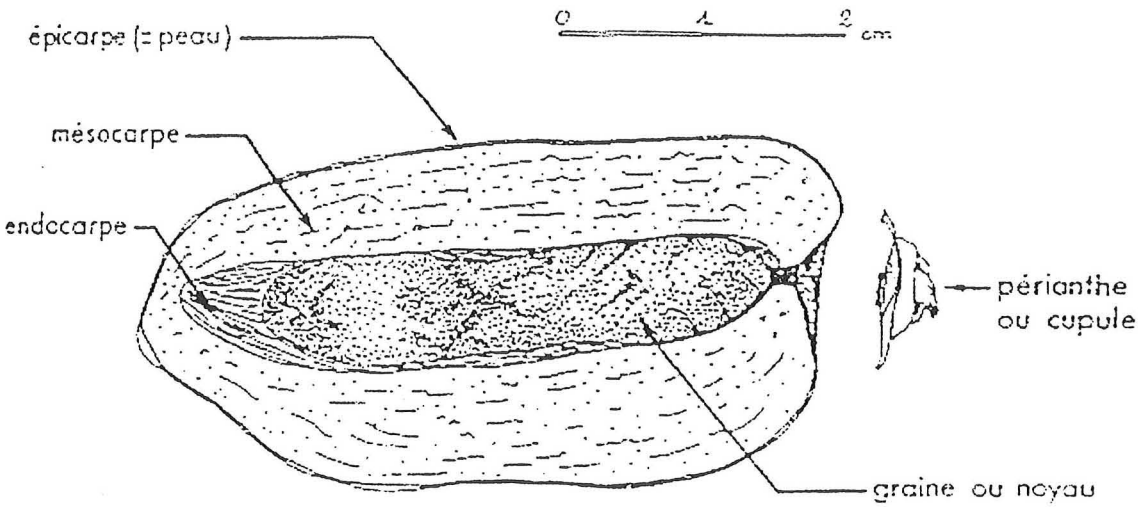



*Figure 4 : Coupe longitudinale de la datte - Exemple pris sur la variété Samany - Assiou- Egypte*
*Souce : PEURON et GAY, 1988*



## 1-2 La datte

### *1-2-1 Formation et maturation de la datte*

Le dattier, étant une espèce dioïque, exige la présence d'un pied mâle à proximité d'un pied femelle pour que la pollinisation puisse s'effectuer (MUNIER, 1973). La datte provient du développement d'un des trois carpelles après fécondation de l'ovule, les deux autres ne développent que des fruits parthénocarpiques.

La datte est une baie ayant une seule graine communément appelé noyau. L'anatomie montre que ce fruit est constitué de trois tissus : DOWSON et ATEN (1963); MUNIER (1973); PEYRON et GAY (1988). **(Figure 4)** :

- une enveloppe fine cellulosique, l'épicarpe ou peau,
- le mésocarpe est plus ou moins charnu et de consistance variable. Il présente une zone périphérique de couleur plus soutenue et de texture compacte ainsi qu'une zone interne de teinte plus claire et de texture fibreuse,
- l'endocarpe est réduit à une membrane parcheminée entourant le noyau.

Le péricarpe, le mésocarpe et l'endocarpe sont confondus par les conditionneurs sous l'appellation chair ou pulpe (MUNIER, 1973).

Après sa formation, cinq stades de développement du fruit ont été observés par plusieurs auteurs (DOWSON et ATEN, 1963 ; MUNIER, 1973 ; PEYRON et GAY, 1988; BARREVELD, 1993), durant les 200 jours après la pollinisation **(Figure 5)**. Chaque stade porte un nom spécifique qui n'a pas d'équivalent en français, (la terminologie irakienne a été préférée à celle des autres pays producteurs de dattes, en raison de son adoption aux États-Unis) :

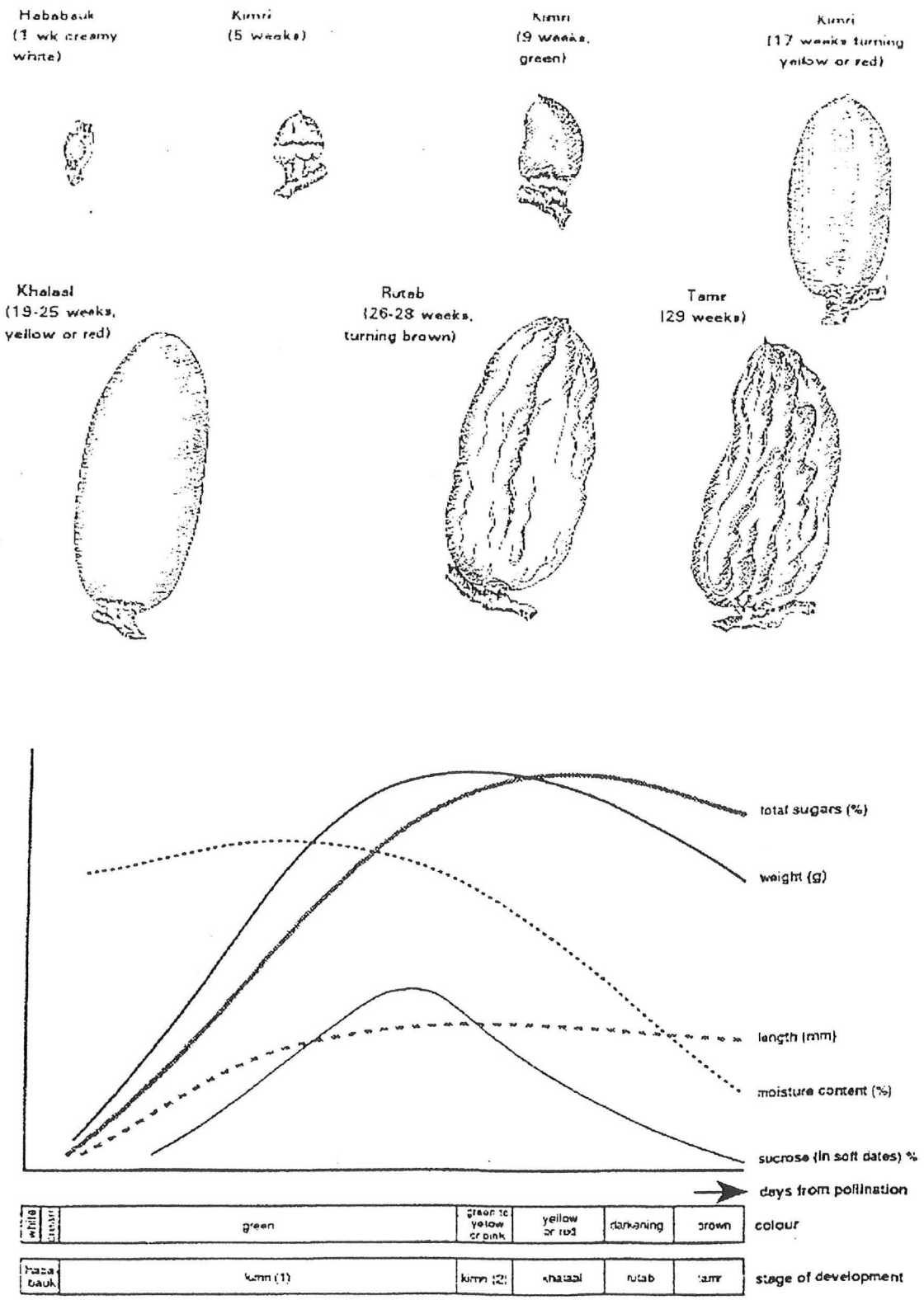
- *Stade HABABAOUK* : c'est la petite datte sphérique de couleur crème qui constitue le premier stade après la pollinisation, de forme ovoïde présentant une pointe en apex. Son poids est inférieur au gramme.

- *Stade KIMRI* : dans un premier temps, le volume et le poids augmentent très vite ainsi que la quantité de sucres réducteurs et de sucres totaux. La datte possède une très forte acidité et une humidité élevée. Au cours d'une deuxième étape, l'accroissement du poids et du volume est moins rapide, le taux de sucres réducteurs baisse, la formation de sucres totaux ralentit, mais le taux d'humidité reste toujours élevé. A ce stade, la datte possède une teinte vert pomme.

- *Stade KHALAL* : c'est le stade où la datte est marquée par un changement de couleur de la peau (du vert au jaune, puis au chrome et enfin au jaune tacheté de rouge), pour prendre finalement une couleur variant entre le rose et le rouge écarlate. L'augmentation du poids est de plus en plus lente, la datte atteint son poids maximal (5 à 12 g). L'accumulation des sucres réducteurs est faible, la proportion de saccharose, de sucres totaux et de matière sèche augmentent rapidement. C'est à ce stade que le taux de saccharose est à son maximum.

- *Stade ROUTAB* : à ce stade, la datte devient plus ou moins translucide, sa peau passe du jaune, ou du chrome ou de l'écarlate à un brun très foncé. C'est le stade de maturation, la datte devient molle : le saccharose s'invertit dans les dattes dites "à sucres réducteurs". Au cours de l'amollissement de la datte, tout ce qui reste des tanins précipite sous la peau, le fruit perd alors toute l'astringence qu'il avait au stade Khalal.

*Figure 5 : Formation de la datte et changements durant la maturation*



➢ *Stade TAMAR* : c'est le stade final de la maturation, la datte perd beaucoup d'eau et devient trop concentrée en sucres pour être un milieu propice à toute fermentation. Chez les variétés dites "molles", la pulpe devient de plus en plus tendre. Les variétés dites "sèches" présentent une texture beaucoup plus serrée avec pourtant la même teneur en eau que les dattes dites "molles". C'est à ce stade que sont comparées les dattes qui présentent des critères physico-chimiques stables. Ainsi, KHALIFA et SIDHAMET (1988), a pu comparer les variétés de dattes soudanaises et montrer que les principales caractéristiques se stabilisaient à ce stade, notamment les teneurs en sucres réducteurs et les caractéristiques morphologiques.

L'évolution de la composition physico-chimique des dattes a fait l'objet de plusieurs travaux comme ceux de VINSON, 1911 ; SIEVERS et BARGER, 1930 ; HAASS et BLISS, 1935 ; COOK et FURR, 1953. En ce qui concerne la Deglet Nour, DOWSON et ATEN (1963), en s'appuyant sur les travaux de POSTLETHWAITE, (1938) et GIRARD (1960) ont caractérisé chacun des stades de maturation **(Tableau 2) :**

***Tableau 2 :*** *Composition en sucres de la Deglet Nour originaire de Californie*

| Stade | Couleur | Saccharose(1) | Sucres réducteurs(1) | Sucres totaux(1) | Teneur en eau |
|---|---|---|---|---|---|
| Kimri | vert, tournant | 3 | 3 | 6 | 80 |
| Khalal | jaune | 23 | 7 | 30 | 50 |
| Khalal | orange | 35 | 12 | 47 | 36 |
| Rutab | orange foncé | 42 | 13 | 55 | 31 |
| Rutab | ambre | " | " | 58-60 | 28-30 |
| Tamar | foncé | 36 | 44 | 80 | 20 |

(1) teneurs exprimées en grammes/100 g base humide

### *1-2-2 Classification selon les critères de qualité des dattes*

Au stade tamar, qui correspond au stade de récolte, on peut classer les variétés de dattes en fonction de plusieurs critères. En effet les dattes sont en général de forme allongée, oblongue ou ovoïde, il en existe cependant quelques variétés pratiquement sphériques, la Tintebouchet d'Algérie notamment. Leurs dimensions sont très variables : de 1,5 à 7 ou 8 cm de longueur et d'un poids de 2 à 15 g. Leur couleur va du blanc jaunâtre au marron très foncé presque noir, en passant par l'ambre, le rouge et le brun.

Il existe un grand nombre de variétés de dattes très difficiles à dénombrer totalement (environ plus de 200 uniquement dans les palmeraies du Djérid Tunisien, (RHOUMA -1987, 1994).

Les variétés de dattes sont classifiées et répertoriées, en général selon quatre critères :

➢ *Le stade de maturité :*

Certaines dattes provenant de zones marginales de culture comme le littoral libyen sont dites "dattes fraîches" (au stade Khalal). Elles possèdent une taille, un poids et une teneur en sucres optimales. Elles sont légèrement astringentes, dures, fibreuses, et de couleur jaune-brillant.

D'autres dattes dites "sèches" (au stade Tamar) possèdent une taille et un poids minimaux, c'est le cas de la majorité des variétés actuelles.

➢ *La composition en sucres*

C'est la principal critère de composition. On distingue les dattes dites à saccharose (saccharose dominant) des dattes dites à sucres réducteurs (glucose et fructose dominants).
La première catégorie regroupe par exemple les variétés Thoori et Deglet Nour, la deuxième catégorie concerne notamment la variété Khadrawy (**Tableau 3**).

***Tableau 3 :*** *Composition en sucres et variétés (source : BARREVELD, 1993)*

| Variétés | Teneur en eau[1] | Sucres totaux[2] | Total sucres réducteurs(2) | Total saccharose[2] |
|---|---|---|---|---|
| Khadrawy | 24,4 | 82,2 | 82,2 | 0 |
| Deglet Nour | 24,1 | 77,1 | 38,6 | 38,5 |
| Thoori | 15,5 | 73 | 40,9 | 25 |

[1] en g/100 g de fruit frais
[2] en g/100 g de matière sèche

* Les teneurs relatives en saccharose et en sucres réducteurs, caractérisent en partie une variété et influencent la texture de la datte, selon COGGINS *et al.* (1967). Une classification a été proposée par COOK and FURR (1953); MUNIER (1973), basée sur un rapport R = sucre/eau qui permet de distinguer trois catégories de dattes :

➢ Les dattes molles R < 3,5 (généralement dattes à sucres réducteurs) telle la variété Bhari d'Irak qui contient jusqu'à 85 grammes pour 100 grammes de matière sèche de glucose et fructose (DOWSON et ATEN, 1963),

➢ Les dattes demi-molles 2,5 < R < 3,5 (dattes à sucres réducteurs), c'est le cas de la Deglet Nour (MUNIER, 1973),

➢ Les dattes sèches R > 3,5 (dattes à saccharose, dures, très recherchées), (COOK and FURR, 1953).

Ce type de caractérisation a été repris par HUSSEIN *et al.* (1976), BARREVELD (1993) (**Tableau 4**), pour les principales dattes d'Arabie Saoudite classés selon les 3 catégories :

. les dattes "molles" qui ne contiennent pas de saccharose et avec une teneur en eau de l'ordre de 30 %,

. les dattes demi-sèches qui ont une teneur en eau de l'ordre de 20 à 30 % avec une forte teneur en saccharose (c'est le cas de la Deglet Nour),

. les dattes "sèches " qui contiennent moins de 20 % d' eau, et qui possèdent en général une quantité équivalente de sucres réducteurs et de saccharose.

***Tableau 4** : Principaux changements de composition des dattes Zagloul (République Arabe Unie) à divers stades de développement*

| Echantillon prélevé le | Stade de maturité | Matières sèches (pourcentage) | Pourcentage du poids à l'état sec | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | Sucres totaux | Sucres réducteurs | Saccharose |
| 25 juin | Vertes (kimri) | 14,82 | 42,67 | 41,66 | 1,01 |
| 2 juillet | " | 15,17 | 46,55 | 42,92 | 3,63 |
| 8 juillet | " | 15,25 | 47,31 | 43,25 | 4,06 |
| 15 juillet | " | 15,35 | 49,10 | 44,52 | 4,58 |
| 22 juillet | " | 15,47 | 50,82 | 44,94 | 5,88 |
| 29 juillet | Virant (kaläl) | 15,47 | 52,70 | 45,34 | 7,36 |
| 5 août | " | 15,69 | 56,01 | 45,44 | 10,57 |
| 12 août | " | 15,88 | 63,99 | 51,31 | 12,68 |
| 19 août | " | 16,06 | 65,81 | 53,00 | 12,81 |
| 27 août | " | 16,71 | 67,06 | 53,78 | 13,28 |
| 3 septembre | " | 17,83 | 68,72 | 54,82 | 13,90 |
| 10 septembre | " | 21,17 | 77,79 | 58,03 | 19,76 |
| 17 septembre | " | 28,47 | 81,06 | 59,74 | 21,32 |
| 24 septembre | (Coloration achevée) | 35,67 | 80,84 | 42,38 | 38,46 |
| 30 septembre | " | 38,32 | 84,26 | 35,79 | 48,47 |
| 7 octobre | Décolorées (routab) | 39,46 | 86,90 | 43,32 | 43,58 |
| 9 octobre | Molles à 50 % | 40,04 | 64,46 | 52,07 | 12,39 |
| 12 octobre | " " à 75 % | 41,13 | 61,19 | 54,41 | 6,78 |
| 15 octobre | " " à 100 % | 44,57 | 59,33 | 53,28 | 6,05 |

* *Autre caractérisation : le rapport R = poids du noyau/poids de la datte*

Ce rapport varie en fonction des variétés de dattes, des facteurs écologiques et des conditions de culture (MUNIER, 1973) :

| | R |
|---|---|
| Dattes de Californie (USA) | 9 à 35 % |
| Dattes Deglet Nour (Algérie) | 8 à 12 % |
| Dattes Rhars (Algérie) | 11 à 12 % |
| Dattes de Mauritanie | 8 à 32 % |

L'extrême variabilité de ce rapport qui est en relation avec le mode de culture en fait un caractère représentatif du terroir, plus que de la variété.

## 1-3 Composition chimique et biochimique des dattes

### *1-3-1 Composition chimique*

* Teneur en eau

Tout au long des stades naturels de développement, la teneur en eau des dattes varie beaucoup. L'eau s'accumule au stade Kimri (85 % d'eau) pour ne représenter que 25 % au stade Routab (DOWSON et ATEN, 1963 ; BARREVELD, 1993).

La teneur en eau varie de 12 à 30 % selon la variété de dattes et selon les régions de production. Aux Etats-Unis, les dattes de la variété Deglet Nour peuvent atteindre plus de 30 % de teneur en eau alors qu'en Irak, les dattes sont vendues avec seulement 15% d'eau. La Deglet Nour d'Algérie ou de Tunisie contient, quant à elle, environ 25 % d'eau, l'Alligh environ 30 % et la Kentichi 20 %.

* Les sucres

De nombreux travaux (COOK et FURR, 1953 ; CAVELL, 1947) montrent, que la datte contient trois sucres : glucose, fructose (sucres réducteurs) et saccharose. La composition en sucres des dattes, au stade tamar, permet de les classer en trois catégories : les dattes à sucres réducteurs (ex : Khadrawy), celles à saccharose (ex : la Deglet Nour) et les dattes dites intermédiaires (ex : l'Hallawi dont 0 à 15 % des sucres sont du saccharose).

KANNER *et al.* (1978) ont constaté, que le taux d'évaporation de l'eau est faible dans les fruits où l'activité spécifique de l'invertase est élevée (dattes à sucres réducteurs) ; il est plus élevé dans les fruits où l'activité de l'invertase est faible (dattes à saccharose). Ce qui expliquerait que les dattes à sucres réducteurs sont généralement molles alors que celles à saccharose sont dites sèches.

La variété Deglet Nour, datte à saccharose par excellence (COOK et FURR, 1953) est une exception car elle figure parmi les dattes demi molles. En fait, contrairement à la datte sèche qui ne présente pas de stade Routab, la Deglet Nour passe par un stade où elle acquiert les caractères d'une excellente datte molle. C'est à ce stade qu'elle est récoltée. Sa richesse en saccharose lui donne une saveur sucrée et un goût agréable très apprécié des consommateurs.

* Les polyphénols

➢ *Les acides phénoliques*

REGNAULT-ROGER *et al.* (1986) a étudié les polyphénols présents dans les dattes communes et dans la sève (legmi) du palmier. Le **Tableau 5**, résume les teneurs et les concentrations en acides phénoliques libres et sous forme combinée rencontrés dans les dattes.

*Tableau 5 : Acides phénoliques dans la datte -Source : REGNAULT-ROGER et al., 1986*

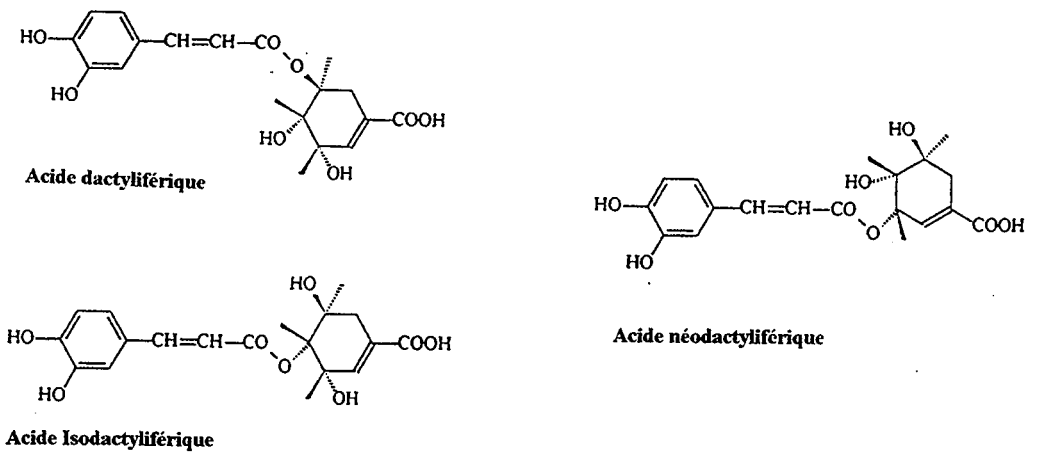
| | Forme libre (1) | Combinée (1) | Total (1) |
|---|---|---|---|
| Protocatéchique | 3,7 | 11,4 | 4,8 |
| Phydroxybenzoique | 1,5 | 5,6 | 2,1 |
| Syringique | 9,2 | 30,2 | 12,3 |
| Vanillique | 10,8 | 4,6 | 9,9 |
| Cafeique | 1,1 | 0,5 | 1,1 |
| P-coumarique | 8,7 | 9,8 | 8,8 |
| Ferulique | 65,0 | 37,9 | 61,0 |
| **Total en µg/ Kg** | | | |
| **Base matière sèche** | **5004,8** | **859,1** | **5863,1** |

Teneurs exprimées en % (poids/poids)

Les polyphénols sous formes simples sont présents en faibles concentrations dans la plupart des variétés de dattes. Selon MACHEIX *et al.* (1990), on dénombre essentiellement des acides phénols tels que les acides cinnamiques en $C_9$ (ou acides phénolcarboxyliques) à l'origine des voies de synthèse de nombreuses substances (la lignine par exemple). Il faut associer aux acides cinnamiques, les coumarines, constituées également par un élément en $C_6C_3$, dans lequel la chaîne en $C_3$ est sous forme d'hétérocycle oxygéné. L'acide p-coumarique est l'un des constituants essentiel de la datte **(Tableau 6).**

MAIER (1963) a pu identifier le principal polyphénol, soluble dans l'acétate d'éthyle à l'acide dactyliférique (acide 3-O-caffeoylshikimique), ainsi que 2 autres isomères (4-O- et 5-O-) (**Figure 6**). Par ailleurs, il souligne sa participation probable au processus de brunissement enzymatique de la datte. VANDERCOOK *et al.* (1980) plus récemment a souligné que c'est cet acide qui s'accumule dans les dattes plutôt que l'acide chlorogénique.

*Figure 6 : Acide dactyliférique et ses isomères*



| | MONOHYDROXYLES | DIHYDROXYLES | TRIHYDROXYLES |
|---|---|---|---|
| **ACIDES BENZOIQUES** | Acide phydroxybenzoique | R=H, acide protocatéchique<br>R=CH3, acide vanillique | R=H, acide gallique<br>R=CH3, acide syringique |
| **ACIDES CINNAMIQUES** | acide p coumarique | R=H, acide caféique<br>R=CH3, acide férulique | acide sinapique |
| **FLAVONOLS** | kaempférol | quercétine | myricétine |
| **ANTHOCYANIDINES** | | cyanidine | R=H, delphinidine<br>R=CH3, malvidine |
| **LEUCOANTHO CYANIDINES (flavanediols 3,4)** | | leucocyanidine | leucodelphinidine |

*Tableau 6 : Principaux composés phénoliques*

➢ *La présence de tannins* dans les dattes au stade immature a été signalée par VINSON (1911), leur interaction avec les protéines au niveau du palais est responsable de la forte astringence des dattes vertes selon HASLAM, (1977). FATTAH (1927) et TURREL *et al.* (1940) ont pu montrer que la concentration en tannins décroissait en fonction de la maturation. L'évolution quantitative des concentrations en polyphénols, tannins solubles et insolubles, selon les stades de maturation (**Tableau 7**) a été étudiée plus particulièrement par VANDERCOOK *et al.* (1980) en s'appuyant sur les travaux de MAIER et METZER (1965a, 1965b).

***Tableau** 7 : Changement des fractions polyphénoliques des dattes Deglet Nour durant la maturation et le stockage*
*Source : VANDERCOOK et al., 1980*

| Fraction/ stades | Vert | Rouge | Maturité | Stockage |
|---|---|---|---|---|
| Polyphenols | 3,01 | 2,67 | 1,74 | 1,18 |
| Tannins solubles(1) | 37,5 | 85,0 | ---- | ---- |
| Tannins insolubles(2) | 5,56 | 12,6 | 39,2 | 21,9 |

(1) Résultats exprimés en mg d'équivalents catéchine/100 g dattes-méthode FolinDenis

(2) Résultats exprimés en mg de chlorure de cyanidine/100 g dattes, après hydrolyse en milieu acide

La teneur en polyphénols décroît du stade vert au stade de maturité (**Figure 7**). Par ailleurs, l'évolution vers le stade de maturité (tamar) aboutit vers une forte concentration en tannins solubles (**Figure 8**) et, à l'inverse à un contenu considérablement réduit en tanins insolubles (**Figure 9**).

***Figure** 7 : Evolution des teneurs en composés phénoliques solubles de la datte, en fonction de la maturité du fruit*
*Source AL OGAIDI et MUTLAK, (1986)*

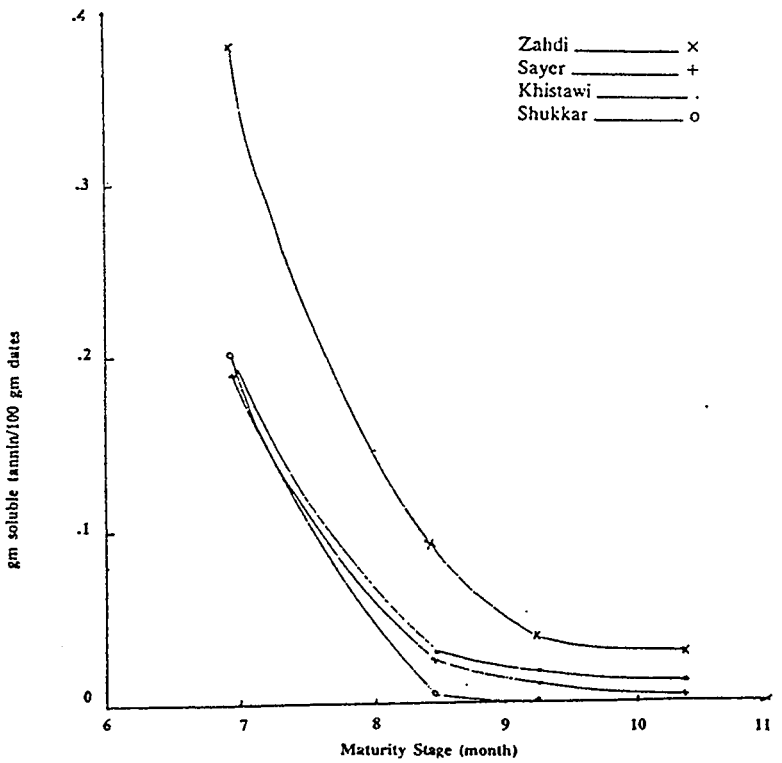


***Figure 8*** *: Evolution des teneurs en tannins solubles de la datte, en fonction de la maturité du fruit*
*Source AL OGAIDI et MUTLAK, (1986)*

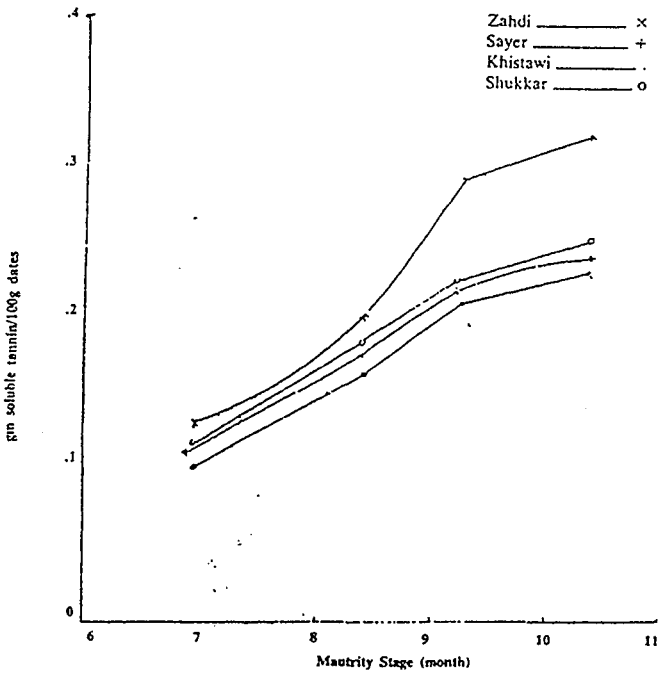
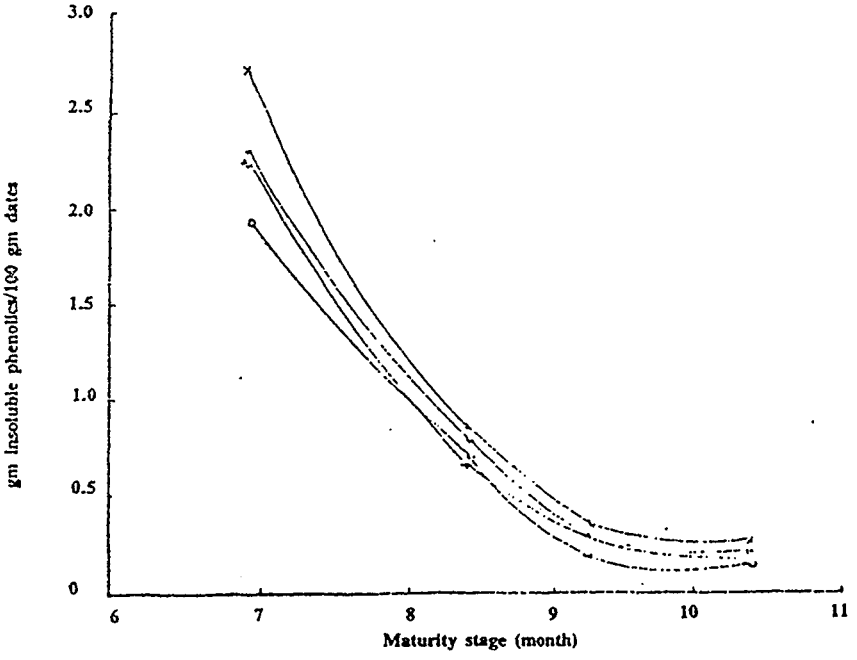



***Figure 9*** *: Evolution des teneurs en tannis insolubles de la datte, en fonction de la maturité du fruit*
*Source AL OGAIDI et MUTLAK, (1986)*



Dans la plupart des variétés, et notamment la variété irakienne "zahadi" le changement des teneurs en tannins solubles au profit des formes insolubles durant le processus de maturation semblerait être du à des réactions d'oxydation enzymatiques (AL-OGAIDI et MUTLAK, 1986). Les concentrations en tannins solubles de l'ordre de 1,7 à 6,7 % au stade khalal passent à 0,6 % - 2,7 % environ au stade tamar (SAWAYA *et al.*, 1982), ce qui tend à confirmer les valeurs voisines obtenues par d'autres scientifiques (COGGINS et KNAPP, 1969 ).

MAIER et METZER (1964) ont pu montrer un accroissement de la teneur en tannins insolubles au stade tamar dans les dattes durant la maturation. Les tannins de type leucoantocyanidines sont transformés, au stade tamar en tannins de type leucoathocyanidine insoluble, les flavines, et l'ester hydroxy-cinnamique (probablement l'ester de l'acide chlrogénique) disparaissent.
L'insolubilité des tannins dans les dattes mûres pourrait être lié à la dimension de la molécule ou à une interaction avec d'autres fractions insolubles comme la cellulose, pectines ou hemicellulose (SWAIN and GOLDSTEIN, 1963). Les tannins sous forme insoluble ne sont pas des substrats pour la phénoloxydase à la différence des flavonols glycosides, qui eux, sont toujours présents, mais en faible quantité (MAIER et METZLER (1965b).

D'après MAIER ET METZER (1965c), l'acide dactyliférique et les flavanes composent les principaux substrats pour la polyphénol oxydase. Ces même auteurs soulignent l'importance d'un brunissement non enzymatique dû à l'oxydation des tannins insolubles.

NIELSEN *et al.* (1950), dans le cadre de ses travaux sur le brunissement des dattes pasteurisées était arrivé aux mêmes conclusions. Il avait détecté des pigments de couleur rouge qui apparaissait lors du chauffage, et qui étaient beaucoup plus sensibles à l'oxydation que les tannins naturels des fruits frais.

MAIER et METZLER (1965 a), (1964) concluent que la réaction de brunissement par *oxydation chimique spontanée des tannins insolubles* apparait plus importante que la réaction enzymatique dans la mesure où cette dernière est limitée par la teneur en eau par exemple. Pour des températures inférieures à 38°C et une teneur en eau inférieure à 19 %, la réaction d'oxydation des polyphénols interviendra, à la différence de la réaction de brunissement enzymatique.

MUTLAK et MANN (1984) ont pu montrer qu' une forte baisse de la teneur en tannins insolubles était le résultat d'un traitement micro-ondes, lequel agirait sur le complexe insoluble. Il apparaissait que pour la variété de dattes Khadrawi, ces tannins insolubles étaient plus sensibles que ceux de la variété Zahdi par exemple, ce qui entraînait que cette datte brunit après maturation et conservation, alors que la Zahdi, prend une couleur rouge-marron après une longue conservation.Ces auteurs en concluaient que les tannins insolubles étaient plus sensibles à une réaction d'oxydation que comme substrat à la polyphénoloxydase.

L'autre famille de composés phénoliques présente dans la datte est celle des flavonoïdes comprenant les flavones, les flavonols, les chalcones et les anthocyanes. Ces molécules sont caractérisées par une structure commune en $C_6$ $C_3$ $C_6$, dans laquelle deux cycles benzéniques sont reliés par une chaine en $C_3$, dont la structure diffère selon la nature des flavonoïdes.

Parmi ces composés, les plus répandus sont les flavonols (hydroxy-3 flavones), responsables par exemple de la couleur jaune de la datte Barhi. TURREL *et al.* (1940), MAIER et METZLER (1964), (1965c) ; WILLIAMS *et al.* (1971) ont pu noter l'existence puis isoler la quercetine, la luteoline, la tricine, l'isorhamnetine, composés qui ne sont pas des substrats de la polyphenol oxydase selon MAIER et METZLER, (1965b). LORENTE et FERRERES (1988), ont confirmé la présence sous forme de sulfates de 5 flavonoides dans les dattes : la luteoline et le chrysoeriol 7-glucoside sulfate, la quercetine 3-glucoside sulphate, la luteoline 7-glucoside disulphate, et le chrysoeriol 7 glucoside disulphate et de 6 autres flavonoides sous forme non sulfatée que sont la chrysoeriol 7-glucoside, la luteoline 7-rutinoside, le chryséoriol 7-rutinoside, la quercétine 3-glucoside, l'isorhamnetine 3- glucoside et l'isorhamnétine 3-rutinoside.

* Les fibres

Les fibres constituent la partie insoluble et non nutritive de la pulpe. Elles sont formées (LUND *et al.*, 1983) de cellulose (1,55 % base matière fraiche), d'hémicellulose (1,28 %), de lignine (2,01 %), de lignocellulose et de pectines insolubles (très variable selon les variétés).

Durant la maturation, ces composés sont en partie hydrolysés par diverses enzymes qui rendent le fruit plus mou. Les dattes commercialisées contiennent entre 2 et 6 % de fibres, celles de moins bonne qualité utilisées à des fins industrielles (jus, pâte...) peuvent en contenir jusqu'à 10 %.

Des études réalisées sur des variétés iraniennes de Deglet Nour par COGGINS *et al.* (1968), et EJLALIE *et al.* (1975); montrent que ces fruits en contiennent entre 4,5 et 6,5 g/100 g de matière brute de dattes.

* Caroténoides et vitamines

Les caroténoides ont été étudiés principalement par GROSS *et al.* (1983). Durant la maturation les teneurs chutent de de 23,2 à 12 µg/g (base sèche) pour les dattes demi-molles (Deglet Nour) et de 36,3 à 21,2 µg/g pour les dattes molles.

La dégradation des caroténoides pourrait être expliquée par la diminution de la teneur en eau qui se produit durant la phase de maturation. Le brunissement graduel durant cette phase ne semble pas affecter la stabilité de ces composés.

La concentration en vitamine A a été étudiée par PERROT et LECOQ (1946), elle est de l'ordre de 35-50 I.U. (Unité Internationale) en 100 g de fruits frais pour les dattes molles et confirmée par les travaux de GROSS *et al.* (1983). Ces chiffres ont été estimés par ailleurs par SAWAYA *et al.* (1982) qui a pu démontrer que la teneur oscillait entre 100 et 1070 I.U/100 g au stade khalal pour passer à une teneur de l'ordre de 0 à 130 I.U au stade tamar.

Au stade tamar, MUNIER, (1973) a noté l'absence de vitamine C et D, en soulignant que les concentrations en vitamines prédominaient au stade routab (couleur jaune, état non mûr). RANDOUIN (1961) avait décelé 5 mg/100 g de pulpe de vitamine C ; 0,06 mg de thiamine (B1) ; 0,05 mg de riboflavine (B2) ; 0,05 mg d'acide nicotinique (PP) ; 0,24 mg d'acidepantothénique.

* Lipides

La composition lipidique des *noyaux* a été étudiée par HILGEMAN et SMITH (1938) pour différentes variétés : elle est voisine de 6,07 % (base matière fraîche) pour la Deglet Nour ; KIKUSHI ET MIKI (1974), SAWAYA *et al.* (1983) ont identifié la plupart des acides gras. La concentration en acide oléique est de l'ordre de 44,3 %, celle de l'acide laurique de 24,2 %, l'acide myristique de 9,3 %, l'acide palmitique de 9,9 %, l'acide linoleique de 8,5 %. Les acides stéarique, caprique, caprylique sont des composés mineurs.

Au niveau du fruit, les lipides sont principalement concentrés dans la peau 2,5 à 7,5 % (base humide) où ils joueraient un rôle physiologique dans la protection contre l'évaporation du fruit. Dans la pulpe, leur concentration varie de 0,1 à 0,4 %.

* Protéines et acides aminés

Les dattes sont considérées comme une importante source énergétique mais limitée protéines (1,5 à 2 % du poids total) (AHMED *et al.*, 1995) et de valeur nutritive importante pour les populations nomades des déserts (AL-RAWI *et al.*, 1967). HASEGAWA *et al.* (1969) a permis de montrer que les protéines atteignaient un maximum de 127 mg par fruit (environ 8 g) au stade de maturité.

Les acides aminés totaux qui ont été dénombrés dans 3 variétés de dattes du Soudan (**Tableau 8**) par NOUR et MAGBOUL (1985) montrent que les acides aspartique et glutamique ont les teneurs les plus importantes 272 et 410 mg/100 g pour des concentrations globales de 2068 mg/100 g. Au niveau des acides aminés libres SACCANI *et al.* (1991) a identifié vingt acides aminés pour la variété Deglet Nour.
Certains présentent des concentrations importantes : la proline (219,06 mg/100 g de matière sèche), l'acide γ-aminobutyrique (178,6 mg), l'asparagine (76,09 mg), l'arginine (73,1 mg), l'acide aspartique (12,02 mg), l'arginine (73,1 mg), la leucine (33,82 mg), l'alanine (33,15 mg), la glycine (14,37 mg), glutamine (12,23 mg).

RINDERKNECH (1959), citant les travaux de RASHID (1950) indiquait que le brunissement des dattes se faisait essentiellement par des réactions d'oxydation enzymatiques des tannins (type catéchol) situés sous l'épicarpe du fruit, et par des réactions d'oxydation non enzymatiques dans la pulpe où existent des conditions favorables pour des réactions de type Maillard. Il a pu ainsi observer la contribution des acides aminés libres à ce type de brunissement. Durant la phase de maturation, RINDERNEKNECH (1959) constate une diminution, principalement, des concentrations *en acide aspartique, glutamique, puis en serine, leucine, acide pipecolique* alors qu'un accroissement des teneurs en acide γ-aminobutirique, glycine, proline ont été observés. Nous noterons que la technique de chromatographie liquide sur papier employée ne facilite pas les identifications.

Par ailleurs, il a pu noter la présence de citrulline et d'acide 5 hydroxy pipecolique (qui pourrait provenir durant la phase de maturation de la δ-hydoxy lysine) et a évoqué la participation d'un dérivé du phloroglucinol au développement de la coloration du fruit .

*Tableau 8 : Teneurs en acides aminés - Source : NOUR & MAGBOUL, 1985*

Protein and moisture content of three varieties of Sudanese dates

| Variety | Moisture % | Nitrogen (dry basis) % |
|---|---|---|
| Barakawi1 | 3.0 | 0.37 |
| Gundela | 9.0 | 0.38 |
| Tamoda | 10.9 | 0.33 |

Amino acid content (dry basis) of threee Sudanese date cultivars

| Amino acid | Barakawi | | Gundela | | Tamoda | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | m/100 g | mg/gN | mg/100 g | mg/gN | mg/100 g | mg/gN |
| Lysine | 105 | 283 | 104 | 273 | 98 | 297 |
| Histidine | 41 | 111 | 32 | 84 | 60 | 182 |
| Arginine | 116 | 313 | 142 | 373 | 118 | 357 |
| Aspartic acid | 272 | 735 | 314 | 826 | 289 | 875 |
| Threonine | 87 | 235 | 113 | 297 | 115 | 348 |
| Serine | 109 | 294 | 129 | 339 | 122 | 369 |
| Glutamic acid | 410 | 1108 | 440 | 1158 | 409 | 1239 |
| Proline | 208 | 562 | 230 | 607 | 200 | 608 |
| Glycine | 127 | 344 | 164 | 430 | 165 | 500 |
| Alanine | 133 | 360 | 180 | 473 | 224 | 680 |
| Valine | 99 | 267 | 129 | 340 | 139 | 422 |
| Methionine | 55 | 149 | 60 | 159 | 42 | 329 |
| Isoleucine | 55 | 149 | 111 | 292 | 118 | 357 |
| Leucine | 118 | 320 | 171 | 451 | 205 | 622 |
| Tyrosine | 61 | 164 | 83 | 220 | 77 | 234 |
| Phenlyalanine | 72 | 195 | 88 | 231 | 45 | 136 |

Protein score of three Sudanese date cultivars

| Amino acid | Barakawi | Gundela | Tamoda |
|---|---|---|---|
| Phenlyanine + tyrosine | 94.8 | 100 | 97.5 |
| Isoleucine | 59.6 | 100 | 100 |
| Leucine | 72.0 | 100 | 100 |
| Lysine | 84.0 | 80.8 | 88.0 |
| Threonine | 94.4 | 100 | 100 |
| Valine | 86 | 100 | 100 |

AL-RAWI *et al.* (1967) cité par VANDERCOOK *et al.* (1980) a déterminé la participation **(Tableau 9)** des acides aminés dans la valeur alimentaire (en comparaison avec l'oeuf au niveau de trois variétés de dattes irakiennes :

***Tableau 9 :*** *Contribution des acides aminés à la valeur alimentaire*

| | |
|---|---|
| phenyl alanine- tyrosine | 71.5 |
| isoleucine | 74.9 |
| leucine | >100 |
| lysine | 95.3 |
| cystéine-methionine | >100 |
| thréonine | >100 |
| tryptophane | >100 |
| valine | 95.9 |

* Pectines

Les pectines sont des polymères linéaires de l'acide α 1-4 polygalacturonique, dont les groupements carboxylés sont sous forme d'esters méthyliques.

Une terminologie correcte voudrait que l'on appelle pectines uniquement les chaînes polygalacturoniques méthylées à 100 % (ce qui n'est réalisable qu'en laboratoire), et acides pectiniques celles qui présentent des degrés de méthylation (D.M.) inférieurs à 100 %, le terme acides pectiques désignant les acides polygalacturoniques exempts de méthoxyles (OCH3). En pratique, le terme pectine est employé pour les trois catégories suivantes (CHEFTEL J.C. et CHEFTEL H., 1977) : les pectines à degré de méthylation élevé (H.M.) ne développent leur pouvoir gélifiant qu'en présence d'une quantité de saccharose et d'acide relativement importante (DM> 50 %). Les pectines à faible taux de méthylation (L.M.), (D.M.<40 %) peuvent développer un pouvoir gélifiant en absence de sucre mais en présence de cations polyvalents.

La protopectine est localisée dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules végétales. Elle est associée aux autres constituants par des liaisons chimiques (liaisons hydrogène, liaisons entre cations $Ca^{2+}$, estérification des fonctions acides, liaisons covalentes... ). L'hypothèse de liaisons covalentes entre les pectines, les hémicelluloses et la cellulose semble être assez bien étayée par la présence de chaînes latérales constituées d'oses neutres (hexoses et pentoses). Le rôle de la protopectine, en tant que composant de la paroi primaire, est un rôle de "membrane". Comme constituant de la lamelle moyenne, elle joue le rôle de ciment qui rattache les cellules entre elles.

Jusqu'à la maturation, les pectines de la lamelle moyenne sont insolubles, participant ainsi à la rigidité des tissus. Au cours du mûrissement, ces pectines sont dégradées, sous l'action d'enzymes, entraînant ainsi un ramollissement des tissus.

COGGINS *et al.* (1968), ont étudié les types de pectines et les fractions insolubles de la datte Deglet Nour, au niveau du mésocarpe :

| | |
|---|---|
| teneur en pectine LM : | 1,3 à 2,2 % (base matière sèche). |
| teneur en pectine HM : | 0,7 à 0,9 |
| teneur en protopectine : | 1,7 à 2,2 |
| Pectine totale : | 3,7 à 5,3 |
| lignine : | 0,3 à 0,1 |
| hemicellulose : | 2,3 à 1,7 |
| cellulose : | 0,8 à 1,1 |

Les travaux de BEN CHABANE *et al.* (1995) montrent que chez la datte Deglet Nour, les matières pectiques au stade vert (I) sont exclusivement sous forme de protopectines et qu'au cours de la maturation (stade IV), elles se solubilisent provoquant ainsi un ramollissement du fruit **(Tableau 10).**

Au stade final chez la Deglet Nour, on a environ 1 % de protopectines pour 2 % de pectines (base matière sèche).

***Tableau 10 :*** *Composition en pectines solubles et protopectines en fonction du stade de maturité*

| Stade de maturité | I | II | III | IV |
|---|---|---|---|---|
| Pectines solubles (% MS) | 1,75 | 1,98 | 2,15 | 2,28 |
| Protopectines (% MS) | 5,15 | 3,22 | 2,20 | 1,22 |

La paroi végétale de la datte mûre est pauvre en pectine (≈ 3 % MS) mais riche en fibres (6 à 8 % MS), essentiellement hémicelluloses et lignines. Les molécules de pectines ont une masse molaire viscosimétrique moyenne estimée à 50 000, une faible teneur en anhydrogalacturonique (50 % MS) et une teneur élevée en oses neutres (25 % MS) ; le degré d'estérification est d'environ 50 % (BEN CHABANE *et al.*, 1995).

* Constituants typiques

MAIER et HUBER (1966) cités par VANDERCOOK *et al.* (1980) ont identifié les principaux acides organiques présents dans la datte Deglet Nour, au stade immature **(Tableau 11)** :

Il est à noter que plusieurs auteurs, ont observé une accroissement du pH (de 5,3 à 6,3) et une chute de l'acidité titrable de 7,7 à 1,4 meq /100 g matière sèche, durant la phase de maturation (EJLALI *et al.*, 1975 ; ROUHANI et BASSIRI, 1976 ; RYGG, 1948).

*Tableau 11 : Teneurs en acides organiques de la Deglet Nour au stade Kimri*

| | Pourcentage de la teneur totale en acide | |
|---|---|---|
| | acides libres | Acides totaux [1] |
| acide aspartique | 0,5 % | 2,9 % |
| cystéine | 0,8 | 0 |
| acide shikimique | Traces | 1,3 |
| acide quinique | Traces | Traces |
| acide galacturonique | 0,8 | 1,9 |
| l-acide malique | 74,7 | 75,4 |
| acide citrique | 2,9 | - |
| acide phosphorique | 17,0 | - |

(1) Acides totaux après hydrolyse

* *Valeur alimentaire*

La partie comestible de la datte est de 86 %. La teneur en sucre est élevée (80 %) tandis que les protéines et les lipides représentent respectivement à peine 1,4 % et 1,3 %. La datte constitue donc un aliment glucidique/énergétique.

JADDOU *et al.* (1986) rapportent que les dattes Zahdi servent pour la production de sucre liquide. Les dattes peuvent donc constituer une alternative ou un complément au sucre de canne et/ou de betterave. EL SAYED et BAESHIN (1983) considèrent la datte comme un aliment complet parce qu'elle contient des nutriments utiles au corps humain.

La pulpe de datte est d'une grande digestibilité et d'une haute valeur énergétique, comparable à celle du pain (DOWSON et ATEN ,1963 citant les travaux de PERROT et LECOQ, 1933). La valeur calorique moyenne de diverses variétés de dattes a été évaluée à 278 Kcal pour 100 g de pulpe. Pour la variété Deglet Nour, 100 g de pulpe apportent 306 Kcal. Pour survenir aux besoins énergétiques d'un adulte, la ration serait de 1 kilogramme par jour. La datte est un aliment carencé en protéines, lipides et vitamines. Le taux de calcium de la pulpe de datte est très similaire à celui du lait.

Sa valeur nutritionnelle de la datte est étroitement dépendante de :

. son pouvoir énergétique élevé sous un faible volume,
. son assimilation facile due à sa grande richesse en sucres réducteurs,
. sa richesse en minéraux plastiques Ca, S, P, Mg, **(Tableau 12)**
. sa richesse en minéraux catalytiques Fe, Mn,
. des rapports Ca/P et Ca/Mg élevés,
. de sa richesse en vitamines du groupe B

*Tableau12 : Constituants inorganiques des dattes - Source : CLEVELAND et FELLERS, 1923*

| Eléments | Variété Halawy | Variété Sayer |
|---|---|---|
| potassium | 16 | 657 |
| sodium | 37 | 38 |
| calcium | 65 | 97 |
| magnésium | 71 | 79 |
| phosphore | 84 | 63 |
| fer | 3.7 | 3.1 |
| aluminium | 5.1 | - |
| cuivre | 0.2 | 0.2 |
| soufre | 52.0 | 59.0 |
| manganèse | 3.3 | 4.5 |
| silice | 66.0 | 66.0 |
| chlore | 27.0 | 31.0 |

en mg/100 g de matière sèche

### *1-3-2 Principales activités enzymatiques de la datte*

Nous considérons ici que les cinq enzymes qui interviennent dans la maturation et le brunissement de la datte : l'invertase, la polyphénoloxydase, la peroxydase, la pectine méthylestérase et la polygalacturonase.

#### *1-3-2-1 L'invertase* [E.C.3.2.1.2.6]

C'est une D-fructofuranosidase que KANNER *et al.*, (1978) a étudié plus particulièrement. Il a pu constater que l'activité de cette enzyme, qui hydrolyse le saccharose dans les dattes molles (Khadrawi), avait une activité 250 fois supérieure à celle présente dans la Deglet Nour.

HASEGAWA et SMOLENSKI (1970), VINSON (1911) ont pu préciser que cette enzyme était présente, dans la Deglet Nour, sous une forme soluble et insoluble. L'invertase soluble voit son activité s'accroître avec la maturité **(Figure 10)** contrairement à la forme insoluble ; les deux enzymes sont actives sur le même substrat spécifique (saccharose, raffinose, melezitose). Ces auteurs ont pu montrer, par ailleurs que la forme insoluble n'est pas un simple complexe protéine/tannin, elle semble liée aux constituants insolubles des parois ; ce qui permet aux fonctions catalytiques de s'exprimer.

De même, COGGINS et KAPP (1969) ; HASEGAWA *et al.* (1972) ont suggéré que l'augmentation d'activité de l'invertase durant la maturation était fortement liée à la destruction de l'intégrité des systèmes membranaires, ce qui tend à faciliter le contact substrat-enzyme. L'accroissement comparable des activités de l'invertase et de la polygalacturonase, mais aussi de la synthèse protéinique permettait de penser que la datte était un fruit climactérique (HASEGAWA *et al.*, 1969).

L'activité de l'invertase dépend notamment du pH (pH optimal voisin de 5), mais également de la température qui est optimale pour une valeur de 45°C, et pour les formes solubles et insolubles, de la variété Zahdi (MAROUF et ZEKI, 1982) **(Figure 11)**.

***Figure 10** : Changements de l'activité d'invertase pendant la maturation des dattes Deglet Nour*

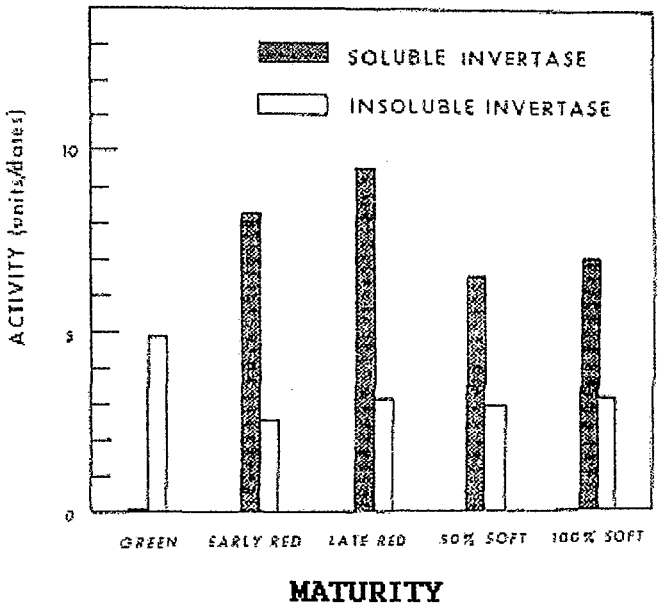
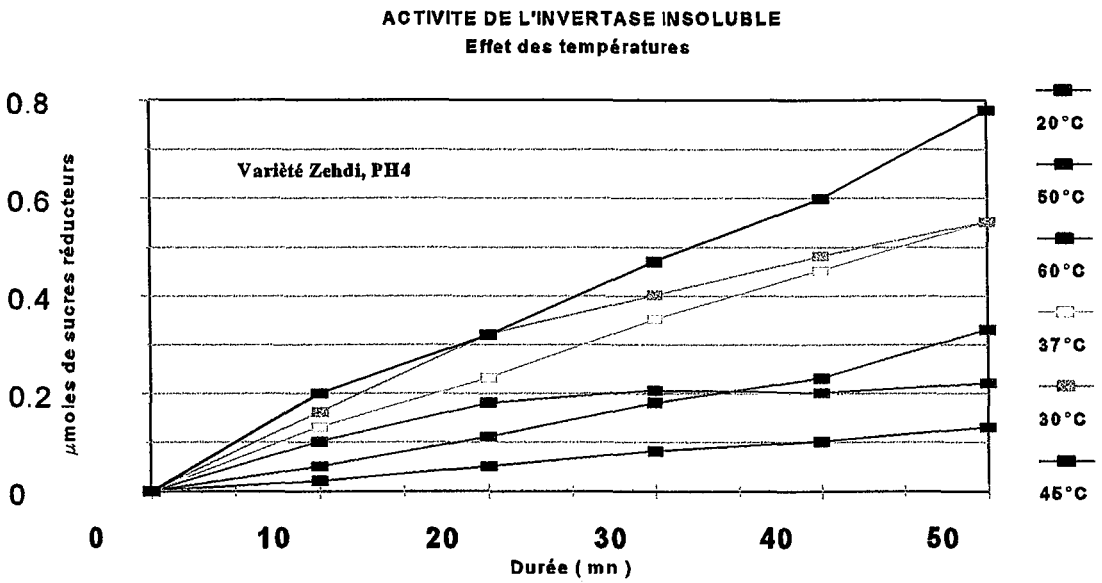


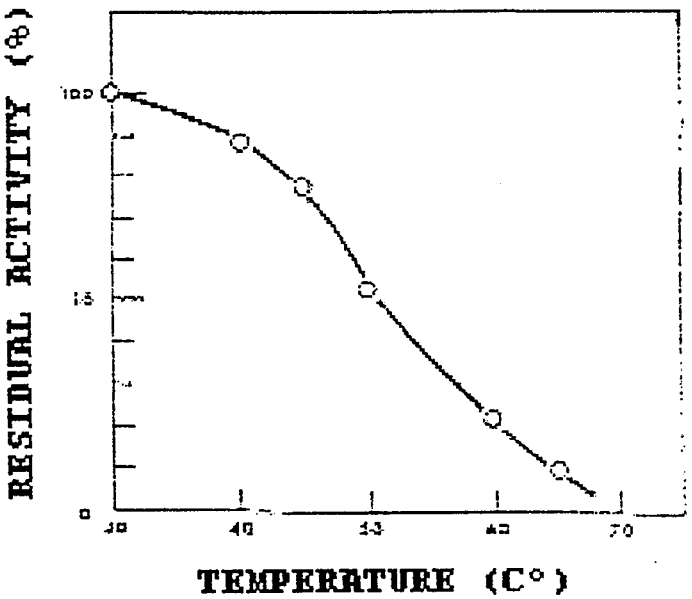

***Figure 11** : Activité de l'invertase insoluble - Source : MAROUF et ZEKI, 1982*



Ces mêmes auteurs ont pu estimer le poids molaire à 300.000 et l'activité spécifique de la forme soluble à 40,2 U.I. [1]. alors que celle de la forme insoluble était estimée à 1,2 U.I. Cependant, cette valeur peut varier sous l'effet de nombreux paramètres.

La sensibilité à la température **(Figure 12)** étudiée par HASEGAWA et SMOLENSKI, (1970) souligne qu'une température de 65°C durant 10 minutes élimine 90 % de son activité .

***Figure 12** : Heat stability of invertase - Source : HASEGAWA et SMOLENSKI, 1970*




MAROUF et ZEKI (1982) et JADDOU *et al.* (1986) rapportent que l'inversion du saccharose n'est pas particulière aux dattes à sucres réducteurs. Le phénomène se produit aussi chez les dattes à saccharose (Deglet Nour par exemple), même si l'activité de l'invertase est plus faible. Ces résultats **(Tableau 13)** ont été confirmés par KANNER *et al.*, (1978).

***Tableau 13** : Modification de l'activité de l'invertase selon le stade de maturité et pour 3 variétés*
*Source : KANNER et al.,1978*

**Activité de l'invertase (U.I./g matière sèche)**

| Stade de maturité | Variété | Khadrawi | Hallawi | Deglet Nour |
|---|---|---|---|---|
| rutab | | 372 | 355 | 2.4 |
| 50 % tamar | | 164 | 158 | 1.2 |
| tamar | | 85 | 112 | 1.0 |

En effet, au stade Khalal, dans les deux types de dattes, les sucres totaux comprennent au moins 1/5 de sucres réducteurs. Mais après le stade Routab qui est caractérisé par un ramollissement du fruit, la proportion devient de 1/3 voire 1/2 même chez les dattes à saccharose. L'inversion se poursuit dans les fruits stockés suivant la température et l'humidité relative de l'air ambiant, elle sera ralentie aux basses températures.

*(1) L'Unité Internationale (U.I.) d'activité enzymatique est la quantité d'enzyme qui catalyse la transformation d'une micromole de substrat par minute, dans des contions optimales.*

On peut dire enfin que cette inversion est gênante dans la datte pour deux raisons majeures :

➢ D'une part, elle diminue cette saveur particulière et ce goût agréable dus au saccharose et très caractéristiques de la variété Deglet Nour, même s'il apparait que l'activité est très faible,

➢ D'autre part, les sucres réducteurs sont à la base des "Réactions de Maillard" qui aboutissent à des modifications souvent indésirables chez la datte comme l'assombrissement de sa couleur, l'apparition d'odeurs ou de saveurs désagréables (CHEFTEL et CHEFTEL, 1977).

Par ailleurs, il semble d'après KANNER *et al.* (1978), que la grande différence d'activité invertasique affecte l'activité de l'eau dans les dattes. La perte d'eau par évaporation sera beaucoup plus faible pour les dattes présentant une forte activité de l'invertase, ce qui est le cas surtout pour les dattes dites "molles" ou "demi-molles".

### *1-3-2-2 Activité polyphénoloxydasique (PPO)[E.C.1.14.18.1.]*

Suivant le type de substrat oxydé, on parle de tyrosinase, crésolase, catécholase ou diphénoloxydase. Les PPO interviennent dans un type de réactions qualifié de brunissement enzymatique, phénomène qui en présence d'oxygène transforme les ortho et para-diphénols phénols en quinones dont la polymérisation oxydative donne des produits colorés généralement bruns : les mélanines.

Les PPO sont localisées dans les organites des cellules des végétaux (mitochondries, chloroplastes, microsomes). Elles peuvent être étroitement liée aux membranes ou totalement solubles (LEBOUTEILLER, 1991).

L' activité des PPO est optimale à un pH ($4.6 < pH < 6.5$) ; elle est stable à des températures inférieures à 63°C, et est inactivée après un chauffage de 10 minutes à 76°C. Au-delà d'un pH de 7,5, l'activité enzymatique des PPO baisse fortement. LABUZA et SCHMIDL (1986) ont montré par ailleurs que l'activité des PPO est proportionnelle à l'Aw.

HASEGAWA et MAIER (1980) ont pu déterminer, pour le PPO de la datte, que parmi 20 substrats expérimentés, l'enzyme de datte purifiée attaquait préférentiellement la (-) épicatéchine, puis le catéchol, (+) épicatéchine, l'acide dactyliférique, l'acide isodactyliférique, la (-) épicatechine gallate, l'acide chlorogénique.

A la vue de l'importance du brunissement enzymatique, on comprend donc que chez la datte tout traitement post-récolte ainsi que le stockage-entreposage devront être définis en fonction de l'activité polyphénolasique développée durant la maturation des dattes.

### *1-3-2-3 Activités peroxydasiques (POD)*{E.C.1.11.1.7]

Ce sont des protéines combinées à un groupement héminique comportant un atome de fer. En tant qu'enzymes de transfert, elles arrachent les hydrogènes des substrats pour les faire réagir avec le peroxyde d'hydrogène ou certains peroxydes. Notons que les peroxydases peuvent avoir aussi une activité oxydasique en utilisant $O_2$ au lieu de $H_2O_2$ ( LUCK,1964).

Les peroxydases sont très répandues dans le règne végétal, et en général résistantes aux traitements thermiques, elles peuvent développer des flaveurs désagréables au cours du stockage des fruits et des légumes. Elles ont été identifiées dans la datte, par MAIER and SCHILLER (1961b) dans le cadre de l'étude du brunissement durant un stockage prolongé à 38°C, où il a pu mesurer le changement d'activité de la peroxydase en fonction de la durée du stockage. L'activité de cette enzyme, tant sous gaz neutre, qu'en condition standard, diminue régulièrement pour avoir une activité résiduelle au bout de 128 jours, au contraire de la polyphénoloxydase . Pour les dattes, aucune étude n'a été réalisée sur les conditions d'inactivation .

Par ailleurs ROBINSON (1991), citant les travaux de BURNETTE (1977), a déterminé les principaux substrats et produits liés à cette activité **(Tableau 14)**.

***Tableau 14 :*** *Actions de la peroxydase-hydrogène peroxyde*

| Substrats | Produits |
|---|---|
| pyrogallol | purpurogalin |
| guaiacol | tetra guaiacoquinone |
| hydroquinone | quinhydorne |
| benzydine | p-quinone di-imide |
| catechol | o-quinone |
| p-crésol | "Milky "précipité |
| o-crésol | solution verte |
| m-crésol | solution colorée |
| tyrosine | solution jaune |

Il peut être noté qu'un des principaux substrats est le catéchol, très présent dans la datte. La caractérisation de cette enzyme apparait intéressante et plus particulièrement la connaissance de son énergie d'activation, ainsi que sa sensibilité à la température.

### *1-3-2-4 Enzymes pectinolytiques : polygalacturonases (Pgases) et pectine methylestérase*

Elles font partie des enzymes dépolymérisantes des pectines des fruits. Les ions $Ca^{2+}$ activent l'action de ces enzymes qui interviennent pendant la maturation des fruits en provoquant un ramollissement sensible de ces derniers (THIBAULT, 1988). Ce sont des hydrolases qui clivent les liaisons 1-4 entre les résidus galacturoniques, le pH optimum variant entre 4 et 7,5.

La polygalacturonase et la pectine méthyl estérase (HASEGAWA *et al.*, 1969 ; AL-JASIM et AL-DELAIMY, 1972 ; COGGINS et KNAPP, 1967) sont présentes dans la plupart des variétés de dattes, et il a pu être établi une corrélation entre le ramollissement des fruits, durant la phase de maturation et l'activité de la polygalacturonase **(Tableau 15)**.

*Tableau 15 : Activité de la polygalacturonase et stades de maturité*[NB]
*Source : HASEGAWA et al., 1969*

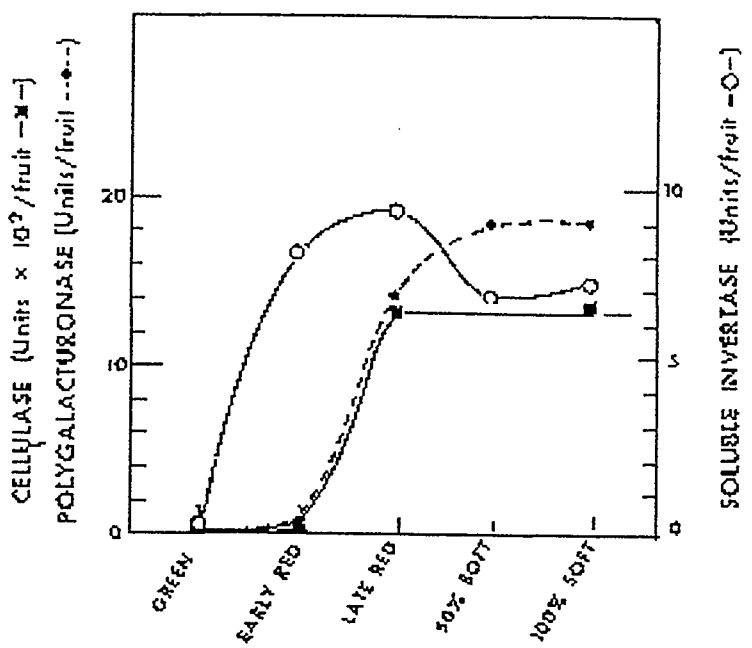
| Maturité couleur | U./g MS | U./mg protéine Soluble | U./mg proteine totale |
|---|---|---|---|
| vert | ----- | ------- | ------ |
| orangé | 0.18 | 0.313 | 0.006 |
| rouge | 2.3 | 0.359 | 0.118 |
| 50 % molle | 2.5 | 0.304 | 0.167 |
| 100 % molle | 2.5 | 0.344 | 0.200 |
| Tamar | 0.81 | 0.165 | 0.069 |

*NB : Ici, l'Unité d'Activité Enzymatique est la quantité d'enzyme qui catalyse l'apparition d'un microéquivalent de fonction aldéhyde à partir de matériel pectique, dans des conditions optimales.*

HASEGAWA *et al.* (1969), sur différents lots de dattes Deglet Nour, au stade Tamar avec un degré de séchage plus ou moins important (qui se situaient entre 75 et 85 % de matière sèche), ont pu constater que l'activité de la PG avait une valeur d'environ 0,9 à 1,3 U.I. par gramme de fruits frais. Ces valeurs apparaissait comme des valeurs supérieures à celles trouvées dans l'avocat, les ananas et les poires (HOBSON, 1962; REYMOND and PHAFF, 1965).

Les principales enzymes intervenant dans le cadre de la maturation des dattes ont été principalement étudiées par HASEGAWA *et al.*, 1972. La **Figure 13** représente l'évolution des principales enzymes qui interviennent dans le processus de maturation.
Il apparait très clairement que la polygalacturonase et la cellulase voient leur activité s'accroître lors de la dernière phase de maturation. La modification des structures cellulaires et l'hydrolyse des liaisons 1-4 des pectines ainsi réalisées favorise le ramollissement du fruit observé à maturité.

*Figure 13 : Activité enzymatique des dattes - Source : HASEGAWA et al., 1972*



L'optimum de l'activité se situe juste avant le stade tamar, juste avant le stade où apparaissent les sucres réducteurs et le ramollissement de la datte. Une forte corrélation entre l'accroissement des protéines solubles et l'activité de la PG laisse à penser (HASEGAWA *et al.*, 1969) qu'il s'agirait d'une conversion d'une forme inactive et insoluble vers un état soluble et actif. COGGINS *et al.* (1968) et SINCLAIR *et al.* (1941) suggéraient que la disponibilité de l'eau dans le fruit permettait le processus de maturation, en facilitant l'activité de la PG, mais aussi de l'invertase, comme l'avait démontré MAIER et METZLER (1961) en prouvant que l'hydratation artificielle des dattes accélérait la maturation.

COGGINS *et al.* (1968) démontrait par une étude histologique, que de fortes différences de structures existaient entre les dattes ayant subi un ramollissement et les dattes immatures ; modifications qui pouvaient être corrélées avec l'activité de la Polygalacturonase. Il est à noter que ce changement de structure en relation avec le degré de maturité a été exploité pour la mise au point d'un système de contrôle de qualité (SCHMILOVITCHZ *et al.*, 1995).

Récemment EL ZOGHBI (1994) a comparé les modifications biochimiques de plusieurs fruits (mangue, goyave, fraise, datte) et a pu relier les activités des enzymes pectinolytiques à la fermeté du fruit.

***La pectine méthylesterase*** agit uniquement au voisinage immédiat d'un résidu galacturonique non méthylé en libérant du méthanol. COGGINS et KNAPP, (1969) considèrent qu'il n'y a qu'une pectine-méthylestérases dans la datte. Elle serait sous forme insoluble (liée à des structures cellulaires), agirait sur la protopectine à un pH optimum de 7,5 et serait inactive en dessous d'un pH 4,5.

L'action des pectine-méthylestérases favorise l'action des polygalacturonases et donc le ramollissement du fruit pendant sa maturation, puisque ces dernières n'agissent que sur une liaison osidique impliquant un résidu d'acide galacturonique non méthylé. AL-JASIM et AL- DELAIMY (1972) ont pu relever, sur 4 variétés irakiennes, que l'activité de cette enzyme **(Tableau 16)**, au même titre que la polygalacturonase ou la cellulase avaient un pic d'activité au stade de 50 % de maturation, puis une activité qui décroissait rapidement avec la maturation des fruits.

***Tableau 16 :*** *Activité de la pectinestérase durant la maturation pour 4 variétés de dattes irakiennes*
*Source : AL-JASIM et AL-DELAIMY, 1972*

| Stades de maturité | Activité U.I.en équiv. COOH /g de fruits frais | | | |
|---|---|---|---|---|
| | Variétés Zahadi | Berbin | Khadraawi | Khastraawi |
| khimri | 0.54 | 0.40 | 0.39 | 0.42 |
| fin khimri | 0.55 | 0.59 | 0.40 | 0.42 |
| khalaal | 0.56 | 0.60 | 0.69 | 0.45 |
| fin khalaal | 0.92 | 0.67 | 0.72 | 0.76 |
| rutab | 1.15 | 0.95 | 0.95 | 0.85 |
| tamar | 0.90 | 0.72 | 0.90 | 0.80 |

COGGINS et KNAPP (1969) ont pu confirmer l'extrême stabilité de la PME : chute de l'activité de 29, 36 et 70 %, après 10 minutes à 65°C, 85°C, 98°C.
GIOVANE *et al.* (1991) a pu identifier un inhibiteur de la pectine méthyl éstérase, d'un poids moléculaire de 30kDa, restant stable à 100°C durant 5 minutes.

***Les cellulases***, ont été étudiées par HASEGAWA et SMOLENSKI (1971), pour le rôle qu'elles joueraient dans le ramollissement des dattes et ont pu calculer l'activité cellulasique aux différents stades de maturité de la Deglet Nour (**Tableau 17**) :

***Tableau 17*** *: Evolution de l'activité des cellulases et stade de maturité*
*Source : HASEGAWA et SMOLENSKI, 1971*

| Stade de maturité | Poids datte (g/fruit) | Activité (m.U [(1)]/datte) |
|---|---|---|
| vert (kimiri) | 12,7 | 0 |
| orangé | 12,3 | 2,57 |
| rouge foncé | 14,0 | 130,2 |
| Tamar | 12,5 | 134,.7 |

(1) Unité = changement de viscosité de 1 centipoise par heure, en utilisant une solution de carboxy-méthyl cellulose

La cellulase présente une perte d'activité après un traitement thermique à 60°C durant 5 minutes de 25 % alors qu'à 80°C avec la même durée de traitement, 85 % de l'activité sont détruits.

L'accroissement typique de cette activité hydrolytique durant le dernier stade de maturité caractérise le phénomène climactérique, tel que l'a souligné PRATT et GOESH (1969) et HASEGAWA et SMOLENSKI (1970), de même que les modifications physico-chimiques observées par COGGINS et KNAPP (1969), RYGG (1946), les modifications de structures des fruits (COGGINS et KNAPP, 1969), et les modifications des protéines (HASEGAWA *et al.*, 1969).

L'application d'enzymes type pectinases et cellulases pour provoquer des maturations artificielles contrôlées ont été étudiées par SMOLENSKI *et al.*, (1973), dont seul le coût de revient a retardé l'exploitation industrielle.

# 2- QUALITÉ DE LA DATTE ET TECHNOLOGIE

## 2-1 Les prétraitements en palmeraie

### *2-1-1 Pollinisation et effets métaxiniques du pollen*

Le palmier dattier étant dioïque, la pollinisation est artificielle : les inflorescences mâles sont récupérées dans un sac, et la pollinisation des arbres femelles est réalisée au cours d'une ou plusieurs interventions au fur et à mesure qu'apparaissent les inflorescences femelles. Le type de pollen, inducteur de précocité, et les conditions d'utilisation, ont fait l'objet d'une étude particulière de AL HELAL (1994), dans la mesure où il est important d'éviter au maximum les pluies d'automne qui endommagent en partie, chaque année les récoltes de dattes. L'influence du type de pollen sur la qualité future des dattes, a été précisée, notamment en Tunisie (BOUHABIDI et ROUISSI, 1996) qui a pu montrer que les pollens qui se sont révélés les plus inducteurs de précocité (DG9, DG4, DF4-1, HF4-1, HF4-3, HF4-5) n'ont pas permis de garantir une meilleure qualité de dattes (calibre).

Si le palmier dattier peut produire jusqu'à 20 régimes de dattes, seule une dizaine est conservée. En plus au niveau du régime même, l'application de la technique de ciselage permet d'obtenir une réduction du nombre de fruits (le 1/3 du régime inférieur) en vue d'obtenir des calibres de fruits supérieurs (fruits mieux nourris).

### *2-1-2 Protection des régimes et maturation artificielle*

* <u>Protection des régimes</u>

Selon leur position sur la hampe, (REYNES , 1995), les fruits présentent deux types de qualités que l'on peut associer à la couleur : une couleur claire pour ceux situés à l'intérieur du régime, ou une couleur foncée pour ceux positionnés à l'extérieur du régime (environ 20 %).

Compte tenu des différentes attaques subies par le régime (sable, vent, insectes, soleil, pluies, etc.), seulement 87 % des dattes sont commercialisables. Afin de limiter les pertes à la récolte, dues aux influences extérieures, des protections mécaniques lanternoides (KAPLAN *et al.*, 1972) sont de plus en plus étudiées. Si un effet favorable sur les attaques des pyrales a déjà été confirmé (BEN OTHMAN *et al.*, 1995) ; on peut penser que la pose des protections mécaniques pourrait ainsi engendrer une élévation de température (avec un choix de film approprié), et accélérer la maturation.

* Maturation artificielle

Si l'action du bâchage sur une maturation artificielle n'a pas été totalement prouvée (BEN OTHMAN *et al.*, 1995), cette technique reste cependant prometteuse ; le choix du matériau de bâchage jouant un rôle déterminant sur le contrôle des températures obtenues à l'intérieur de la toile, ainsi que sur l'atténuation des écarts de températures durant la nuit et le jour afin d'obtenir la quantité d'énergie nécessaire à la maturation (températures supérieures à 18°C, comme l'a étudié EL HOUMAIZI, 1993).

La température agit directement sur l'accumulation et l'inversion des sucres ainsi que sur la vitesse de déshydratation de la datte et permet d'augmenter la vitesse des réactions chimiques suivant la loi d'Arrhénius (AL-OGAIDI et AREF, 1985). En effet, artificiellement, la température peut avoir pour effet, sous certaines conditions (variété, teneur initiale en eau, etc.) d'accélérer cette maturation.

Dans les palmeraies, les dattes ne mûrissent pas toutes en même temps sur le régime. Pour des raisons technologiques et économiques, il peut être envisagé de couper les régimes non mûrs et de conduire artificiellement la maturation, en utilisant une température de séchage basse (de l'ordre de 47°C). Cette méthode permet en outre de prévenir les dégâts d'infestation causés par la pluie ou la chute des fruits déjà mûrs (HAMDI et HAMDI, 1991).

La maturation artificielle ne peut intervenir que si la datte a atteint un degré de pré-maturité déterminé, appelé "moment critique" par VINSON (1911). C'est l'instant où la datte passe du stade "Khalal" au stade "Routab" et qui se caractérise par une première tache foncée et molle au sommet de la datte (DOWSON, ET ATEN 1963). Cette maturation artificielle peut s'effectuer par l'action d'agents chimiques comme l'acide acétique (VINSON, 1911), le chlorure de sodium (ASIF et TAHER, 1983), KALRA *et al.* (1977), l'éthylène (AL-OGAIDI et AREF, 1985) et certaines auxines de synthèse (BENJAMIN *et al.*, 1975) avec des résultats encourageants.

Récemment, ABBAS et IBRAHIM (1996) pour la variété de datte Hillawi, ont pu mesurer un changement de l'intensité respiratoire qui était de 160 mg CO2. $Kg^{-1}$ $h^{-1}$, un mois après pollinisation puis de l'ordre de 20 mg. $Kg^{-1}$ $h^{-1}$ au 90ème jour. Ils ont pu détecter une émission d'éthylène 91 jours après pollinisation, et un pic climactérique environ 15 jours après. RYGG (1975) avait estimé qu'une datte Deglet Nour, ayant une teneur en eau de 22 % produisait 0,4 mg de CO2 par $Kg^{-1}$ $h^{-1}$ à 24°C et HUSSEIN et AREF (1957) avaient indiqué que la datte atteignait un pic climactérique quand la couleur du fruit passait du vert au jaune-orangé.

## 2-2 Les traitements en usine (hors désinsectisation) (Figure 14)

### 2-2-1 Triage

La récolte est stockée au maximum deux ou trois jours avant d'être traitée, afin de constituer une réserve permettant d'assurer le fonctionnement en continu de l'atelier de traitement. Les dattes arrivent en caisses ou en régimes et sont disposées dans des magasins pourvus de dispositifs de ventilation . Elles sont traitées contre les insectes, les souris et autres ravageurs (MUNIER, 1973 ; REYNES et THEMELIN, 1994).

Le triage consiste à séparer les dattes normales, des dattes incomplètement mûres ou anormalement humides. Les dattes de rebut (fruits desséchés, avariés, parthénocarpiques) seront également écartées de la récolte. Ce triage est soit manuel, soit semi-automatique sur des tables à bande alimentées par une trémie à débit variable. Le nettoyage consiste à enlever les particules de terre, de poussière, les débris végétaux, les parasites et les produits de traitement qui ont adhéré à la peau de la datte mûre et sirupeuse. Ce traitement peut se faire par ventilation à l'air pulsé (nettoyage à sec), par brossage avec des brosses douces, par pulvérisation sous une série de jets d'eau très fins (lavage) ou enfin par brassage dans des tambours avec de l'eau sucrée afin de limiter la perte des sucres du fruit par diffusion.

### 2-2-2 Le séchage ou réessuyage

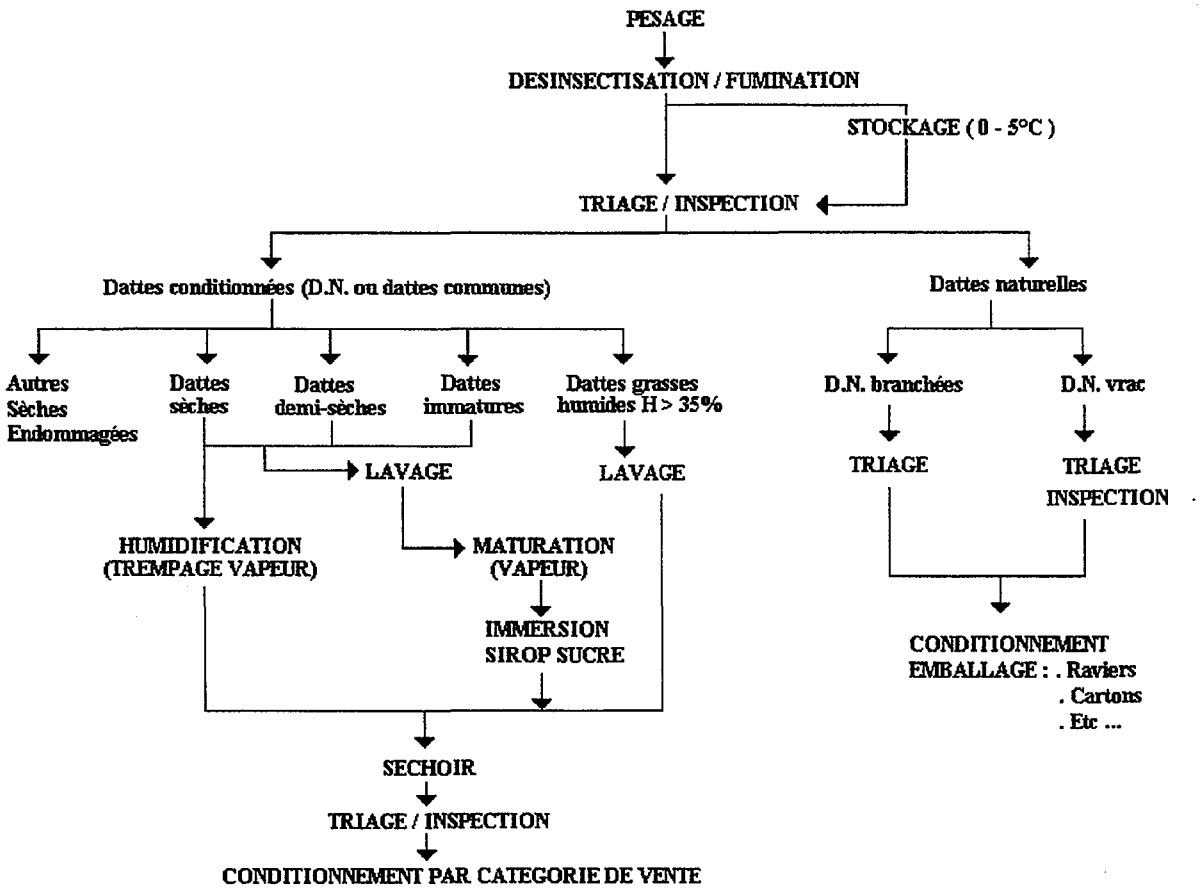
Le séchage est l'un des plus anciens procédés pour stabiliser les dattes communes, les dattes dites molles ou demi molles (MUNIER, 1961). Une diminution de l'activité de l'eau de la datte réduit la prolifération microbienne ainsi que les réactions chimiques et enzymatiques d'altération et permet l'obtention de pâtes de dattes utilisées par les populations du Sud du Sahara.

RYGG (1975) indiquait que pour préserver la qualité de la datte Deglet Nour, un séchage devait durer 7 à 8 jours (!) durant lequel étaient alternées des ventilations à faible hygrométrie (50 %) et des ventilations d'air chaud dont la température ne devait pas excéder 32°C.

Le séchage par convection a été étudié par HAMDI et HAMDI (1991). Ces derniers ont déterminé qu'une température "élevée" de l'ordre de 74°C modifie les caractères physico-chimiques des dattes et diminue leur valeur marchande. La température optimale de l'invertase a pu être déterminée (47°C) après analyse des sucres résultant des différents essais de séchage. Cette température optimale, relativement basse, signe une thermolabilité élevée de l'invertase.

Le séchage des dattes peut être effectué par exposition des fruits sur des claies au soleil, (couramment réalisé au Yémen, Pakistan, Iran). Comme cela a été souligné notamment par LATIF *et al.*, (1993), cette opération peut favoriser l'infestation des fruits par les insectes. De ce fait, le séchage des dattes est surtout effectué dans un four à courant d'air chaud en prenant soin de ne pas dépasser 70°C. KECHAOU *et al.* (1996) ont déterminé les cinétiques de séchage à des températures comprises entre 30 et 70°C et des vitesses de passage de l'air sur les dattes comprises entre 1 et 3 $m.s^{-1}$.

*Figure 14 : Diagramme des procédés - Source : REYNES et THEMELIN, 1994*



### 2-2-3 La réhumidification et l'enrobage

La réhumidification est une opération qui permet de ramollir les dattes et d'éviter qu'elles ne sèchent avant d'être parvenues au terme de leur maturation. Plusieurs procédés ont été expérimentés, dont le trempage dans l'eau chaude (risques de développement des moisissures), mais c'est surtout l'utilisation de la vapeur d'eau, procédé adopté aux États-unis en 1920 pour les dattes d'Irak et vers 1930 à Marseille pour les Deglet Nour d'Algérie (DOWSON et ATEN, 1963) qui reste le plus utilisé en raison de sa rapidité et son efficacité, JAKOVLJEVIC (1995), NIXON et CARPENTER (1978).

L'enrobage des dattes se fait par trempage très bref dans une solution de sirop de glucose à 20° Brix, ce qui permet d'améliorer la conservation et d'obtenir une surface brillante des dattes. SCHILLER et MAIER (1959) recommandaient un enrobage avec une solution contenant 6 % d'amidon ou 3 % de métyl cellulose, alors que RYGG (1975, 1944) proposait une solution contenant de 2 % de butyl-hydroxyanisol; 6 % de buthyl-hydroxytoluène et de l'huile végétale. Les dattes seront ensuite conditionnées dans divers types d'emballage comme des barquettes en bois, en carton ou en plastique de 200 g à 250 g ou dans des caissettes de 1 à 5 kg.

Les dattes traitées et conditionnées sont entreposées, traditionnellement selon les critères déterminés par MUNIER (1973) indiquant les températures et les durées optimales de conservation des dattes type Deglet Nour (**Tableau 18**).

***Tableau 18** : Durée maximale de stockage en fonction de la température*
*Source : MUNIER, 1973*

| *Température de conservation* | *Durée maximale* |
|---|---|
| *26 à 27°C* | *1 mois* |
| *15 à 16°C* | *3 mois* |
| *4 à 5°C* | *8 mois* |
| *-2 à -3°C* | *12 mois* |
| *-17 à -18°C* | *plus de 1 an* |

### 2-2-4 Valorisation des dattes

Dès l'Antiquité, en Egypte et au Moyen Orient, les populations élaboraient de nombreux produits avec les dattes qu'elles utilisaient pour leur alimentation et leur pharmacopée. HUSSON (1931), BARREVELD (1993), AL-HOOTI *et al.*, (1996), ESTANOVE et REYNES (1990) ont décrit un certain nombre d'utilisations et d'applications potentielles des dattes.

* *Pâte de datte*

Les pâtes de dattes sont des pulpes ou des marmelades concentrées et rendues fermes par dessiccation. Elles peuvent être confectionnées (DUPAIGNE et MUNIER, 1965) avec les dattes molles ou demi-molles ; on leur ajoute alors de la farine, ou du sirop de dattes pour lui donner une consistance convenable.

Les pâtes de dattes permettent d'utiliser en mélange des fruits ne pouvant pas être commercialisés en raison de leur caractéristiques trop diversifiées (dattes communes) ou en raison de leur qualification de déchets ou écarts de tri. Leur débouché est surtout les pâtisseries et les confiseries (fourrage de gâteaux, confection de glaces, sorbets, crèmes...).

Pour les variétés molles, l'opération de dénoyautage, est suivie d'une adjonction d'eau et d'une opération de malaxage permettant l'obtention d'une pâte homogène. Celle-ci est ensuite déshydratée à une température de 100°C durant 20 à 30 minutes.

La pâte peut être consommée pure ou mélangée avec divers produits pour constituer des friandises. Ces préparations peuvent être conditionnées en tablettes- rations convenant à l'alimentation des collectivités, des sportifs et des militaires, pour porter secours aux populations victimes de cataclysmes.

* Farine et semoule de dattes

La préparation de ces produits exige des variétés dures et cassantes ou susceptibles de le devenir après dessiccation telle que Mich Degla, Kentichi, Tin Naceur (El Beida) Degla Beida, ou des dattes séchées naturellement comme les Deglet Nour M'Sifi.

Après nettoyage, les dattes sont dénoyautées puis séchées jusqu'à une humidité inférieure à 5 %. Le broyage se fait à froid dans une atmosphère sèche. Le blutage permet d'obtenir ensuite des farines, des semoules blanches et des semoules enrobées. Par sassage les produits sont séparés. Les semoules subissent plusieurs désagrégeages suivis de blutages ce qui conduit à des farines blanches, et à différents types de semoules.

* Sucre de datte

Certaines variétés, les écarts de tris et les déchets de dattes très riches en sucre sont difficilement valorisables (DUPAIGNE, 1976). L'une des utilisations possibles, à part l'alimentation du bétail ou l'obtention de produits de fermentation, est d'en extraire un jus sucré plus ou moins purifié, de le transformer ensuite en sirop épais ou en boissons.

L'extraction du sirop de dattes se fait par diffusion (JADDOU *et al.*-1986; REYNES *et al.*-1992). Le liquide obtenu, filtré, parfaitement limpide, est de couleur jaune pâle et de saveur agréable, sans rappeler celle de la datte. Sa richesse en sucre est variable suivant la proportion d'eau admise dans le diffuseur.

MUNIER (1955), signale que le sucre destiné à des préparations alimentaires est obtenu à partir d'un broyage suivi d'un malaxage des dattes dans de l'eau chaude avant concentration jusqu'à 30/35° Brix par la chaleur sous pression réduite. D'après DUPAIGNE (1976), il n'est pas question de pressurage direct des dattes car l'obtention d'un jus sucré débarrassé des constituants autres que les sucres (matières pectiques, minéraux, protéines, polyphénols) est très laborieuse. Le jus de presse étant très chargé en particules, la clarification et la purification sur colonnes échangeuses d'ions sont difficiles.

Il est préférable d'utiliser un procédé de diffusion ; ce dernier permet de récupérer l'essentiel des sucres tout en limitant la diffusion des non sucres dans le jus.

Plusieurs études ont été effectuées sur la diffusion des sucres de dattes, à l'aide d'un diffuseur expérimental discontinu à contre-courant, le rendement est d'environ de 80 %, soit 650 g de sucre par kilogramme de pulpe en utilisant 8 litres d'eau (DUPAIGNE et MUNIER, 1965).

La concentration du sirop se fait à basse température, de 40 à 50°C, sous vide. On obtient un concentré brun clair ou jaune vif suivant qu'il est décoloré ou non. Ce concentré représente un produit sucré d'emploi facile. S'il a été épuré, il n'apporte pas de couleur, ni d'astringence aux boissons diluées ce qui permet de l'utiliser directement dans le thé ou le café.

* *Sirop ou "Miel" de dattes, boisson à base de datte*

Il peut être fabriqué à partir de n'importe quelle datte de qualité secondaire, (REYNES *et al.*, 1996) de préférence des variétés molles ou susceptibles de le devenir après trempage, comme les variétés Ghars et Deglet Nour Martoubah.

Les dattes après nettoyage et dénoyautage sont mises à tremper jusqu'à ramollissement complet dans un même volume d'eau chauffée à 65-70°C. Les pulpes juteuses sont placées ensuite dans des sacs pour être énergiquement pressées (25 Kg/cm$^2$) à l'aide d'une presse hydraulique (BARREVELD, 1993).

Le sirop obtenu a une couleur brun doré et une concentration en sucres de 30 à 35 degrés Brix. La viscosité est identique à celle des miels d'abeilles. Il est possible de l'aromatiser au miel d'abeilles. En outre, pour le protéger contre tout éventuel brunissement et assurer sa conservation, on peut ajouter soit 0,1 g de bisulfite de sodium par litre de miel, soit 0,03 % d'acide ascorbique et 0,2 % d'acide citrique. Il peut être utilisé en pâtisserie et pour la confection de boissons énergétiques.

**Vin de dattes*

Le vin de dattes était autrefois de consommation courante dans les pays phoenicicoles, aujourd'hui il est plutôt destiné aux pays industrialisés et peut être produit industriellement.

La majeure partie du sucre de la datte est extrait par diffusion dans l'eau. La fermentation du jus sucré n'est possible qu'après dilution du moût à des concentrations inférieures à 300 g/l.

L'extraction des sucres se fait en trempant les dattes entières dans de l'eau bouillante, dans la proportion de 1/2 (poids/poids) en les laissant macérer jusqu'au refroidissement puis en les pressurant. La filtration obtenue durant le pressurage améliore la décantation.

Deux types de fermentations peuvent être réalisés : soit une fermentation naturelle utilisant les levures endogènes pour l'obtention du vinaigre et de l'alcool industriel, soit une fermentation utilisant des levures sélectionnées pour obtenir des vins et des eaux de vie.

* *Alcool de dattes*

La fabrication de l'alcool de dattes est soumise à une réglementation sévère lorsqu'elle n'est pas prohibée. L'alcool de datte est utilisé à des fins médicales.

On obtient environ 25 l d'alcool pur pour 200 kg de dattes .

* *Vinaigre de dattes*

Une adjonction d'eau à 35-40°C est réalisée à des dattes écrasées jusqu'à obtention d'un liquide ayant une concentration en sucres de l'ordre de 220 g/litre. Après macération, les ferments sont ajoutés. On obtient 300 à 400 l de vinaigre à 6-7° pour 100 kg de dattes.

Un autre procédé consiste à partir du vin de dattes, à rajouter à ce dernier des acétobacters; l'acétification se poursuit pendant six à sept jours à 30°C. Le produit fini titre 8°5 ce qui est supérieur aux normes minimales légales. Le rendement est de 2 litres de vinaigre par kg de dattes traitées.

* *Marmelades de dattes*

Les dattes (AL-HOOTI *et al* , 1997) sont dénoyautées puis réduites en pulpe, portées à évaporation après acidification jusqu'à un pH 2,5 (avec de l'acide citrique, acide ascorbique ou acide tartrique).

La préparation de la marmelade nécessite tout d'abord de faire un sirop par cuisson du sucre dans 50 % d'eau jusqu'à consistance visqueuse. Puis le mélange pulpe de datte et sirop est cuit jusqu'à 67° brix par ajout de pectine à la fin de la cuisson. Après cuisson on obtient une marmelade dont la saveur ne rappelle plus celui de la datte, et dépourvue d'arômes. Il faut par conséquent renforcer le goût par des arômes artificiels ou naturels du type cannelle, menthe, vanille, girofle, cacao, ...

## 2-3 La datte et les insectes

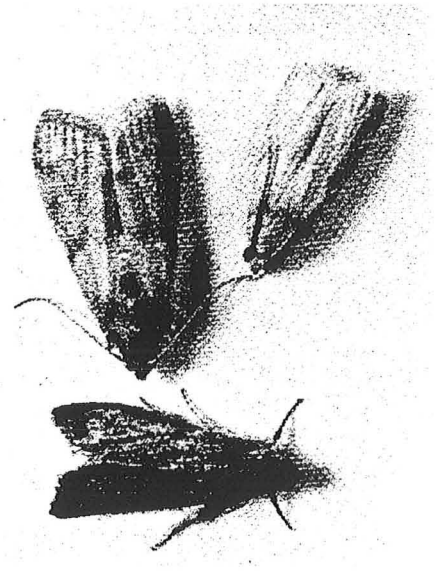
### *2-3-1 Infestants*

Cette thématique a fait l'objet de plusieurs travaux. On peut citer ceux effectués par : BALACHOWSKY, 1953; APPERT, 1957; WERTHEIMER, 1958; PEREAU-LEROY, 1958 ; TEISSEIRE, 1959; CALCAT, 1959; COMELLI, 1960 LEPIGRE, 1963; VILARDEBO, 1973; AHMED and *al.*, 1982; EL-SAYED et BAESHIN, 1983. De ces travaux ressort la liste des insectes identifiés dans les palmeraies et les entrepôts. Parmi tous les insectes qui causent des dégâts aux dattes, les auteurs sont unanimes pour incriminer en premier les Lépidoptères.

Les prédateurs de la datte sont bien connus à la suite des travaux de WHERTHEIMER (1958), BRUN (1984). Ces auteurs avaient remarqué la prédominance d'*Ectomyeloïs ceratoniae Zell* encore appelé *Myeloïs decolor* (**Planche 1**). VILARDEBO (1973) signale la prédominance de deux autres espèces : *Ephestia spp.* et *Plodia sp.* (Lépidoptère appartenant à la famille des Phycitidae). Les genres les plus communément rencontrés sont les suivants :

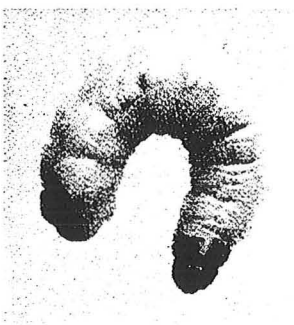
- *Ephestia calidella Gn,*
- *Ephestia elutella Hbn,*
- *Ephestia cautella Greg,*
- *Plodia unterpunctella Hbn,*

***Planche 1 :*** *Formes adultes (papillon) et larvaire (chenille) du Myeloïs.*

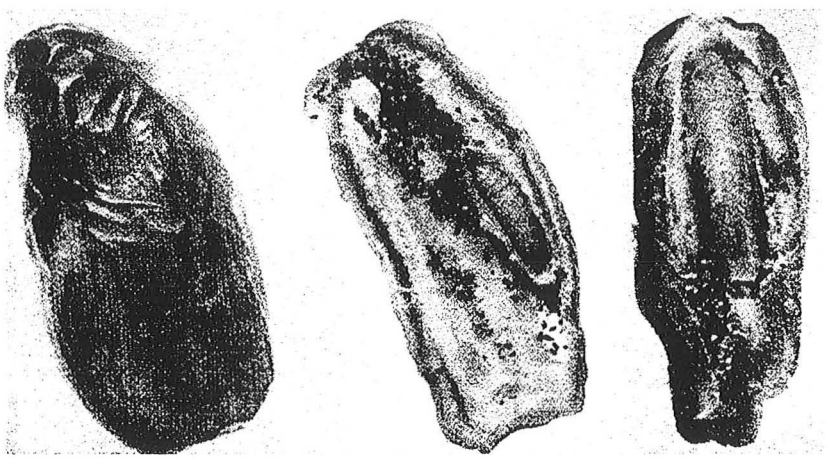


**Trois formes différentes du Myeloïs**

**Papillon**



**Chenille**



**Datte ouverte montrant la chenille et les dégâts qu'elle occasionne.**

*Ectomyeloïs decolor* a été largement étudié par WERTHEIMER, 1958 ; DHOUIBI et JARRAYA(1988), DHOUIBI (1991). C'est un petit papillon dont les chenilles parasitent **(Planche 1)** les dattes peu avant leur cueillette. Il appartient à la famille des Pyralidae et à la sous famille des Phycitinae. Les dégâts causés en Algérie ou en Tunisie sont de l'ordre de 4 à 20 % de la récolte. Le plus grand nombre des prédateurs soit environ 70 % est représenté par des jeunes chenilles ayant atteint le tiers ou la moitié de leur développement.

C'est au cours du stockage que se produisent les dégâts dûs à ces insectes, mais, en fait c'est dans la nature qu'a lieu la contamination : les papillons viennent pondre les oeufs pendant le séchage des dattes, entre la récolte et l'entrée au magasin, soit une quinzaine de jours. Les chenilles poursuivent leur développement dans le fruit au cours du stockage.

Comme tous les membres de son groupe entomologique, le pyralide *Myelois decolor* passe successivement par les stades d'oeuf, de chenille, de chrysalide et d'adulte ailé. Entre les mois d'Avril et Mars de l'année suivante, cinq générations se succèdent **(Planche 2)**. Les différents stades de développement comportent les stades adulte, oeuf, nymphe et larve.

Au stade *adulte*, l'insecte est de petite taille. Il mesure de 16 à 22 mm de longueur et est de couleur gris clair. Ses ailes antérieures sont de couleur grise avec des dessins plus ou moins marqués, tandis que les ailes postérieures sont homochromées et plus claires. Les espèces sont différenciées par la génitalia, organe reproducteur externe.

La vie de l'adulte est courte et ne dépasse pas 3 à 5 jours. Elle est essentiellement occupée par la recherche de l'accouplement et, pour la femelle, par la ponte qui dure plusieurs heures (jusqu'à douze heures). La femelle meurt après évacuation de ses derniers oeufs.

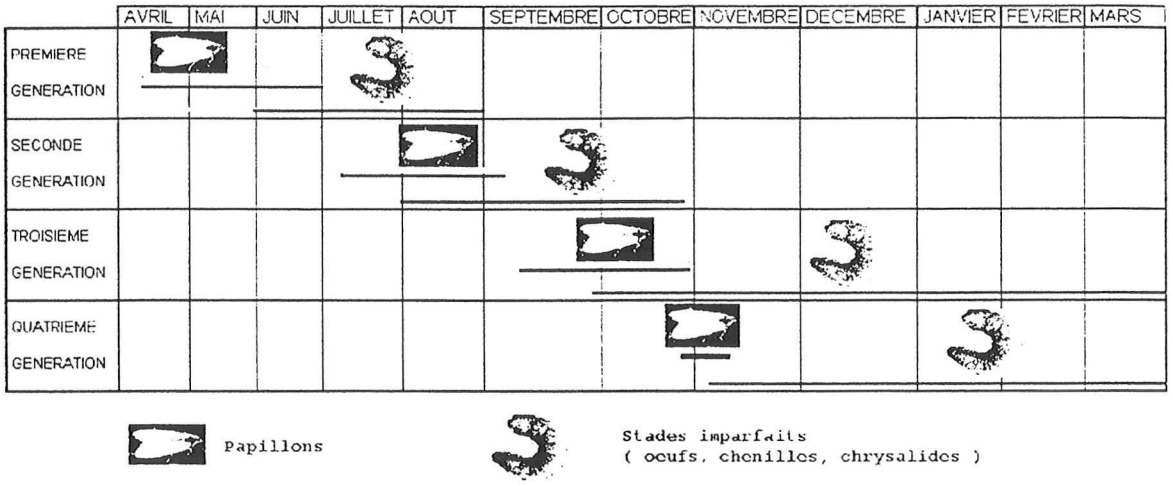
L'*Oeuf* est orné de dessins géométriques. Il est clair à la ponte et devient rose après quelques heures. La durée d'incubation des oeufs varie de 3 à 7 jours selon la température ; elle est d'autant plus faible que la température est élevée. Une femelle pond 60 à 120 oeufs disposés isolément ou par petits groupes peu serrés. Selon toute probabilité, elle pond ses oeufs à la surface même des dattes, se déplaçant pendant sa ponte et infestant ainsi plusieurs fruits sur le même régime.

La *Nymphe*, ou chrysalide, de couleur brun foncé, est caractérisée par la présence de deux crochets localisés à l'extrémité abdominale ; il existe un dimorphisme sexuel portant sur la localisation de l'orifice génital virtuel.

Au niveau de la *Larve*, cinq stades larvaires de couleur rosâtre se distinguent par la taille et la dimension des capsules céphaliques. La chenille est incolore ou grisâtre à sa naissance puis se teinte peu à peu de rose clair, uniforme. Sa tête porte une plaque céphalique brune ; son corps est hérissé de quelques soies raides. Aussitôt après son éclosion, la chenillette cherche un abri et de la nourriture. Dans la nature, la chenille née à la surface du fruit s'engage au niveau du périanthe et s'installe entre la pulpe et le noyau. Elle creuse des galeries dans la pulpe et tapisse celles-ci de ses excréments et de filaments de soie blanchâtre. La chenille reste dans la même datte jusqu'à sa transformation en papillon.

En Irak, EL-SAYED et BAESHIN (1983) signalent que les dattes étaient infestées par *Oryzaephilus surinamensis*, *Ephestia cautella* et *Batrachidra amydraula*. Ces trois insectes sont largement distribués en Arabie Saoudite (Madina et Quassim). Ils sont capables de causer des dommages économiques importants toute l'année; l'industrie dattière souffre terriblement des ravages de ces insectes. C'est pourquoi, dans le but de remédier à ce problème, les industriels ont pensé à la désinsectisation des dattes au champ et en entrepôt.

***Planche 2 :*** *Principaux stades de développement de Myelois decolor - Source WERTHEIMER, 1958*



### 2-3-2 Les différentes techniques de désinsectisation

Lutter contre les insectes n'est pas toujours facile. MUNIER (1973) rapporte qu'il n'est pas facile de lutter contre les insectes adultes en palmeraie, il est toutefois possible de se protéger de leurs attaques en atelier en prenant des précautions nécessaires : aménagement des magasins de stockage, traitement des locaux et des récoltes brutes. Il convient de détruire les oeufs dès que possible avant leur éclosion.

Plusieurs moyens existent pour détruire ces insectes. Ils ont été abordés à la suite des travaux de plusieurs auteurs : WERTHEIMER, 1958; PEREAU-LEROY, 1958; MUNIER, 1973; EL-SAYED et BAESHIN, 1983; DHOUIBI et JARRAYA, 1988.

DOWSON et ATTEN (1963) signalent deux moyens de désinsectisation :

. l'immersion des dattes dans de l'eau bouillante,

. l'exposition à l'air à haute température et à basse température.

MUNIER (1973) rapporte, en plus de ces deux premières méthodes, la désinsectisation par la fumigation.

Un autre procédé physique de désinsectisation par irradiation à l'aide de rayons gamma est signalée par : AHMED *et al.,* 1982 ;EL-SAYED et BAESHIN, 1982; DHOUIBI et JARRAYA, 1988.

Depuis peu, de nombreuses équipes s'intéressent à la mise en place d'une lutte biologique.

#### *2-3-2-1 Les techniques expérimentées* (sans application industrielle d'envergure)

➢ *Trempage dans l'eau chaude*

C'est une technique réservée aux dattes sèches ou de qualité secondaire, qui ne peut pas convenir pour les fruits destinés à l'exportation. DOWSON et ATEN (1963) rapportent que cette méthode est peut être satisfaisante quand on a affaire à de petites quantités de dattes bien particulières, mais elle ne saurait convenir aux entreprises ordinaires de conditionnement qui ont à traiter de grandes quantités de fruits.

Néanmoins, il y a destruction des insectes présents dans les dattes. Aucune étude donnant les détails de cette technique n'a été publiée et cette méthode semble peu utilisée.

➢ *Exposition à l'air à haute ou basse température*

MUNIER (1973) rapporte aussi que le séchage industriel, à 60°C dans un four, s'il est poursuivi pendant au moins 2 h, détruit les insectes. SHAFIK et HILMY (1939), révèlent que l'on obtient la destruction des *Ephestia* et des *Myelois* à tous les stades dans les dattes par chauffage à 60°C pendant 2 h.LINDEGREN et VINCENT (1953) signalent que 93 % d'une population d'une population de coléoptères (nitidulides) attaquant les dattes, ont été tués après une exposition à 39°C à une humidité relative de 10 % pendant 20 min., de 50 % pendant 11 min. et de 90 % pendant 10 minutes. FELLERS (1925) déclare que tous les insectes présents dans un carton de dattes sont détruits si on les expose pendant 50 min à une température de 77°C avec une HR de 75 %.

DOWSON et ATEN (1963) constatent que la chaleur sèche est efficace et d'application relativement facile mais le matériel nécessaire pour traiter rapidement un grand volume de dattes obligeant à utiliser un grand nombre de caisses des vergers (en les étalant sur des plateaux pour obtenir un traitement uniforme) est coûteux et exige beaucoup de place.

En revanche, le stockage en chambre froide ne présente aucun de ces inconvénients, mais il faut descendre à des températures basses pour tuer rapidement les insectes à tous leurs stades. DOWSON (1935) a constaté que les larves d'*Ephestia cautella Walk,* pouvaient résister à une température comprise entre 2 et 6°C. BAC et COTTON (1926) signalent qu'un coléoptère *(Oryzaephylus Surinamensis L.)* est détruit à n'importe quel stade par exposition à une température de -16°C pendant une journée. Or, il est très coûteux de maintenir une température aussi basse dans l'industrie, surtout dans les régions chaudes productrices de dattes.

➢ La lutte biologique

Dans le souci de présenter des produits sains au consommateur très exigeant sur le plan phytosanitaire, certains pays ont trouvé d'autres alternatives à la lutte chimique sinon un complément à celle-ci. LEPIGRE (1961 ; 1963) cité par BRUN (1984) signale que l'élimination des insectes par action du bromure de méthyle, sous vide, quand les dattes sont commercialisées est un remède palliatif. Ecologiquement l'utilisation de ce fumigant n'est pas satisfaisante. Des cadavres d'insectes et leur excréments **(Planche 3)** restent à l'intérieur des fruits et constituent une altération secondaire des dattes.

L'auteur précité rapporte que quelle que soit la méthode de lutte utilisée, il est important de prévenir l'attaque initiale par *Ectomyelois.* Cette prévention peut être obtenue en utilisant par exemple des phéromones sur l'arbre ou pendant le stockage, dans le but de détecter les premiers vols des femelles d'*Ectomyelois ceratoniae Zell.*

La lutte biologique consiste à lutter contre l'infestation d'*Ephestia ceratoniae* par des ennemis naturels (prédateurs et parasites). C'est une méthode non polluante, moins onéreuse mais aléatoire. Plusieurs travaux rapportent les résultats obtenus sur la lutte biologique contre *Ectomlyelois ceratoniae* (LEPIGRE, 1963; BELIOTTI et DAUMAL, 1969; DHOUIBI et JARRAYA, 1988).

De nombreux travaux ayant débuté par un inventaire des ennemis naturels d'*Ectomyelois Spp.*, BILIOTTI et DAUMAL (1969) signalent l'existence de deux types d'antagonistes :

- les prédateurs : un coléoptère qui attaque les chenilles dans les fruits et trois espèces d'Hémiptères *Anthocoridae* : *Candiasthetus nazarenus REUTER, C., Fasciiventris GARB, et Buchanaiella continua B. WHITE.* Ces trois espèces attaquent les oeufs et les larves au cours des premiers stades.

- les parasites : *Devorgilla* (=Nemeretis) *canescens GRAV., Phanerotoma dentata PANZ., Diadegma chrysostica GMEL, Apanteles sp. et Phanérotoma sp.* Un autre parasite, du genre *Trichogramme* a aussi été observé dans les palmeraies.

***Planche 3 :*** *Coupe longitudinale d'une datte dénoyautée, montrant le ver au milieu des ses granules excrémentiels*
*Source : DHOUIBI et JARRAYA, 1988*

De tous ces parasites, seuls les *Phanerotoma* ont donné des résultats encourageants difficile à généraliser. Le parasitisme dû à *Phanerotoma plannifons NEES* et *Phanerotoma flavitestacea FISCH* était plus important (10 à 35 % de parasitisme pour les dattes d'exportation et 23 % pour les dattes écartées au moment du tri) BILIOTTI et DAUMAL, (1969).

Parmi ces deux entomophages, le choix de la plupart des chercheurs s'est porté sur *Phanerotoam flavitestacea* à cause de la bonne relation écologique entre l'hôte et le parasite (coïncidence régulière des éclosions d'adultes de l'hôte et du parasite).
Le *Phanerotoma flavitestacea* est un hyménoptère *Braconidae* de la sous famille des *Cheloninae* et de la tribu des *Chelonini*. Il est très répandu dans tout le Bassin Méditerranéen. Tous les représentants du genre vivent aux dépens des lépidoptères et appartiennent au groupe des parasites ovo-larvaires (ponte dans l'oeuf de l'hôte et le développement dans sa larve).

Le taux de parasitisme, atteignait 19 et même 34 % en certains points du biotope.

➢ *Radiations ionisantes*

En plus des méthodes biologiques et chimiques, d'autres méthodes ont été tentées pour la désinsectisation de la datte, notamment l'utilisation des radiations ionisantes. Ces tentatives ont eu lieu en Irak et en Arabie Saoudite. Les résultats de ces travaux ont été rapportés par : AHMED, (1976), (1980) et (1982); EL-SAYED and BAESHIN, (1983). L'irradiation des denrées alimentaires est un procédé physique de traitement qui consiste à exposer les aliments à l'action directe de rayonnements électromagnétiques, électroniques ou, dans le but d'accroître leur durée de conservation ou d'améliorer leurs qualités hygiéniques, organoleptiques, nutritionnelles (MAC ARTHUR, 1982; FELLOW, 1988, MAFART, 1991 ; AZANDEGBE , 1992).

Les rayons gamma, utilisés dans l'industrie dattière en IRAK, sont des radiations électromagnétiques de forte énergie. Celle-ci doit être inférieure au seuil de 5 Mev au dessous duquel on évite tout risque de radioactivation des atomes irradiés. Les rayons gamma ont un excellent pouvoir pénétrant. Les sources les plus courantes de rayon gamma utilisent la désintégration radioactive du cobalt 60 et du césium 137 (de périodes radioactives respectives de 5,26 et 30,3 ans).

Dans le cadre d'une étude menée en IRAK par AHMED (1982), des dattes Zahdi emballées dans des cartons du type de ceux utilisés dans l'industrie dattière ont été désinfestés par ionisation gamma et par fumigation au bromure de méthyle et par irradiation au cobalt 60. La dose utilisée a été de 75,65 rad[(1)] pour obtenir une désinfestation totale et apparait comme plus efficace que la fumigation. En revanche des insectes vivants, actifs et fertiles ont été trouvés dans les paquets traités et stockés pendant une longue période (55 à 80 jours), les mêmes observations ont été faites chez les témoins. Ces résultats supposent des cas de réinfestation, ce qui laisserait penser que l'efficacité de la dose serait limitée dans le temps.

Après chaque expérience, des tests génétiques et de croissance ont été faits. Il était utile de déterminer la capacité de développement des insectes à des stades juvéniles et d'évaluer la fertilité des adultes et de connaître l'effet rémanent ou latent sur la mort des insectes de la dose employée.

(1) Rad (Radiology Unit) = $10^{-2}JKg^{-1}$, 1 Gy (grays)=100 rads

Dans son étude, AHMED (1982), signale que les tests effectués sur des adultes collectés à partir des dattes irradiées et des témoins, portant sur les effets génétiques et les activités de développement ont donné les résultats suivants :

. il a été trouvé que l'adulte mâle *d'Ephestia cautella* issus des lots irradiés ne s'accouplement pas, alors que les adultes témoins s'accouplent normalement, ne se reproduisent pas et meurent.

Les auteurs précédents en concluent qu'après 25 jours de stockage, les cartons irradiés ne contenaient seulement que des adultes stériles et des insectes à des stades inactifs.

.des larves vivantes *d'Ephestia cautella* collectées à partir des lots irradiés meurent 10 et 31 jours après irradiation. Les adultes de *O. Urinamensis* issus des dattes irradiées ne

Toutefois, après 55 ou 80 jours de stockage, il a été trouvé des insectes vivants à la fois, dans les cartons traités au fumigant, les cartons irradiés et les témoins. Il est intéressant de mentionner que tous les insectes capturés juste après la période de stockage prolongée sont fertiles et actifs, et peuvent entraîner une nouvelle infestation.

EL-SAYED et BAESHIN (1983) ont fait une étude de faisabilité sur la désinfestation des dattes produites en Arabie Saoudite par irradiation gamma. Les données obtenues indiquent qu'une dose de 25 krad soit 0,25 kj/kg est suffisante pour détruire le développement de *Oryzaephilus surinamensis, Ephestia cautella* et *Batrachedrra anydraula* ainsi que tous les déprédateurs se nourrissant des variétés Safawi et Soukaria. Ce traitement n'entraîne aucun changement significatif des qualités nutritionnelles et sensorielles des fruits **(Tableau 19)**. L'irradiation gamma avec une dose de 25 Krad peut donc être utilisée pour la désinfestation des dattes sèches.

***Tableau N°19** : Role of gamma rays in preventing infestation of some varieties of dry dates by some common insects - Source : EL-SAYED et BAESHIN, 1983*

| Variety | Gamma ray dose Krad | Oryzaephilus surinamensis | | Ephestia cautella | | Batrachedra amydraula | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Egg | Adult | Egg | Adult | Egg | Adult |
| | 0 | 55.1 | 78.0 | 61.7 | 66.2 | 37.5 | 51.3 |
| | 10 | 15.3 | 8.1 | 20.2 | 18.0 | 12.1 | 7.9 |
| Safawi | 15 | 3.9 | 1.7 | 12.6 | 5.8 | 8.0 | 3.1 |
| (15.3 %) | 20 | 0.6 | 0 | 0.3 | 0.2 | 2.6 | 0.7 |
| Humidity | 25 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 50 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 0 | 31.9 | 45.3 | 44.0 | 51.6 | 23.0 | 38.5 |
| | 10 | 11.7 | 13.2 | 8.1 | 3.1 | 5.9 | 8.2 |
| Soukaria | 15 | 6.1 | 2.9 | 3.7 | 1.0 | 1.3 | 2.0 |
| (13.9 % | 20 | 2.4 | 0.8 | 0.9 | 0.3 | 0.8 | 0.3 |
| Humidity) | 25 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 50 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Ce traitement physique pouvant se substituer à l'utilisation des insecticides et la fumigation. EMAN *et al.*, (1994) a étudié la possibilité de substituer le bromure de méthyle utilisé en Egypte, par l'irradiation. Un traitement de 300 Krad semble très efficace pour la désinfestation, mais aussi pour prévenir le développement des aflatoxines et des champignons. Toutefois, le coût élevé de cette technique, les risques d'accidents et la réticence des consommateurs devant les produits irradiés peuvent nuire à l'essor de ce procédé.

**2-3-2-2 La fumigation**

La fumigation est une méthode préférable à tous les procédés précédents car elle est rapide, peu coûteuse, facile à employer. Elle n'exige pas de séchage ultérieur des dattes, n'entraîne pas un brunissement mais son effet sur les critères de qualité n'est pas toujours très clarifié. Son application peut se faire sous vide ou à la pression atmosphérique.

C'est la technique la plus couramment employée dans les principaux pays producteurs de dattes. DOWSON et ATEN (1963) rapportent que dans l'industrie des fruits secs, la fumigation est le traitement par lequel on soumet les insectes introduits dans les fruits à l'action, dans un espace clos, d'un gaz toxique afin de les détruire. Le poudrage et les pulvérisations, réalisés sur l'arbre, ni l'application d'insecticides autour des piles de caisses contenant les fruits ne peuvent être assimilés à des fumigations.

La fumigation a été appliquée pour la première fois peu avant la première guerre mondiale en Californie, mais c'est seulement après la guerre qu'elle s'est généralisée (DOWSON et ATEN, 1963). Elle s'est ensuite généralisée chez tous les conditionneurs
ARMITAGE and STEINWEDEN, (1945); JUNAID and NASIR, (1956); PEREAU-LEROY, (1958); VINCENT et LINDGREN (1972); MUNIER, (1973); HUSSEIN et GOUHAR (1973); HUSSAIN, (1974).

Les divers types de fumigants **(Tableaux 20 et 21),** doivent répondre à plusieurs critères, décrits par DOWSON et ATEN (1963) :

- tuer rapidement les insectes et à tous leurs stades,
- ne pas être toxiques pour l'homme,
- ne pas être adsorbés par les dattes,
- ne laisser aucun résidu nocif dans les dattes,
- ne pas créer de modification de flaveur,
- se vaporiser ou se sublimer facilement,
- bien diffuser dans l'atmosphère lors de l'aération du produit,
- être bon marché.

Le plus employé est le bromure de méthyle, il n'est ni explosif, ni corrosif, sauf envers l'aluminium. Ce gaz est considéré comme cancérigène. Le brome inorganique (Br-) que l'on trouve dans les produits traités, provient de la décomposition du bromure de méthyle. Toutefois, d'après HASSOUNA *et al.*, 1994, les doses utilisées dans l'industrie, ne sont pas dangereuses pour l'homme, si des aérations du produit sont effectuées pendant plusieurs jours.

La fumigation, ainsi présentée, est pratiquée à la palmeraie et dans les entrepôts.

*Tableau 20 : Fumigants couramment dans le traitement des dattes*

| Nom | Formule | Etat | Point d'ébullition (°C) |
|---|---|---|---|
| Anhydride carbonique | $CO_2$ | Gaz | -78 |
| Sulfure de carbone | $CS_1$ | Liquide | 46 |
| Tétrachlorure de carbone | $Ccl_4$ | Liquide | 76 |
| Formiate d'éthyle | $HCOOC_1H_5$ | Liquide | 54 |
| Dichlorure d'éthylène | $CH_1CLCH_2Cl$ | Liquide | 84 |
| Mélange dichlorure d'éthylène tétrachlorure de carbone 3/1 (ECM ou chlorasol) | | Liquide | - |
| Oxyde d'éthylène | $(CH_2)_2O$ | Gaz | 11 |
| Mélange d'oxyde d'éthylène anhydride carbonique 1/7 ou 1/9 (Carboxide) | | Gaz | - |
| Acide cyanhydride | HCN | Liquide | 26 |
| Bromure de méthyle | $CH_3Br$ | Gaz | 4 |
| Anhydride sulfureux | $SO_2$ | Gaz | -10 |

*Tableau 21 : Fumigants étudiés expérimentalement mais non employés ou peu employés dans la pratique*

| Nom | Formule | Point d'ébullition (°C) |
|---|---|---|
| Acrylonitrile | $CH_1CHCN$ | 78 |
| Chlorobromure d'éthylène | $CH_2ClCH_2Br$ | 107 |
| Dibromure d'éthylène | $CH_2Br.CH_1Br$ | 132 |
| Dichlorue d'éthylène | $CH_1Cl.CH_2Cl$ | 84 |
| Formiate d'isopropyle | $HCOOCH(CH_3)_2$ | 71 |
| Chlorure de méthylène | $CH_2Cl_2$ | 40 |
| Formiate de méthyle | $HCOOCH_3$ | 31 |
| Dichlorure de propylène | $CH_2ClCHClCH_3$ | 97 |
| Tétrachloréthane | $CHCl_2CCl_2$ | 146 |
| Tétrachloréthylène | $CCl_2CCl_2$ | 121 |
| Tétrachloréthane | $CH_3CCl_3$ | 74 |
| Trichloréthylène | $CHClCCl_2$ | 87 |

Note : Tous ces corps sont liquides aux températures ordinaires - Source DOWSONet ATTEN, 1963.

➢ Fumigation et poudrage à la palmeraie

La fumigation à la palmeraie est peu pratiquée à cause de l'absence d'intervenants compétents (DOWSON et ATEN, 1963). Elle diffère de celle qui est pratiquée chez le conditionneur parce qu'on ne vise pas la destruction des mêmes types d'insectes.

Quant aux dattes tombées par terre, elles sont attaquées par *Ephestia*, ou par un coléoptère *Oryzaephilus spp*. La fumigation employée, diffère dans ce cas, de cette réalisée chez le conditionneur car c'est un travail non contrôlé par des techniciens spécialisés. C'est pourquoi il est recommandé l'utilisation de fumigants peu dangereux pour l'homme. C'est le cas du Chlorasol ou ECM, produit cinq fois plus cher que le bromure de méthyle ou le Malathion. Les régimes sont traités par poudrage.

➢ Fumigation chez le conditionneur

Plusieurs types de fumigants sont utilisés **(Tableau 21)**, mais deux sont principalement utilisés : le Bromure de méthyle, le phosphure d'hydrogène ($PH_3$),( appelé phostoxin, phosphine). Bien qu'excellents insecticides, l'emploi du bromure de méthyle ou d'autres fumigants souffrent de quelques inconvénients :

. les cadavres d'insectes restent dans les fruits, sauf ceux de quelques larves du genre *Ephestia* qui irrités en début de fumigation et tendent à se mouvoir hors des fruits,
. elle ne confère pas aux dattes une "immunité" contre la réinfestation,
. elle entraîne une sorption du fumigant par les dattes.

De tous les fumigants employés, le bromure de méthyle est apparu comme le plus important et le plus efficace. DOWSON et ATEN (1963) rapporte que le bromure de méthyle était employé exclusivement dans les grandes entreprises modernes de conditionnement. C'est un excellent insecticide, il pénètre bien dans les fruits et détruit les insectes. Il a l'inconvénient d'être toxique pour l'homme. ARMITAGE and STEIWEDEN (1945) aux USA, JUNAID and NASIR (1956) au Pakistan et HUSSAIN (1974) en Irak ont signalé son utilisation dans l'industrie dattière de ces pays.

Vu la toxicité de ce produit vis-à-vis de l'homme, les réglementations de chaque pays fixent les doses à ne pas dépasser. TEISSEIRE cité par MUNIER (1973) rapportent que le bromure de méthyle est utilisé aux doses de 20 g/m3 à la pression atmosphérique pendant 13 à 15 h et de 80 g pendant 1 h mais après un vide préalable. En Irak, HUSSAIN (1974) signale l'utilisation d'une dose de 1 kg pour 41,6 m3 dans un espace enfermé pendant 24 h.

En France, l'arrêté du 25 Janvier 1971, autorise une teneur maximale en résidus sur et dans les fruits, légumes et céréales, de 0,1 mg/kg. Aux Etats-Unis, son utilisation est interdite (Ministère Français du Commerce Extérieur, 1992). En Tunisie, la dose recommandée dans l'industrie de la datte est de 80 g/m3 de bromure de méthyle (REYNES, 1991,1992), mais aucune contrainte spécifique rattachée à l'utilisation de ce produit, (hormis la norme) n'a été relevée au niveau industriel.

MUNIER (1973) signale une sorption de bromure de méthyle dans les dattes de 10 à 56 ppm mais l'aération, pratiquée après fumigation en fait disparaître une grande partie. HASSOUNA *et al.* (1994), n'ont pas décelé de résidu de bromure de méthyle, il est vrai après une semaine d'aération, ce qui est rarement pratiqué en industrie. Ils n'ont pas décelé non plus d'effets notables du traitement sur les teneurs en sucres, les protéines totales et les acides aminés totaux. Toutefois certaines variations non négligeables apparaissent au niveau des teneurs en lysine, méthionine, proline et acide glutamique.

* Le phosphure d'hydrogène ($PH_3$) est un fumigant efficace à l'égard des insectes d'entrepôts des dattes ( VINCENT et GOUHAR, 1973; AL-HAKKAK *et al.*, 1983; LEESH *et al.*, 1982). Il présente une rapidité de désorption au cours de l'aération (AL-OMAR et AL-BASSOMY, 1984; AL -HAKKAK *et al*, 1986; RANGASWAMY, 1984, 1985, 1988; HAMDI et HAMDI, 1991b; BEN KAIBA, 1991).

Des doses de 30; 37,4; 60 et 75 mg/kg de dattes ont été utilisées. Des traces de phosphure d'hydrogène (PH3) se dégradent après 3 à 4 jours d'aération à une température de 25°C. A une température plus basse (4°C), cette dégradation est obtenue après 8 à 9 jours. Le taux de résidus est fonction de la dose utilisée. Plus la dose est élevée, plus la quantité de résidus est importante. On remarque aussi que les dattes dont la teneur en eau est de 10 % retiennent une quantité relativement plus grande de résidus que les dattes ayant une teneur en eau de 13 %.

MESTRES *et al.* (1980 ) signalent que pour la plupart des fumigants, la persistance de résidus s'explique par un simple phénomène d'adsorption, il a pu toutefois être détecté une quantité de phosphure d'hydrogène résorbée dans du blé , 200 jours après le traitement.

➢ Différents systèmes de fumigation

La fumigation est officiée selon deux procédés :

. la fumigation est pratiquée à la pression atmosphérique dans une chambre rendue aussi étanche que possible sans prendre de précautions spéciales,

. la fumigation est officiée dans une chambre où l'on retire l'air au moyen d'une pompe à vide. La dépression facilite la pénétration du fumigant. Selon DOWSON et ATEN (1963), l'emploi du vide exige un cylindre d'acier ou d'une autre cellule résistante à une pression d'une atmosphère sur tous les points de la surface. Ce dernier système est coûteux pour sa capacité (un volume de 1 $m^3$ contient environ 600 kg de dattes), mais plus fiable qu''une chambre ordinaire.

Ce système présente l'avantage toutefois de traiter rapidement (2 à 3 heures) des lots de taille relativement modestes.

* **En conclusion**, le phosphure d'hydrogène ($PH_3$) est un fumigant encore peu employé, même si son utilisation paraît moins onéreuse, car il nécessite une durée d'application relativement longue pour être efficace (3 jours). Les contraintes importantes de la fumigation au bromure de méthyle orientent actuellement les industriels vers le choix d'autres systèmes de désinsectisation dans la plupart des pays méditerranéens où il est estimé que 15 à 20 % des récoltes sont infestés, ce qui remet en cause la rentabilité de la filière.

A la vue de ces inconvénients et de la toxicité du bromure de méthyle, les Etats-Unis ont décidé d'interdire son utilisation industrielle. Quant à la France, l'arrêté du 25 Janvier 1971 autorise une teneur maximale en résidus de brommes inorganiques de 0,1 mg/kg de fruits, légumes et céréales. De plus, il est acquis que le bromure de méthyle a les mêmes effets que les dérivés fluoro-carbonés sur la couche d'ozone d'où son interdiction probable dans les années futures au niveau du marché de la C.E.E.

## 3- LES MICRO-ONDES (rayonnements électromagnétiques non ionisants)

Compte tenu des problèmes posés par l'ionisation, des méthodes de désinsectisation de céréales basées sur l'utilisation des micro-ondes ont été étudiées dans le cadre de ce travail de thèse. Les progrès dans les applications industrielles des ondes électromagnétiques de haute fréquence et des micro-ondes ainsi que l'intérêt croissant suscité par les méthodes physiques de désinsectisation sont en faveur d'un développement d'un procédé de ce type pour la destruction des insectes des denrées alimentaires, en application seule ou en couplage avec un traitement à l'air chaud (FLEURAT-LESSARD, 1979, 1988); LOCATELLI et TRAVERSA (1989).

En vue d'obtenir une désinsectisation "propre" (à l'inverse de celle pratiquée avec le bromure de méthyle), on tente aujourd'hui d'utiliser les micro-ondes pour cette opération.

On aurait pu avoir recours à d'autres types de rayonnements (ultra violet, infra rouge...), mais la profondeur de pénétration d'un traitement associé à une onde est calculé selon la formule suivante :

$$\boxed{D = \lambda_0 / (2 \pi \sqrt{\varepsilon''_r})}$$

D = profondeur de pénétration
$\lambda_0$ = longueur d'onde dans l'air
$\varepsilon''_r = \varepsilon_r \operatorname{tg} \delta$ = facteur de perte du produit

La profondeur de pénétration des micro-ondes ainsi définie dépend essentiellement de la fréquence de rayonnement et du facteur de perte du substrat exposé. Dans la mesure où en Europe, la fréquence est fixée à 2 450 Mhz, la profondeur de pénétration ne dépend que du facteur de perte, elle lui est d'ailleurs inversement proportionnelle.

Pour les dattes, en raison de leur propriétés diélectriques, la profondeur de pénétration est d'environ 12 cm .

### 3-1 Définitions et principe d'utilisation

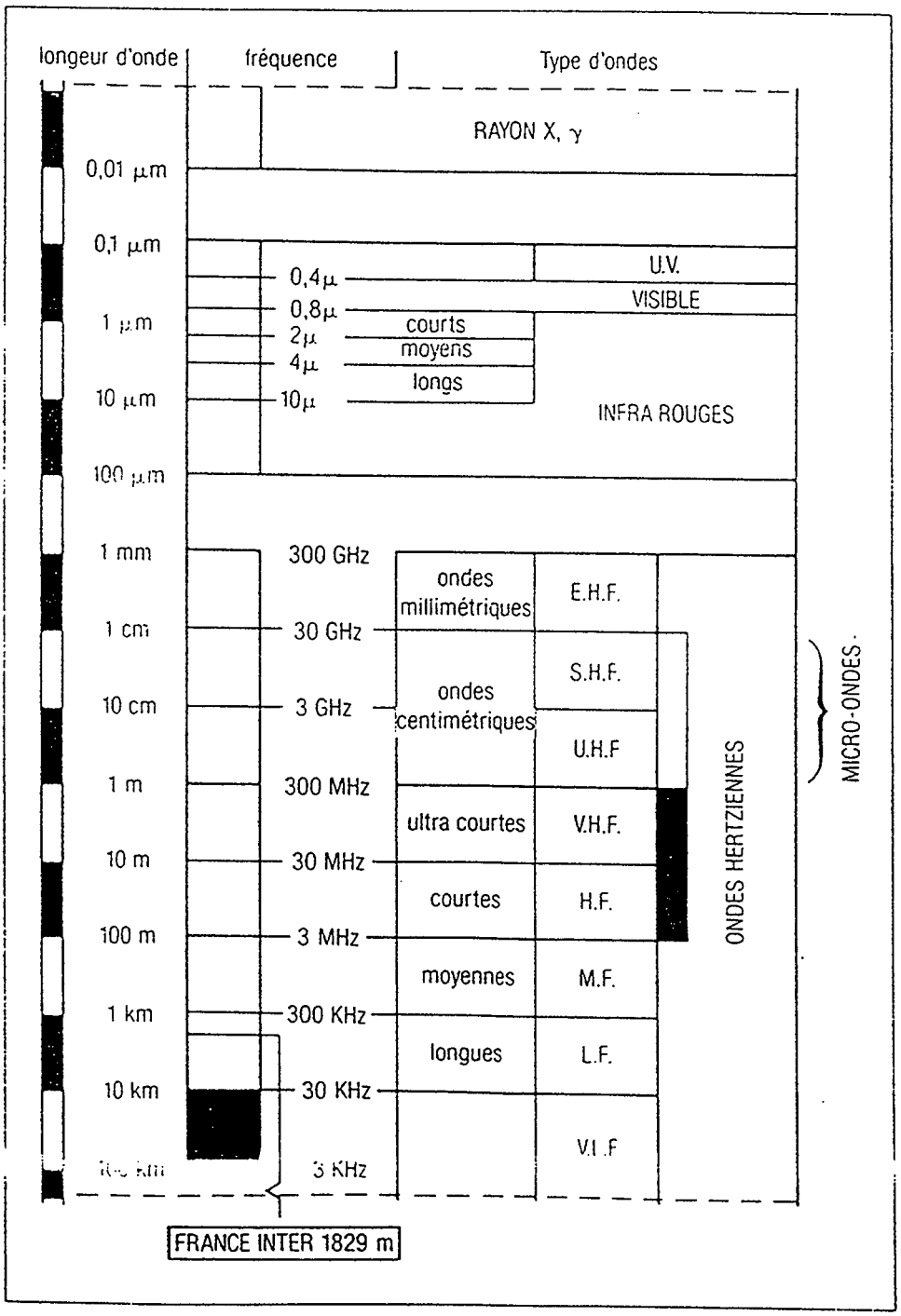
Les micro-ondes ou hyperfréquences appartiennent à la famille des ondes électromagnétiques et sur le spectre présenté (**Figure 15**), elles occupent la bande de fréquences entre 300 Mhz et 30 Ghz, situées entre les fréquences radio (UHF) et l'infrarouge, (LOFDAHL, 1968 ; JOLION, 1977; LEFEUVRE, 1981; LACAZE, 1991; JACQ, 1985).

L'onde électromagnétique est formée par deux champs (électrique et magnétique) et se propage dans la plupart des milieux à la vitesse de la lumière. Cette onde est caractérisée par :

. sa fréquence (F) en Hertz : cycle d'alternance du champ électromagnétique par seconde
. sa vitesse (v): $3.10^8$ m/s
. sa longueur d'onde ($\lambda$) : distance parcourue par l'onde pendant la durée d'un cycle (V/F)

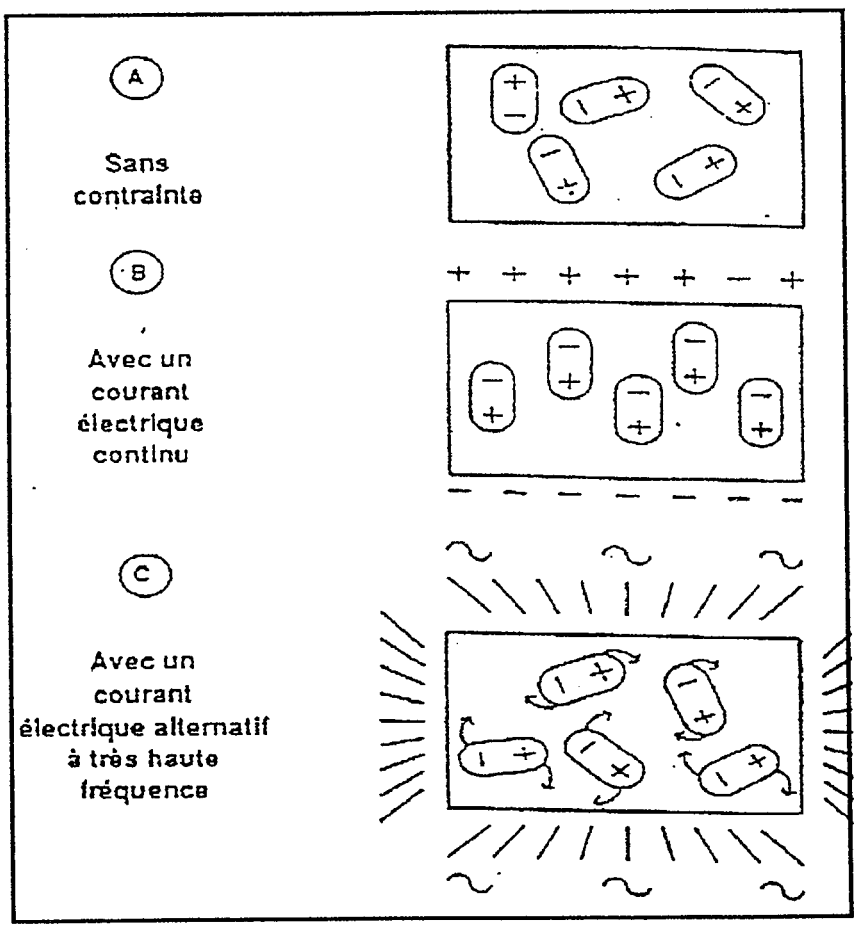
Pour éviter les interférences avec les radiocommunications, seules certaines fréquences sont permises pour l'utilisation industrielle, scientifique ou médicale. Dans la région des micro-ondes qui nous intéresse ici, les deux fréquences autorisées et les plus utilisées sont 915 Mhz ($\lambda$ = 32,8 cm) et 2450 Mhz ($\lambda$ = 12,24 cm).

*Figure 15 : Spectre électromagnétique des différentes ondes - Source : LACAZE, 1991*



L'utilisation des micro-ondes concerne particulièrement les matériaux diélectriques, c'est-à-dire isolants ou mauvais conducteurs de l'électricité (tels que les denrées alimentaires, les plastiques). La molécule d'eau en est l'un des meilleurs exemples. Sa configuration hautement asymétrique lui confère une polarité exceptionnelle et une constante diélectrique trés élevée par rapport à la plupart des liquides. L'aliment placé dans le champ électromagnétique absorbe l'énergie incidente et s'échauffe du fait des frictions intermoléculaires dues aux oscillations des molécules dipolaires présentes dans le milieu. Ces dipôles sont avant tout des molécules d'eau contenues dans l'aliment, elles changent d'orientation à chaque changement de sens du champ électrique, soit environ $10^7$ à $10^{10}$ fois par seconde (**Figure 16**).

***Figure 16 :*** *Influence du champ électrique sur un produit diélectrique - Source : EDF/CINELI*



La friction des molécules peut se faire à une profondeur de 5 à 30 cm ,sans tranfert par les parois, entraînant une élévation de température très rapide (jusqu'à 10°C par seconde) avec un rendement thermique élevé. Le matériau est donc chauffé de l'intérieur et la répartition finale de la température s'en trouve plus régulière, il n'y aura pas d'échauffement exagéré à la surface du produit.

Différentes applications ont été étudiées : cuisson, séchage, stérilisation, pasteurisation, désinsectisation des céréales entreposées... On peut citer les travaux effectués par : NELSON, 1966 ; ARCHIERI 1971 ; MEISEL , 1974, 1984 ; THOUREL, 1976,1979 ; STARON *et al* ,1980; PRIOU, 1981; STARK *et al*, 1986; FORGEAT, 1992 ; FORGEAT et MARCHAND, 1992; SCHIFMANN, 1992 ; DATTA and HU, 1992 ; HARLFINGER, 1992 .

➢ Appareillage de principe **(Figure 17)**

Les appareils à micro-ondes comportent en principe trois composants: un émetteur, un transporteur et un applicateur :

. *L'émetteur*

Grâce à des tubes émetteurs d'ondes, le courant électrique du réseau est transformé en rayonnement micro-ondes.

<u>Deux types de tubes sont utilisés</u> :

* Les magnétrons pour les puissances de 0,6 à 6 KW sous des tensions de 2 500 Volts à 7 300 Volts. Leur durée de vie est de l'ordre de 4 000 heures.

* Les klystrons pour des puissances de 30 à 100 KW, sous des tensions de plus de 30 000 Volts plus coûteux que les magnétrons, ils ont une durée de vie plus longue (10 000 heures).

Les rendements de transformation de l'énergie électrique en énergie micro-onde sont d'environ de 50 %.

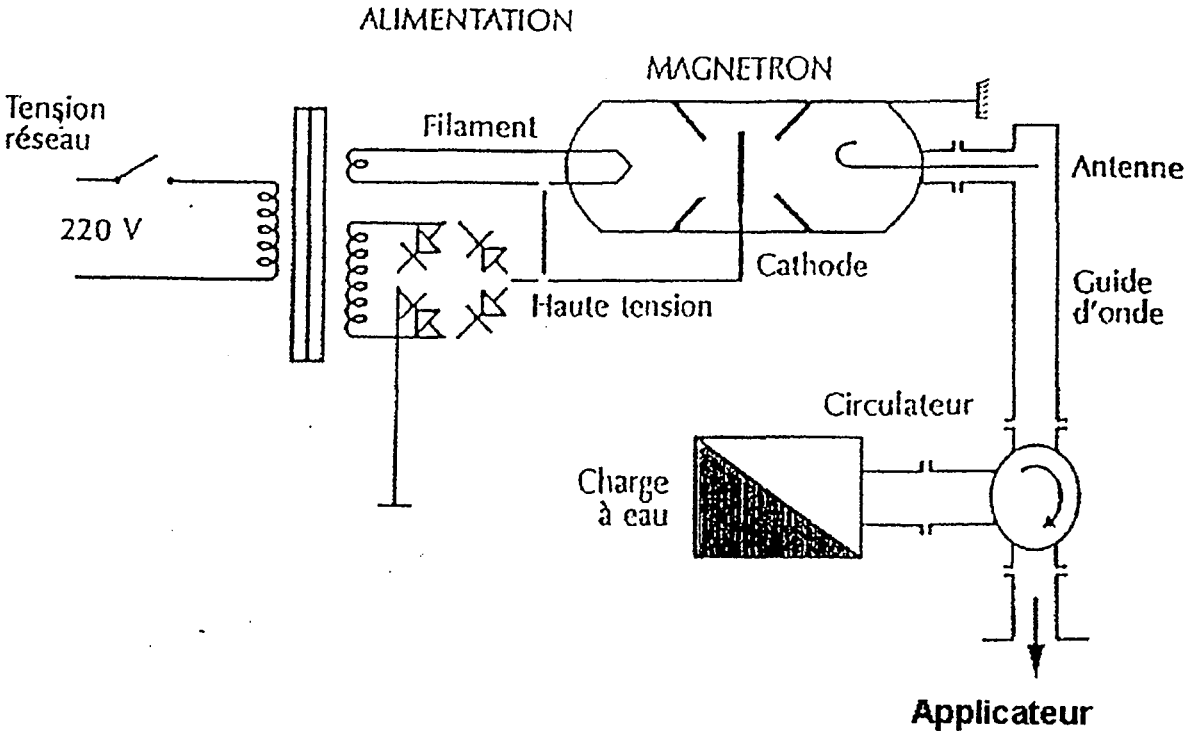
. *Le transporteur d'ondes*

C'est en général un simple tuyau métallique à section rectangulaire qui réfléchit les ondes sur ses parois en alliage de cuivre, d'inox ou d'aluminium.

. *L'applicateur*

Il correspond à l'enceinte de traitement thermique. Sa conception dépend du produit et surtout de la façon dont on veut répartir l'énergie ; soit de manière concentrée sur un axe (applicateur à cavité mono-mode), soit de manière plus uniforme (applicateur à cavité multi-mode équipé de plaques de métal mobiles appelées "brasseur d'ondes" (MAFART, 1991).

*Figure 17 : Schéma d'une installation micro-onde - Source EDF*



## 3-2 Caractéristiques physiques

### 3-2-1 Les puissances

Dans la mesure où la puissance incidente de l'émetteur de micro-ondes n'est pas limitante, la puissance absorbée par l'aliment exposé, rapporté à l'unité de volume est :

$$\boxed{Q = 0{,}556.10^{-12}\ E^2.f.\varepsilon''}$$

avec :

Q : puissance absorbée par l'aliment exposé (en watts par $cm^3$)
E : champ électrique de l'appareil ($V.\ cm^{-1}$)
f : fréquence des micro-ondes en Hertz
ε" : facteur de perte caractéristique du produit traité
$\varepsilon'' = \varepsilon'.\text{tang}.\delta$
où
ε' : coefficient diélectrique caractéristique du matériau
δ : angle de perte.
$cm^{-3}$ : unité de volume

Le coefficient de perte diélectrique ε", exprime en fait l'aptitude du matériau à transformer en chaleur l'énergie électromagnétique. ε' caractérise l'aptitude du produit diélectrique à se polariser.

L'angle de pertes δ est représentatif des "frictions" entre dipôles. Plus tang.δ est grand, plus le produit s'échauffera facilement sous l'effet des micro-ondes.

La puissance réfléchie correspond aux pertes dans les parois du four, dans les sas d'entrée et de sortie qui contiennent souvent des absorbants micro-ondes ou pièges d'ondes. Ces pertes sont de l'ordre de 5 % de la puissance des micro-ondes émise. On a aussi des pertes thermiques par convection ou conduction estimées à 10 %, ce qui fait un total de pertes de 15 % environ.

$$\boxed{P_u = 0{,}85\ P_{mo}}$$

avec :

$P_u$ : Puissance utile ou réellement absorbée par le produit
$P_{mo}$ : Puissance micro-ondes émise

Il convient néanmoins de dire que les rendements de chauffage micro-ondes ne sont pas meilleurs que ceux des autres modes de chauffage. L'unité d'énergie produite par micro-ondes est beaucoup plus coûteuse que celle des fours à conduction. Le coût du kWh micro-ondes est environ cinq fois plus élevé que le coût du kWh électrique fourni par le réseau. Cependant, il ne faut pas raisonner en termes d'opérations unitaires isolées quand on parle de micro-ondes :

. Si on considère la chaîne de fabrication dans son ensemble, les micro-ondes peuvent s'avérer plus économiques que les procédés traditionnels.

. Dans le cas par exemple de la désinsectisation de la datte par micro-ondes, cette opération est beaucoup plus coûteuse que la fumigation si on s'en tient uniquement au coût d'investissement qu'elle représente (MAFART, 1991). Néanmoins, si on s'attache aux gains de temps et d'espace ainsi qu'à la possibilité d'installer un procédé de traitement de dattes en continu, cela représente une productivité et un rendement global bien supérieurs à ceux des chaînes de production traditionnelles.

### 3-2-2 Autres données

Les propriétés diélectriques des aliments dépendent de leur teneur en eau et en sel. Le facteur de perte augmente avec l'humidité du produit et avec sa concentration en sels. L'augmentation de la température fait légèrement diminuer ce facteur de perte. Pour les produits congelés, le facteur de perte augmente trés rapidement au cours de la décongélation.

D'après THUERY (1989), la **permittivité complexe (ε)** (qui s'exprime par l'équation de Debye) suffit à décrire le comportement diélectrique d'un produit :

$$\boxed{\varepsilon = \varepsilon' - j\,\varepsilon''}$$

où ε' : constante de permittivité
ε" : constante des pertes

Il convient donc de déterminer ε' et ε'', mesures qui font l'objet de diverses méthodes de mesure, classées en deux catégories : utilisation de lignes de transmission, et étude des perturbations d'une cavité résonnante dues à l'introduction d'un échantillon de matériau (TRAN, 1984 ; RISMAN et BENTSSON, 1971 ; TINGA et NELSON, 1973, GOLDDBLYM, 1974; AKYEL *et al.*, 1983; CHARREYRE *et al* ,1984).

A ces deux méthodes s'ajoute la méthode de DELMOTTE *et al* , 1991) développée par le CNRS qui permet de mesurer d'une manière simultanée ε' et ε'' spécifiques de la température d'un produit soumis aux micro-ondes,par cavité résonnante,en mesurant parllèlement la température appliquée .

## 3-3 Réglementation et application industrielles

### 3-3-1 Réglementation et sécurité

Selon MEISEL (1984), les normes de réglementation comportent deux niveaux : d'une part, le contrôle des perturbations radioélectriques et, d'autre part, la sécurité des personnes.

Réglementation des perturbations radioélectriques :

En France, l'utilisation des appareils industriels, scientifiques et médicaux (ISDM) est régie par l'arrêté du 16 mars 1962.

Sur l'ensemble du territoire, les appareils produisant ou utilisant l'énergie électromagnétique à fréquence supérieure à 10 KHz ne peuvent pas être mis en exploitation sans autorisation préalable. Les demandes d'autorisation doivent être déposées auprès du préfet du département.

Dans le monde, la Conférence Administrative Mondiale des Radiocommunications de 1979 a classé les appareils ISMD en trois catégories :

- Classe A : Appareils dont les fuites maximales permettent une utilisation sans restriction sur l'ensemble du territoire, exception faite de quelques zones ultra sensibles du point de vue des télécommunications, officiellement appelées "zones de servitude".
- Classe B : Appareils dont le faible niveau de fuites autorise l' installation sur la totalité du territoire, zones de servitude inclues.
- Classe C : Appareils dont la mise en service ne peut être soumise à aucun essai préalable.

Ces lois sont applicables en France depuis le 1er janvier 1982.

➢ Réglementation concernant la sécurité des personnes :

Comme tout autre appareil électrique, les micro-ondes sont soumis aux règles de sécurité communes aux appareils électroménagers et aux installations industrielles électrothermiques. Cependant, certaines règles supplémentaires doivent être prises en considération, elles s'expriment en termes d'émission rayonnée (RE) et de susceptibilité au rayonnement (RS).

La RE consiste à réglementer le rayonnement de l'émetteur de telle façon qu'il ne puisse présenter aucun danger pour l'utilisateur. Par exemple, l'énergie d'activation des micro-ondes n'est que de $10^{-6}$ e.V., alors qu'une liaison covalente représente une énergie de 5 e.V.. De ce fait, les édifices moléculaires ne peuvent être dissociés ou ionisés, on parle de rayonnements non ionisants à seul effet thermique.

La RS consiste à interdire ou à limiter l'accès aux zones dans lesquelles les champs électriques dépassent un certain seuil, ou à imposer dans ces zones le port de vêtements protecteurs (THUERY, 1989)

### 3-3-2 Applications à l'agro-alimentaire

Le chauffage par micro-ondes présente plusieurs avantages significatifs :

- il est rapide et direct en raison des fortes densités de puissances employées,
- il peut s'effectuer à distance, dans les milieux de propagation trés variés, et il permet l'échauffement du produit par l'intérieur,
- l'absence d'inertie permet une régulation facile de la température,
- le chauffage est sélectif et seul le produit est chauffé,
- la dissipation thermique est nulle ce qui aboutit à un rendement thermique compris entre 50 et 60 %.

Cependant, le coût, la durée de vie des tubes électroniques générateurs (1 000 à 10.000 heures selon les fabriquants..) et les problèmes que posent la conception et l'emploi des générateurs d'ondes UHF tendent à freiner le développement de ce procédé industriel.

Les micro-ondes ont des applications dans l'industrie agro-alimentaire

➢ *Cuisson des aliments*

Les micro-ondes permettent une cuisson plus homogène, sans odeur, avec conservation des qualités organoleptiques et nutritives de l'aliment. Comme applications, signalons la cuisson du "bacon", des morceaux de poulet, des pâtés de viande et des gâteaux qui se retrouvent tous correctement cuits quelle que soit leur taille et tout en faisant des économies considérables de main d'oeuvre.Les huiles et les graisses absorbent moins bien que l'eau les micro-ondes ; un produit présente un facteur de perte d'autant plus bas que celui-ci est plus riche en graisses (GOLDBLITH, 1972, 1974).

➢ *Décongélation*

L'intérêt de l'emploi des micro-ondes dans ce domaine réside dans la rapidité du réchauffage et dans la suppression de la période pendant laquelle l'aliment est à une température défavorable (risques de prolifération bactérienne, accroissement de la taille des cristaux de glace, etc.).

➢ *Blanchiment*

Le traitement micro-ondes permet également le blanchiment ou inactivation enzymatique des aliments. Plusieurs essais effectués, notamment sur les petits pois, les haricots verts, la pomme de terre ont permis de confirmer, à la fois l'inactivation de certaines enzymes et la conservation des qualités nutritionnelles et organoleptiques des produits après le traitement. (LANE et al., 1985).
Des essais de pasteurisation-stérilisation ont également été effectués du fait de la propriété des micro-ondes à traverser les emballages (cas des liquides alimentaires).

➢ *Séchage et Lyophilisation*

La plus grande application industrielle concerne le séchage final des chips de pomme de terre (THUERY,1989). Après la friture dans l'huile, les pommes de terre chips ont encore une teneur en eau de 5 à 7 % qu'il est indispensable de ramener à 2 % pour la stabilité du produit lors de l'entreposage. L'exposition à l'air chaud pour le séchage final des chips entraîne un certain brunissement non enzymatique dû à la présence de sucres réducteurs (teneurs > 0,1 %). Par contre le traitement par micro-ondes avec l'apport éventuel d'un courant d'air plus ou moins chaud évite ce brunissement et sèche les chips en 30 secondes environ.

Enfin, les micro-ondes facilitent la phase finale de la lyophilisation en traversant aisément la couche sèche extérieure de l'aliment qui oppose une résistance notable au transfert de chaleur par conduction. La durée de lyophilisation, grâce à l'utilisation des micro-ondes, s'en trouve fortement réduite (CHEFTEL et CHEFTEL, 1977).

## 3-4 Les micro-ondes et la désinsectisation

### 3-4-1 Données de base

L'application des micro-ondes n'est pas une idée nouvelle, elle est sous-jacente des travaux d'ARSONVAL sur l'application des ondes électriques de radiodiffusion à la destruction d'organismes vivants (FLEURAT-LEUSSARD, 1979). En effet, dans son compte-rendu à l'académie des sciences intitulé "influence de la fréquence sur les effets physiologiques des courants alternatifs, ARSONVAL (1893) avait démontré que des animaux de laboratoires, exposés au champ alternatif, présentaient des élévations de température .

Les premières applications des micro-ondes à la désinsectisation sont réalisées aux Etats Unis par DAVIS (1934). En France, les premiers travaux sur le sujet par chauffage micro-ondes sont attribués à JACQUIOT (1951) qui avait utilisé cette méthode pour détruire la bruche de l'haricot.

D'autres applications ont été réalisées sur le blé, les lentilles, les farines, les pruneaux et les plantes aromatiques (NELSON, 1966; THOUREL, 1976, 1979; FLEURAT-LEUSSARD, 1979; AMBROSIO, 1982; THUERY, 1989; SHIFMANN, 1992, DECAREAU, 1992).

THUERY (1989) rapporte que les micro-ondes ont été appliquées contre les insectes infestant les céréales entreposées. Parmi ces insectes, se trouvent les charançons, les térébronidés, de l'ordre des coléoptères, certains lépidoptères, comme le sylvain (nymphalidé) et les acariens. Tous ces insectes supportent mal des températures supérieures à 36°C, ce qui rend la désinsectisation possible dans tous ces cas.

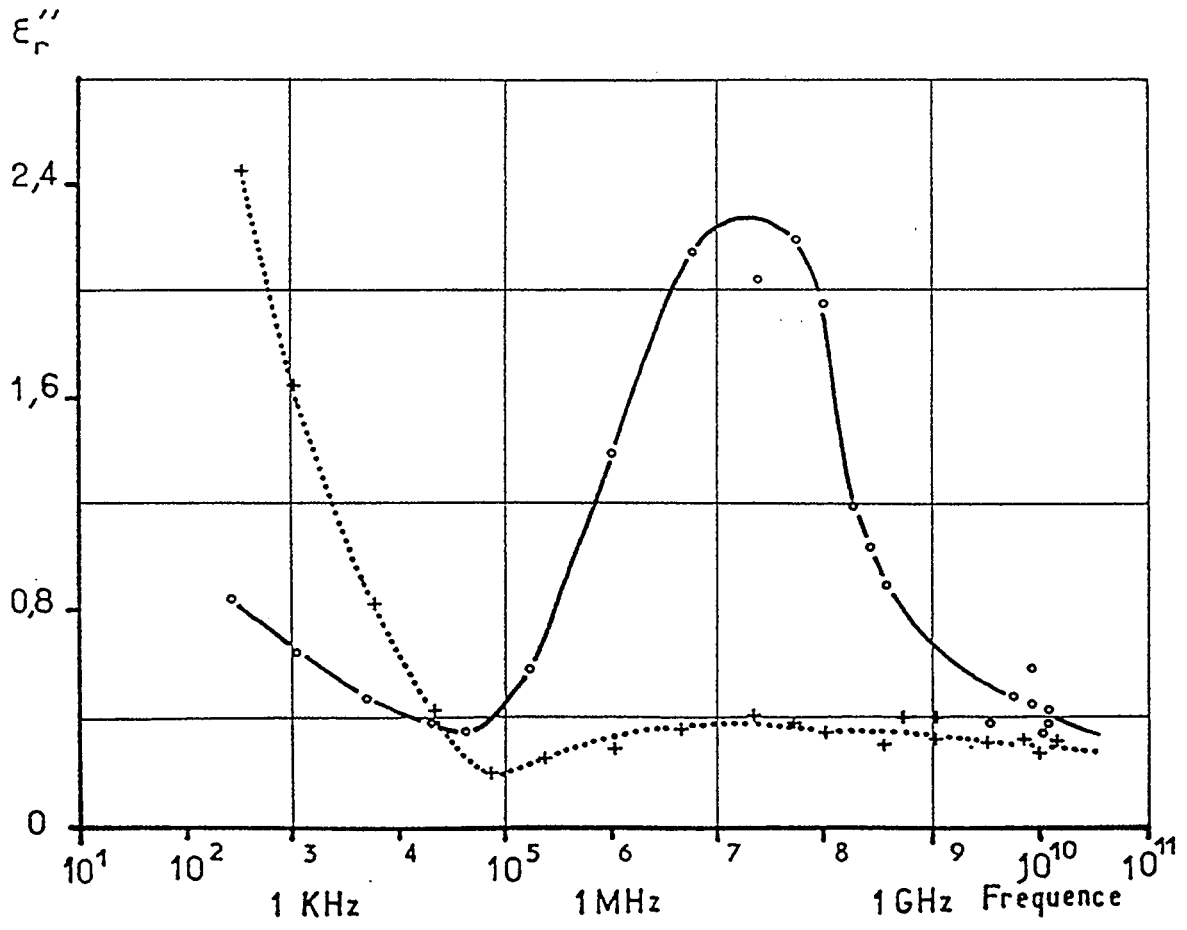
### 3-4-2 Principes physiques généraux de désinsectisation

Il est admis que la destruction des organismes vivants par les micro-ondes est uniquement due à l'élévation de la température du corps du parasite au- dessus du seuil létal. On sait aussi que les micro-ondes ont des effets thermiques rapides sur les tissus biologiques et, en particulier sur les organismes très hydratés. L'eau est le dipôle qui vibre le plus intensément dans l'alternance du champ électromagnétique. Elle fait s'échauffer les substances diélectriques qui composent le produit ou l'organisme soumis au traitement.

Les insectes nuisibles, comme tous les organismes vivants, sont fortement hydratés (teneur en eau supérieure à 50 %), ce qui leur donne un facteur de perte diélectrique supérieur à celui du milieu environnant (en supposant que celui-ci a une teneur en eau inférieure à 50 %, ce qui est le cas pour la datte).

L'élévation de la température sera donc plus importante pour les insectes que pour le produit, elle leur sera fatale bien avant d'affecter les qualités organoleptiques de l'aliment. NELSON (1966) signale que le *Sitophilus oryzae* a un facteur de perte diélectrique plus élevé que celui du blé **(Figure 18)**, il s'échauffera donc plus rapidement que le blé.

***Figure 18 :*** *Variation du facteur de pertes diélectriques er" en fonction de la fréquence de l'irradiation entre le charançon du riz Sitophilus _____ et le blé .....*
*Source : NELSON et CHARITY, 1972*



L'importance de la caractérisation des constantes $\epsilon$ et $\epsilon'$ permettra de pouvoir apprécier l'efficacité d'un traitement micro-ondes. Les résultats obtenus par FLEURAT-LESSARD (1988) **(Figure 19)** permettent d'évaluer les cinétiques de montées en température en Haute Fréquence, Micro-ondes et air chaud.

Par ailleurs et toujours dans le domaine de la désinsectisation, des études actuellement en cours, portent sur la désinsectisation par micro-ondes de produits frais (85 % de teneur en eau), tels les mangues et agrumes (fruits en général) en vue de pouvoir limiter l'utilisation des produits chimiques destinés au traitement de la mouche des fruits (*SHELLIE et al.*, 1993 ; SHARP, 1993). Une élévation de température jusqu'à environ 48 à 50°C pendant une durée d'application de 30 à 60 minutes sont nécessaires pour détruire les oeufs situés à l'intérieur du fruit après la piqûre par l'insecte. L'homogénéité du traitement reste à valider et l'effet sur la qualité (arômes notamment) à vérifier.

### 3-4-3 Le cas de la datte

Les problèmes qui se posent principalement pour la datte (MUTLAK et MANN, 1984); MARC (1941) sont l'infestation, le brunissement et la maîtrise des principaux critères de qualité (compositions physico-chimique, biochimique) de la récolte à la commercialisation. Tout nouveau procédé développé devra être relié aux répercussions éventuelles sur l'un ou l'autre de ces paramètres.

➢ ***Au niveau désinfestation***

La datte, variété Deglet Nour, est composée essentiellement de sucres et d'eau (de 20 à 25 %). L'eau, les protéines et les sucres sont considérés comme des molécules polaires, c'est-à-dire ce qui a permis de supposer une bonne réaction au chauffage micro-ondes, (GIESSE, 1992).

Elle est, dans la plupart des cas, infestée par des larves et des oeufs de certains lépidoptères dont *Ectomyélois Ceratonaie* ou *Ectomyelois* (ravageur principal), *Ephestia Kuehniella*, insectes (larves ou oeufs ayant naturellement une teneur en eau supérieure à 50 %).

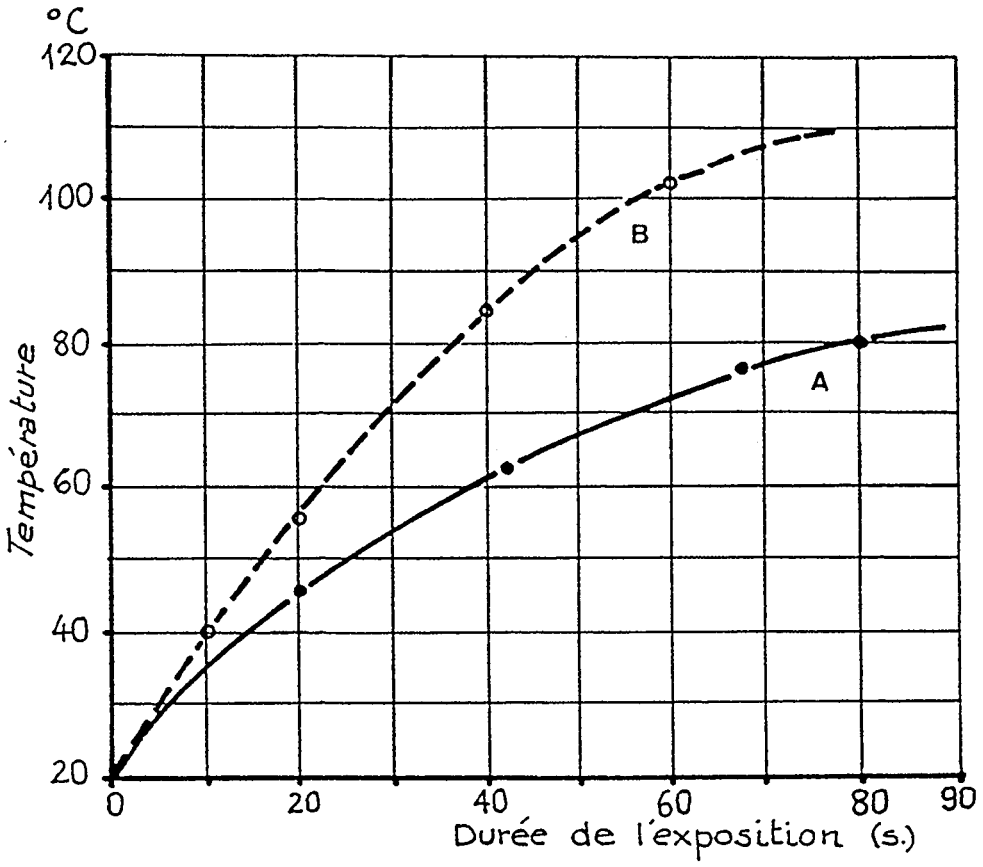
Par ailleurs REED (1924) trouve que les dattes supportent une température de 74 à 79°C sans altération du goût. Les températures supérieures à 79°C conférant aux dattes un goût de cuisson, et la caramélisation est obtenue à 88°C.

➢ ***Au niveau brunissement***

Trois types de réactions interviennent dans le brunissement de la datte (MUTLAK et MANN, 1984) :

. une réaction de brunissement enzymatique mettant en cause des composés phénoliques comme les dérivés des flavanes -3,4 diols, l'acide dactyliférique (MAIER *et al.*, 1964), (MAIER et METZLER, 1965 a, b )

***Figure 19 :*** *Cinétique de montée en température d'échantillons de blé dur, en hautes fréquences (A) et micro-ondes (B)*
*Source : FLEURAT-LESSARD, 1988*



. une réaction d'oxydation non enzymatique mettant en cause les tannins comme les polymères formés à partir des dérivés des flavanes-34 diols. Ce sont les tannins type leucoanthocyanidines pouvant être sous forme soluble (2 à 8 unités par polymères), ou insoluble (plus de 8 unités). Ce sont les tannins insolubles qui semblent intervenir dans ces réactions de brunissement.

. une réaction de type non enzymatique, non oxydative de brunissement faisant intervenir les sucres réducteurs, groupe aminés, de type MAILLARD.

➢ ***Au niveau de la maîtrise des principaux critères de qualité***

. les caractéristiques physico-chimiques (teneur en eau, activité de l'eau, pH, acides aminés, sucres, arômes, polyphénols) sont très sensibles à l'élévation de la température, et sont parfois des caractéristiques variétales,

. les caractéristiques biochimiques qui permettent de connaître l'évolution des activités enzymatiques durant les traitements, et leur énergie d'activation.

# *MATERIELS*

# *ET*

# *METHODES*

# MATÉRIELS ET MÉTHODES

## 1- MATIERE PREMIERE ET OBTENTION DE LOTS HOMOGENES

### 1-1 Qualité de la matière première

Les dattes proviennent du Djérid tunisien, elles ont été récoltées au stade tamar dans le cadre des missions réalisées sur place ou par des technologues du Centre de Recherche Phoenicicole de la Datte à Degache (près de Tozeur). Environ 1 kilogramme de fruits était prélevé au hasard sur différents régimes et différents arbres du même cultivar, et immédiatement stocké en chambre froide à 4°C. Pour chaque variété étudiée, les lots semblaient relativement homogènes en ce qui concerne leur stade de maturité (stade tamar) et leur calibre. En ce qui concerne la Deglet Nour, 40 kg de dattes ont été récoltés au cours de 3 campagnes au même stade de maturité et dans la même palmeraie.

Les différents cultivars récoltés en 1991 et 1992, et qui ont été analysés sont : Menakher, Angou, Alligh, Gassbi, Tazerzit Safra Farmla, Boufagous, Deglet Nour, Khawat Boufagous, Khaltchetoui, Zahidi, Ghars, Kentichi, Ammari, Trongea, Bser Halou, Gondi, Bidh Haman, K.Alligh, Halaoui, Kenta.

Toutefois, nous ne rapporterons que les résultats des travaux sur la Deglet Nour, principale datte exportée et commercialisée dans le monde. Ses critères de qualité seront comparés essentiellement à ceux des variétés Alligh et Kentichi. La Deglet Nour est une datte demi-molle, à saccharose et à sucres réducteurs avec une teneur moyenne en eau de 25 %, la variété Alligh est considérée comme molle et la Kentichi comme "sèche", contenant du saccharose.

Les observations pomologiques ont été rassemblées sur deux séries de 20 fruits pris au hasard.

### 1-2 Réalisation de lots homogènes

#### *1-2-1 Caractérisation des cultivars*

Les dattes, sont mélangées manuellement plusieurs fois, afin d'obtenir des lots homogènes, d'un point de vue apparence (couleur, calibre), puis disposées en une couche uniforme de faible épaisseur, en chambre de congélation (-18°C), afin de bloquer le processus de maturation. Les dattes décongelées sont réparties en trois lots de 500 g puis découpés en cubes (4 mm x 4 mm environ), avant d'être mélangées plusieurs fois en vue des différentes analyses.

### *1-2-2 Analyses physico-chimiques et biochimiques*

L'Aw nous donne une indication de la disponibilité des molécules d'eau dans un système. Elle est définie comme étant le rapport de la pression partielle de la vapeur d'eau dans le produit surla pression partielle de vapeur d'eau saturante dans l'air à la même température (CHEFTEL et CHEFTEL, 1977).

Les mesures d'Aw ont été faites dans la même journée sur des échantillons de 5 g de dattes dénoyautées à l'aide d'un appareil de type Novasina, Humidat IC H. On effectue 12 répétitions sur chaque lot dans une pièce thermostatée. Les mesures de l'appareil sont données à 0,02 près.

*Aw et isothermes de désorption de la vapeur d'eau*

Pour les besoins de l'étude comparative de l'effet des micro-ondes sur les principaux critères de qualité, l'activité de l'eau (Aw) des dattes est un critère d'homogénéité prépondérant. Nous avons tracé les isothermes de désorption, à 25 et 60°C pour connaître la relation entre la teneur en eau des dattes et Aw. Par ailleurs, des lots de dattes homogènes avec différentes Aw ont été réalisés.

Le dispositif d'équilibrage des Aw est celui utilisé pour l'établissement des isothermes de désorption, conformément aux recommandations du groupe "Activité de l'eau" (SPIESS et WOLF, 1987). Chaque isotherme de désorption est construite à partir de dix solutions salines saturées ayant des Aw comprises entre 0,1 et 0,9 (LiCl, FK, MgCl2, NaBr, KI, NaCl, KCl, BaCl2). Les valeurs d'Aw aux différentes températures sont celles données par GREENSPAN (1977) et MULTON *et al.* (1981). Le dispositif expérimental est schématisé en **Figure 20**.

Pour l'étude de l'influence des micro-ondes sur la qualité des dattes, seules quatre Aw ont été considérées : 0,35 (avec du Mg Cl2); 0,65 (avec du NaBr) ; 0,75 (avec du NaCl) ; 0,80 (avec du KCl) dans la mesure où ces valeurs peuvent refléter des conditions de stockage des fruits relativement courantes.

Les dattes sont disposées en lots de 250 g sur des trépieds (pour éviter le contact direct avec la solution saline) dans des bocaux scellés hermétiquement. L'équilibre, entre les dattes et l'atmosphère du bocal est établi au bout de six semaines .

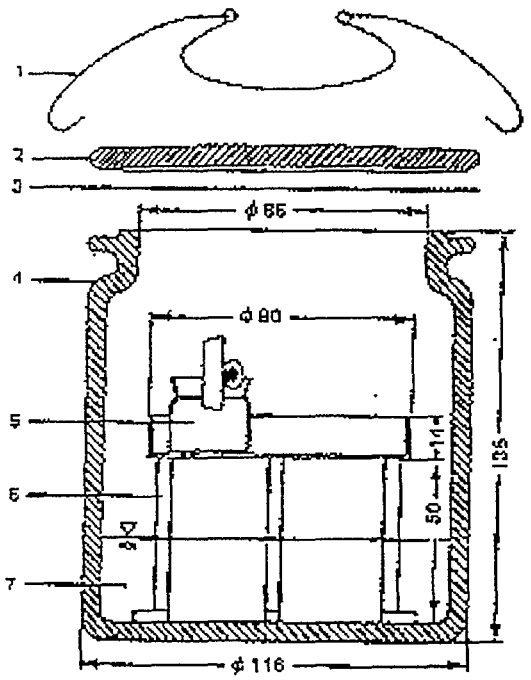
### *1-2-3 Etude de l'influence du traitement micro-ondes*

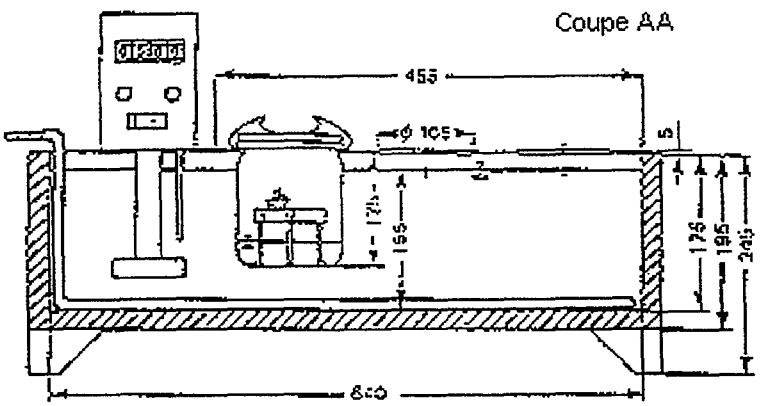
Toutes les analyses pour la détermination de la couleur et de l'Aw des dattes avant et après traitement micro-ondes ont été effectuées le jour même du traitement.

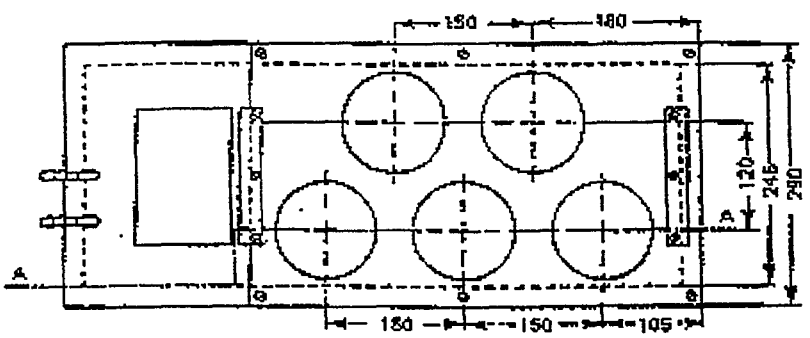
En dépit des efforts d'homogénéisation du matériel d'étude pour éliminer les variations inter-fruits bien des résultats obtenus ont révélé que cette homogénéité n'était qu'apparente, l'unique solution de parvenir à une homogénéité d'échantillons ayant été l'équilibrage de l'Aw.

***Figure 20 :*** *Equipement standard de sorption. Bac thermostaté rectangulaire adapté aux récipients de soption*
*Source : SPIESS et WOLF, 1987*

Equipement standard de sorption,
bac de sorption :
(1) couvercle hermétique
(2) verre
(3) joint caoutchouc
(4) récipient de sorption en verre
(5) boîte à tare
(6) trépied
(7) solution saline saturée



### 1-3 Traitement thermique

La substitution de la fumigation au Bromure de méthyle par un traitement micro-ondes requiert le maintien de la qualité de la datte. Les répercussions éventuelles d'un tel traitement sur les critères physiques et biochimiques après des traitements ultérieurs et notamment le séchage ont été examinés.

Dans le but d'uniformiser le traitement thermique et d'homogénéiser le transfert de chaleur, nous avons éliminé l'influence du facteur échantillon (taille de la datte, teneur en eau, etc.), en préparant une pâte correspondant à chaque lot de fruits.

Les expériences préliminaires portant sur l'inactivation des enzymes endogènes (peroxydase, polyphénoloxydase) ont été réalisées, en plongeant des sachets scellés sous vide, contenant des morceaux de dattes dans de l'eau chauffée à la température : 50, 60, 70, 80°C pendant une durée définie par l'expérience.

Le séchage a été réalisé sur une boucle de séchage équipée des instruments de mesure et d'enregistrement des conditions de température de séchage. Chaque lot de 400 g de dattes a été traité aux températures suivantes : 50°C, 60°C, 70°C. Des prélèvements de 130 g sont effectués aux temps suivants : 1, 4 , 7 et 8 heures. Après traitement, pour chacun des lots, les dattes de chaque lot ont été coupées en dés (4 mm x mm environ ) et mélangées.

## 2- ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES DATTES

### 2-1 Mesures physiques

*pH : méthode des dilutions*

. Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre de marque JENCO type 6071 avec une électrode de mesure combinée associant une électrode de verre et une électrode de référence au calomel.

. Un échantillon de 5 g de dattes dénoyautées est broyé avec 10 ml d'eau distillée. Le pH des dattes a été effectué par la méthode des dilutions consistant à diluer une suspension de pulpe de datte broyée dans l'eau (5 g/10 ml) par des additions successives de 10 ml d'eau avec chaque fois mesure du pH, afin de tracer le graphe pH = f (volume utilisé), sur lequel l'extrapolation à volume nul conduit à une estimation du pH du matériel étudié. Trois répétitions sont effectuées pour chaque lot de 500 g de dattes.

*Couleur*

Les mesures de couleur en réflectance sont effectuées sur un appareil de marque MINOLTA type CR-A70. Celui-ci permet la codification de la couleur dans le système L*a*b* (CIELab-1976) développé par HUNTER en 1942 et adopté par la Commission Internationale de l'Eclairage ; L* correspondant à la brillance, a* étant un indice de rouge/vert; b* étant un indice de jaune/bleu.

Pour des raisons de commodité, dans le cadre de l'étude préliminaire, en vue d'avoir une approche globale, la distribution des résultats est analysée pour chacune des variables par la réalisation d'histogrammes permettant de cerner la répartition des mesures et des résidus par rapport à une répartition théorique, de relever et quantifier les résidus suspects (par rapport à l'intervalle de confiance attribué à la série) par la méthode de GRUBBS (CARLETTI, 1976), et de déterminer les indices de normalité que sont les coefficients de K. PEARSON (CARLETTI, 1976) ou indices de symétrie et d'aplatissement. Les différentes mesures avant et après traitement micro-ondes ont été faites dans la même journée sur 15 dattes différentes, trois mesures par datte sont réalisées : au niveau de la zone apicale, centrale, et basale ou pédonculaire.

*Evaluation du brunissement*

Il n'existe pas de méthode standardisée pour évaluer le brunissement. Nous avons pratiqué des évaluations comparatives en déterminant l'absorbance à 420 nm, longueur d'onde à laquelle les composés des différents brunissements absorberaient préférentiellement (GAZALA *et al.*, 1991; PETERSON *et al.*,1994 ;YAYALAYAN *et al.*, 1997). Un échantillon de 3 g de dattes est broyé avec 15 ml d'eau distillée ; le jus est ensuite centrifugé à 17 500 tr/min pendant 30 min. L'extrait est filtré sur filtre 0,45 µm, avant lecture de l'absorbance à 420 nm.

*Détermination des caractéristiques diélectriques*

La détermination des caractéristiques diélectriques de permittivité ($\varepsilon'$) et de pertes ($\varepsilon''$) a été réalisée sur 400 mg de produit, pour une plage de températures s'étendant de la température ambiante à 90°C (DELMOTTE *et al.*, 1991). Les caractéristiques diélectriques sont déterminées à l'aide d'une cavité résonnante perturbée par une charge faible constituée par l'échantillon de permittivité et de constante de pertes inconnues. Le volume de l'échantillon est inférieur à 0,5 $cm^3$ et celui de la cavité de 1000 $cm^3$.

Les caractéristiques sont relevées de façon automatique toutes les 2 ou 4 secondes. Un asservissement de température permet, à l'aide d'un chauffage micro-ondes, d'imposer un accroissement de température défini, au produit à mesurer. On procède au suivi des constantes diélectriques en fonction de la température.

Les caractéristiques sont déterminées pour un cycle à température croissante suivi d'un cycle à température décroissante, pour une durée totale de 1 000 secondes. La perte de poids de l'échantillon n'a pas excédé 2,7 % (pas de déssication notable du produit).

## 2-2 Analyses chimiques

** Teneur en eau*

La teneur en eau des divers échantillons étudiés a été déterminée afin de rapporter les résultats (composition biochimique, activités enzymatiques, etc.) à la référence "matière sèche". La méthode utilisée consiste à introduire 3 grammes de matière fraîche dans des coupelles en aluminium tarées.

Ces échantillons sont placés dans une étuve sous-vide à 70°C et sont pesés jusqu'à poids constant après refroidissement dans un dessiccateur contenant du gel de silice.

** Dosage des éléments minéraux*

Une minéralisation par voie sèche est réalisée (LLIMOUS-HERAL et BARRE, 1996) et toutes les analyses des minéraux sont réalisées à l'aide d'un spectromètre d'émission de plasma, type JY50 Poly Scan dont les caractéristiques principales sont les suivantes : domaine spectral 175-800 nm ; générateur 40,68 Mhz, 2400 traits par min., puissance 1,5 Kw.

** Analyse des sucres*

Un homogénat de 3 g de pulpe de dattes dans 100 ml d'éthanol à 80 % (V/V) est porté deux fois à ébullition pendant une heure. Le filtrat a ensuite été collecté, évaporé et ajusté à 50 ml avec de l'eau distillée, puis centrifugé pendant 5 min à 8 000 g. Les échantillons préalablement filtrés (filtre 0,45 µm - Sartorius) ont été analysés par C.L.H.P. (Bekman M 332). La séparation a été réalisée sur une colonne Brownlee (Amino-Spheri 5) de 250 mm de long et 4,5 mm de diamètre.

L'élution (1,2 ml/min), est réalisée par un mélange acétonitrile-eau (80 % - 20 %). La pression et la température de la colonne ont été fixées respectivement à 1000 psi et 35°C. La détection est effectuée par réfractométrie différentielle (Jobin-Yvon IOTA Orsay). La quantification est obtenue avec un intégrateur (Hewlett-Packard 3392 A), par comparaison des aires obtenues avec celles des standards (méthode de l'étalon externe). Ces standards (fructose, glucose et saccharose-Merck) ont été mélangés pour obtenir une solution résultante à 10 g/l pour chaque sucre. La boucle d'injection étant de 20 µl, 200 µg de sucres sont ainsi injectés. Une analyse des standards a été faite tous les 8 échantillons. Le coefficient de variation obtenu est compris entre 1,5 et 4 % maximum.

Les résultats sont exprimés en mg par rapport à la matière fraîche (M.F.), ou la matière sèche (M S).

** Analyse des acides aminés*

Un échantillon de 35 g de pulpe a été homogénéisé à haute vitesse dans un broyeur à disperseur (Polytronval), en présence de 100 ml d'eau distillée. Deux ml de cette solution ont alors été centrifugés 15 min à 5000 g, puis 20 min à 12 500 g. Le surnageant est dilué dans une solution de borate de sodium 0,4 M (pH 9,5). L'analyse a été faite par C.H.L.P. en phase inverse, après dérivation sur pré-colonne à l'aide d'un injecteur automatique (Sedere 100) en présence d'orthophtaldéhyde (OPA), (HILL *et al.*, 1979).

Les analyses ont été réalisées en chromatographie liquide (Bekman 420) avec détecteur par fluorescence (Shimadzu RS-530). La colonne (135 x 4,7 nun) est constituée de silice de 3 µ greffée $C_{18}$ (Shandon Hypersyl 34). Un gradient discontinu d'élution est obtenu avec de l'acétate de sodium 0,02 M à 1 % en tétrahydrofurane et du méthanol de qualité CLHP dont la concentration passera en 30 min de 12,5 % en début de cycle à 100 % en fin d'élution. La détection a lieu par mesure de la fluorescence (excitation à 360 nm, émission à 455 nm).

Les résultats obtenus sont exprimés par rapport à un standard de 250 µmoles pour chaque acide aminé (Pierce, Ref 20089 dilué 100 fois). Le coefficient de variation obtenu des diverses analyses réalisées n'a jamais dépassé 5 %.

** Azote total*

L'azote total a été déterminé par minéralisation par "voie sèche" selon la méthode de DUMAS, adaptée au sein du CIRAD par (LASSERRE et PIOMBO, 1996). L'échantillon contenu dans une nacelle, est introduit dans un tube de quartz chauffé à haute température (850°C), en présence de Cu et CuO. La matière organique est détruite. L' azote retrouvé sous forme d'azote élémentaire $N_2$ est alors dosé par gazométrie.

Le laboratoire effectue ces analyses avec un doseur automatique de type LECO CHN600.

** Analyse des anions organiques*

Après extraction alcoolique (voir analyse des sucres), l'extrait, obtenu sur filtre de porosité 0.45 µ, est analysé par chromatographie ionique (Dionex). La séparation est effectuée sur une colonne échangeuse d'anions (Omnipack 500, type Pax 500, diamètre : 4mm, longueur :250mm). Le module de "suppression chimique" de Dionex permet l'utilisation d'un gradient d'élution par concentration croissante de Na Cl de 0,02 M à 0,1 M avec un débit de 1ml/min. La détection est réalisée par conductimétrie. Les résultats sont exprimés après intégration et calibration externe des surfaces des pics du chromatogramme.

** Polyphénols*

L'extraction des polyphénols de la datte est effectuée suivant la méthode décrite par MACHEIX *et al.* (1990). Le détail de cette extraction est le suivant :

. Un mélange de 50 g de dattes dénoyautées et de 400 ml de méthanol (à 70 %) est broyé dans un Warning Blendor ; la suspension obtenue est ensuite agitée durant 1 heure avec un agitateur magnétique, avant filtration sur papier Whatman. Le méthanol est ensuite évaporé à l'aide d'un rotavapor pendant 1 heure afin de récupérer 50 ml de jus de dattes. La phase aqueuse est récupérée et acidifiée avec 2 % d'H2PO3, puis aditionnée de 20 % de (NH4)2SO4 pour salification ; on lave 4 fois à l'éther de pétrole (V/V) pour éliminer les pigments type chlorophylle et caroténoïde.

. Après extraction (lavage 4 fois) avec de l'acétate d'éthyle pour en extraire les composés phénoliques, celui-ci est ensuite évaporé au rotavapor jusqu'à l'obtention d'un résidu dont le séchage est achevé sur sulfate de sodium anhydre.

. Au résidu sec sont ajoutés 5 ml de méthanol pour l'injection en CLHP.

L'analyse des composés phénoliques est effectuée par CLHP en raison de la bonne reproductibilité de la méthode (BANWART *et al.*, 1985).

Les caractéristiques chromatographiques utilisées sont les suivantes :

| | |
|---|---|
| Chromatographe : | Varian 5000 - Détecteur Varichrom |
| Précolonne : | Lichrosorb 30 RP 18 ( 10 x 4,6 mm) |
| Colonne : | Lichrosorb 7 RP 18 (250 x 4,6 mm) |
| Solvants : | $H_3PO_4$ à 2 mM, $CH_3OH$ |
| Débit : | 1 ml/min |
| Volume injecté : | 10 µl |

Nous avons procédé également à la comparaison des spectres UV avec ceux des composés de référence dans la littérature.Le solvant utilisé est le méthanol.

* *Arômes*

. Préparation des échantillons

100 g de dattes, dénoyautées, sont finement broyées et mélangées avec 200 ml d'eau distilléedurant 2 minutes, puis additionnées de 160 ml d'eau complémentaire, avant agitation durant 1 minute. La purée résultante est concentrée dans un évaporateur rotatif à 45°C jusqu'à entraînement total de la vapeur d 'eau, avec condensation par refroidissement à l' eau glacée.

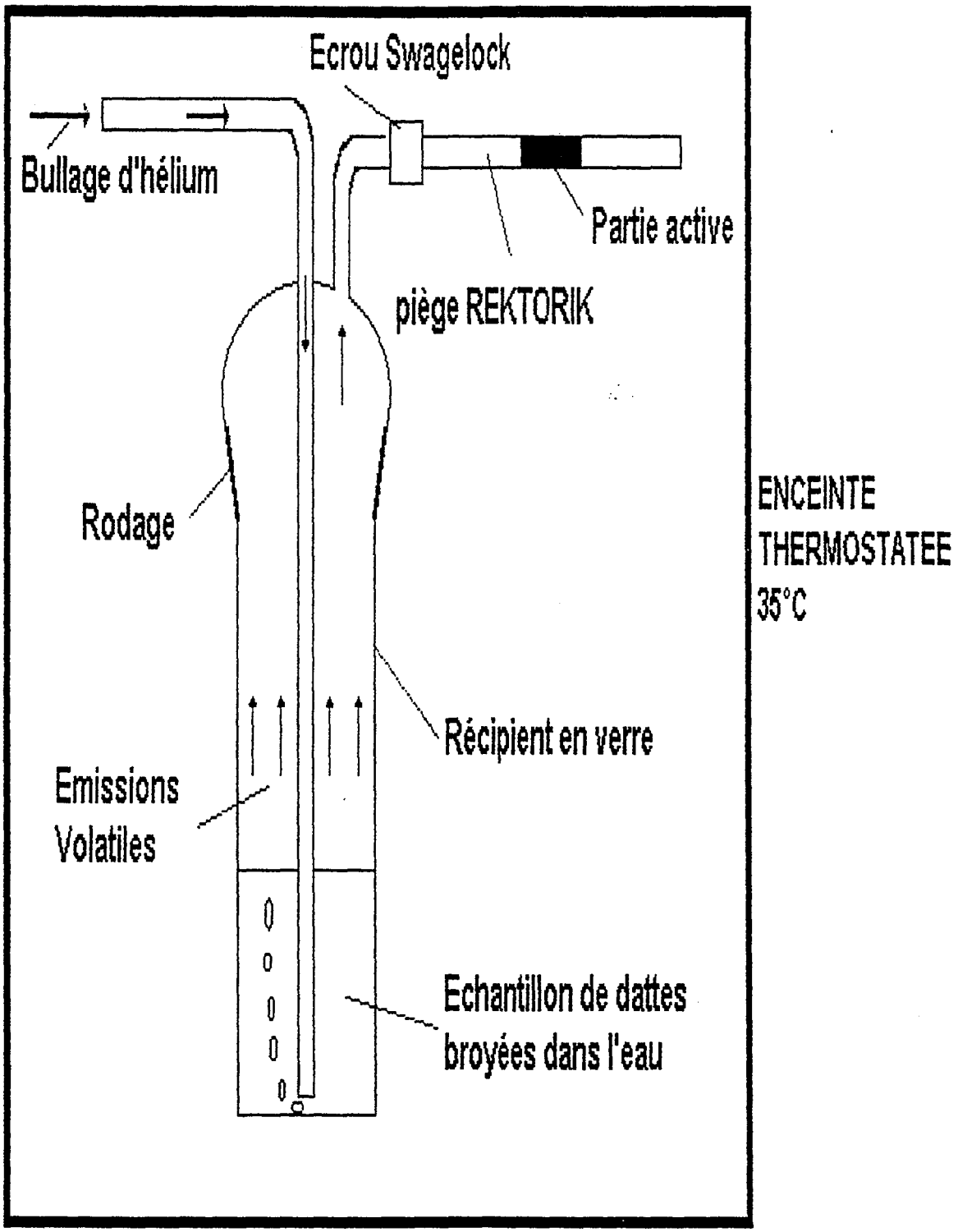
Le condensat est ensuite extrait 3 fois avec 50 ml de pentane (RPE reagent grade, Carlo Erba, Milan, Italy ). Les différents extraits ainsi obtenus sont alors séchés sur du sulfate de sodium et évaporés jusqu' à l'obtention d'un volume d'environ 0,5 ml pour les analyses en CG-SM. Un "blanc" est obtenu en effectuant les différentes opérations uniquement avec de l'eau distillée, et du pentane, conditions requises pour l' analyses en chromatographie en phase gazeuse (CG).

Le dispositif de chromatographie phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) est un matériel Fisons Modèle 8000 GC relié à un Lodele Trio 1 000 MS opérant à 70 ev avec une gamme de masses de 40 à 400. Nous avons utilisé une colonne en silice 0,32 mm x 60 m de 0,25 µm d'épaisseur (J & W Scientific, Folsom, CA) équipée d'une injection "splitness" et élution par flux d' hélium de 1,7 ml/minute. La température programmée était de 30°C durant 6 minutes suivie d'un gradient de 6°C/minute jusqu'à 200°C. Des échantillons standards provenant de sources commerciales ont permis de confirmer les temps de rétention des différents composés identifiés.

Système de piégeage pour la technique d'espace de tête pour la chromatographie en phase gazeuse (**Figure 21**) :

> Dans un récipient cylindrique en verre de 100 ml, à col rodé, sont introduits 20 ml du mélange eau/dattes broyées. Le récipient est fermé par un bouchon rôdé de flacon laveur, dont le tube intérieur plonge dans la suspension de dattes et assure le barbotage de l'hélium à raison de 20 ml/min. Sur le tube de sortie du flacon laveur, est rattaché à l'aide d'un système Swagelock et de férules en téflon, un piège de Rektorik, en céramique garni d' un mélange à base de charbon actif permettant le piégeage des arômes (REKTORIK, 1984, TOULEMONDE et BEAUVERD, 1985).

*Figure 21 : Schéma de piégeage des composés volatils avant analyse en Chromatographie Gazeuse - espace de tête*
*Source : TOUTLEMONDE et BEAUVERD, 1985*



L'ensemble est thermostaté à 35°C pendant 45 minutes, pour éviter la condensation de l'eau, (LOZANO, 1992 - DHUIQUE -MAYER *et al*, 1991 , BALI, 199 1, ITOUA-GASSAYF-, 1990). Le contenu du piège est ensuite désorbé (durant 2 secondes) à l'aide d' un système Rektorik/micro-ondes de puissance 5 (la gamme de puissance varie de 1 à 9, unités arbitraires fixées par Rektorik), dans une colonne remplie pour chromatographie en phase gazeuse Jound WDBWAX de 60 mètres, de diamètre 0,32 mm, et d' épaisseur 0,25 µm.

## 2-3 Activités Enzymatiques

Nous nous sommes intéressés à diverses activités enzymatiques impliquées dans l'évolution de la texture du fruit, le développement de la couleur (brunissement enzymatique) ou la génèse des précurseurs d'arômes.

On distinguera deux types d'évaluation. Pour l'invertase, la polygalacturonase et la pectine-méthylestérase, nous avons dosé soit les substrats, soit les produits des différentes réactions enzymatiques dont les concentrations reflètent grossièrement les niveaux d'activités enzymatiques qui prévalaient dans le matériel étudié.
Ces évaluations sont à distinguer des mesures d'activités en méthodologie cinétique effectuées pour la polyphénoloxydase et la peroxydase .

* <u>Etudes en méthodologie cinétique</u>

Dans le cas des activités peroxydasiques et polyphénoloxydasiques, nous avons pratiqué des mesures d'activité par méthodologie cinétique. Les courbes de progression de l'absorbance développée par réaction d'un substrat chromogène (en conditions standardisées de milieu réactionnel et de températures) étaient enregistrées et les vitesses initiales de réaction mesurées par les pentes des tangentes à l'origine des courbes de progression. Dans le cas des courbes de progression présentant une phase de latence, la vitesse retenue était celle correspondant à la plus grande pente de la tangente à la courbe de progression. Nous conserverons dans ce cas aussi la désignation de "vitesse initiale". Les modes de préparation des extraits enzymatiques et de mesures d'activité sont donnés pour chacun des enzymes considérés.

*Les vitesses ainsi mesurées sont notées Vo* et exprimées en unité arbitraire : variation d'absorbance à la longueur d'onde indiquée pour chaque enzyme, par minute :

$$\mathbf{Vo= \Delta A.min^{-1}}$$

*L'activité enzymatique* est évaluée directement par la vitesse de réaction mesurée en conditions standardisées. Nous n'avons pas cherché à exprimer l'activité en unité internationales (UI ou Catal), nous rapporterons donc, dans la présentation des résultats, des activités volumiques qui sont en fait des vitesses de réaction calculées pour 1 ml d'extrait enzymatique (les extraits enzymatiques préparés avec les divers échantillons étudiés avaient un contenu en matière sèche sensiblement constant soit 272 mg/ml).

Le nombre de répétitions étant faible (3 à 4 par traitement), des tests statistiques ont été utilisés. L'estimation des écarts se fait par le calcul du coefficient de variation :

$$CV\% = \frac{\text{Ecart -type}}{\text{Moyenne}} \times 100$$

*L'inactivation thermique* des activités peroxydasiques et polyphénoloxydasiques a été analysée au travers d'un modèle simple, monomoléculaire et d'ordre 1 :

$$(A)\,t = (A)o\,.\exp\text{-}(k.t)$$

. (A)t : activité résiduelle d'un extrait enzymatique d'un échantillon ayant subi un traitement d'une durée t, à une température définie
. (A)o : activité d'un extrait enzymatique d'un échantillon n'ayant pas subi de traitement (témoin)
. k : constante de vitesse de premier ordre, exprimée en $h^{-1}$

*La constante de vitesse d'inactivation k* est déterminée par régression curviligne (programme CURVE EXPERT), avec l'équation corrélative donnée ci-dessus. Dans un but illustratif, conformément à un usage encore répandu, nous avons représenté le tracé linéaire correspondant à l'anamorphose logarithmique de l'équation corrélative.

*La connaissance des constantes de vitesse d'inactivation* pour différents températures de traitements thermiques permet d'accéder à l'Energie d'activation de la thermo dénaturation, dans le cadre du modèle simple d'ARRHENIUS. La détermination en a été faite par régression curviligne (programme CURVE EXPERT), avec l'expression exponentielle ci-dessous, comme équation corrélative, les graphiques linéaires semi-logarithmiques habituels seront présentés dans la partie Résultats de ce mémoire :

$$k = ko.\exp - (Ea/RT)$$

ko : terme préexponentiel dont la signification ne sera pas discutée ici
Ea : Energie d'activation ($Kcal.mole^{-1}$)
R : constante des gaz parfaits (1,98 cal.mole.°K)
T : température (°K)

L'Energie d'activation d'une réaction est le paramètre qui règle l'ampleur de l'évolution de la vitesse de réaction avec la température. La connaissance de ce paramètre, pour l'inactivation d'une enzyme donnée, permettrait de prédire les effets d'un traitement appliqué ou de définir un barème de traitement appliqué pour un taux d'inactivation souhaité.

* *Estimation des niveaux d'activité enzymatique par appréciation de l'accumulation des produits de réaction*

Pour l'invertase et les enzymes pectinolytiques (pectine méthylestérase et polygalacturonase), nous n'avons pas pratiqué une évaluation directe d'activité dans les extraits. Nous avons estimé que le dosage, dans les divers échantillons de dattes, des substrats ou des produits de réaction de ces activités enzymatiques pouvait refléter les niveaux d'activité de celles-ci.

*** Glucose, Fructose et saccharose, en relation avec l'Invertase**

Le substrat (saccharose) et les produits (glucose, fructose) ont été dosés par CLHP, suivant la méthode d'analyse des sucres décrites au paragraphe 2-1.

*** Polygalacturonanes en relation avec la polygalacturonase**

Il est nécessaire d'extraire et de fractionner au préalable les pectines des dattes avant leur dosage. La méthode est adaptée de celle de SOUTY *et al.* (1981).

L'acide polygalacturonique a été estimé par dosage spécifique des acides uroniques libérés et déshydratés en dérivés furfuryliques sous l'action de l'acide sulfurique concentré (BLUMENKRANTZ et ASBOE-HANSEN, 1973). Ceux-ci réagissent avec le métahydroxydiphényle avec formation d'un composé rose ($\lambda$ max.= 520 nm).

*** Pectines méthylées et méthanol en relation avec les Pectine-méthylestérases**

Les pectines méthylées ont été déterminées en fonction du méthanol libéré sous l'action de la potasse. Le méthanol est d'après la méthode de KLAVONS et BENNETT (1986) basée sur l'oxydation de CH3OH en CH2O. Le méthanol une fois oxydé en formaldéhyde, forme avec l'ammoniaque et la pentanedione 2,4 (acétyl acétone), un produit jaune, le 3,5-diacétyl 1,4 dihydro 2,6-méthylpyridine ($\lambda$ max.= 412 nm.)

Les résultats obtenus exprimés en µg/ml de méthanol sont rapportés à la teneur en ester méthylique de l'acide galacturonique de la solution correspondante. La teneur en fonctions méthoxyles par rapport à l'acide polygalacturonique permet de calculer le degré d'estérification (DE) des pectines correspondantes (solubles ou insolubles) :

$$\textbf{D.E.} = \frac{\textbf{Méthanol}}{\textbf{Acide poly-galacturonique}} \quad \textbf{en ( mole/mole)}$$

*** Polyphénols et autres substrats oxydables en relation avec les Polyphénoloxydases (PPO) et les Peroxydases(POD) :**

**Le protocole employé pour leur dosage est le suivant :

*pour la préparation:

. Un échantillon de 7 g de dattes additionné de 20 ml de tampon phosphate (10 mM, pH7) et de Poly Vinyl Pyrrolidone (PVP) (50 g. pour 1 litre de tampon phosphate) est broyé avec du sable de Fontainebleau avec mortier et pilon durant 3 minutes. Après centrifugation pendant 30 min à 33 000 g (13 500 tours/min ) à 4°C et filtration du surnageant sur papier Whatman, un jus de datte est ainsi obtenu.

* pour les détérminations:

. Pour les détérminations de l'activité *polyphénoloxydasique*, la mesure est effectuée en introduisant dans une cuve spectrophotométrique dans l'ordre, 500 µl de jus de dattes, 50 µl d'épicathéchine (1,66 mM), du tampon phosphate QSP 3 ml : 2,45 ml. Après homogénéisation, l'absorbance est lue à *430 nm* durant 13 min toutes les 10 secondes.

. Pour la détermination des activités *péroxydasiques*, sont introduits dans l'ordre dans une cuve spectrophotométrique, 500 µl de jus de dattes, 100 µl de gaïacol (5 mM ), 100 µl d'eau oxygénée (1 mM) du tampon phosphate QSP 3 ml .L'absorbance est lue à *436 nm* toutes les 10 secondes durant 3 mn.

. Un spectrophotométre (PERKIN ELMER, Lambda 3) est utilisé pour suivre le développement dans le temps des différentes colorations (jaune orangée qui apparaît par oxydation de l'épicatéchine par la PPO ; rouge orangé due à l'action de la POD sur le mélange gaïacol- peroxyde. Pour chaque courbe DO = f(temps), une régression linéaire d'ordre 1 est effectuée.

**méthodologie utilisée

La caractérisation des enzymes a dans un premier temps été réalisée en laboratoire. Elle a été suivie de l'étude de l'influence du traitement micro-ondes sur ces caractéristiques. Enfin les répercussions de ce traitement sur les fruits durant le séchage (réalisé en appareil pilote) ont été évaluées.

## 3- TRAITEMENT DES DATTES

### 3-1 Infestation artificielle des dattes

Les dattes sont infestées au laboratoire avec des oeufs et des larves d' *Ephestia kueniella*, en provenance de la station de lutte biologique de l'INRA d'Antibes. *Ephestia kueniella* est utilisé faute de disposer d'échantillons de *Myelois ceratoniae Zeller*, ravageur principal des dattes.Ces insectes étudiés par BRUN (1984), présentent des points communs de résistance à la température ; *Ephestia kuehniella* est un Lépidoptère cosmopolite ayant pour habitat d'élection les greniers et magasins de stockage de denrées. La durée de développement embryonnaire est étroitement liée à la température; à 20°C l'éclosion se produit entre la 168ième et la 174ième heure (soit 7 jours). Les oeufs se présentent sous forme de petites masses oblongues qui mesurent en moyenne 0,5 mm de long sur 0,25 mm de large.

. *Techniques d'infestation* : les dattes sont dénoyautées au scalpel, afin de les infester artificiellement :

- les larves proviennent d'un laboratoire d'entomologie où elles ont été élevées et leur vitalité vérifiée. Une larve est introduite par datte.

- les oeufs, débarrassés des écailles des adultes sur un verre de montre garni d'eau, sont déposés sur un morceau de papier Canson noir, (à l'aide d'un pinceau) et se collent au support. Le support avec les oeufs est introduit dans la datte.

### 3-2 Contrôle de la mortalité et de l'éclosion des oeufs

Après traitement aux micro-ondes, les larves sont observées 5 minutes après la sortie des dattes de l'applicateur (oû se réalise le traitement par micro-ondes) du pilote : elles sont contrôlées visuellement.
Les oeufs sont observés à partir du quatrième jour à l'aide d'une loupe binoculaire pour apprécier le taux d 'éclosion .

## 4- TRAITEMENT PAR MICRO-ONDES

### 4-1 Désinfestation et méthodologie employée

Dans un premier temps les essais ont été réalisés dans une enceinte instrumentée (cavité micro-ondes fixe possédant une sonde de température et un système de contrôle de puissance (variable de 0 à 1 kw) : les dattes infestées artificiellement, avec des larves ou des oeufs d'*Ephestia Kuehniella*, sont introduites dans la cavité micro-onde, à différentes températures et différentes durées de traitement pour connaître les conditions de létalité. Les températures sont mesurées par introduction d'une sonde dans les fruits après le traitement.

Les résultats obtenus sur quelques grammes de dattes sont ensuite contrôlés par transposition sur le pilote semi-industriel qui permet un traitement en continu de plusieurs centaines de grammes par minute, grâce à un tapis transporteur, dont la vitesse de déroulement a été préalablement définie.

### 4-2 Matériel pilote

Il s'agit d'un appareil PULSAR RM réalisé par la société M.E.S. (Micro-ondes Energie Systèmes). Cet appareil a été initialement conçu pour le séchage de produits en faible épaisseur (produits alimentaires, polymères, résines, ...).

#### *4-2-1 Particularités des composants mécaniques*

- Applicateur micro-ondes monomode surdimensionné en ondes progressives,
- Trappe d'accès dans l'applicateur munie d'une sécurité d'ouverture de porte,
- Deux cheminées piégées pour raccordement à un extracteur,
- Intégration du générateur et de l'applicateur dans un châssis en tube inox.
- Tapis de convoyage dont la vitesse de défilement est de 0 à 3 m/min, largeur 200 mm, épaisseur de 3 mm, étendue d'application des micro-ondes de 1 mètre.

### *4-2-2 Caractéristiques électriques*

- Alimentation : 220 V - 50 Hz,
- Commandes sur armoire séparée,
- Puissance maximale consommée au secteur : 1,4 à 2 KV.A,
- Fréquence du magnétron : 2450 Hz,
- Puissance micro-ondes variable : de 0 à 2 000 W,
- Indication de la puissance non adsorbée par le produit par repérage de la puissance résiduelle captée dans une charge en eau.

### *4-2-3 Réglage du matériel pilote*

Dans la deuxième phase de l'étude portant sur l'influence du traitement micro-ondes sur la qualité des dattes, il sera indispensable d'obtenir des dattes, à la sortie du pilote, présentant des températures de 65 à 67°C après un traitement de deux minutes.

*Contraintes liées au matériel pilote et au type d'aliment traité :*

La température finale des dattes est prise immédiatement en sortie de l'applicateur avec un thermocouple électronique. Cette température finale dépend :

- *De la température initiale des dattes*

En deux minutes, la montée en température pour une puissance donnée sera de 34 à 36°C. Afin d'obtenir une température finale de 65°C, il faut avoir une température initiale des dattes de 30°C. Cette température de référence a été retenue pour étalonner l'appareil, car elle est proche de celles rencontrées sur les lieux de production.

- *De la position des dattes sur le tapis*

Les dattes en première et dernière ligne sont plus chaudes que les dattes positionnées qu'elles encadrent. Les dattes situées sur les bords du tapis ont également une température plus élevée. Ceci est dû à la répartition des ondes à l'intérieur de l'applicateur. Les dattes positionnées perpendiculairement au sens de défilement du tapis présentent également des températures bien plus élevées (quasiment doublées) par rapport à celles positionnées parallèlement au défilement du tapis.

- *De la vitesse de défilement du tapis* **(Figure 22)**

- *Du poids de dattes sur le tapis* **(Figure 23)**

Pour une température donnée, la puissance en watt à appliquer, pour atteindre une température donnée, évolue linéairement en fonction du poids de dattes (en grammes). On comprend donc que la température finale dépende du poids des dattes sur le tapis, ceci pour une puissance préalablement fixée.

*Figure 22 : Evolution de la température finale des dattes en fonction de la vitesse du tapis*

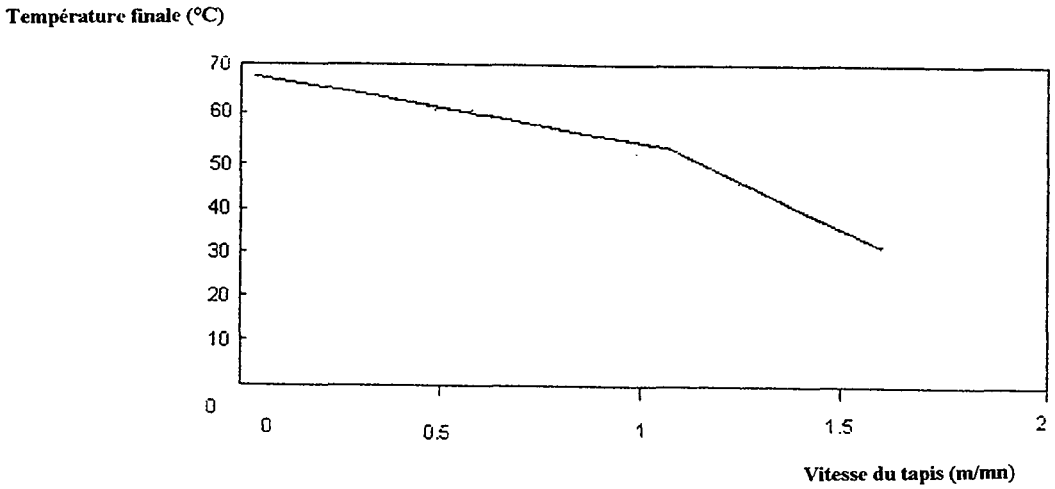
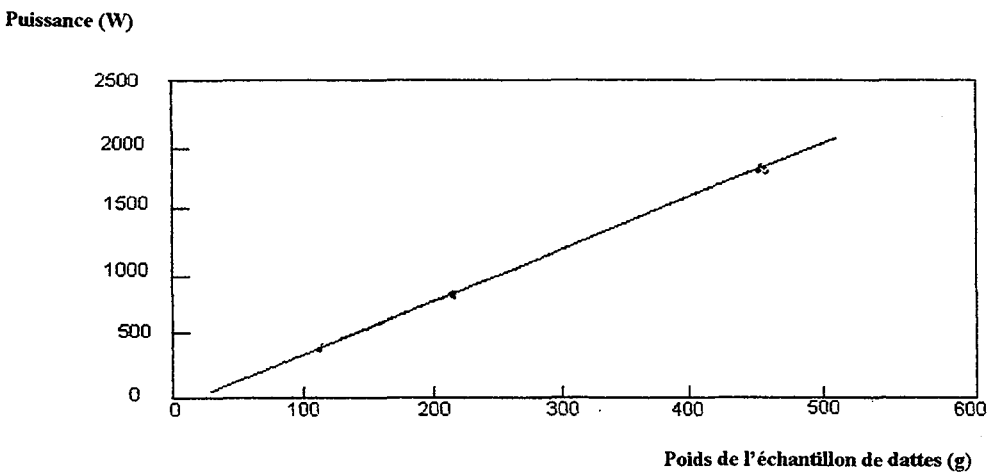



*Figure 23 : Evolution de la puissance micro-ondes transmise en fonction du poids de dattes traitées pour une température finale de 65°C*



- *Du volume de chaque datte*

D'après la relation qui exprime la puissance absorbée par l'aliment (en watts/cm$^3$) (STARON *et al.*, 1981) :

$$Q = 0{,}556\ 10^{-12}\ f.\ E^2.\varepsilon' \tan\delta.$$

E = champ électrique de l'appareil (Volt/cm)
f = fréquence des micro-ondes en Hertz
$\varepsilon'' = \varepsilon' \tan\delta$ = facteur de pertes caractéristique du produit traité
($\varepsilon'$ est le coefficient diélectrique et $\delta$ l'angle de perte)

Le volume influence l'énergie emmagasinée : pour un traitement identique, une datte selon ses caractérisitiques morphologiques aura une température finale particulière en rapport avec son volume.

- *De la fréquence* (2450 MHZ) et de la longueur d'ondes ($\lambda_0$=12,2 cm). Il suffit de connaître le facteur de pertes de la datte pour établir la valeur du champ électrique en relation avec la puissance micro-ondes émise par le générateur couplé avec l'applicateur (réceptacle dans lequel le produit est traité par les micro-ondes).

*Réglage et mode opératoire*

D'après l'ensemble de ces observations, nous avons traité les dattes de la manière suivante.Les dattes sorties de la chambre froide sont introduites dans un four à air chaud à la température de 30°C jusqu'à stabilisation à cette température. Les dattes sont ensuite positionnées au centre du tapis, les unes derrière les autres dans le sens du défilement.

Les premières dattes ne seront pas prises en compte à cause de leur température finale trop élevée (poids non homogène à l'intérieur de l'applicateur). La vitesse du tapis est de 0,4 m/min. La longueur de l'applicateur étant de un mètre, la durée du traitement est donc de deux minutes.

La puissance micro-ondes choisie est de 450 Watts. Pour une température initiale de 30°C, la proportion de dattes à 65°C est de 70 % en moyenne. Les dattes en sortie d'applicateur sont triées en fonction de leur température grâce au thermocouple électronique.

# 5- LE SECHAGE

## 5-1 Description de la boucle de séchage employée

### *5-1-1 Modèle*

La boucle de séchage employée dans l'atelier de technologie alimentaire du CIRAD est un prototype, conçu et réalisé par le CIRAD. Il permet de sécher tout produit par entraînement de la vapeur à l'air chaud, dans des conditions contrôlées et maîtrisées de température sèche, d'humidité relative (ou de températures de rosée) et de vitesse de l'air asséchant. Il permet également de suivre l'évolution du poids du produit en cours de traitement et fonctionne avec recyclage d'air **(Figure 24).**

### *5-1-2 Capacité*

Deux dispositions ont été retenues pour traiter l'ensemble des produits agroalimentaires intéresssés par ce procédé :

. Disposition en veine verticale, permettant de sécher des produits (entiers ou conditionnés en morceaux), dans la masse c'est à dire avec présentation du produit sur claie perpendiculaire à la direction du flux d'air. Le produit est réparti en couche mince sur une claie ou en couche épaisse sur une des cinq claies superposées, avec une possibilité d'utiliser entre 500 g et 3 kg de produits sur une section utile de 0,23 m x 0,23 m.

. Disposition en veine horizontale, permettant de sécher des produits par léchage (en plateaux, filets, feuilles), c'est-à-dire avec une présentation du produit (sur support) parallèle à la direction des flux d'air.

Nous avons adopté la disposition verticale, en répartissant les dattes sur toutes la surface des claies.

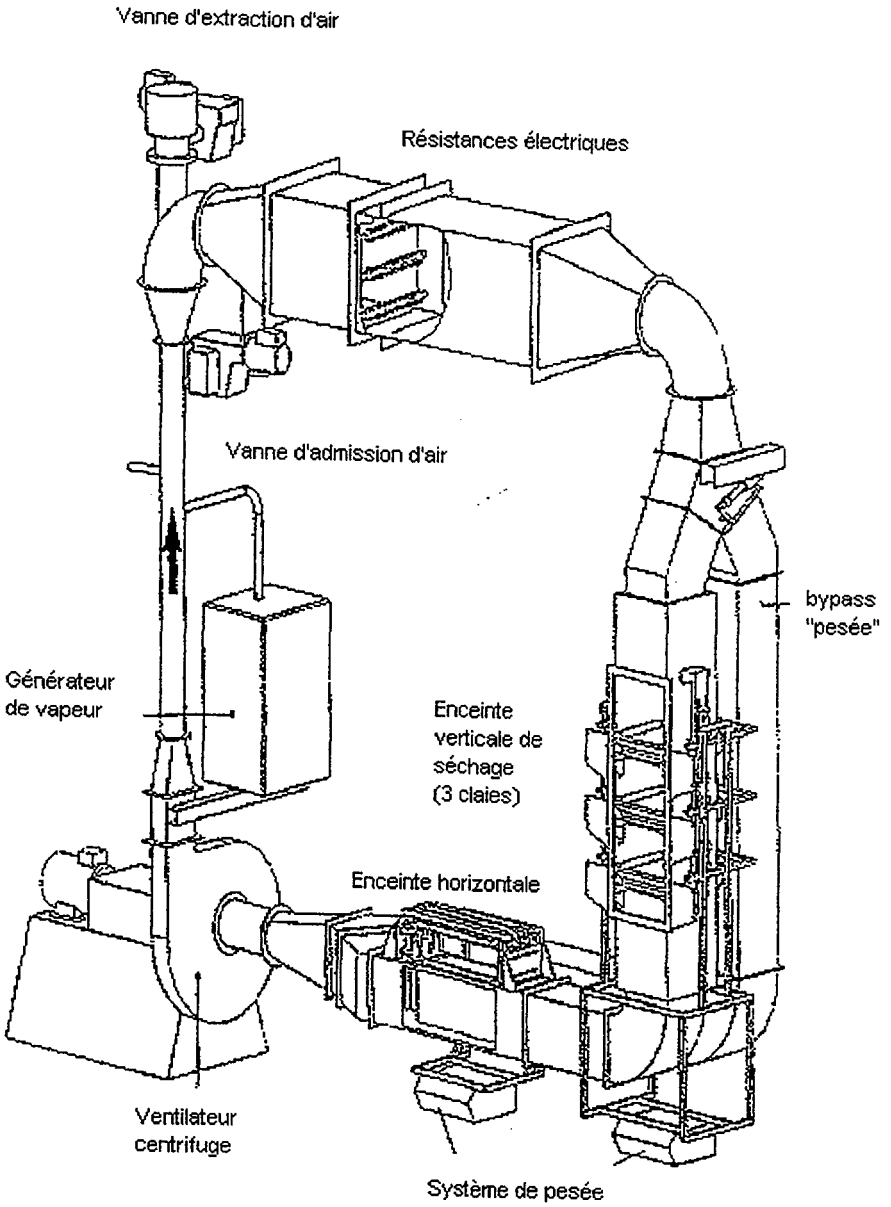
### *5-1-3 Caractéristiques techniques*

La conception et la gestion du fonctionnnement de la boucle de séchage permettent de faire varier indépendamment les trois variables caractéristiques de l'air desséchant le produit :

. la température ambiante jusqu'à 150°C,
. l'hygrométrie ambiante jusqu'à la vapeur saturée à 100°C,
. la vitesse moyenne de l'air de 0,5 m/s à 5 m/s;

La circulation de l'air est assurée par un ventilateur centrifuge, de puissance 4 kw, équipé d'un variateur électronique de vitesse.

*Figure 24 : Boucle de séchage CIRAD/CEEMAT*



Le chauffage de l'air est réalisé par une batterie de résistance électriques, de puissance 15 Kw sous 380 v, commandé par un gradateur électronique à trains d'ondes.

Le contrôle de l'hygrométrie commande soit la déshumidification par renouvellement d'air à l'aide de deux vannes papillon (extraction-admission) à positionneur électropneumatique, soit l'humidification par injection de vapeur (débit : 50 kg /heure)

Cette boucle est automatisée pour pouvoir contrôler la température, la vitesse de l'air, le poids du produit à l'aide d'un ensemble de capteurs, de vannes de controle et d'un ordinateur.

## 5-2 Conditions de séchage réalisées

Les essais préliminaires réalisés portant sur l'étude des cinétiques enzymatiques et des réactions de brunissement non enzymatiques, ont permis de déterminer trois températures de séchage :

. 50°C, température à laquelle les réactions de Maillard sont faibles ; mais où les activités enzymatiques sont importantes,
. 60°C, température intermédiaire,
. 70°C, température où les Réactions de Maillard sont importantes,
. 80°C, température de séchage pouvant illustrer des conditions maximales,

Les durées d'application, pour une température de séchage fixée, seront de 1,4 et 7 heures. L'humidité relative est fixée à 60 %, pour des dattes équilibrées au préalable, à une activité de l'eau est de 0,65.

La boucle est mise en route et les différentes consignes affichées. Un préchauffage , durant 20 à 30 minutes est réalisé, à la température choisie, avant de positionner les dattes sur les claies.

# 6- TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNEES

## 6-1 Elimination des valeurs aberrantes

*- Cas des séries de données liées*

Il s'agit des mesures de couleur et d'Aw pour lesquelles un seul lot de dattes a été réalisé (dattes entières) puis ensuite analysé avant et après traitement aux micro-ondes. Dans ce cas précis et afin d'éliminer les points aberrants, nous avons utilisé le test de GRUBB décrit dans la norme Pr NF ISO 5725-2.

*- Cas des séries de données indépendantes (non liées)*

Il s'agit des mesures d'activité enzymatique et de teneur en eau. Trois lots de cinq échantillons ont été réalisés avant et après traitement aux micro-ondes. Les valeurs aberrantes ont alors été éliminées suivant le Test du Critère de NAIR décrit par CLARKE et ROBINSON (1988).

## 6-2 Traitement des données

*- Analyse de variance*

Elles ont été réalisées à l'aide du logiciel Stagraphics version 5.
Le niveau de signification est calculé à partir de la somme des carrés des écarts permettra dans la plupart des cas de conclure sur l'effet de la variable étudiée sur la série de résultats.

*- Analyses multivatiables variées*

La comparaison des résultats concernant les teneurs en arômes et en polyphénols sera effectuée par une analyse multidimensionnelle des données en composantes principales en utilisant un programme EINSIGHT (Informatics, Inc. Seattle, WA) comme décrit par SHAW *et al.*, (1993, 1995).

*- Régression bivariée*

Les déterminations des paramètres des équations corrélatives, par calcul itératif au sens des moindres carrés avec l'algorithme de LEVENBERG-MARQUARDT, par exemple des cinétiques ou des isothermes de sorption, ont été réalisées par régression curviligne avec le programme CURVE EXPERT (Daniel HYAMS, V.1.3-1997).

# *RESULTATS*

# *DISCUSSION*

# RÉSULTATS ET DISCUSSION

## 1- CRITÈRES DE QUALITÉ DES DATTES ET PLUS PARTICULIÈREMENT DE LA VARIÉTÉ DEGLET NOUR

### 1-1 Caractéristiques morphologiques et physico-chimiques de quelques variétés de dattes de Tunisie

*** Caractéristiques morphologiques**

Les fruits ayant les dimensions les plus grandes sont ceux de la variété Menakher (4,9 cm (+-0,2) de long), Alligh (4,7 cm), Boufagous (4,6 cm). Ces dimensions, sont nettement supérieures à celles de la Deglet Nour (4,3 cm) ou à celles des principales variétés irakiennes telles que la Khiyara (4,3 cm) (MOHAMMED *et al.*, 1983).

La comparaison des poids des fruits **(Figure 25)** et de leur teneur en pulpe laisse apparaître que le poids moyen d'un fruit de la variété Deglet Nour est de l'ordre de 10 grammes. D'autres variétés présentent de ce point de vue, des caractéristiques nettement plus intéressantes , tel est le cas des variétés Trongea, Boufagous (15 g), et Ménakher (16 g). Ces valeurs sont nettement supérieures aux valeurs moyennes connues, (DOWSON et ATEN, 1963; SAWAYA *et al*, 1983). Les teneurs en pulpe, exprimées en pourcentages pondéraux (pulpe/poids du fruit), des variétés Alligh, Boufagous, Menakher sont égales voire supérieures à celles de la variété Deglet Nour, soit respectivement 92,3 %, 91,4 %, 91,3 % et 91,3 %. Ces teneurs sont toutefois inférieures à celle de la variété Medjol dont la pulpe représente 94,6 % du poids du fruit (NUSSINOVITCH, 1990) ou à celles de certaines variétés d'Arabie Saoudite qui présentent des valeurs supérieures à 94 % (SAWAYA *et al.*, 1983).

Les rapports des poids pulpe/noyau, souvent pris en considération pour parler de qualité commerciale , indiquent que la variété Alligh présente le meilleur rapport : 12 contre 10,5 pour Deglet Nour et 4,5 pour Kentichi ou Gasbi.

*** Teneurs en sucres et en amidon**

La Deglet Nour présente une teneur en sucres totaux (exprimée en pourcentage (p/p) de la matière sèche (M.S.) voisine de 70 % **(Figure 26)** comparable à celles des variétés Menakher (76 %), Alligh (74 %), Zaidi (84 %). Ces observations concernent les 51 variétés analysées par COOK et FURR, en 1953 : les teneurs en sucres totaux varient entre 68 et 85 % (p/p de la matière sèche).

Par ailleurs, les faibles teneurs en sucres totaux des variétés Ammani et Bser Alou, associées à leurs faibles teneurs en matière sèche (56,3 % et 37,6 % respectivement) indiquent qu'elles sont sujettes à des fermentations et difficilement entreposables. Ces dattes sont consommées, en général dès l'état de développement appelé "Khalaal" (avant maturation complète) et sont qualifiées de "fraîches".

***Figure 25** : Critères pondéraux permettant de comparer les poids des fruits et les teneurs en pulpe des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.*

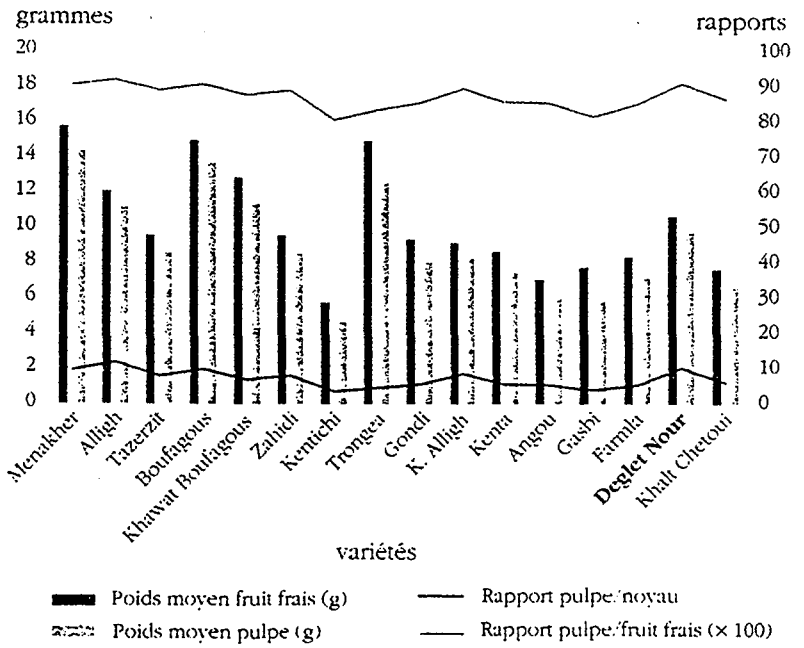
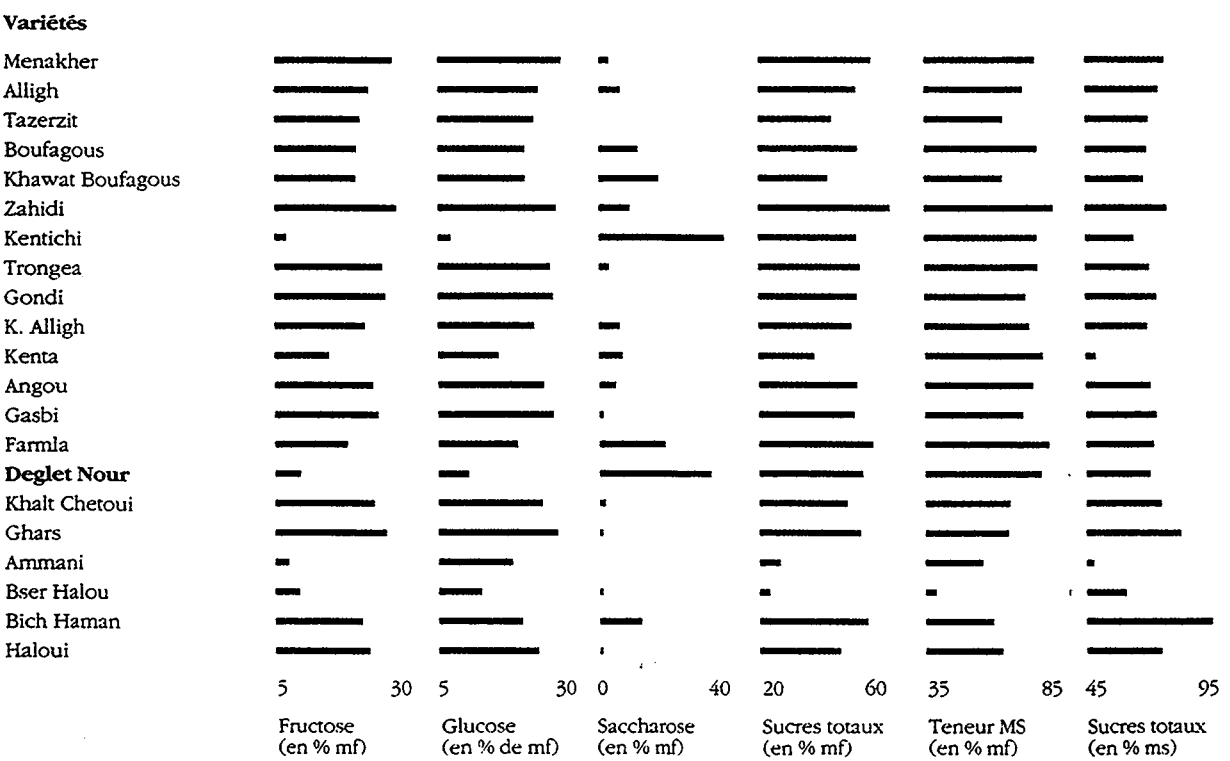



***Figure 26** : Teneurs en sucres et en matière sèche des dattes (récoltées au stade Tamar) des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie*



Seules les variétés Kentichi et Deglet Nour contiennent respectivement 40,3 et 36 % de saccharose. Les variétés Tazerzit Safra, Gondi, Gasbi, Khalt Chetoui, Ammari, Bser Halou, Halaoui ne semblent pas posséder de saccharose d'une manière significative.

Les indices de qualité (rapport sucres totaux /teneur en eau) indiquent **(Figure 27)**, que seules les variétés Kentichi et Farmla, peuvent être considérées comme **sèches** (indices supérieurs à 3,5).

Les dattes pouvant être qualifiées de **demi-molles** comprennent, outre la variété Deglet Nour, les variétés Menakher, Boufagous, Zahidi, Kenta, Angou, Trongea ; cette classification est conforme à celle de DOWSON et ATEN (1963).
La comparaison de la teneur en amidon et de l'indice de qualité pour chacune des variétés de fruits **(Figure 28)** analysées au stade de la maturité optimale (stade Tamar), permet de montrer que ces deux paramètres varient de manière inverse. Les dattes dites sèches contiennent relativement peu d'amidon (0,2 g pour 100 g de M.S) alors que les dattes considérées comme "molles" en contiennent 0,5 %.

LLOYD (1910) avait relevé qu'une faible teneur en amidon était présente dans les fruits peu de temps après la pollinisation avant de disparaître entièrement pour la plupart des cultivars, à maturité. ASHAMAMWI *et al.* (1956) a montré, quant à lui, que certaines variétés comme Samany pouvaient contenir jusqu'à 3,1 % d'amidon au stade Tamar.

**. Les acides aminés**

Les composés aminés jouent un rôle primordial dans les réactions de brunissement non enzymatiques (réactions de Maillard) qui interviennent lors de la conservation. Les teneurs en acides aminés libres ont surtout été étudiées pour les principales variétés de dattes d'Irak, 10 et 18 ont été ainsi référencés selon les variétés (AL-RAWI *et al.*, 1967), d'Egypte où 13 acides aminés semblent les plus importants (SALEM et HEGAZY, 1971). Leur évolution selon les stades de maturité de plusieurs cultivars a été étudiée principalement par BOOIJ *et al.*, 1992.

Les teneurs en acides aminés libres totaux des différentes variétés sont très hétérogènes **(Tableau 22)**, dans la mesure où il a été trouvé 105 mg/100 g pour la variété Kentichi, 82 mg/100 gr pour la variété Tazerzit Safra, 700 mg/100 g pour la variété Bser Halou, et 256 mg/100 g pour la variété Deglet Nour. Les variétés les plus riches en acides aminés totaux sont Bser Halou, Bich Aman, Menakher, Boufagous, Trongea ; variétés très connues pour avoir une couleur foncée très rapidement après la récolte.

Il est à noter que SACCANI *et al.* (1991) ont trouvé une teneur de 693 mg/100 g de matière sèche, dont 219 mg de proline, pour la variété Deglet Nour, pour une origine toutefois non indiquée, ce qui laisse penser qu'il peut y avoir de grandes différences suivant les terroirs, le mode de culture et le type d'analyse.
Pour les échantillons étudiés, la teneur en acides aminés totaux, après hydolyse complète des protéines passe à 1 597 mg soit 904 mg en provenance des protéines, pour la variété Deglet Nour.

***Figure 27** : Caractérisation des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie, à partir du calcul de leur indice de qualité "r" (r = sucres totaux/teneur en eau).*

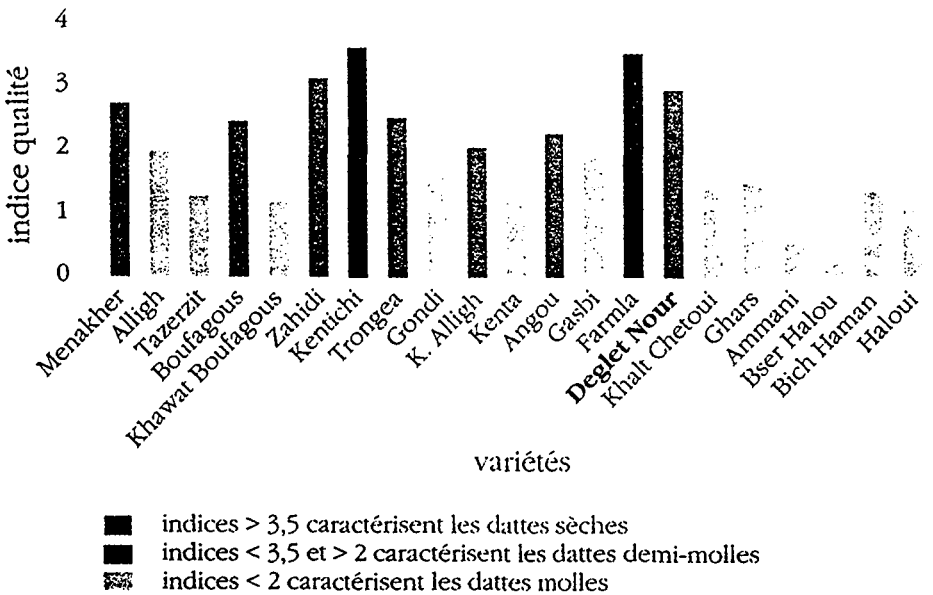



***Figure 28** : Comparaison des indices de qualité (r) et du taux d'amidon des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie (r=sucres totaux/teneur en eau)*

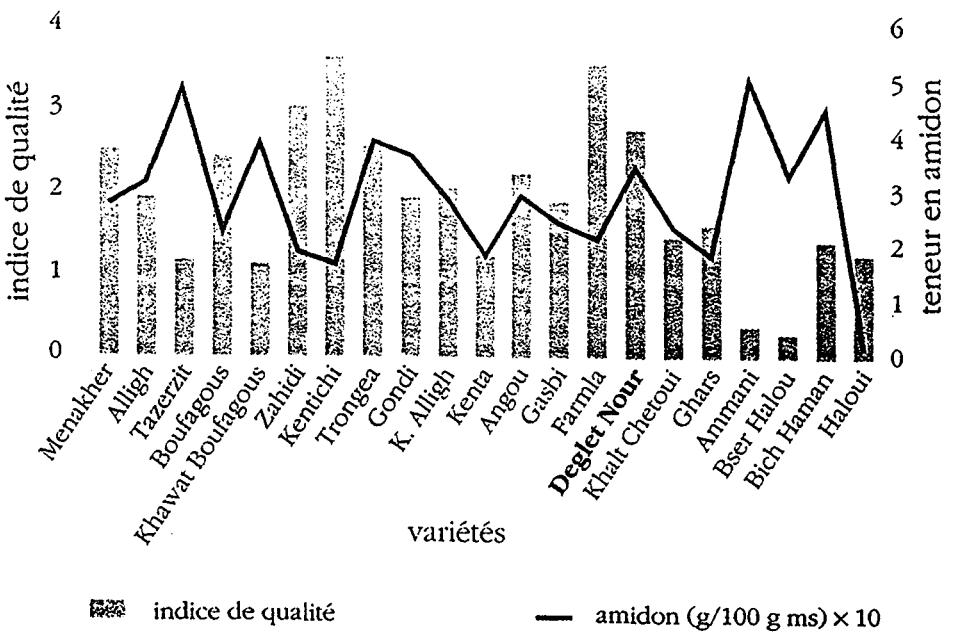


*Tableau 22 : Teneurs en acides aminés (exprimées en mg/100g de matière sèche) des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie*

| VARIETES | ASP | GLU | ASN | SER | GLY | THR | ARG | ALA | ALA | GAB | TYR | MET | VAL | PHE | ILE | LEU | LYS | TOTAL |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Menakher | 9,8 | 2,6 | 129,6 | 6,0 | 51,3 | 10,9 | 8,7 | 32,0 | 37,8 | 86,8 | 1,2 | 1,2 | 2,7 | 1,8 | 0,7 | 0,8 | 5,1 | 389,2 |
| Alligh | 5,1 | 0,6 | 4,0 | 6,9 | 30,5 | 10,2 | 7,6 | 21,1 | 23,9 | 81,7 | 1,3 | 1,4 | 2,3 | 1,8 | 0,7 | 1,0 | 4,8 | 204,8 |
| Tazerzit | 8,0 | 1,5 | 1,1 | 1,8 | 0,5 | 5,1 | 3,1 | 5,5 | 0,4 | 50,8 | 1,1 | 0,5 | 0,8 | 0,8 | 0,5 | 0,4 | 0,0 | 82,1 |
| Boufagous | 5,7 | 2,7 | 33,7 | 3,3 | 95,1 | 11,4 | 15,6 | 34,0 | 23,2 | 98,4 | 1,5 | 1,4 | 2,1 | 1,7 | 0,7 | 0,8 | 2,1 | 333,5 |
| Khawat Boufagous | 6,6 | 2,3 | 18,5 | 3,9 | 76,1 | 7,0 | 7,2 | 20,2 | 6,2 | 70,8 | 1,6 | 1,4 | 2,0 | 1,8 | 1,0 | 1,0 | 2,7 | 230,0 |
| Zahidi | 9,9 | 0,6 | 20,6 | 3,0 | 6,1 | 10,0 | 2,3 | 11,3 | 32,2 | 68,7 | 1,6 | 1,0 | 1,8 | 1,6 | 0,7 | 1,0 | 0,0 | 172,7 |
| Kentichi | 0,7 | 0,7 | 1,2 | 2,1 | 3,4 | 6,6 | 1,6 | 12,8 | 20,8 | 47,0 | 0,8 | 0,8 | 1,1 | 1,1 | 0,8 | 0,4 | 2,7 | 105,5 |
| Trongea | 14,6 | 0,6 | 44,7 | 1,7 | 26,8 | 13,2 | 21,0 | 37,9 | 20,3 | 111,5 | 2,0 | 1,5 | 3,1 | 1,6 | 1,3 | 1,3 | 6,4 | 309,3 |
| Gondi | 3,8 | 2,8 | 5,3 | 2,8 | 2,8 | 7,7 | 6,4 | 12,4 | 2,5 | 85,1 | 1,8 | 1,0 | 1,6 | 3,2 | 0,8 | 1,2 | 2,3 | 144,5 |
| K. Alligh | 4,2 | 0,8 | 7,9 | 3,1 | 14,9 | 11,0 | 7,2 | 18,8 | 17,3 | 98,5 | 1,4 | 1,7 | 2,2 | 1,3 | 0,8 | 0,8 | 4,7 | 196,5 |
| Kenta | 5,5 | 2,1 | 33,6 | 3,6 | 34,3 | 8,5 | 28,2 | 29,8 | 32,6 | 62,0 | 1,0 | 1,4 | 1,8 | 1,2 | 0,7 | 0,6 | 4,0 | 250,9 |
| Angou | 4,4 | 0,5 | 18,2 | 4,5 | 30,0 | 7,7 | 3,9 | 21,9 | 24,3 | 70,1 | 1,3 | 1,5 | 1,8 | 1,8 | 0,8 | 0,8 | 4,0 | 197,4 |
| Gasbi | 11,9 | 0,9 | 50,0 | 2,7 | 9,6 | 8,3 | 5,9 | 13,0 | 13,7 | 60,0 | 2,7 | 1,0 | 2,3 | 1,6 | 1,2 | 2,2 | 3,6 | 190,5 |
| Farmla | 2,6 | 0,9 | 11,8 | 1,6 | 19,9 | 7,5 | 4,7 | 117,7 | 18,2 | 82,7 | 0,9 | 0,5 | 1,4 | 1,2 | 0,4 | 0,5 | 2,7 | 305,2 |
| Deglet Nour | 6,3 | 2,4 | 36,0 | 1,7 | 24,5 | 11,7 | 6,1 | 38,8 | 21,9 | 87,1 | 1,9 | 1,6 | 3,4 | 4,0 | 1,0 | 1,3 | 6,8 | 256,4 |
| Khalt Chetoui | 5,7 | 1,6 | 1,4 | 5,0 | 27,4 | 8,8 | 5,0 | 15,5 | 13,9 | 80,2 | 1,3 | 0,6 | 2,0 | 1,5 | 0,5 | 0,6 | 0,0 | 170,8 |
| Ghars | 11,1 | 3,3 | 64,8 | 3,3 | 20,6 | 6,7 | 3,5 | 13,8 | 6,5 | 58,4 | 1,9 | 0,8 | 2,7 | 1,6 | 1,3 | 1,9 | 7,4 | 209,6 |
| Ammani | 8,4 | 5,4 | 39,7 | 3,2 | 103,5 | 2,5 | 27,4 | 7,7 | 9,7 | 50,5 | 1,7 | 1,4 | 2,2 | 1,5 | 0,9 | 1,4 | 6,1 | 273,0 |
| Bser Halou | 40,1 | 29,3 | 34,9 | 20,1 | 352,0 | 4,8 | 56,3 | 25,4 | 20,4 | 89,8 | 1,7 | 3,0 | 15,6 | 1,6 | 3,2 | 1,7 | 0,0 | 699,7 |
| Bich Haman | 13,7 | 5,8 | 92,4 | 3,9 | 267,9 | 7,7 | 49,1 | 26,6 | 10,4 | 80,1 | 3,5 | 2,5 | 17,3 | 6,7 | 2,1 | 2,2 | 2,5 | 594,4 |
| Haloui | 10,5 | 3,7 | 10,1 | 4,1 | 11,5 | 7,5 | 2,9 | 6,7 | 22,9 | 51,0 | 2,1 | 1,1 | 1,9 | 1,1 | 1,1 | 1,5 | 3,1 | 142,6 |

Ces teneurs influenceront l'évolution de la couleur d'une manière très sensible pour les variétés à fortes teneurs en acides aminés en provoquant un brunissement rapide durant le stockage, comme l'avaient souligné les travaux de RINDERKNECHT (1959). Nos résultats sont en accord avec ceux de cet auteur pour les teneurs en acide gamma-aminobutyrique, alanine, arginine qui présentent de fortes teneurs relatives.
La variété Kentichi présente une très faible teneur en acides aminés dénotant une bonne aptitude à la conservation et se caractérise par une coloration très claire après un stockage prolongé.

La **Figure 29** permet de comparer les teneurs en acides aminés les plus représentés des principales variétés de dattes. Les principaux acides aminés, au nombre de 7 sur les 17 identifiés, sont l'acide aspartique (Asp), arginine (Arg), alanine (Ala), l'acide gamma-aminobutyrique (Gab), la glycine (Gly), la thréonine (Thr), l'asparagine (Asn), cette dernière est très caractéristique de la variété Ménakher.

Ces mêmes acides aminés ont été signalés, comme étant les plus importants, dans l'étude réalisée par AL-RAWI *et al.* (1967) pour les principales dattes irakiennes. Les variétés Bser Halou et Bitch Aman contiennent de fortes teneurs en glutamine (Gln). Cet acide aminé est caractéristique des dattes en provenance du Soudan (NOUR and MAGBOUL, 1985). La teneur en proline libre est elle de 19 mg/100 g MS et de 141mg/100g MS après hydrolyse totale, pour la Deglet Nour, acide aminé qui pourrait être un indicateur du stress hydrique du palmier.

**. Les éléments minéraux**

Les dattes contiennent beaucoup de potassium. Les autres éléments minéraux peuvent contribuer à la caractérisation d'une origine géographique: BOOIJ et *al.*, 1992 ; HAAS et BLISS (1935) avaient classé les principaux éléments minéraux de la datte, en 3 groupes, compte tenu de leurs teneurs moyennes en potassium (0,6 % pour 100g MS) ; calcium (0,05 %), magnésium (0,04 %), phosphore (0,045 %) ; les teneurs en fer, cuivre et manganèse sont respectivement de 60, 20, 10 ppm respectivement.

Cette classification est repartie dans le **Tableau 23**. Les variétés K.Alligh et Farmla présentent toutefois des teneurs plus élevées en potassium de l'ordre de 0,85 %.

Les variétés Khawat Boufagous, Bidh Haman, Khalt Chetoui présentent de faibles teneurs en calcium (0,02 %) alors que Tazerzit en contient 0,1 %. Par ailleurs, la teneur en sodium semble très caractéristique de la variété "Ghars".

**. pH, malate et citrate**

Pour la Deglet Nour, une corrélation semble exister entre le pH (qui doit tendre vers la neutralité) et la qualité commerciale (RYGG, 1948), les pH les plus communs se situent entre 5,3 et 6,3.
C'est le cas des variétés considérées, à l'exception de la Bser Halou qui présente un pH de 4 .

*Figure 29 : Comparaison des teneurs en acides aminés pour les principales variétes de dattes*

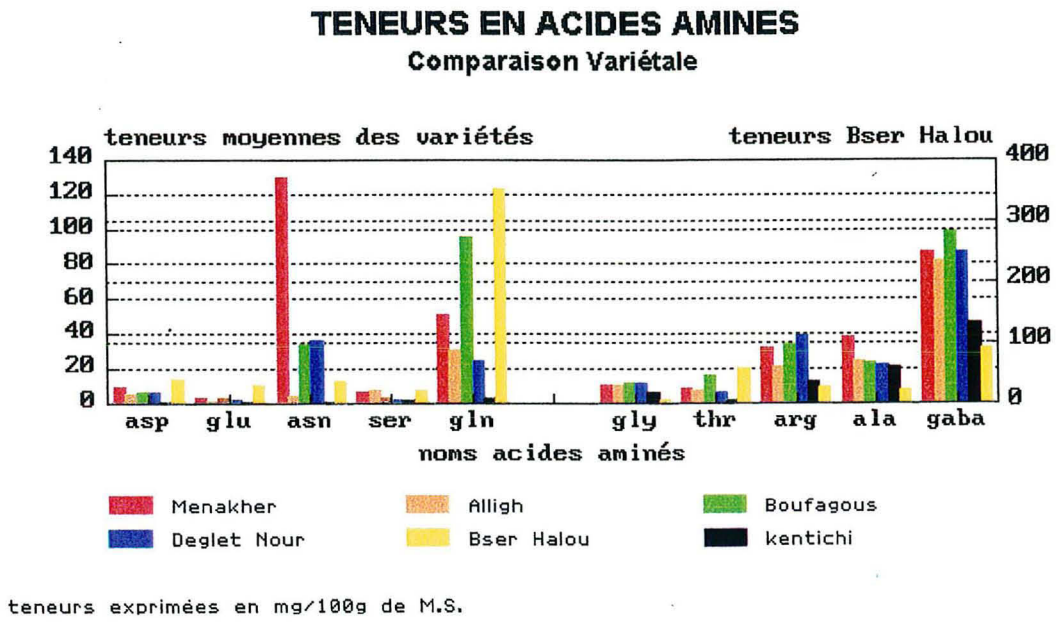



*Tableau 23 : Composition minérale des principales variétés de dattes cultivées dans le sud de la Tunisie (% ou ppm M.S.)*

| VARIETES | P | K | Ca | Mg | Na | Fe | Cu | Mn | Zn | Cend |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | % | % | % | % | ppm | ppm | ppm | ppm | ppm | % |
| Menakher | 0,056 | 0,533 | 0,053 | 0,058 | 37,5 | 5,9 | 2,7 | 0 | 3,2 | 1,38 |
| Alligh | 0,045 | 0,737 | 0,052 | 0,039 | 8,8 | 3,1 | 2,0 | 0,9 | 2,8 | 1,73 |
| Tazerzit | 0,036 | 0,635 | 0,101 | 0,043 | 30,0 | 7,4 | 0,9 | 10,0 | 1,0 | 1,72 |
| Boufagous | 0,059 | 0,724 | 0,068 | 0,069 | 20,0 | 9,6 | 3,4 | 0,8 | 4,6 | 1,80 |
| Khawat Boufagous | 0,048 | 0,717 | 0,021 | 0,030 | 22,5 | 2,4 | 0,9 | 0,9 | 1,5 | 2,04 |
| Zahidi | 0,052 | 0,759 | 0,050 | 0,044 | 17,5 | 8,3 | 2,9 | 1,9 | 4,1 | 1,81 |
| Kentichi | 0,061 | 0,691 | 0,072 | 0,069 | 10,0 | 5,1 | 3,9 | 7,4 | 1,7 | 1,74 |
| Trongea | 0,045 | 0,650 | 0,084 | 0,073 | 12,5 | 8,6 | 4,1 | 2,7 | 2,8 | 1,78 |
| Gondi | 0,058 | 0,755 | 0,046 | 0,046 | 7,5 | 4,2 | 1,7 | 1,3 | 1,5 | 1,84 |
| K. Alligh | | 0,058 | 0,856 | 0,076 | 0,054 | 12,5 | 9,6 | 2,0 | 2,8 | 4,1 |
| | | | | | | | | | | 2,04 |
| Kenta | 0,039 | 0,657 | 0,061 | 0,056 | 13,5 | 5,3 | 1,2 | 3,2 | 3,4 | 1,69 |
| Angou | 0,053 | 0,560 | 0,096 | 0,068 | 8,7 | 8,3 | 3,4 | 2,2 | 2,9 | 1,65 |
| Gasbi | 0,054 | 0,781 | 0,061 | 0,066 | 8,7 | 10,6 | 3,3 | 1,1 | 3,3 | 1,93 |
| Farmla | 0,057 | 0,878 | 0,087 | 0,061 | 18,7 | 10,4 | 2,1 | 8,5 | 3,4 | 2,17 |
| Deglet Nour | 0,055 | 0,639 | 0,049 | 0,054 | 17,5 | 7,8 | 2,3 | 1,4 | 2,8 | 1,61 |
| Khalt Chetoui | 0,036 | 0,502 | 0,027 | 0,032 | 7,5 | 5,1 | 2,3 | 0 | 2,0 | 1,30 |
| Ghars | 0,035 | 0,559 | 0,035 | 0,036 | 49,5 | 5,7 | 1,9 | 0 | 3,5 | 1,27 |
| Ammani | 0,054 | 0,621 | 0,091 | 0,082 | 10,0 | 6,1 | 2,8 | 2,4 | 3,4 | 1,70 |
| Bser Halou | 0,051 | 0,547 | 0,047 | 0,039 | 11,3 | 4,7 | 1,7 | 0,2 | 3,0 | 1,33 |
| Bich Haman | 0,044 | 0,437 | 0,025 | 0,035 | 6,3 | 6,3 | 1,5 | 0,6 | 3,5 | 1,10 |
| Haloui | 0,038 | 0,593 | 0,035 | 0,037 | 4,3 | 4,3 | 1,9 | 0,7 | 3,9 | 1,37 |

Les acides organiques tels que les acides citrique, malique (VANDERCOOK *et al.*, 1980) présents dans les dattes fraîches et contribuent à leur saveur. Ils ont une teneur non négligeable (74 mg/100 g de MS pour l'acide malique ) durant les phases de maturation des dattes mais qui diminue considérablement au stade Tamar (BARREVELD, 1993). Si les teneurs en citrate **(Figure 30)** sont très voisines pour toutes les variétés considérées, avec moins de 50 mg/100 g à l'exception de la variété Zahidi (80 mg/100 g), il n'en est pas de même pour les teneurs en malate.

En effet, les variétés de dattes dites "sèches", telles que la Kentichi et la Farmla ont des concentrations exceptionnellement élevées en malate : plus de 150 mg/100 g M.F. alors que les variétés dites "molles" Boufagous, Kenta, Bser Halou présentent quant à elles des teneurs en malate pratiquement nulles.

**1-2 Caractérisation des principaux composés aromatiques des 3 principales variétés de dattes (Deglet Nour, Kentichi, Alligh)**

Les principales études portant sur les qualités de la datte et leur maintien au cours des traitements technologiques et de la conservation ont été revues par VANDECOOK, (1980). Elles portent essentiellement sur l'évolution des sucres et des enzymes endogènes. Par ailleurs, d'après ce même auteur , la flaveur de la datte, serait rattachée aux quantités relatives de sucres et éventuellement aux teneurs en polyphénols . Les travaux sur l'évolution de la flaveur des dattes, ont porté jusqu'à présent sur l'évolution des teneurs en sucres et polyphénols, les réactions de brunissement, les modifications de texture qui interviennent durant la maturation (HASEGAWA et *al.*, 1972; MAIER et SCHILLER, 1959; PAREEK, 1990; VERNIN et MEGGER, 1981). Seuls NORMAN et FOUSE (1977) ont suggéré que la teneur en acetaldéhyde pouvait servir de critère de mauvaise conservation pour la qualité de la datte.

La mise au point de nouveaux procédés de traitement comme la technique de désinfestation, basée sur l'utilisation de la chaleur, impliquait de mieux cerner les principaux constituants des principales variétés de dattes.

JADDOU *et al.*, 1984, ont étudié les arômes volatils de dattes de la variété Zahdi (Irak) après extraction basée sur la condensation du distillat par le froid, ce qui leur a permis d'identifier environ 27 composés de base, et 11 acides organiques.

Dans notre travail (REYNES *et al*, 1996) , l'identification des composés a été réalisée sur les trois variétés principales de Tunisie, de qualités très différentes ( variété Kentichi "sèche", variété Alligh "molle", variété Deglet Nour" demi molle"). Le rapprochement des possibles contributions de chacun des composés spécifiques ainsi isolés à l'arôme de datte a été étudié en vue de cerner l'importance relative des composés majeurs à préserver durant les traitements technologiques.

Les résultats de l'analyse CG-SM ont permis d'identifier 36 composés dans les variétés Kentichi et Deglet Nour, 35 chez la variété Alligh, présentés dans le **Tableau 24**.

*Figure 30 : Comparaison entre le pH et les teneurs en acides (citrate et malate)*

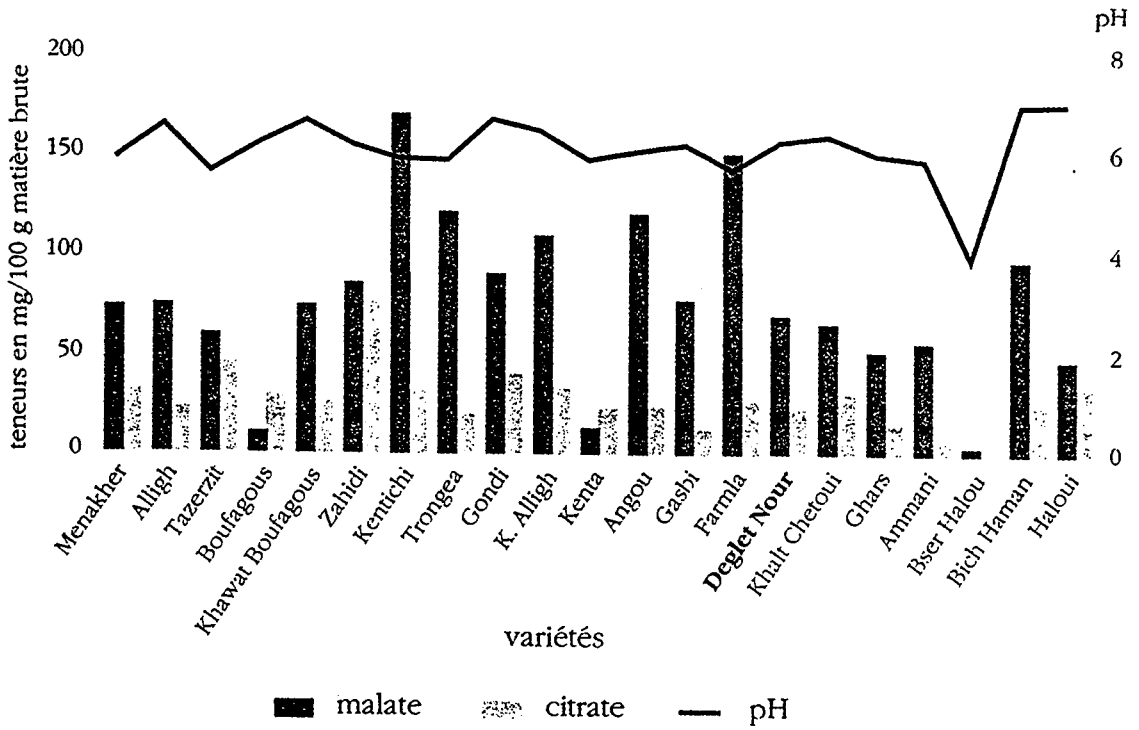


***Tableau 24 :*** *Composés identifiés par CG-SM après extraction au pentane de trois variétés de (Alligh, Daglet Nour, Kentichi) , REYNES et al,( 1996)*

| | | variétés considérées | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Composés[a] | RT | Alligh | Deglet Nour | Kentichi | caractéristiques sensorielles[b] |
| 2-Pentanone | 10.4 | + | – | + | |
| Hexanal[c] | 14.1 | + | + | + | |
| Heptanal[c] | 17.5 | + | + | + | sucré,amande,noix |
| 3-Methyl-1-butanol | 18.2 | + | + | + | fruité,vineux |
| 2-Hexenal | 18.5 | + | + | + | |
| 1-Pentanol[c] | 19.5 | + | + | + | |
| 2-Octanone | 20.4 | + | + | + | |
| Octanal[c] | 20.6 | + | + | + | orange,miel,gras |
| 2-Heptenal | 21.5 | + | + | + | |
| 6-Methyl-5-hepten-2-one | 21.9 | + | + | + | |
| 1-Hexanol | 22.3 | + | + | + | arôme passé, |
| 2-Nonanone[c] | 23.2 | + | + | + | |
| Nonanal[c] | 23.3 | + | + | + | note grasse agréable |
| 2-Octenal | 24.3 | + | + | + | |
| 1-Octen-3-ol | 24.6 | + | + | + | |
| 1-Heptanol | 24.8 | + | + | + | gout vineux &noisette |
| 6-Methyl-5-hepten-2-ol | 25.0 | + | + | + | |
| 2,4-Heptadienal | 25.8 | + | + | + | |
| Decanal | 25.9 | + | + | + | cireuse douce, peau d'orange |
| 2-Nonenal | 26.8 | + | + | + | cireux, légèrement vert |
| Linalool | 26.9 | + | + | + | crémeux, floral |
| 1-Octanol[c] | 27.2 | + | + | + | cireux,huileux, fruité- doux |
| 6-Methyl-3,5-heptadien- 2-one | 28.2 | + | + | + | coco, huile noix doux |
| iso-Cyclocitral | 28.9 | + | + | + | |
| 2-Decenal | 29.3 | + | + | + | cireux à note d' orange |
| Nonanol | 29.5 | + | – | + | huileux, floral, plutot gras |
| Neral | 30.1 | + | + | + | |
| alpha-Terpineol | 30.4 | + | + | + | |
| 2,4-Nonadienal | 30.5 | + | – | + | butyreux, huileux, à note verte |
| 2-Undecanol | 30.7 | + | – | + | huileux, fruité |
| Geranial | 31.1 | + | + | + | |
| Carvone | 31.4 | + | + | + | chaud ,épicé, note de pain |
| Nerol | 32.4 | + | + | + | doux,fruité, gout de rose |
| 2,4-Decadienal | 32.8 | + | + | + | |
| B-Ionone | 35.4 | + | – | + | doux, odeur boisée, |
| 4-Methoxy-benzaldehyde | 37.9 | – | – | + | |

[a] *Identifié par comparaison entre les résultats de spectrométrie de masse et les temps de rétention d'étalons internes par chromatographie en phase gazeuse.*
[b] *selon ARCTANDER, 1969.*
[c] *trouvé aussi dans les dattes Zadhi par JADDOU, 1984.*

Les principales différences entre nos résultats et ceux de JADDOU *et al.*, (1984) **(Tableau 25)** portent sur l'identification dans notre travail de quatre aldéhydes sur cinq, un alcool sur cinq. Nous n'avons pas retrouvé aucun des huit hydrocarbures, pas plus que les trois phénols. Nous avons plus particulièrement identifié des aldéhydes, des cétones, des alcools à chaines courtes ($C_5$-$C_9$), qui peuvent être caractéristiques des variétés.

La plupart des composés volatils identifiés dans notre étude possèdent des flaveurs caractéristiques **(Tableau 24)** (ARCTANDER, 1969; BELITZ and GROSH, 1987; SHAW,1991). L'arôme de datte apparaît comme la résultante des flaveurs propres à ces composés plutôt qu'à la flaveur d'un composé particulier.

***Tableau 25** :Composés volatils identifiés par H. JADDOU et al., 1984*

Retention time of the non-acid fraction of Zahdi date flavour volatiles on two different chromatographic columns : Retention time in minutes.

| Peak[2] N° | Compounds | 5 % FFAP | | 3 % OV-17 | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Date Sample | Authentic Sample | Date Sample | Authentic Sample |
| | Hydrocarbons, Normal | | | | |
| 2 | n-Hexane | 0.50 | 0.50 | (1) | (1) |
| 3 | n-Heptane | 0.75 | 0.75 | (1) | (1) |
| | n-Decane | (1) | (1) | 2.30 | 2.40 |
| 15 | n-Tridecane | 12.10 | 12.10 | 10.90 | 10.90 |
| 30 | n-Hexadecane | 22.30 | 22.30 | 18.70 | 18.80 |
| 39 | n-Heptadecane | ·27.50 | 27.70 | 21.10 | 21.20 |
| | Hydrocarbons, Unsaturated | | | | |
| 13 | Dodecene-1 | 10.30 | 10.30 | 8.30 | 8.30 |
| 16 | Tridecene-1 | 13.10 | 13.10 | 11.00 | 11.00 |
| | Aldehydes | | | | |
| | Butanal | (1) | (1) | 1.80 | 1.80 |
| 7 | Hexanal | 4.30 | 4.30 | 2.80 | 2.80 |
| 9 | Heptanal | 7.40 | 7.50 | 2.90 | 2.90 |
| 14 | Octanal | 11.00 | 11.00 | 5.10 | 5.10 |
| 17 | Nonanal | 14.10 | 14.10 | 8.00 | 8.00 |
| | Alcohols | | | | |
| 8 | 3-Pentanol | 5.70 | 5.70 | (1) | (1) |
| 12 | 1-Pentanol | 10.10 | 10.10 | (1) | (1) |
| 24 | 1-Octanol | 19.40 | 19.40 | 6.80 | 6.80 |
| 36 | 1-Undecanol | 26.20 | 26.20 | 15.50 | 15.50 |
| 40 | 1-Dodecanol | 28.20 | 28.20 | 18.00 | 18.00 |
| | Ketones | | | | |
| 19 | 2-Nonanone | 14.50 | 14.60 | 7.70 | 7.70 |
| 23 | 2-Decanone | 17.50 | 17.50 | 10.70 | 10.70 |
| 26 | 2-Undecanone | 20.40 | 20.40 | 13.50 | 13.40 |
| 34 | n-Tridecanone | 25.10 | 25.10 | 18.50 | 18.60 |
| 51 | 2-Heptadecanone | 33.60 | 33.60 | 27.50 | 27.50 |
| 57 | 2-Nonadecanone | 37.60 | 37.60 | 31.60 | 31.60 |
| | Phenols | | | | |
| 41 | 2-Isopropylphenol | 29.10 | 29.10 | 24.30 | 24.40 |
| 42 | O-Cresol | 29.50 | 29.45 | 8.10 | 8.10 |
| 43 | m-Cresol | 30.30 | 30.00 | 8.50 | 8.50 |

(1) Retention time coincided with the solvent peak.
(2) Numbered as in Figure (1) on 5 % FFAP column only.

Nous noterons que NORMAN et FOUSE, 1977, ont montré que l'acétaldéhyde devenait le principal composé volatil des dattes après une longue conservation, et que sa teneur augmentait cependant que le brunissement se développait après environ 5 mois de stockage, sans pour autant relier ces deux phénomènes dont les origines ne semblent pas comparables.

En complément au travail d'identification des constituants volatils, en vue de différencier les variétés, la technique d'analyse des composés en composantes principales (A.C.P.) a été utilisée, dans la mesure où cette technique a déjà fait ses preuves par ailleurs (SHAW *et al.*, 1993, 1995 ; MUROTA, 1993 ; ROBERTS et BERTSCH, 1987).

La comparaison par analyse multidimensionnelle des concentrations en composés volatils, réalisée avec un logiciel Einsiegt a permis d'établir une typologie des 3 variétés considérées en se basant sur 11 composants principaux **(Tableau 26)**.

***Tableau 26** : Principaux composants aromatiques pris pour référence pour l'analyse multi variable*

| Constituants | Temps de rétention (min) | Constituants | Temps de rétention (min) |
|---|---|---|---|
| . 2 Pentanone | 9,4 | .1-hexanol | 20,9 |
| . hexanal | 12,5 | . nonanal | 21,9 |
| . 3-méthyl-1-butanol | 16,8 | . 1-heptanol | 23,5 |
| . 1-pentanol | 18,0 | . décanal | 24,6 |
| . Octanal | 18,9 | . Octanol | 26,0 |
| . 6-méthyl-5-heptenène -2-one | 20,4 | | |

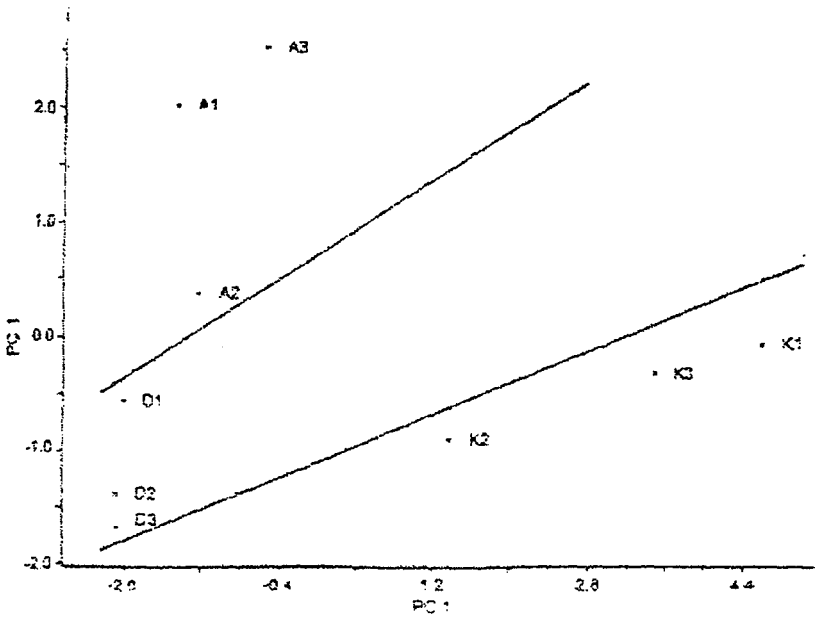
Les résultats obtenus après analyse bi et tridimensionnelle sont reportés **Figure 31**.

Les trois variétés considérées **à l'état naturel** récoltées au stade Tamar, peuvent être séparées sur la base d'une analyse en composantes principales. En effet, les 2 principaux axes, PC1 et PC2 représentent 78 % de la variance cumulée. Avec la prise en compte de l'axe 3, nous atteignons 89 % de la variance cumulée.

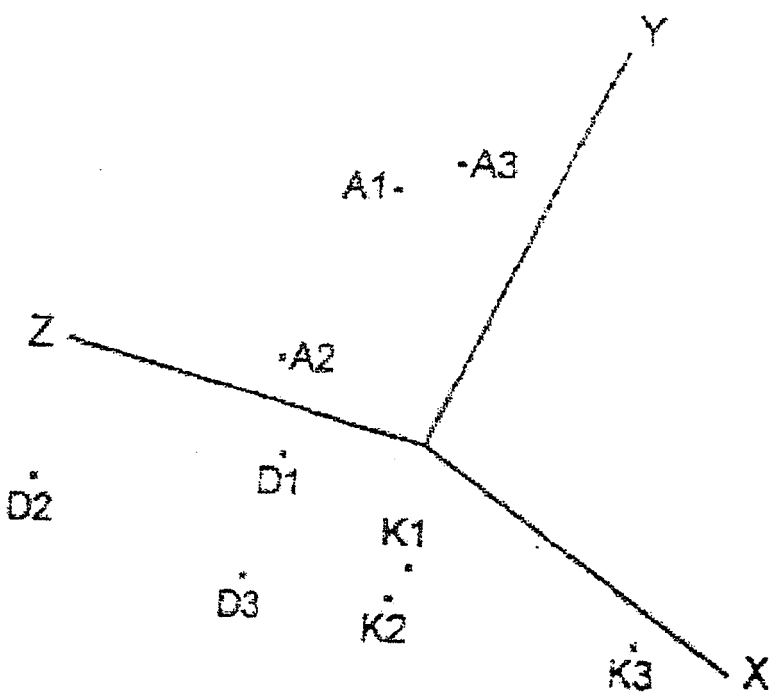
Ces résultats peuvent conduire à contribuer à évaluer les effets de certaines technologies sur la qualité des dattes, et vont nous permettre d'évaluer les conséquences éventuelles de la technologie basée sur un choc thermique obtenu par la technique micro-ondes.

***Figure 31 :*** *Résultats de l'étude en composantes principales, au niveau aromatique , en deux dimensions (a) et trois dimensions (b)*

*a*




*b*



## 2- DESINSECTISATION DES DATTES PAR LE BROMURE DE METHYLE

Les principaux critères de qualité ont été évalués pour des dattes ayant subi différents traitements, au stade Tamar, qui sont les suivants :

. dattes bromurées, en usine de conditionnement
. dattes bromurées et traitées au micro-ondes
. dattes naturelles, non bromurées
. dattes traitées aux micro-ondes (2 minutes à 65°C)

### 2-1 Influence du traitement sur les critères physico-chimiques

* *Les résultats obtenus* sur les dattes de variété Deglet Nour **(Figure 32)** corroborent ceux de HASSOUNA *et al.* (1994) : il n'y a pas de variations des teneurs en saccharose, sucres réducteurs et pH, en fonction du traitement, ou non, avec le bromure de méthyle (la dose utilisée est de 80 g/m$^3$ de dattes).

.La teneur en azote total (mesurée par la méthode Dumas) passe de 0,45 g/100 g (MS) pour les dattes non fumigées à 0,34 g/100 g (MS) pour les dattes bromurées. Cela peut s'expliquer à la fois par l'accroissement de la matière sèche liée à des réactions de méthylation de groupements $NH_2$, NH, OH, et par la rétention d'une petite quantité de Br $CH_3$ dissout. La perte en eau est négligeable.

.Au niveau de l'acidité, il a été constaté une diminution, après fumigation, du nombre de milli équivalents pour 100 g de matière sèche à savoir le passage en moyenne de 4,1 à 3,29 meq $H^+$ qui pourrait s'expliquer par la formation d'esters méthylés, le pH restant voisin de 5,8 .
.Par ailleurs, il a été noté au niveau physiologique, que la fumigation par bromure de méthyle, réduit l'émission de $CO_2$ à 1,52 ml /h/kg contre 3,96 ml/h/kg pour le témoin alors que le traitement au micro-ondes le réduit à 0,5 ml/h/kg, qui dénature le processus respiratoire. Ce dernier point est très important pour aborder les aspects de la conservation: limitation des vapeurs d'eau issues de la respiration. Rappelons que le pic climactérique s'effectue 2 mois environ avant le stade tamar (maturité).

### 2-2 Influence du traitement au niveau des acides aminés

Les aminogrammes ont été réalisés pour évaluer l'ampleur des réactions de ces composés avec le bromure de méthyle, et l'évolution éventuelle en fonction des traitements micro-ondes et sont reportés dans la **Figure 33**.

*Figure 32 : Effet des traitements de désinfestation sur les critères physico-chimiques des dattes*

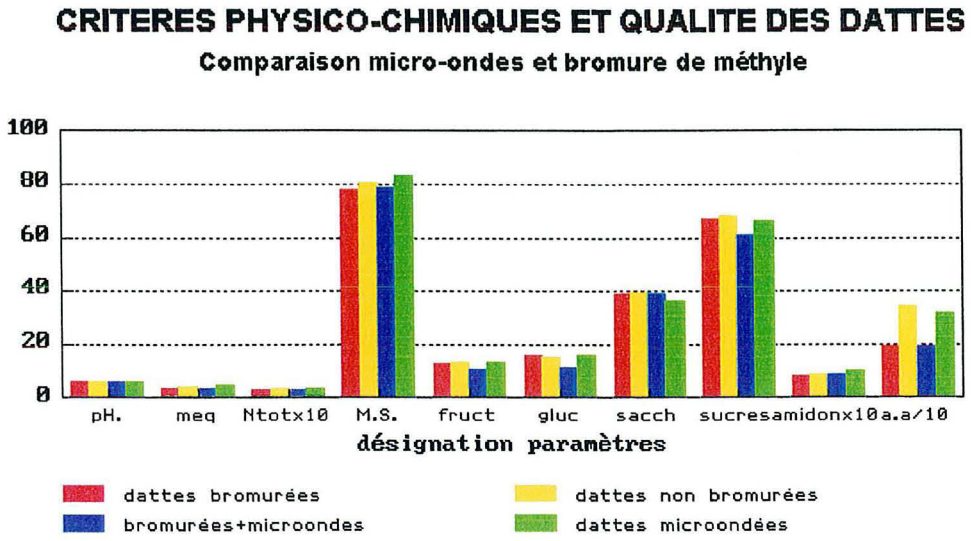
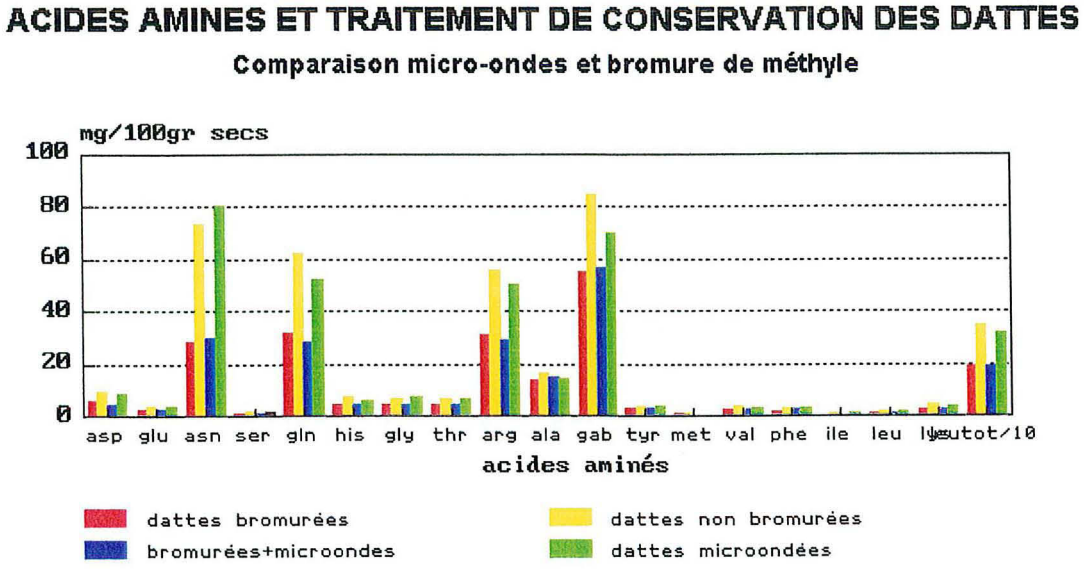



*Figure 33 : Effet des traitements de désinfestation sur les teneurs en acides aminés*




dattes Deglet Nour Tunisie(95)

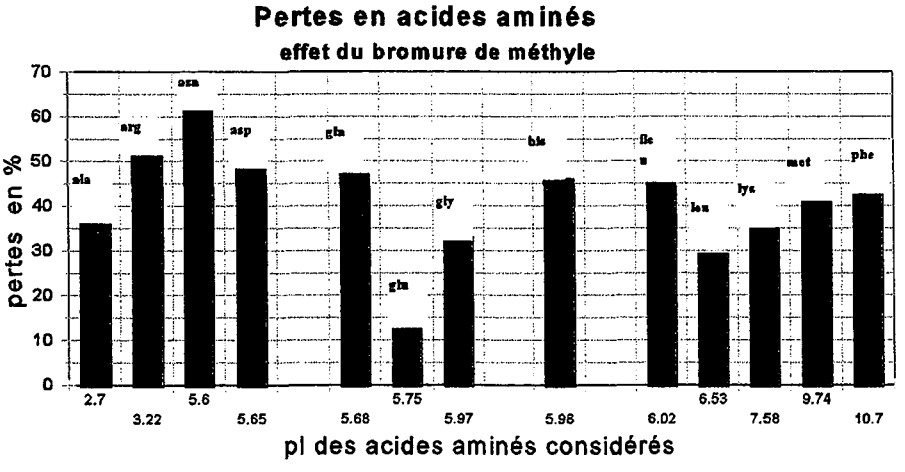
Il apparaît un abaissement significatif de la teneur globale en acides aminés libres, dû au traitement par le bromure, qui se traduit par une concentration de 193,8 mg/100 g de matière sèche pour l'échantillon "dattes bromurées " et de 191,4 mg dans le lot "dattes bromurées et micro-ondées" contre 345,3 mg pour l'échantillon de dattes naturelles et 317,2 mg pour les dattes traitées au micro-ondes uniquement. Environ 50% de la teneur en acide aminé semble être méthylé, ce qui se entraîne une diminution significative de la concentration des acides aminés libres. Notons que les principaux acides aminés libres qui subissent une diminution de concentration sont l'asparagine, la glutamine, l'arginine, l'acide gamma aminobutyrique. Notons que la teneur en proline libre est de 24 mg contre 19 mg/100 g MS pour les dattes non bromurées.

Il n'y a pas de différence entre les dattes naturelles et les dattes traitées aux micro-ondes.Les dattes fumigées et celles fumigées et traitées aux micro-ondes présentent des caractéristiques similaires à celles des dattes traitées uniquement au bromure de méthyle.

D'après nos résultats, la bromuration affecte l'aminogramme des dattes, résultats différents de ceux de HASSOUNA et *al.* (1984), qui concluent qu'une fumigation au bromure n'exerce qu'un effet négligeable sur la teneur globale en acides aminés. Ils remarquent cependant des variations très importantes des teneurs en acide glutamique (de 139 à 186 mg/100 g), proline, méthionine, et lysine. Ces mêmes auteurs admettaient une méthylation au niveau de la lysine et de la méthionine, comme l'avaient suggéré BRIDGES (1955) et BOND (1990) après des études sur les noix. Dans la datte, ces acides aminés sont en très faibles concentrations (respectivement 4,4 et 0,8 mg /100 g MS ) , par rapport à celles des autres acides aminés cités.

La différence entre ces résultats peut être imputée à la forte aération qui a accompagné durant 1 à 5 jours la fumigation de 700 kg (1 $m^3$) de dattes durant 2 heures (à raison de 80 $gr/m^3$ de bromure de méthyle, à 25 °C, comme dans l'industrie). Cette aération est rarement pratiquée dans les usines dans lesquelles nous avons recueilli nos échantillons. Il a été tenté de corréler ces pertes **(Figure 34)** avec les pI des différents acides aminés (Tableau 10). Les acides ayant des teneurs de l'ordre du mg n'ont pas été considérés.

***Figure 34** : Perte des acides aminés (en %) en fonction de leur pI*

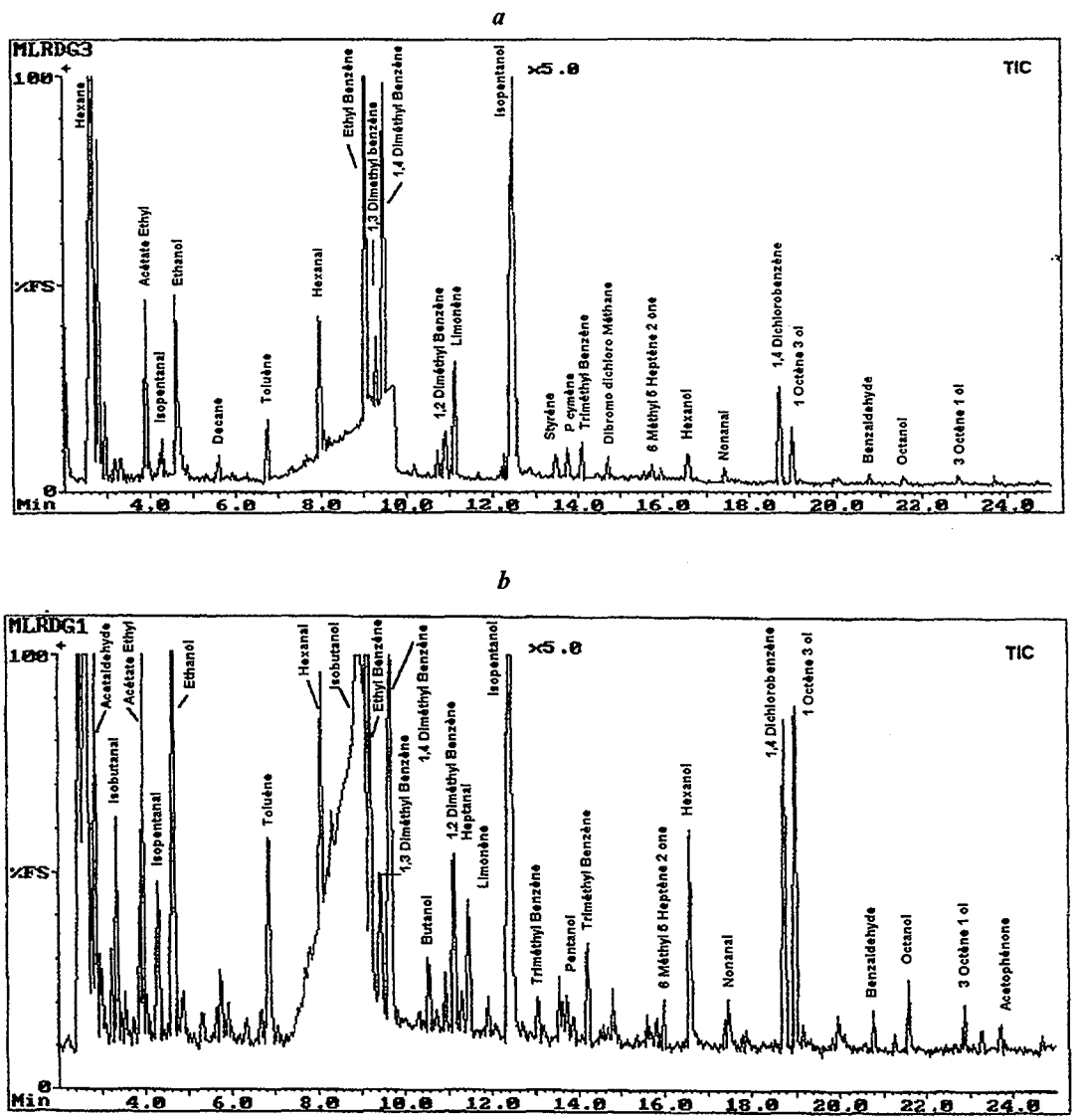


La formation de dérivés méthylés qui ont été observés et l'accumulation de dérivés N-méthylés d'acides aminés dans les produits traités devrait être un point d'interrogation sur l'inocuité de ce type de traitement.

## 2-3 Influence de la fumigation sur les constituants de l'arôme

On peut constater **(Figure 35)** que la fumigation au bromure de méthyle liée à l'utilisation du vide, modifie les teneurs en constituants aromatiques des dattes naturelles : essentiellement l'isobutanal, l'iso pentanal, l'isobutanol, le butanol, l'isopropanol, le pentanol voient leurs teneurs modifiées.
Nous avons mis en évidence la présence de dibromo dichloro méthane, de triméthyl benzène, de styrène. Ces deux derniers constituants peuvent avoir cependant une origine liée à des impuretés du fumigant, ou autres (bachage,etc..).

***Figure 35** : Chromatogramme d'arôme de dattes, non traitées par micro-ondes, bromurées (a) ou non (b)*



## 3- TRAITEMENT DE DÉSINSECTISATION PAR MICRO-ONDES

### 3-1 Caractérisation diélectrique des dattes

La détermination des caractéristiques de permittivité et de pertes diélectriques a été réalisée sur un volume de pulpe de dattes de l'ordre de 404 mg et pour une plage de températures s'étendant de la température ambiante à 90°C.

Les déterminations ont porté sur un cycle à températures croissantes suivi d'un cycle à températures décroissantes pendant une durée de 1000 secondes; la perte de poids de l'échantillon a été inférieure à 11 mg (soit 2,7 %), ce qui permet d'affirmer qu'il n'y a pas eu de détérioration du produit. Les graphes obtenus avec l'aide du CNRS de Thiais (Mr DELMOTTE) reportés sur les **Figures 36 et 37** représentent l'évolution de ces caractéristiques diélectriques, en fonction du temps, et en fonction de la température.

La constante diélectrique (ε') varie de 4,4 à 3,9 **(Figure 36)** au cours d'un cycle de 1000 secondes, la température des dattes est portée progressivement à 90°C puis ramenée à température ambiante. Cette diminution peut être attribuée à la perte d'eau (11 mg) dûe à la montée en température jusqu'à 90°C et lors du retour à la température ambiante. La teneur en eau de la datte (poids moyen de 4 g) étant de l'ordre de 20 %, soit 80 mg, la diminution de la permittivité traduit bien cette perte en eau.

La variation de 0,84 à 0,6 de la constante de pertes ε" **(Figure 37)** confirme cette observation. Par ailleurs, pour les dattes communes, les différentes valeurs de ε' et ε" (moyennes de 9 déterminations) mesurées à 25°C sont respectivement de 10,36 ($\sigma$ =1,72) et 4,88 ($\sigma$ = 1,35). Les grandeurs mentionnées passent à 9,93 ($\sigma$= 3.94) et 3,71 ($\sigma$ =2,37) à 55°C. Cette évolution confirment que les valeurs de constantes diélectriques du matériau sont bien adaptées à un traitement micro-ondes.

Rappelons que ε' représente l'affaiblissement du champ électrique ainsi que la réduction de la vitesse de propagation des ondes électromagnétiques au sein du produit tandis que ε'' renseigne sur la densité de puissance convertie en chaleur. Ces deux grandeurs physiques ont des comportements en fonction de la température bien particuliers. La permittivité croit en général avec la température et la constante de pertes présente un maximum. L'eau fait exception à la règle : les deux caractéristiques diélectriques manifestent une décroissance avec la température dans la plage habituelle des températures.

Dans le cas de la datte, la conclusion la plus importante, tient à la coïncidence de la croissance monotone de la permittivité (ε'), et de la décroissance monotone de la constante de pertes (ε''), en fonction de la température, à la montée en température, comme lors du retour à température ambiante.

Ces deux observations montrent que le phénomène de relaxation reste prédominant, même avec une quantité d'eau légèrement diminuée et que la structure de la datte est sauvegardée. Compte tenu de l'ensemble de ces observations, il peut être admis que les dattes absorbent et réagissent bien aux micro-ondes.

***Figure 36 :*** *Evolution de la permitivité (ε') avec la température sur un cycle de 1200 secondes et une plage de température de 20 à 90°C*

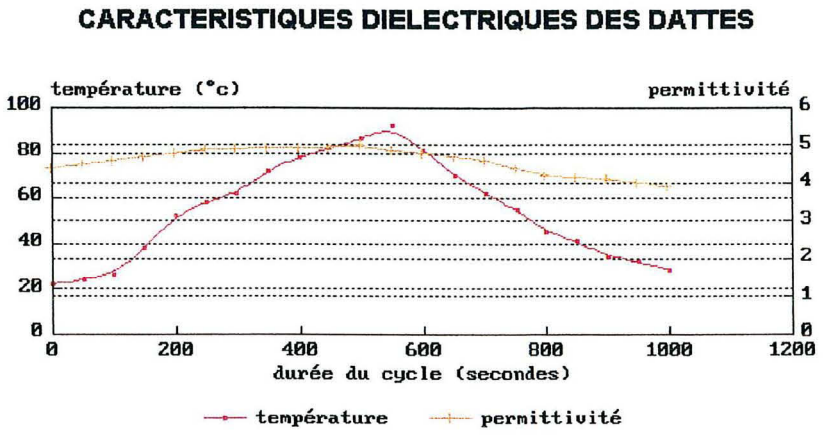
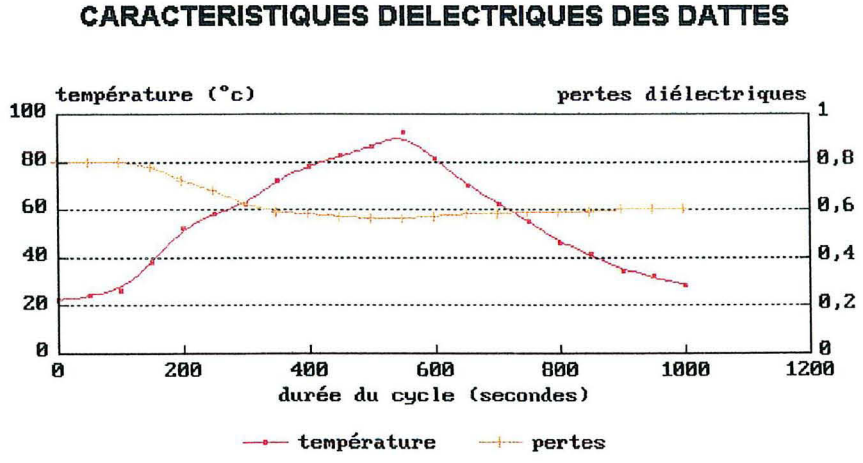



***Figure 37 :****Evolution de la permitivité (ε") avec la température sur un cycle de 1200 secondes et une plage de température de 20 à 90°C*



## 3-2 Détermination de la température de destruction des oeufs et des larves contenues dans les dattes

### *3-2-1 Détermination de l'homogénéité du traitement*

Les essais réalisés, sur 250 g de dattes avec des puissances de 250 w à 290 w pour des intensités de 120à 130mA, ont permis de vérifier l'homogénéité des lots, pour des durées d'exposition variant de 1 à 3 minutes. Ces essais ont d'abord été effectués dans une enceinte fixe de micro-ondage, puis sur pilote de traitement micro-ondes, à bande défilante **(Figure 38)**.

Un étalonnage du matériel pilote permettant de définir le débit de dattes en fonction de la vitesse de défilement du tapis, et de la puissance appliquée. Cet étalonnage permet de déterminer les conditions optimales, répétitives, nécessaires à la réalisation des essais, en terme de performance, mais aussi en terme d'homogénéité de traitement (Figure 3 : étalonnage poids/vitesse du tapis ; Figure 4 étalonnage puissance/poids, voir chapitre Matériels et Méthodes).

Il est apparu des différences de températures entre les dattes situées au centre et sur la périphérie de 59 à 65°C pour une intensité de 130 mA, durant 2 minutes, de 62 à 70°C , pour une intensité de 130mA durant 3 minutes. Cette différence de température imputable au guide d'onde du pilote, indique que les dattes situées à la périphérie s'échauffent plus rapidement que celles situées au centre de l'échantillon. Le positionnement des dattes par rapport au guide d'ondes est primordial pour l'homogénéisation des lots.

### *3-2-2 Détermination des températures létales*

La **Figure 39** présente les températures létales des larves contenues dans les dattes de deux catégories différentes (Deglet Nour et dattes communes/vrac en provenance de Tunisie). Le taux de survivants est nul quand le chauffage des fruits atteint une température de 53°C.
Les taux d'éclosion des oeufs, reportés sur la même figure chutent à 0 lorsque le chauffage des fruits approche de 55°C .

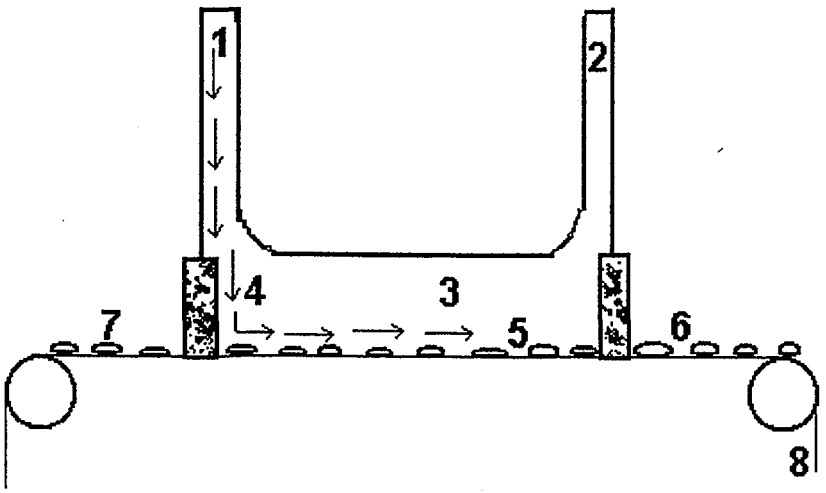
### *3-2-3 Détermination des durées de traitement*

Des lots de 5 échantillons de dattes infestées avec 30 oeufs , sont portés respectivement à des températures de 60, 61, 62, 63, 64 et 65°C pendant des durées d'exposition de 2, 4, 6, 8,10 minutes. Les oeufs traités sont mis en incubation sur un lit de semoule classique commerciale; le contrôle de l'éclosion est suivi pendant sept jours.

Pour les larves, les températures de 63°C et 64°C (atteintes respectivement avec des vitesses du tapis de 0,41 m/min et 0,61 m/min ), entraînent un taux de mortalité de 100 %.

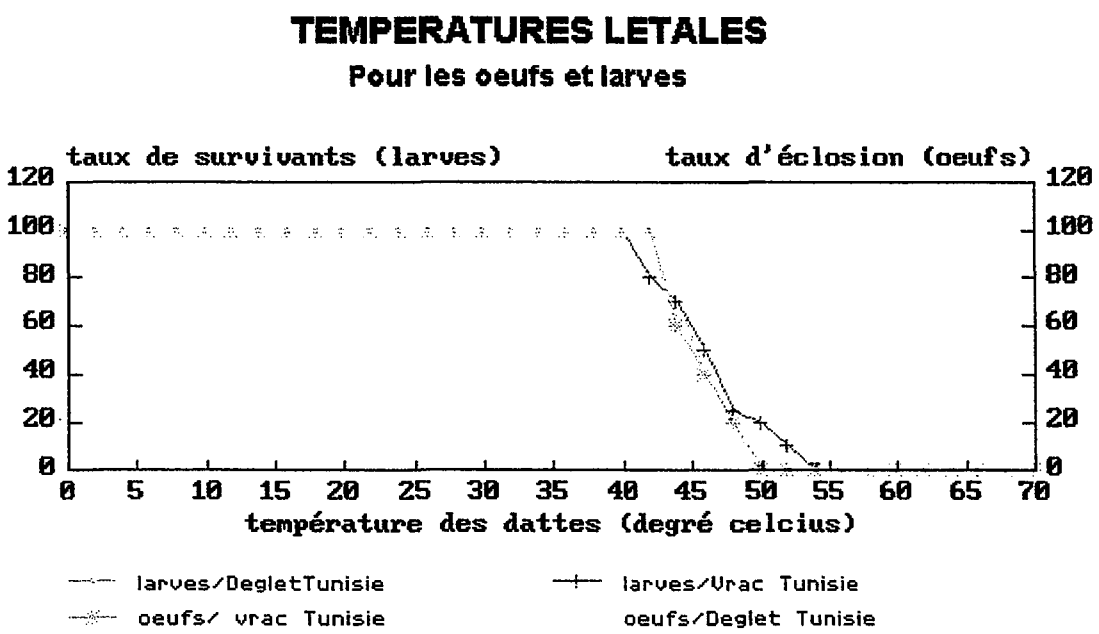
Il apparaît qu'une température de 64°C durant 2 minutes est létale pour les oeufs.

*Figure 38 : Schéma illustrant le déroulement des essais d'irradiation des échantillons sur le pilote*




1. Guide d'ondes assurant le lien entre l'applicateur et le générateur (magnétron).
2. Charge d'eau destinée à récupérer l'énergie non absorbée par les dattes.
3. Applicateur ou four.
4. Trajectoire et circulation des ondes.
5. Dattes disposées dans l'applicateur avant l'émission des micro-ondes.
6. Dattes sorties de l'applicateur. On y mesure la température finale moyenne (Tf).
7. Dattes avant traitement. On y mesure la température initiale moyenne (Ti).
8. Tapis animé d'un mouvement uniforme continu (vitesse ajustable).

*Figure 39 : Comparaison de l'effet des températures sur la létalité des oeufs et des larves, pour deux catégories de dattes : Deglet Nour et Vrac/dattes communes*



### *3-2-4 Bilan énergétique*

Il est admis que la puissance micro-onde émise (Pmo) n'est pas totalement absorbée par le produit. Des pertes sont observées dans les parois du four dans les sas d'entrée et de sortie (FORGEAT et MARCHAND, 1992). A ces pertes s'ajoutent des pertes thermiques par convection ou par conduction dues aux dattes. L'ensemble de ces pertes peut être évalué à 15%.

La puissance utile (Pu) ou puissance réellement absorbée est donnée par la relation :

$$\mathbf{Pu = Pmo \times 0{,}85}$$

Lors d'une opération de traitement d'un produit par chauffage micro-onde, la puissance utile est calculée d'après la relation suivante :

(1) $Pu = Cp \times Dp \times (Tf - Ti)$

où Ti = Température initiale (°C)
Tf = Température finale (°C)
D p= débit massique du produit (Kg/s)
Cp = chaleur spécifique du produit (J/Kg/°C)

Dans le cas présent : Ti , température des dattes, la valeur moyenne est de 30°C
Cp, estimée à 2140 J/Kg/°C
Pu = 2140/120 x 2 x 37= 1320 w

La puissance du micro-onde étant de 1953 w, le rendement serait donc de :
1320 / 1963 = 67 %

Cette valeur s'explique par le type de guide d'ondes utilisé qui doit être adapté au type de produit traité, et la possible variation de la chaleur spécifique en fonction des variétés.

### 3-2-5 Validité du traitement

L'effet létal sur les oeufs et les larves de dattes par un traitement micro-onde permet de montrer qu'un traitement des dattes infestées par des oeufs ou des larves de *Myéloïs ceratoniae zeller*, durant 2 minutes et à la température de 64°C/65°C, entraine une désinsectisation efficace.

Les essais sur pilote industriel ont permis de désinsectiser 50 kg de dattes/heure avec une puissance micro-onde de 2 kW.

La rentabilité au niveau industriel d'un tel traitement de désinfestation, reste à démontrer compte tenu des débits à envisager (1 tonne/heure) et de l'hétérogénéité des dattes livrées à l'usine de conditionnement (degré variable d'humidité, variétés différentes, alimentation irrégulière du tunnel de désinsectisation , etc.). Il apparait que l'influence des microondes sur l es critères de qualité des dattes et sur leur comportement durant la phase de séchage s'avère indispensable et constitue une préocupation primordiale : c'est ce que nous avons réalisé dans le chapitre suivant.

# 4- INFLUENCE DU TRAITEMENT MICRO-ONDES SUR LA QUALITÉ DES DATTES

Les dattes, préalablement stabilisées à des humidités relatives définies, sont désinfestées à l'aide du pilote micro-ondes, puis soumises à des conditions de séchage permettant une stabilisation finale du produit. L'intérêt scientifique est de pouvoir préciser la nature du brunissement qui se manifestera, ainsi que les répercussions des traitements thermiques sur ce type de réaction.

## 4-1 Evolution des critères physiques et biochimiques

### *4-1-1 Teneur en eau*

Le **Tableau 27** traduit la moyenne de cinq répétitions pour chaque lot de dattes. Les valeurs sont exprimées en g/100 g de poids frais.

***Tableau 27 :*** *Valeurs moyennes de la teneur en eau en g/100 MF*

| LOT | AVANT TRAITEMENT | APRES TRAITEMENT |
|---|---|---|
| 1 | 17,40 | 17,29 |
| 2 | 16,83 | 16,57 |
| 3 | 16,90 | 17,59 |
| MOYENNE | 17,04 | 17,15 |
| ECART TYPE | 0,31 | 0,52 |
| C.V. | 1.8 % | 3.06% |

La teneur en eau, d'une valeur moyenne de 17 à 17,5 % en base humide est inférieure aux valeurs citées dans la littérature pour la variété Deglet Nour (teneur moyenne 25 %) dans le cadre de notre étude. Il n'y a pas toutefois de différence statistique entre les moyennes des 2 lots (P = 0,777).

L'effet du traitement par micro-ondes dans les conditions opératoires de 2 minutes à 65°C n'a donc pas d'influence sur la teneur en eau des dattes. Dans le cadre d'une étude portant sur les conditions d'inactivation des enzymes endogènes de dattes immatures (teneur initiale en eau de 16,1%), MUTLAK et MANN (1984) ont constaté après traitement par micro-ondes durant 1 minute, une diminution de la teneur en eau de l'ordre de 9 % de la teneur initiale. Les auteurs expliquent cette diminution par une destruction partielle des parois cellulosiques et des substances pecto cellulosiques.

### *4-1-2 Activité de l'eau*

#### *4-1-2-1 Etablissement des courbes de sorption*

Les isothermes de désorption des dattes Deglet Nour de Tunisie ont été déterminées dans une large gamme de températures (25°C ; 40°C, 60°C, 80°C), depuis des températures ambiantes des régimes sur pied jusqu'à des températures de séchage convectif artificiel. Les résultats obtenus **(Figure 40)**, sur des dattes naturelles, non traitées par micro-ondes, modélisés par les équations de G.A.B. et B.E.T. indiquent qu'une Aw de 0,65 à 25°C permet de garantir une bonne stabilité physico-chimique et biologique ; la teneur en eau résiduelle des fruits ne devant pas excéder 0,2 g d'eau par g de matière sèche, soit 0,17 g d'eau par g de datte.

Le passage d'une allure sigmoïde de l'isotherme 25°C à une allure convexe de l'isotherme 80°C traduit une participation accrue des sucres, notamment le glucose au comportement global de sorption des dattes. Pour une Aw inférieure à 0,7 ; la capacité de sorption des dattes diminue avec l'augmentation de la température. Ces résultats sont conformes à ceux de KECHAOU *et al.* (1996), qui a étudié les cinétiques de séchage par une approche empirique, et déterminé les isothermes de désorption aux températures de 30, 40, 50 et 60°C par une méthode gravimétrique à circulation d'air.

#### *4-1-2-2 Evolution en fonction du traitement micro-ondes*

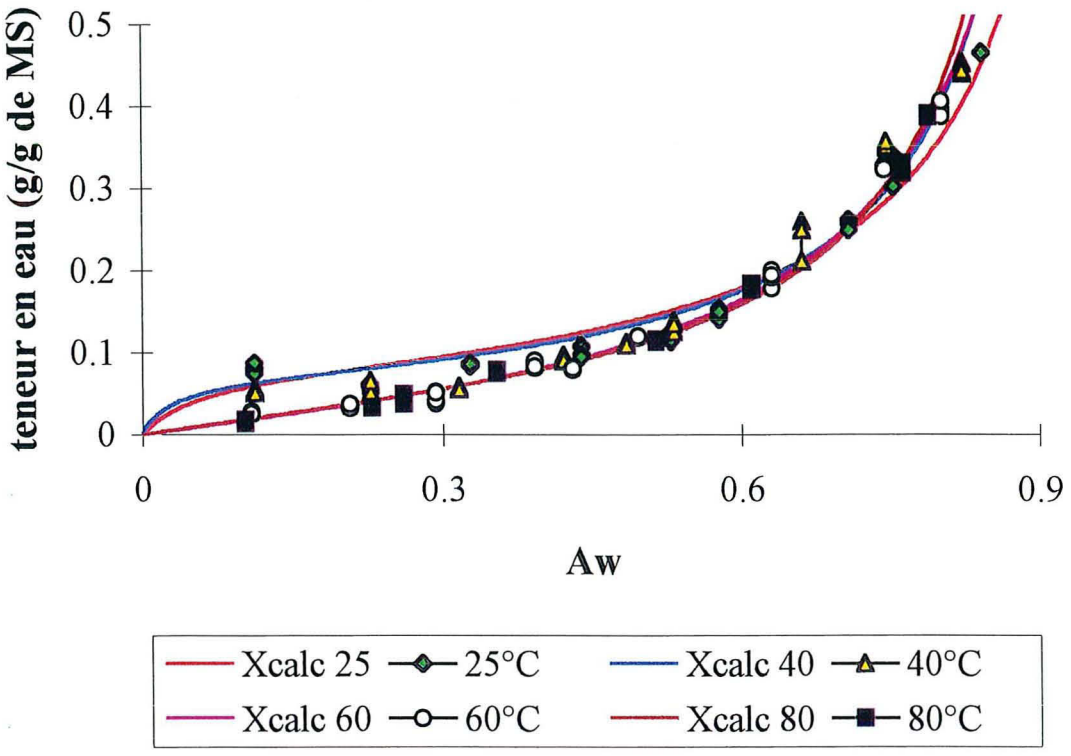
Les courbes de sorption des dattes ainsi déterminées, il convenait d'évaluer l'impact du traitement micro-ondes sur la valeur de l'Aw. Douze répétitions ont été effectuées pour chaque lot. Les valeurs aberrantes ont été éliminées suivant le test de GRUBB décrit précédemment. On notera que, pour chaque lot, on a dû supprimer une valeur; les valeurs avant et après traitement sont portées dans le **Tableau 28**.

***Tableau 28 :*** *Valeurs minimales et maximales (12 répétitions) de l'Aw des dattes avant et après traitement*

| ECHANTILLON | Aw Avant traitement | Aw Après traitement |
|---|---|---|
| MIN | 0,621 | 0,645 |
| MAX | 0,638 | 0,652 |
| MOYENNE | 0,631 | 0,648 |
| ECART TYPE | 0,0051 | 0,0023 |

Si l'on compare les moyennes des valeurs homogénéisées de chaque lot, on constate une différence de 0,017, valeur supérieure à la sensibilité de l'appareil (+- 0,002 ).

***Figure 40 :*** *Isothermes de désorption des dattes à 25, 40, 60 et 80°C*



Pour expliquer cette variation d'Aw, faible mais significative, on peut émettre deux hypothèses. Le chauffage par micro-ondes aurait provoqué une mobilisation de l'eau qui est ainsi en partie désorbée. Les analyses ayant été faites dans la même journée, la phase de réadsorption n'a pas eu le temps de se manifester. La deuxième hypothèse suppose, telle que l'ont proposée MUTLAK et MANN (1984) une modification du réseau de polymères hydrophiles qui pourrait provoquer une libération d'eau, résultat en accord avec l'observation effectuée lors de la mesure des constantes diélectriques.

LABUZA et SAMARCH (1981), ont comparé d'un point de vue thermodynamique la vitesse de brunissement de la réaction de Maillard avec la disponibilité de l'eau . En effet la diminution d'Aw inhibe les réactions de brunissement non enzymatiques qui présentent une vitesse maximale pour une valeur d'Aw voisine de 0,7 (CHEFTEL et CHEFTEL, 1977), entre 0,5 et 0,8 selon LABUZA et BAISIER (1992) .

Afin de préserver les qualités microbiologiques et organoleptiques des dattes, il convient de conserver des valeurs d'Aw voisines de 0,6 / 0,65. La très faible augmentation d'Aw causée par le traitement par micro-ondes permet d'avoir une valeur d'Aw compatible avec l'exigence posée, se situant cependant dans le domaine favorable aux réactions de Maillard.

### *4-1-3 Le pH*

#### *4-1-3-1 Evolution du pH en fonction du traitement micro-onde*

Les mesures de pH **(Tableau 29)**, en fonction de la précision du pH mètre (0,01 près), indiquent que l'on peut considérer que le traitement micro-ondes n'a pas d'effet sur le pH des dattes (évalué par la "méthode des dilutions"). Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par MUTLAK et MANN (1984), qui ont étudié l'inactivation des enzymes de la datte par un traitement micro-ondes durant 1 minute (à 100°C) et ont constaté aucune modification de pH.

***Tableau 29*** *: pH des dattes avant traitement et après traitement (moyenne de trois déterminations pour chaque lot)*

| LOT | pHavant traitement | pHaprès traitement |
|---|---|---|
| 1 | 5,82 | 5,88 |
| 2 | 5,91 | 5,83 |
| 3 | 5,86 | 5,91 |
| moy | 5,83 | 5,87 |
| écart type | 0,04 | 0,033 |

***Tableau 30 :*** *Evolution du pH de la pulpe de datte en fonction de l'Aw et de la température de séchage*

***a, b, c, d :*** *Dattes non traitées par micro-ondes*

***a', b', c',d' :*** *Dattes traitées par micro-ondes*

***a*** **Aw=0,35**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 6,2 | | |
| 2h | 6,15 | 6,06 | 5,9 |
| 4h | 6,05 | 6,10 | 5,82 |
| 6h | 6,33 | 5,93 | 5,67 |

***a'*** **Aw=0,35**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 6,22 | | |
| 2h | 6,27 | 5,83 | 5,81 |
| 4h | 6,21 | 5,73 | 5,65 |
| 6h | 5,95 | 5,78 | 5,54 |

***b*** **Aw=0,65**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 5,97 | | |
| 2h | 5,99 | 5,66 | 5,79 |
| 4h | 6,1 | 5,54 | 5,76 |
| 6h | 6,05 | 5,53 | 5,41 |

***b'*** **Aw=0,65**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 6,0 | | |
| 2h | 5,69 | 5,68 | 5,54 |
| 4h | 5,89 | 5,73 | 5,57 |
| 6h | 5,66 | 5,56 | 5,43 |

***c*** **Aw=0,75**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 5,64 | | |
| 2h | 5,48 | 5,42 | 5,77 |
| 4h | 5,48 | 5,74 | 5,65 |
| 6h | 5,44 | 5,59 | 5,32 |

***c'*** **Aw=0,75**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 6,04 | | |
| 2h | 5,85 | 5,91 | 5,4 |
| 4h | 5,7 | 5,51 | 5,43 |
| 6h | 5,77 | 5,46 | 5,35 |

***d*** **Aw=0,80**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 5,91 | | |
| 2h | 5,82 | 5,76 | 5,72 |
| 4h | 5,75 | 5,87 | 5,37 |
| 6h | 5,68 | 5,72 | 5,55 |

***d'*** **Aw=0,80**

| | 60°C | 70°C | 80°C |
|---|---|---|---|
| Temoin | 5,59 | | |
| 2h | 5,55 | 5,41 | 5,43 |
| 4h | 5,71 | 5,56 | 5,29 |
| 6h | 5,58 | 5,45 | 5,34 |

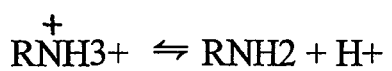
D'après MUNIER (1973), le pH des dattes au stade de maturation tamar se situe suivant les variétés entre 5,6 et 6,3. Les dattes Deglet Nour étudiées étaient toutes parvenues au stade tamar et leur pH (~ 5,87) correspondaient aux valeurs de la littérature (DOWSON et ATEN, 1963).

*4-1-3-2 Evolution du pH en fonction de l'Aw, et de la température de séchage ,avec et sans un traitement par micro-ondes*

L'évolution de la valeur du pH des dattes traitées ou non par microondes en fonction de différentes conditions d'Aw et de température est reportée dans le **Tableau 30.**

La diminution sensible des valeurs du pH aux températures élevées de séchage, confirme les résultats obtenus par MAIER et SCHILLER, (1961), sur la stabilisation des dattes par la chaleur. La diminution du pH semble être due à une réaction de brunissement de type non oxydatif, dont l'énergie apparente d'activation a été évaluée à 22,8 kcal/mole. Cette modification de pH selon ces mêmes auteurs , pourrait être entraînée par la condensation des acides aminés avec des sucres réducteurs. Nous n'avons pas pu , quant à nous montrer une légère évolution de la variable (a) ,avec l'utisation de températures de séchage de 60 et 70°C (Figure 23)et dans les conditions de durées de séchage retenues..

Par ailleurs, d'après LABUZA et BAISIER (1992) qui citent les travaux de ASHOOR and ZENT (1984) , la formation des composés colorés se situerait à un pH optimal compris entre 9 et 10. Le pH influence l'initiation de la Réaction de Maillard dans la mesure où certains acides aminés peuvent, selon leur pKa, être sous forme protonée :



$$\overset{+}{R}NH3+ \leftrightharpoons RNH2 + H+$$

La vitesse de la première étape de la Réaction de Maillard est d'autant plus élevée que le pH est plus proche de ce pKa (LABUZA et BAISIER (1992)), dont les valeurs ont été reportées par COHN et EDSALL, en 1943 **(Tableau 31)** . LABUZA et BAISIER (1992) notent que les ions H+ sont nécessaires pour catalyser les réarrangements d'AMADORI et de HEYNS (CHEFTEL et CHEFTEL, 1977).

***Tableau 31*** *: Valeur des pI pour les acides aminés à 25°C - Source : COHN et EDSALL, 1943*

| Acides aminés | pI | acides aminés | pI |
|---|---|---|---|
| Acide aspartique | 2.77 | Asparagine | 5,6 |
| Acide glutamique | 3,22 | Glycine | 5,97 |
| Histidine | 7,58 | Isoleucine | 6,02 |
| Cystéine | 5,07 | leucine | 5,98 |
| Tyrosine | 5,65 | Lysine | 9,74 |
| Arginine | 10,76 | Serine | 5,68 |
| Tyrosine | 5,65 | Théonine | 6,53 |
| Valine | 5,97 | Phenylalanine | 5,98 |

### *4-1-4 Teneur en acides aminés libres*

*4-1-4-1 Evolution de la teneur en acides aminés, à 25°C avec ou sans traitement micro-ondes,sans séchage*

Les résultats des analyses CLHP (hors proline) sont rassemblés dans le **Tableau 32**. Ils sont exprimés en mg/100 g de matière sèche.

Nous remarquons que l'asparagine, la glutamine, l'arginine, l'alanine, et l'acide gamma aminobutyrique représentent à eux seuls respectivement 85 % et 84 % de la teneur globale en acides aminés libres des dattes non traitées et des dattes irradiées par micro-ondes.

Ces résultats montrent tout d'abord que les teneurs en acides aminés libres sont très faibles, l'ensemble ne représente environ que 0,35 % de la matière sèche soit 350mg/100g de MS.

***Tableau 32** : Teneurs en acides aminés libres en mg/100g de MS*

| Teneurs aa avant traitement micro-ondes | | | Teneurs aa après traitement microondes | |
|---|---|---|---|---|
| Acides aminés considérés | LOT1 (1996) | LOT2 (1997) | LOT1b (1996) | LOT2b (1997) |
| ASP | 9,4 | 9,0 | 9 | 6,6 |
| GABA | 84,4 | 73 | 69,5 | 66,5 |
| GLN | 62,4 | 48,7 | 52,3 | 38,3 |
| ALA | 13,5 | 29,4 | 14,3 | 23,2 |
| LYS | 2,6 | 14,7 | 3,9 | 11,3 |
| TYR | 3,8 | 1,8 | 3,6 | 4,5 |
| MET | 00,8 | 1,5 | 0,6 | 4,9 |
| ASN | 73,1 | 51,5 | 80,2 | 31 |
| GLU | 4,1 | 4,2 | 3,9 | 2,5 |
| SER | 1,7 | 2,3 | 1,5 | 3,3 |
| HIS | 7,1 | 4,2 | 6,1 | 3,0 |
| GLY | 6,6 | 11,3 | 7 | 9,6 |
| THR | 6,5 | 9,6 | 6,3 | 9,0 |
| ARG | 55,4 | 48,3 | 50,2 | 40,8 |
| VAL | 3,6 | 5,8 | 3,4 | 5,0 |
| ILE | 1,1 | 2,0 | 1 | 1,4 |
| LEU | 1,3 | 1,7 | 1,3 | 1,6 |
| PHE | 3 | 4,6 | 3 | 3,2 |
| Total teneur ac.aminés | 345,2 | 323.4 | 317,1 | 265.7 |
| Moyenne | | 334.3 | | 291.4 |

On remarque également qu'il y a une légère diminution de la teneur en acides aminés libres entre les deux séries de lots. La totalité de ces acides aminés, avant traitement correspond à une valeur moyenne égale à 334,3 mg/100 g de MS ; cette valeur n'est plus que de 291,4 mg/100 g de MS après traitement. Cette différence d'environ 13 % entre les lots traités et non traités ne semble pas vraiment significative ( P = 0,26) eu égard aux écarts constatés pour deux lots de même nature.

Toutefois, si nous comparons les pertes constatées avec les pH isoélectriques (pI) des divers acides aminés, on peut retenir l'indication que la réactivité semble au moins partiellement influencée par le pI des acides aminés impliqués.

Parallèlement à cette analyse, les résultats du dosage de l'azote total (4 lots considérés) figurent dans le **Tableau 33** suivant :

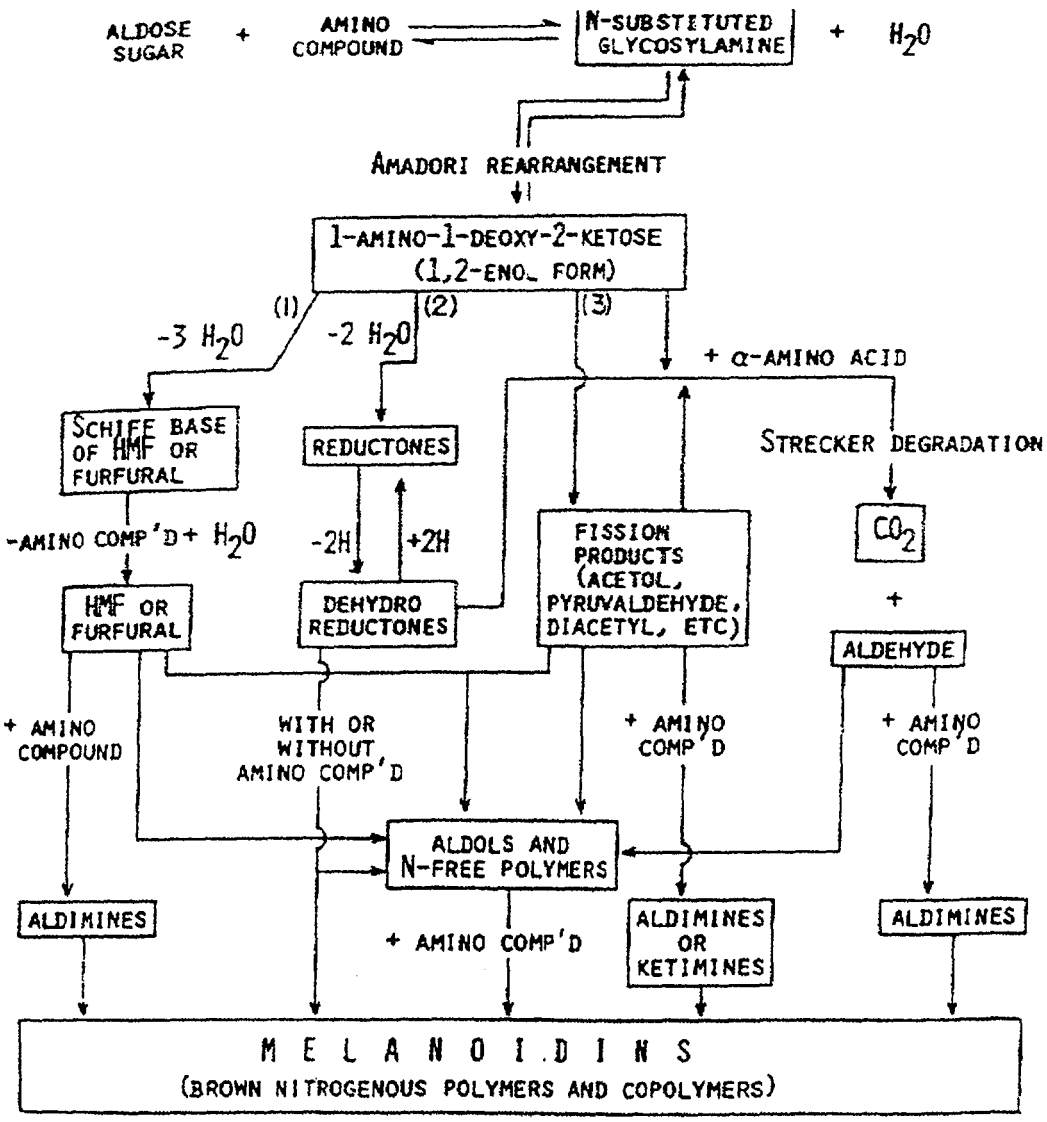
***Tableau 33 :*** *Teneur en azote total des dattes avant et après traitement*
*Résultats exprimés en g/100g de pulpe non séchée (Méthode de dosage Dumas)*

| | AVANT TRAITEMENT | | APRES TRAITEMENT |
|---|---|---|---|
| | valeur mini:0,40 | | valeur mini:0,36 |
| | valeur maxi:0,44 | | valeur maxi:0,40 |
| valeur moyenne | 0,41 | valeur moyenne | 0,38 |
| ECART | 0,011 | ECART | 0,009 |

Ces résultats, exprimés par rapport à la MS sont de 0,51g et 0,47g /100g MS respectivement pour les dattes non traitées et traitées. Le bilan azote peut s'établir comme suit: 0,057 g en provenance des acides aminés libres; 0,024g en provenance de la proline, et 0,22 g en provenance des proteines. L'azote protidique serait donc de l'ordre de 0,22g soit environ 50% de l'azote total ce qui nous conduit à nous interroger sur ce ratio, peu étudié au niveau des dattes. La variation (toutefois faiblement significative) des teneurs en acides aminés entre les dattes traitées et non traitées semblerait montrer que le chauffage par micro-ondes pendant 2 minutes à 65°C provoque une diminution de la teneur en acides aminés libres et en azote total.

L'hypothèse avancée pour expliquer ces variations serait d'admettre que le chauffage à 65°C favorise la condensation d'une partie des acides aminés libres avec une partie des sucres réducteurs (glucose, fructose) sans que la réaction n'atteigne le stade de composés colorés. Les réactions de Maillard et de Stecker, expliqueraient la diminution des acides aminés mais aussi celle de l'azote. La **Figure 41** (HOGDE, 1953) représente les diverses réactions chimiques en jeu.

*Figure 41 : MAILLARD browning pathway - Source HODGE, 1953*



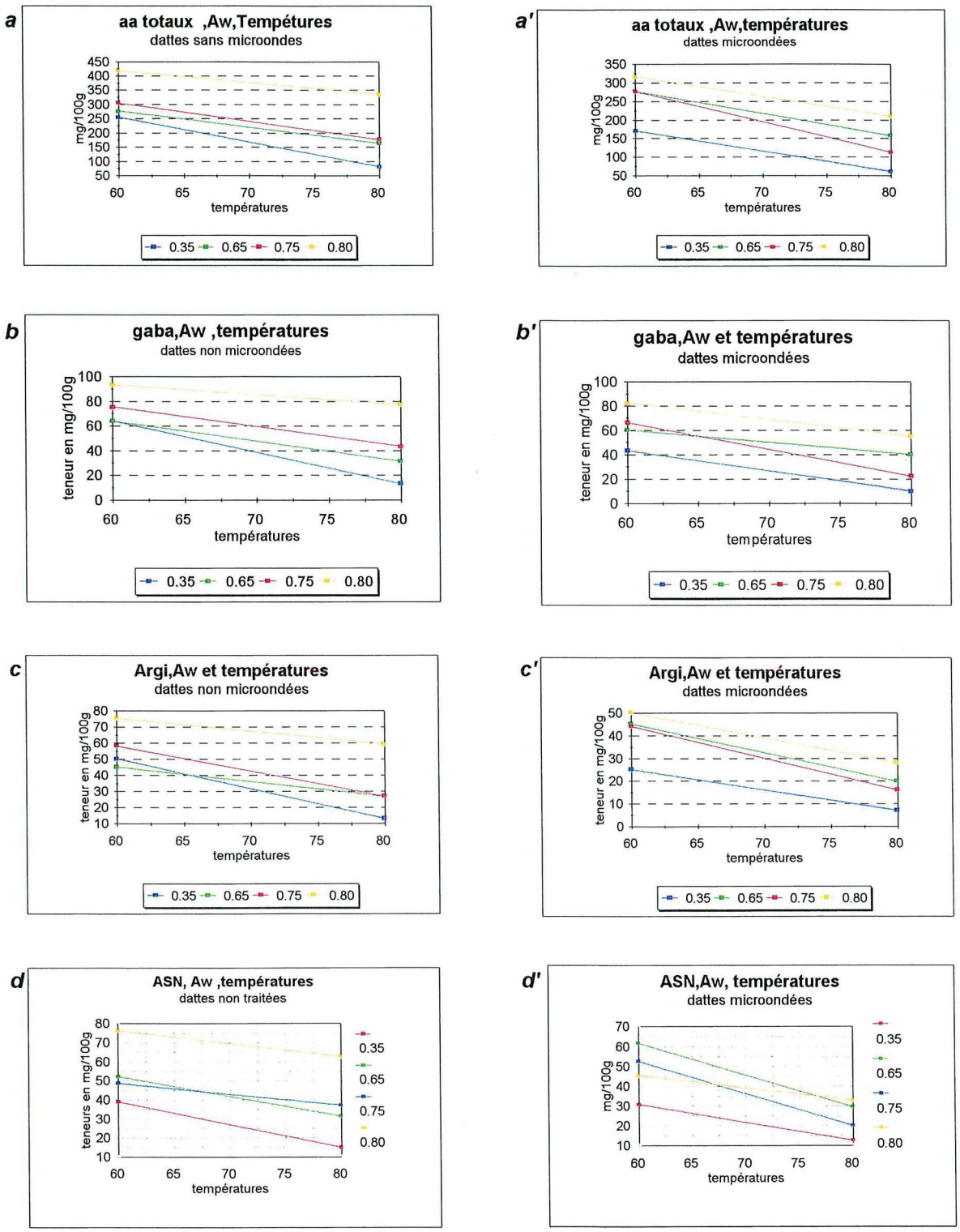

(1) ACID CONDITIONS

(2) BASIC CONDITIONS

(3) HIGH TEMPERATURE

*Figure 42 : Evolution des acides aminés libres en fonction de la Température et de l'Aw initiale*

***a, b, c, d :*** *Dattes non traitées par micro-ondes* ***a', b', c', d' :*** *dattes traitées par micro-ondes*



Ces résultats confirment ceux de RINDERNECH (1959), MUTLAK et MANN (1984), qui avaient émis l'hypothèse d'une participation dans le cadre de réactions de type Maillard de certains acides aminés libres, dont la concentration diminuait durant la phase de maturation et durant une longue conservation, notamment l'acide aspartique, l'acide glutamique, la sérine, la glycine et la proline. Durant la maturation et un stockage prolongé ,ces mêmes auteurs avaient isolé de la citrulline et de l'acide-5-hydroxypipecolique (que nous n'avons pas pu, quant à nous identifier) et qui proviendrait, selon les auteurs cités, de la δ-hydroxy lysine.

*4-1-4-2 Evolution des teneurs en acides aminés libres en fonction de l'Aw et des températures de séchage*

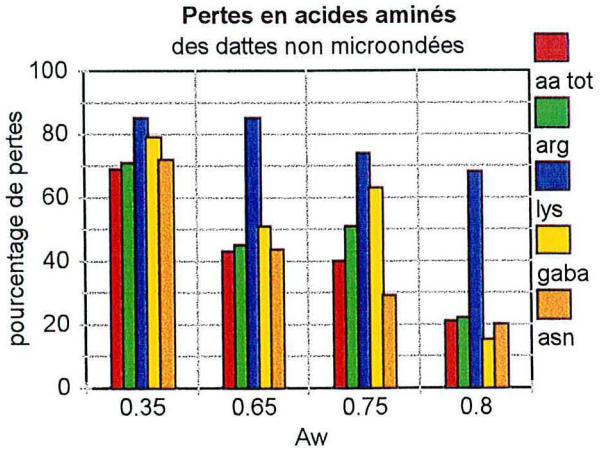
L'évolution de la teneur en acides aminés libres totaux et des principaux acides aminés tels l'acide gama-aminobutyrique, l'arginine, l'asparagine , pour des dattes traitées ou non par micro-ondes, en fonction des températures de séchage (50°C, 60°C, 80°C), et des Aw initiales des dattes de 0,35 ; 0,65; 0,75 ; 0,80 ; est représentée **Figure 42.**

On peut considérer qu'il existe une corrélation entre l'évolution des pertes en acides aminés totaux en fonction des humidités relatives et des tem pératures, sans pour autant avoir une corrélation avec le traitement micro-ondes. Les pertes sont plus importantes lorsque les dattes ont été équilibrées à une Aw de 0,35 plutôt qu'à une Aw de 0,8. A cette dernière Aw l'influence des microondes est notée. Par ailleurs les pertes sont proportionnelles à la températures de simulation de séchage ( 60, 70, 80°C).

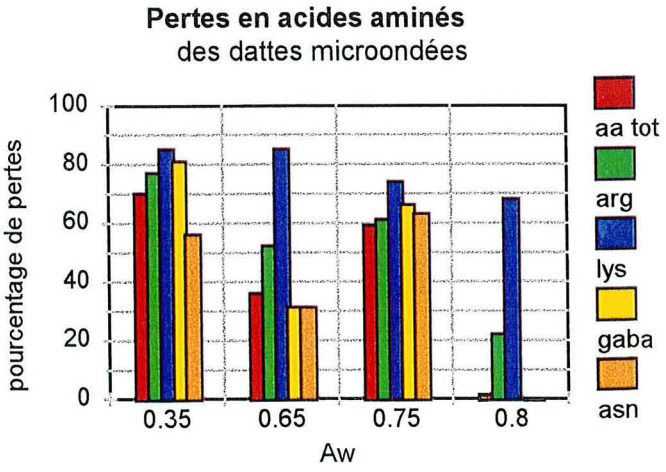
Les pourcentages de perte en acides aminés totaux, en Gaba, Arg et Asn après traitement micro-ondes et séchage à 80°C durant 8 heures, comparativement à des témoins non traités, sont reportés **Figure 43**.

***Figure 43** : Pertes en acides aminés libres totaux, de l'Arg, Lys, Gab, Asn en fonction de l'Asn, après séchage durant 8 h à 80°C.*

***a** : Dattes non traitées par micro-ondes*




***b** : Dattes traitées par micro-ondes*



Nous pouvons constater que pour les principaux acides aminés de la datte (Figure 18) l'effet micro-ondes est sensible uniquement pour les fortes activités de l'eau.

On enregistre une forte perte en acides aminés, lorsque les échantillons subissent un séchage à 80°C, durant 8 heures; c'est le cas plus particulièrement des dattes avec une activité de l'eau de l'ordre de 0,35. Les pertes sont moindres pour les activités de l'eau supérieures. Le traitement micro-ondes ne semble pas affecter ces résultats, à l'exception de ceux des produits ayant une Aw de 0,8. Les réactivités de l'acide gama-aminobutyrique, de l'arginine, de l'asparagine et de la Lys sont comparativement les plus élevées; à noter cependant la faible contribution de la lysine qui est présente en faible concentration.

La réactivité élevée de l'acide gama aminobutyrique est à rapprocher de celle observée par SHAW et BERRY (1977); ces auteurs ont comparé la réactivité de différents acides aminés avec le fructose, en solutions aqueuses, à pH 3,5 et ont noté la forte réactivité de l'acide gama-aminobutyrique avec le fructose.

Un parallèle peut être établi avec les résultats de WOLFRAN *et al.* (1974) cité par LABUZA et BAISIER (1992) qui, après avoir étudié la réactivité de 9 acides aminés avec le D-glucose, ont signalé que la coloration la plus intense et la plus rapide, à 420 nm était obtenue avec la L-arginine, l 'acide 4-amino butyrique, la glycine, l'alanine, la sérine et la L-proline.

En conclusion, on assiste à une diminution de la teneur en acides aminés, aux fortes températures de séchage (80°C, durant 8 heures), liée vraisemblablement aux réactions de Maillard et de caramélisation . Ces modifications ne sont pas influencées par le traitement par micro-ondes.

*4-1-4-3 Evolution des acides aminés engagés dans les structures protéiques*

Des échantillons de dattes, après stabilisation à une Aw de 0,65 (Aw recommandée pour un stockage prolongé des dattes) ont été traités ou non par microondes. La détermination des teneurs en acides aminés totaux, après hydolyse des protéines a été effectuée, après exposition aux températures de séchage de 50, 60, 70°C **(Figure 44)**. Dans ces conditions, il ne semble pas que les protéines aient été affectées par le traitement micro-ondes, et qu'elles présentent une dénaturation notable après exposition aux températures de séchage.

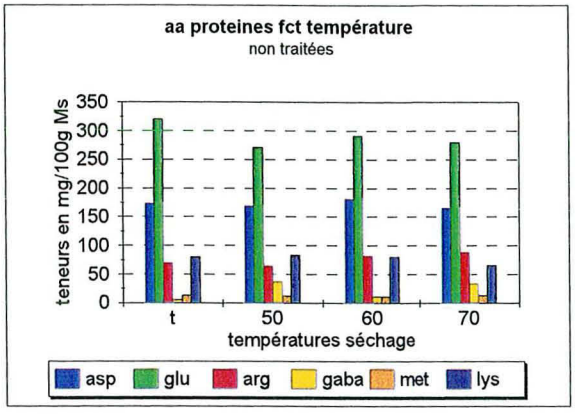
***4-1-5 Evaluation du brunissement***

La méthode utilisée pour évaluer le brunissement non enzymatique est basée sur celle utilisée par LABUZA et BAISIER (1992), PETERSON *et al.* (1994) ; l'évaluation du brunissement non enzymatique de la datte est obtenu après extraction dans l'eau et par détermination de l' absorbance à 420 nm.

Les cinétiques (permettant le suivi du brunissement) ont été établies pour les différents lots de dattes, aux différentes activité de l'eau et à des températures de 60, 70 et 80°C, avec un traitement micro-ondes ou non. Elles sont reportées **Figure 45**.

***Figure44*** *: Evolution des acides aminés protéiniques en fonction de la température*

***a*** *: Dattes non traitées*




***b:*** *Dattes traitées*

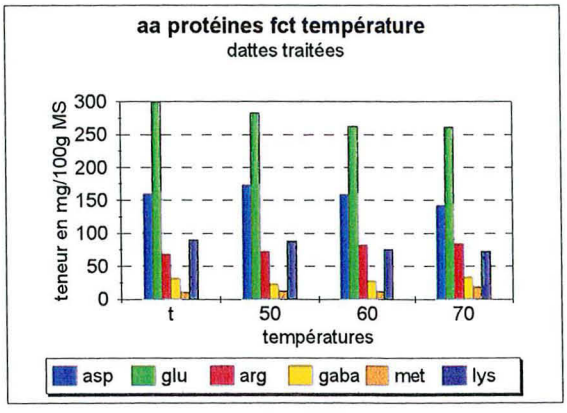
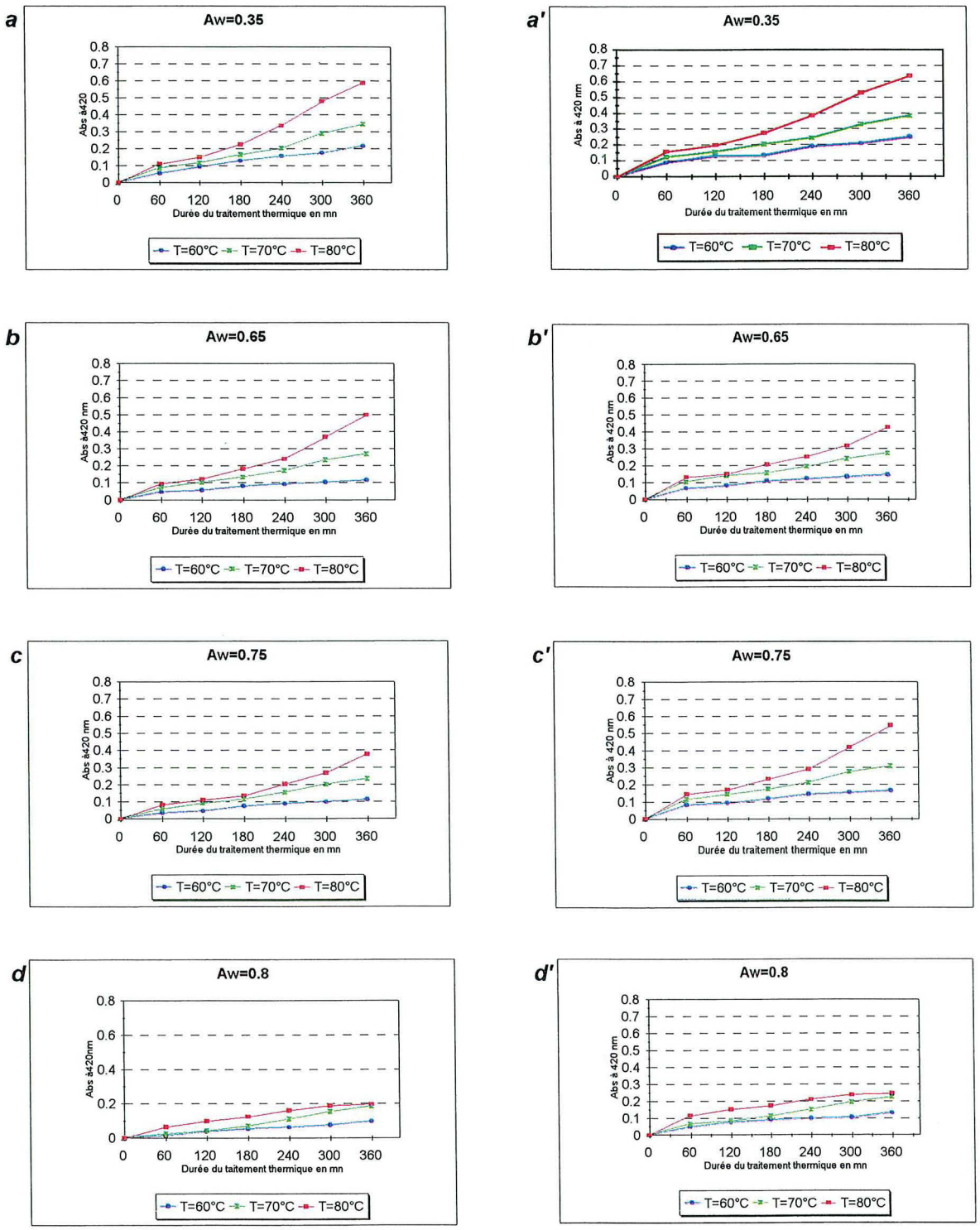


***Figure 45** : Suivi du brunissement non enzymatique à différentes Aw (0,35; 0,65; 0,75, 0,80) pour diverses températures de séchage*

***a, b, c, d** : Dattes non traitées par micro-ondes* ***a', b', c', d'** : Dattes traitées par micro-ondes*



Les vitesses moyennes de brunissement pour chaque lot de datte défini par une aw, et une température de traitement et après une désinsectisation ou non ont été déterminées ; elles sont présentées **Tableau 34**.

***Tableau 34 :*** *Valeurs des vitesses de brunissement non enzymatique en fonction de l'Aw et des températures de séchage.*

***a :*** *Dattes sans traitement*

| aw<br>T | 0,35 | 0,65 | 0,75 | 0,8 |
|---|---|---|---|---|
| 60°C | 735 | 476 | 735 | 249 |
| 70°C | 949 | 798 | 949 | 374 |
| 80°C | 1292 | 1061 | 1292 | 761 |

***b :*** *Dattes après traitement*

| aw<br>T | 0,35 | 0,65 | 0,75 | 0,8 |
|---|---|---|---|---|
| 60°C | 877 | 645 | 726 | 544 |
| 70°C | 1235 | 990 | 1083 | 660 |
| 80°C | 1649 | 1250 | 1413 | 1125 |

*vitesses moyennes exprimées en variation d'absorbance à 420 nm par minute $x10^{-6}$

Il est à noter la valeur obtenue pour une Aw de 0.65 qui ne nous semble pas explicable. Par contre , au dessous d'une aw de 0,8 on peut considérer que le traitement micro-ondes n'a pas d'effet appréciable sur la variation de la vitesse de brunissement.

Ces résultats sont à mettre en parallèle avec les observations de LABUZA et BAISIER (1992), qui estiment que la vitesse de brunissement augmente dans les produits secs ayant une Aw de 0,2/0,3 pour atteindre un maximum d'activité à une Aw de 0,5/0,8 ; au-delà de Aw = 0,8, la vitesse de brunissement décroît rapidement.

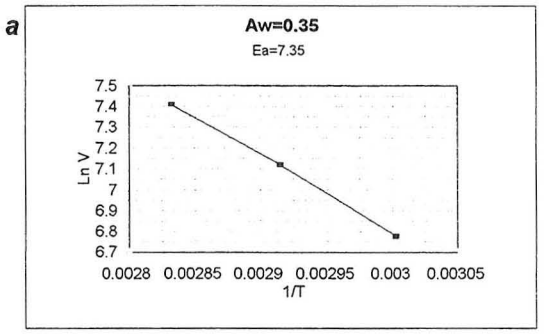
On constate aussi l'absence d'un extremum marqué pour la vitesse de brunissement en fonction de l'Aw. Il est donc difficile de rapprocher le profil enregistré de ce qui est communément décrit dans la littérature (CHEPTEL *et al*, 1977).

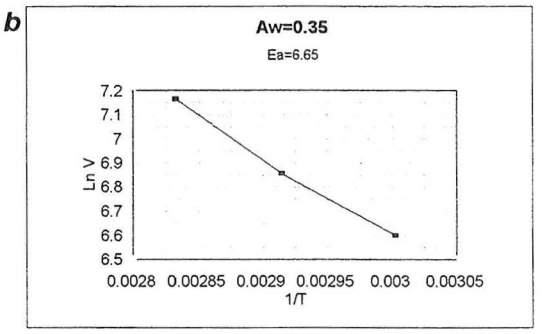
La détermination de l'énergie d'activation du brunissement par application de la relation d'ARRHENIUS en fonction de l'activité de l'eau de chaque lot, a pour intérêt technologique de déterminer les conditions qui limitent le brunissement. D'après la loi d'ARRHENIUS, une diminution de l'énergie d'activation aura pour effet l'accroissement de la vitesse de réaction et une plus grande dépendance de cette dernière vis à vis de la température.

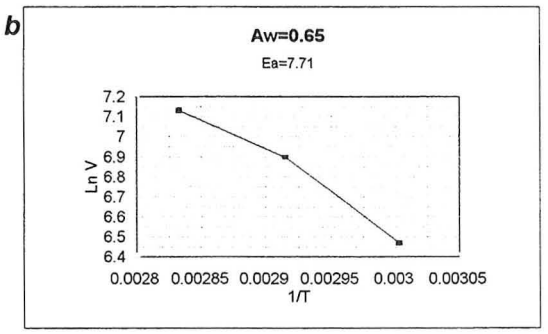
Les graphiques de la **Figure 46** correspondent à différentes énergies d'activation qui varient de 7,35 kcal/mole pour les dattes ayant une Aw de 0,35 à 12,96 kcal/mole pour les dattes ayant une Aw de 0,8. Ces résultats sont comparables à ceux rapportés par LABUZA ET BAISIER (1992) citant les travaux de COPLEY et VAN ARSDEL (1964) qui donnaient une valeur de 19 kcal/mole pour les figues ayant une Aw comprise entre 0,6 et 0,8 .

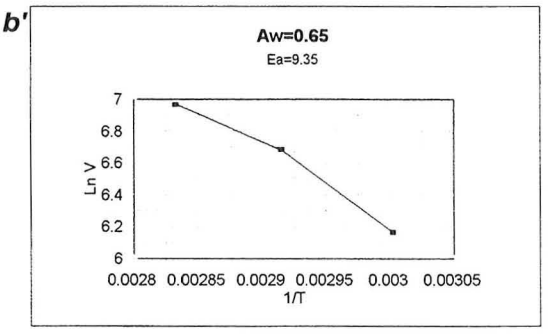
***Figure 46 :*** *Relation d'Arrhenius (Ln V = f(1/T) : Evolution de la vitesse de brunissement non enzymatique en fonction de la température (60, 70, 80°C) pour diverses valeurs de l'Aw*
*V : Vitesse moyenne de BNE (Variation d'Absorbance à 420 nm par minute.$10^6$*
*T : Température absolue °K*

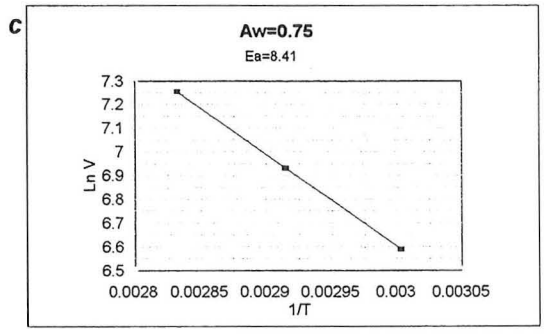
***a, b, c, d :*** *Dattes non traitées par micro-ondes* ***a', b', c' d' :*** *Dattes traitées par micro-ondes*

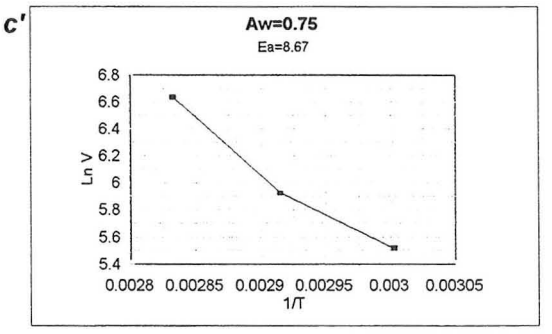


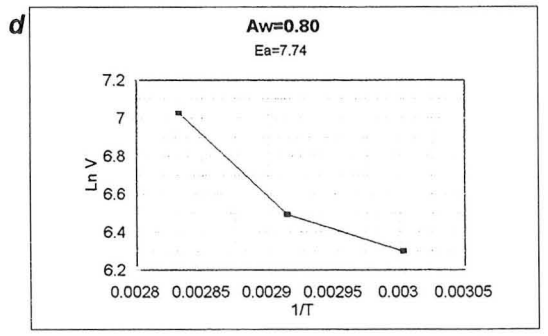



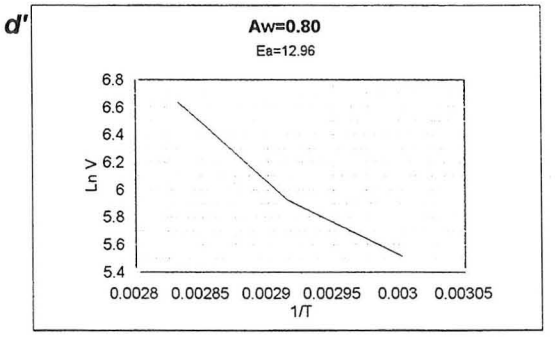



Les différentes valeurs d'énergie d'activation de brunissement non enzymatique en fonction de l'Aw sont reportées **Tableau 35**.

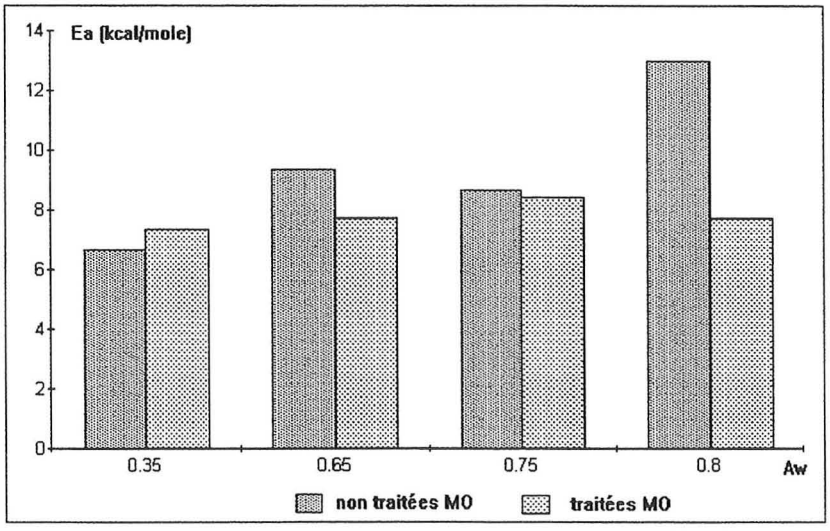
Leur évolution sous forme graphique est illustrée **Figure 47.**

***Tableau 35*** *: Energies d'activation en fonctionde l'Aw, pour des dattes traitées et non traitées*

| Aw | 0,35 | 0,65 | 0,75 | 0,80 |
|---|---|---|---|---|
| Ea pour | | | | |
| dattes non traitées | 6,65 | 9,35 | 8,67 | 12,96 |
| dattes traitées | 7,35 | 7,71 | 8,41 | 7,74 |

Ea exprimées en kcal.mole$^{-1}$

***Figure 47*** *: Evolution de l'énergie d'activation en fonction de l'activité de l'eau (Ea exprimées en Kcal.mole$^{-1}$)*




Les énergies d'activation de la réaction de brunissement non enzymatique pour les dattes micro ondées sont inférieures à celles des dattes non traitées, ce qui permet de penser, que pour des humidités relatives élevées (0,8), ce brunissement sera comparativement plus élevé .

Ces valeurs sont à rapprocher de celles obtenues par MAIER et SCHILLER (1961) qui avaient noté une énergie d'activation de 17,6 kcal /mole (méthode de mesure par densité optique) pour les dattes ayant subi une pasteurisation de 4 minutes à 90°C.

PETERSON *et al.* (1994), ont étudié en milieu modèle l'influence d'un chauffage micro-ondes sur la cinétique de la réaction de Maillard, et évalué l'énergie d'activation à 36,03 kcal/mole pour la réaction L-proline/D-glucose . Pour cette même réaction de condensation.

DEBRAUWER *et al.* (1991) avaient précédemment estimé l'énergie d'activation à 16,1 kcal /mole. Nous constatons que les valeurs d' énergies d'activation du brunissement non enzymatique sont hétérogènes et difficilement comparables à celles obtenues avec des milieux modèles aqueux et celles obtenues pour la datte de caractéristiques particulières.

D'après MAIER *et al.* (1964), pour les dattes, le brunissement non enzymatique peut être, en partie, souhaité pour homogénéiser des lots de dattes communes (pour lesquels la couleur n'est pas un critère de qualité) et facilement atteint par séchage contrôlé.

Nous conclurons, pour ce qui nous concerne que l'énergie d'activation des dattes traitées ou non par micro-ondes est peu différente pour les Aw de 0,35, 0,65, 0,75; le traitement micro-ondes appliqué ne contribue pas d'une manière déterminante au développement du brunissement non enzymatique, à l'exception des conditions d'Aw égale ou supérieure à 0,8 (dattes fortement hydratées) .

### *4-1-6 La couleur et son évolution*

Compte tenu de l'importance du critère couleur qui résulte du brunissement non enzymatique, mais aussi du brunissement enzymatique, il apparait important d'avoir une approche globale de la couleur, et d'en apprécier son éventuelle évolution après le traitement micro-onde.

#### *4-1-6-1 Influence du traitement micro-ondes*

L' influence d'un chauffage par micro-ondes à 65°C, durant 2 minutes, sur la couleur des dattes a été quantifié par la mesure des variables : L (luminance), a et b (coordonnées de chromaticité), avant et après traitement par micro-ondes, ce critère étant le plus important pour une appréciation extérieure de la qualité.

Le **Tableau 36** donne la moyenne et l'écart-type des 80 mesures effectuées sur 20 dattes différentes (4 mesures par dattes).

***Tableau 36 :*** *Couleur de la datte - Valeurs moyennes des variables L, a, b caractérisant l'influence ou non d'un traitement micro-ondes sur la couleur*

| AVANT TRAITEMENT | | | | APRES TRAITEMENT | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | L | a | b | | L | a | b |
| MIN | 27,6 | 6,53 | 6,75 | MIN | 30,8 | 6,87 | 7,8 |
| MAX | 40,05 | 9,65 | 19,26 | MAX | 39,82 | 10,49 | 17,43 |
| MOY | 33,44 | 8,12 | 11,77 | MOY | 33,79 | 8,3 | 11,07 |
| C.V.en% | 7,5 | 11,2 | 33.6 | CV en % | 7,0 | 11,9 | 26,4 |

Afin de connaître l'influence d'un traitement thermique obtenu par les micro-ondes sur les paramètres de couleur, il a été établi, pour chacune des variables un histogramme des résidus qui a permis de situer et d'analyser les résultats par rapport à la valeur moyenne obtenue dans les essais, comparativement à la valeur témoin. Les résultats **(Tableau 37)** analysés statistiquement avec le logiciel STATIFCF, portent sur 80 mesures.

***Tableau 37 :*** *Résultats d'analyses stastistiques (logiciel STATICF) portant sur les variables L, a, b caractérisant la couleur des dattes avant et après traitement pr micro-ondes*

**** Luminance L***

| | Avant traitement | Après traitement |
|---|---|---|
| Valeurs mini/maxi (des résidus/bornes) | -2,18/2,15 | -1,54/1,41 |
| **Indices de normalité** (coefficient de K. Pearson) | | |
| symétrie | béta : 0,06 ; proba : 0,1127 | béta : 0,07 ; proba : 0,3532 |
| aplatissement | béta : 3,07 ; proba : 0,8317 | béta : 4,07 ; proba : 0,5781 |
| **Résidus suspects** (méthode de Grubbs) | néant | néant |

**** variable a***

| | Avant traitement | Après traitement |
|---|---|---|
| **Valeurs mini/maxi** des résidus/bornes | -6,62/7,34 | -5,98/3,85 |
| **Indices de normalité** | | |
| symétrie | béta : 0,14 ; proba : 0,0179 | béta : 0,65 ; proba : 0,0036 |
| aplatissement | béta : 7,27 ; proba : 0,000 | béta : 3,43 ; proba : 0,4317 |
| **Résidus suspects** | néant | néant |

**** variable b***

| | Avant traitement | Après traitement |
|---|---|---|
| **Valeurs mini/maxi** des résidus/bornes | -2,91/2,3 | -4,07/2,71 |
| **Indices de normalité** | | |
| symétrie | béta : 0,16 ; proba : 0,0115 | béta : 0,31 ; proba : 0,0423 |
| aplatissement | béta : 4,59 ; proba : 0,0000 | béta : 3,51 ; proba : 0,3524 |

Pour les trois variables, les valeurs des indices de symétrie et d'aplatissement indiquent qu'il y a une répartition normale et gaussienne, homogène des différentes mesures effectuées. La valeur idéale théorique pour l'indice de symétrie (Coefficient de K. Pearson est de 0), et pour la valeur de l'indice d'aplatissement celle-ci a une valeur idéale théorique de 3 selon la méthode de Grubbs. Il n'y a pas de différence significative entre les dattes traitées et les non traitées.

En ce qui concerne la variable L* qui indique la luminosité (capacité d'un corps à réfléchir la lumière), on constate une différence à la surface d'un même fruit suivant les côtés examinés, entre les fruits et entre les lots. Cependant, cette différence est non significative entre les deux séries de lots avant et après traitement. Cette différence est non perceptible dans l'espace couleur L*, a*, b* où L* est perpendiculaire à l'axe décrit par a*, b*.

Il en est de même pour les variables a*, b* pour lesquelles on constate également des différences au niveau d'un même du fruit, entre les fruits et au sein d'un même lot. Là aussi, ces différences ne sont pas significatives sur l'ensemble des dattes étudiées. Il n'y a donc pas d'effet significatif du traitement micro-ondes sur la couleur des dattes analysée immédiatement après le traitement. Toutefois , il est possible qu'après un temps de conservation long , des évolutions au niveau de la couleur apparaisse.

Afin d'évaluer cette évolution possible , la mise des échantillons à des températures de séchage élevées et pour des longues durées (sorte de vieillissement accéléré) devrait nous renseigner.

*4-1-6-2 Evolution des indices de couleur en fonction de l'Aw, et de la température de séchage*

Les paramètres de couleur des dattes ont été analysés, pour des dattes ayant été traitées ou non par micro-ondes, et qui ont été ensuite exposées dans des conditions de séchage extrêmes, à savoir à une température de 80°C, durant 1, 4 et 7 heures. Nous reportons ci - après les valeurs et les variations maximales enregistrées des coefficients L, a ,b, après séchage ,et pour les dattes traitées, ou non aux micro-ondes :

| | Dattes non traitées | Dattes traitées |
|---|---|---|
| **Variation du coefficient L** | 2,17 à 9,06<br>moy = 5,36 % | 2,65 à 10,32<br>moy = 4,54 % |
| **Variation du coefficient a** | 5,63 à 37,59<br>moy = 17,77 % | 4,59 à 34,11<br>moy = 15,38 % |
| **Variation du coefficient b** | 2,59 à 18,77<br>moy = 7,42 % | 3,32 à 13,10<br>moy = 7,17 % |

L'évolution du paramètre "a", (couleur des dattes tendant vers le rouge) a été plus particulièrement analysée et représentée **Figure 48**.

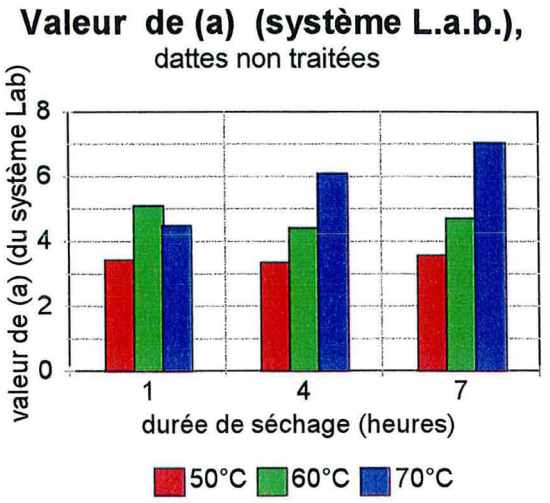
La variation de "a" semble être dûe aux conditions de températures de séchage, et apparaît indépendante du traitement micro-onde.

On peut dire que le chauffage micro-ondes, dans les conditions fixées, ne semble pas avoir d'effet sur la couleur des dattes. Néanmoins, il est intéressant de noter que les dattes traitées par micro-ondes présentent un aspect "brillant" comparativement à celles qui ne le sont pas.

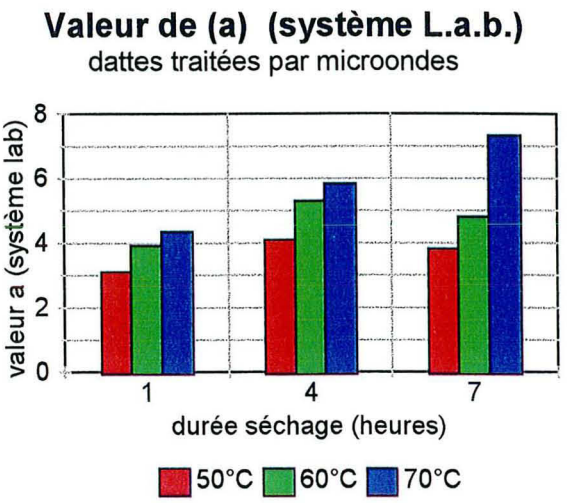
Cet aspect rend les dattes plus attractives ; la migration de l'eau chargée de sucres vers la périphérie de la datte est responsable de ce phénomène.

***Figure 48*** *: Suivi de la variable de couleur (a) en fonction de la température (50, 60, 70°C) et de la durée de séchage (1, 4, 7h) pour des dattes traitées ou non par micro-ondes*

***a*** *: Dattes non traitées*




***b*** *: Dattes traitées*



## 4-2 Influence du traitement micro-ondes sur la composition chimique et biochimique

### *4-2-1 Les polyphénols*

#### *4-2-1-1 Etude de l'influence du traitement par micro-ondes*

L'examen des résultats d'analyse des composés phénoliques par Chromatographie Liquide Haute Pression associée à l'enregistrement automatique des spectres d'absorption UV (technologie à "barette de diodes"), nous a permis d'évaluer l'incidence du traitement par micro-ondes sur cette famille de composés. (Il a été vérifié qu'il y avait proportionnalité entre l'intensité du signal enregistré - absorbance à 280 nm - et la concentration des composés considérés.)

L'exploitation des spectres UV enregistrés en cours de chromatographie **(Figure 49)** par des données de la Littérature et une "Banque de données" disponible au CIRAD-CP, ainsi que l'utilisation d'étalons internes ont permis la caractérisation de certains composés majeurs **(Figure 50)**. On relève ainsi :

- acides phénoliques typiques de la datte : dactyliférique, isodactyliférique et néodactylilifférique
- dérivés hydroxycinamiques : acide férulique et paracoumarique.
- composés appartenant à la famille des flavones, sans doute au groupe des flavonols..
- composés appartenant au groupe des flavanes, tels des flavane-3-ols ou flavane-3,4-diols. On peut songer à l'épicatéchine.

** Analyse comparative par ACP*

La comparaison des chromatogrammes d'extraits de pulpe de dattes équilibrées (préparés chaque fois à partir de 50g de matériel) à différentes Aw, ayant subi ou non un traitement par micro-ondes, indique celui-ci n'affecte pas grandement le contenu en polyphénols des échantillons analysés **(Figure 51)**. Cette conclusion a été confortée par une Analyse en Composantes Principales (ACP) prenant en compte six variables correspondant aux six pics majeurs repérés sur les chromatogrammes.

Certains polyphénols présents au stade tamar sont très réactifs avec la polyphénoloxydase et éventuellement la peroxydase. Les réactions de brunissement enzymatique lors des différents traitements appliqués à la datte (blanchiment, séchage, étuvage) pourront être réduites en limitant l'expression des activités enzymatiques en question, comme c'est le cas pour la préparation de jus ou pâtes de datte avec traitement thermique associé.

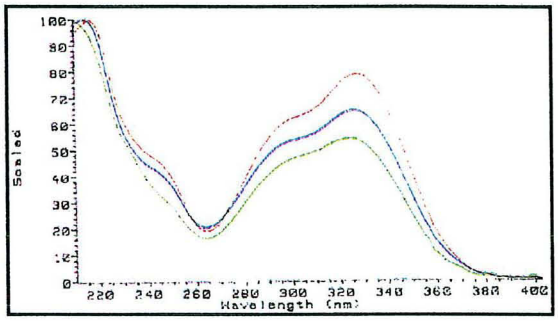
#### *4-2-1-2 Evolution de la teneur en polyphénols en fonction de la température et de l'Aw*

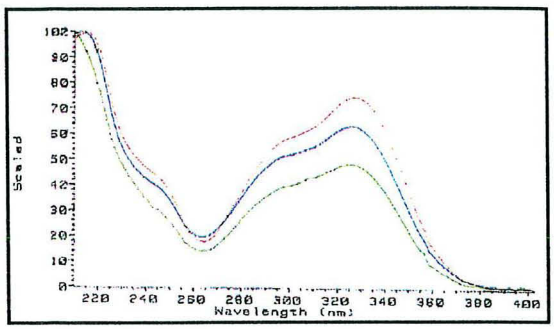
La **Figure 52** permet d'apprécier l'évolution des teneurs en polyphénols de dattes traitées ou non par micro-ondes, puis portées à une température de séchage de 80°C (séchage convectif, en boucle de séchage) durant 6 heures. Les dattes avaient été équilibrées au départ dans des conditions d'activité de l'eau bien définies : 0,35 - 0,65 et 0,80.

***Figure 49 :*** *Spectres UV des contenus des pics majeurs en CLHP, regroupés par familles chimiques...*

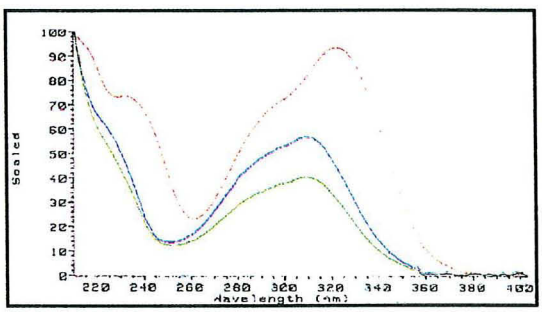
*Avant traitement par micro-ondes* *Après traitement par micro-ondes*

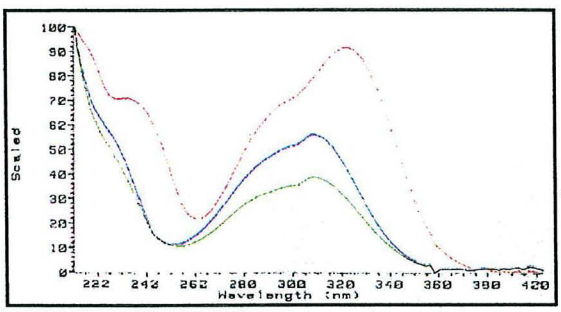
**ACIDES DACTYLIFERIQUE ET SES ISOMERES**



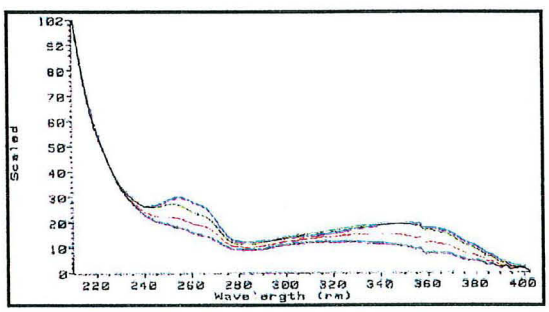



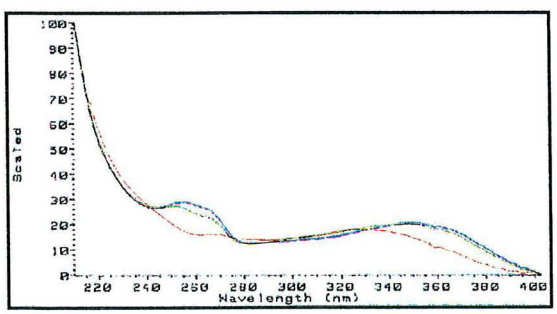

**ACIDES HYDROXYCINNAMIQUES**



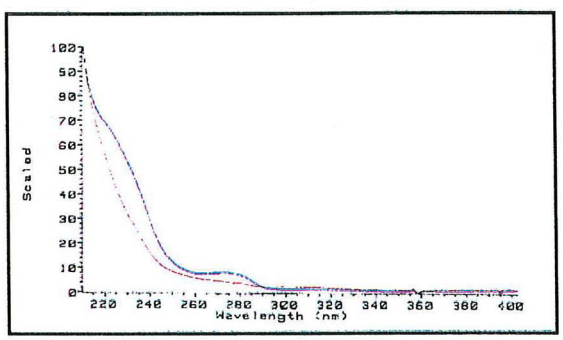




**FLAVONOLS**




**FLAVANE - OLS**



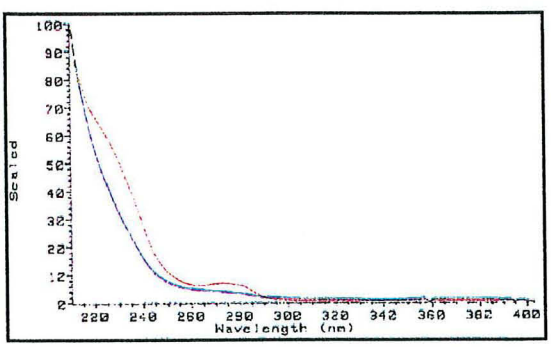



***Figure 50** : Profil chromatographique (C18) d'un extrait de pulpe de Datte n'ayant subi aucun traitement Détection UV à 280 nm*

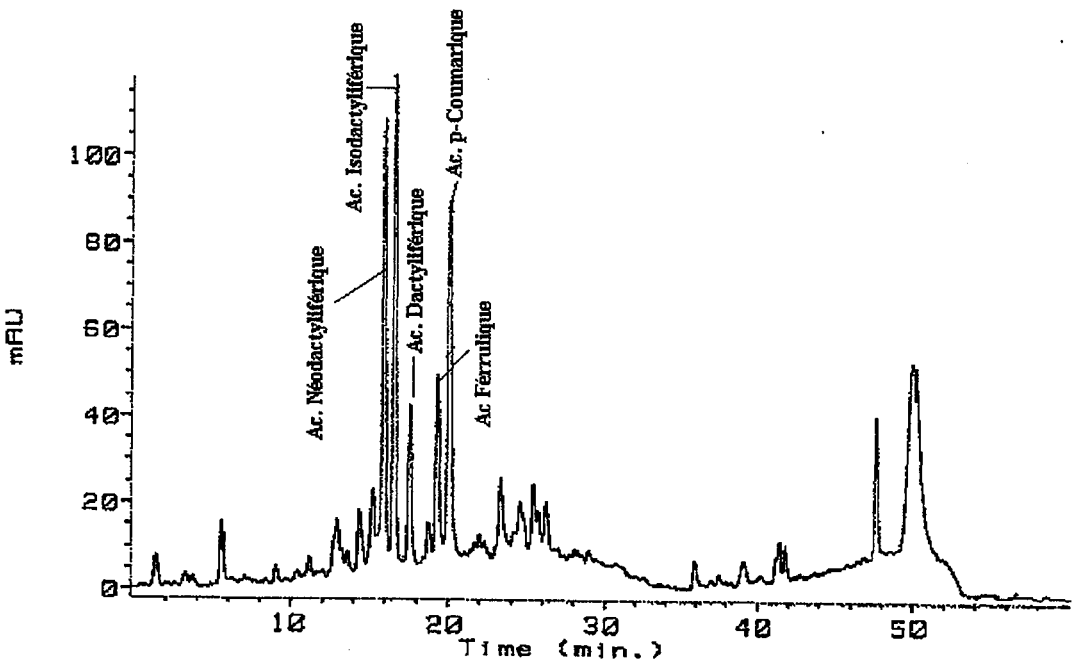
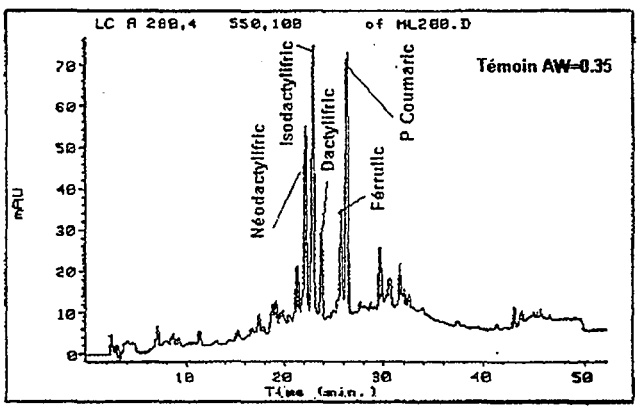
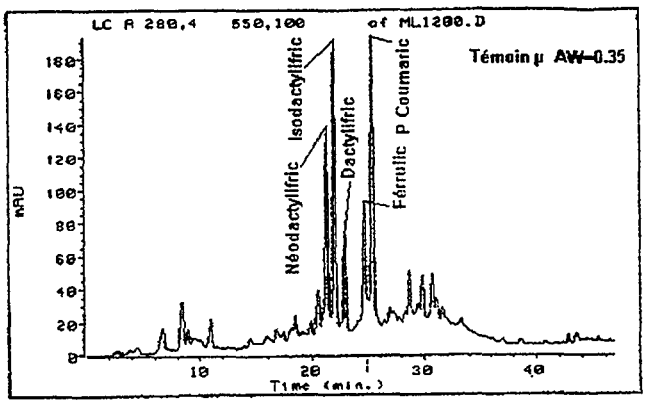


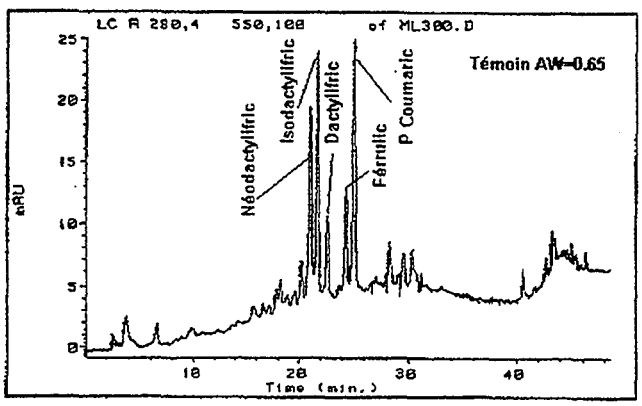
***Figure51** : Chromatogrammes de composés phénoliques d'extraits de pulpe de dattes (préparées chaque fois à partir de 50g de matériel), équilibrées à différentes Aw*
*Détection UV à 280 nm*

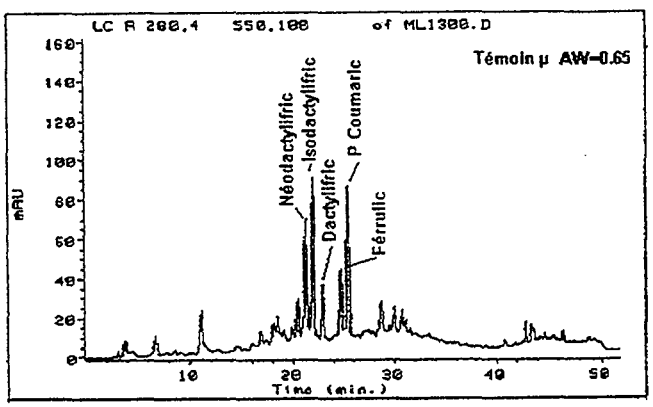
*Avant traitement par micro-ondes*

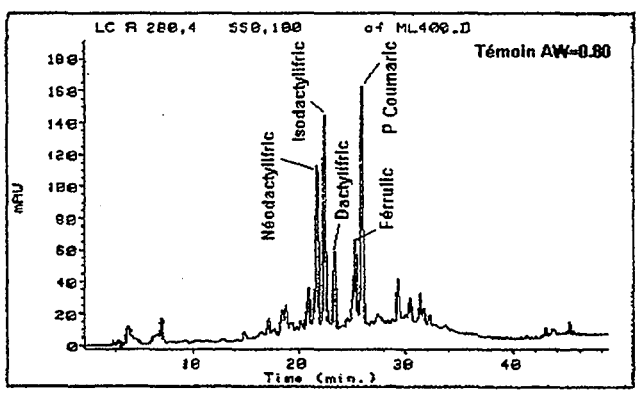
*Après traitement par micro-ondes*



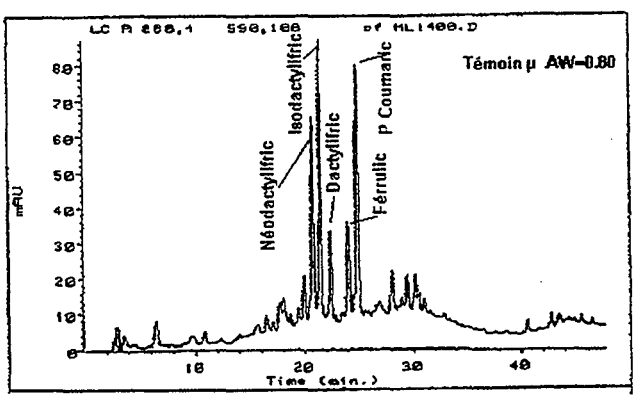
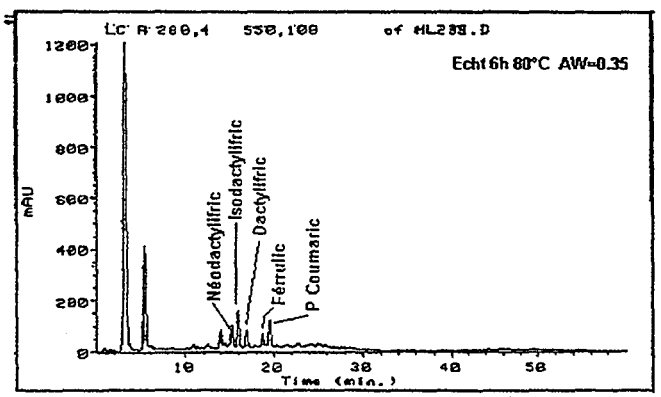
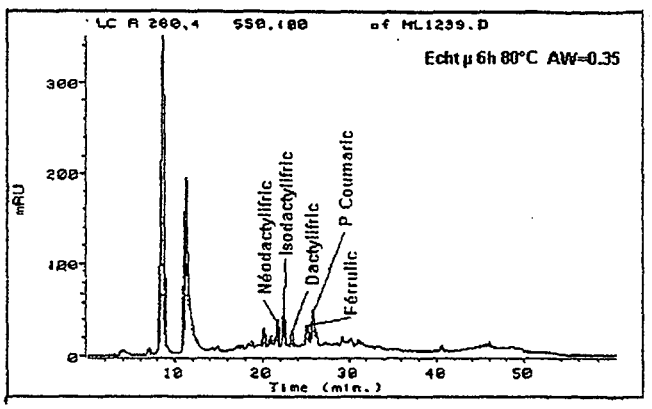
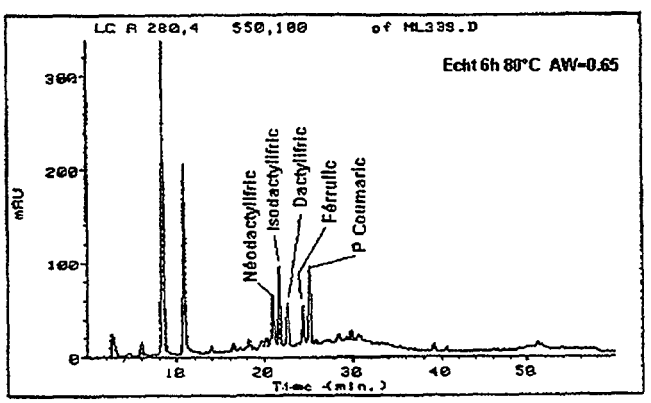



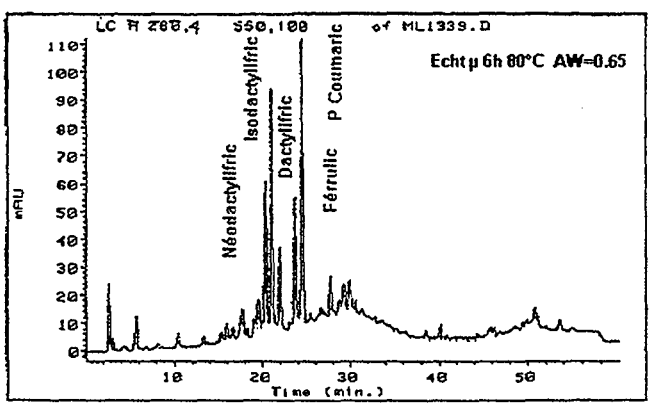
***Figure 52 :*** *Chromatogrammes de composés phénoliques d'extraits de pulpe de dattes (préparées chaque fois à partir de 50g de matériels), équilibrées à différentes Aw.*
*Ici, un traitement thermique de 6h à 80°C a été appliqué à la pulpe avant la préparation des extraits.*
*Détection UV à 280 nm*

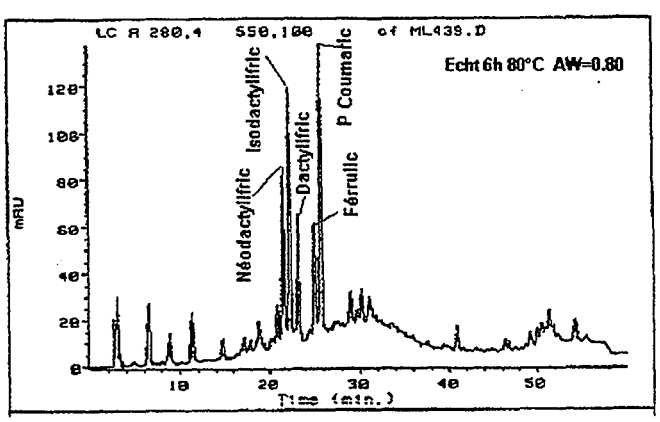
*Avant traitement par micro-ondes* | *Après traitement par micro-ondes*

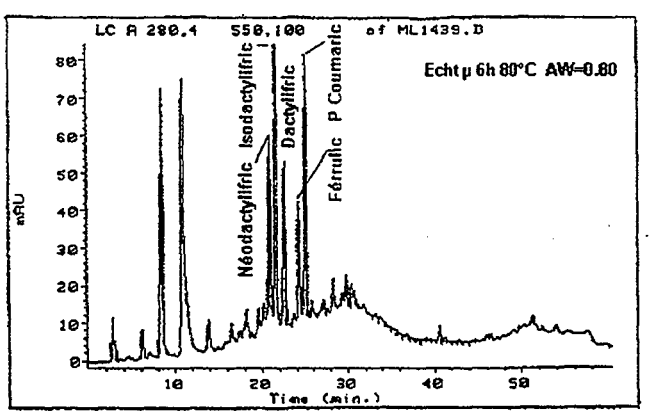


En considérant les rapports des teneurs en acides dactyliférique et ses isomères et celles des acides férrulique et p-coumarique nous obtenons les résultats suivants :

| Aw | témoin | après traitement micro-ondes | après séchage uniquement | séchage et micro-ondes |
|---|---|---|---|---|
| 0.35 | 1.6 | 1.6 | 1.5 | 1.5 |
| 0.65 | 1.5 | 1.6 | 1.5 | 1.6 |
| 0.75 | 0.9 | 1.6 | 1.5 | 1.6 |

Nous constatons, pour le témoin, une diminution des teneurs en acides dactyliférique et isomères, alors que pour les échantillons traités , le rapport donc les teneurs relatives ne sont pas modifiées.

Le changement le plus notable dans ces chromatogrammes est l'apparition de deux pics de temps de rétention voisins de 10 minutes dont les spectres d'absorption UV sont présentés sur la **Figure 53**. On note des maxima proches de 300 nm. L'identification des composés en cause n'a pas été réalisée.

***Figure 53 :*** *Spectre UV/Visible des contenus des deux pics visibles seulement sur les chromatogrammes d'échantillons ayant subit un traitement thermique de 6h à 80°C*

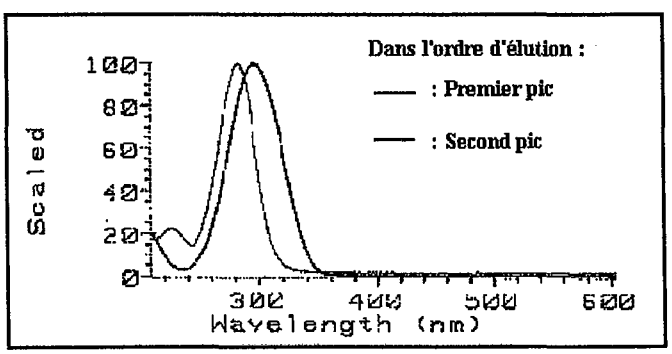
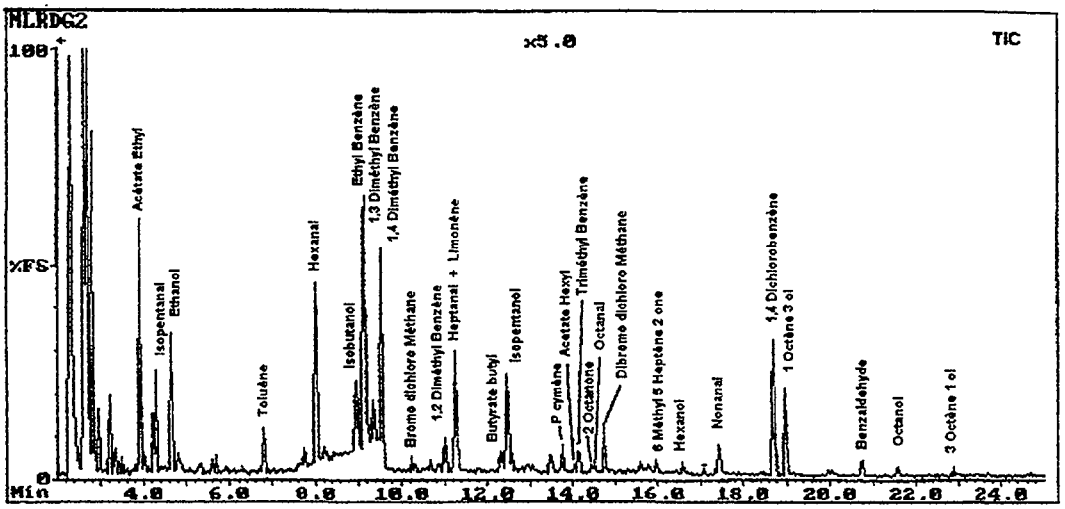
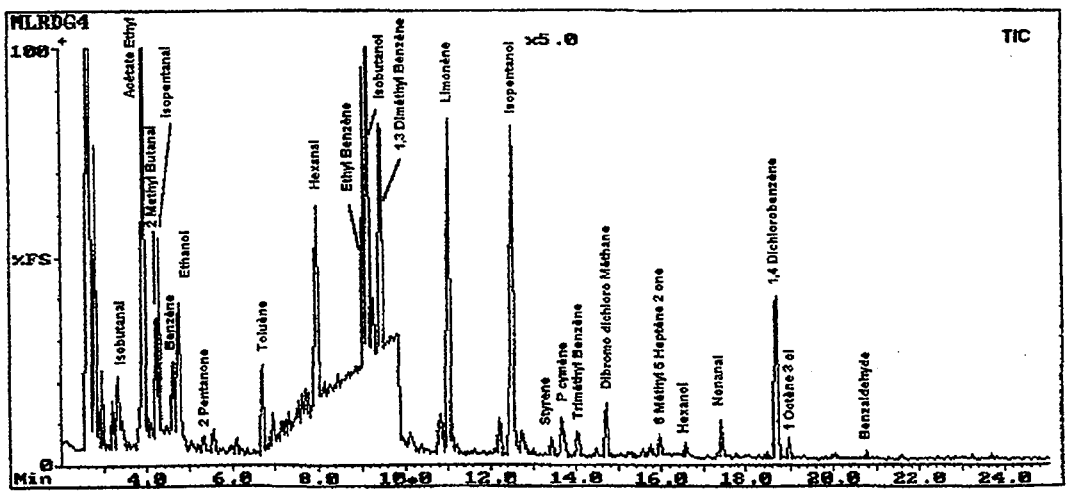


*Figure 54 : Chromatogramme d'arôme d'échantillons de dattes traitées ou non par micro-ondes*

*a : Dattes non traitées par micro-ondes*




*b : Dattes traitées par micro-ondes*



### *4-2-2 Les arômes*

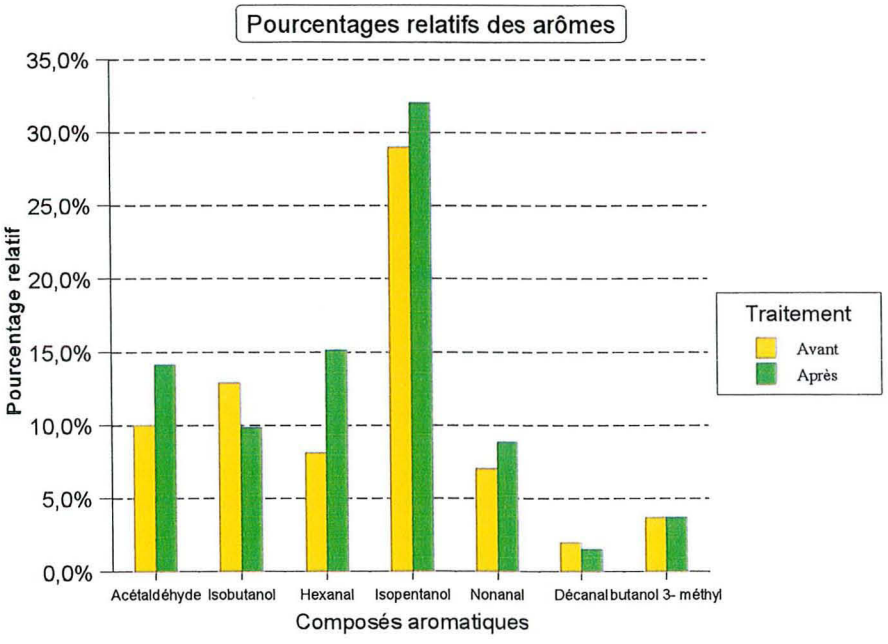
#### *4-2-2-1 Influence du traitement microondes*

Les résultats des analyses par Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) concernant le profil arômatique des dattes avant et après traitement par micro-ondes sont présentés **Figure 54**.

Nous avons identifié une dizaine de composés aromatiques, principalement des aldéhydes et des alcools. Pour la plupart, ce sont des composés en C6 à C10. Les pics les plus intenses correspondent aux composés suivants : isopentanol, hexanal, isobutanol, acétate d'éthyle, nonanal, butanol-3-méthyl-acétate, décanal, heptanal et 1-octène-3 ol. Ce sont pratiquement les mêmes composés trouvés, dans le témoin (variété Deglet Nour).

On observe des similitudes dans les pourcentages relatifs, par rapport aux dattes non traitées des principaux constituants aromatiques reportés **Figure 55**. L'histogramme de la Figure 33 traduit l'évolution de composition des constituants aromatiques les plus caractéristiques relativement aux dattes non traitées (même quantité d'échantillon dans les deux cas, 50g).

***Figure 55*** *: Histogramme des pourcentages relatifs en composés arômatiques*




D'une façon générale, les différences de pourcentages avant et après traitement sont relativement faibles. Seuls trois composés semblent présenter une différence significative : l'hexanal et l'acétaldéhyde qui présentent des pourcentages relatifs plus importants après traitement, tandis que l'isobutanol varie en sens inverse.

*4-2-2-2 Analyse de la variation des teneurs en molécules aromatiques par ACP*

Une ACP (Analyse multivariable en Composantes Principales) a été effectuée sur toutes les données expérimentales traduisant les différentes concentrations en molécules aromatiques avant et après traitement microondes. Tous les constituants tels que les alcools, les cétones, les esters sont bien représentés et bien que l'on puisse entrevoir des groupes sur le graphique des individus, ceux-ci ne sont pas représentatifs d'un effet quelconque car ils présentent trop de dispersion. Il n'apparaît donc pas de conclusion claire sur un effet imputable au traitement.

Après le traitement micro-ondes, des teneurs en aldéhydes volatils apparaissent dans des proportions supérieures à celles des dattes non traitées. Ils peuvent avoir de multiples origines (réaction de Streker, deshydrogénase, lipase). On ne peut s'autoriser à comparer ces résultats avec ceux de NORMAN et FOUSE (1977).Ces derniers avaient estimé que la teneur totale en aldéhydes volatils était de 127 mg/100 g en base sèche, pour les fruits frais pour atteindre 85 mg/MS, après 5 mois de conservation hors chambre froide ou 7 mois en chambre froide. Ces auteurs avaient souligné l'importance de l'acétaldéhyde, pour eux synonyme de mauvaise qualité et longue conservation.

**4-3 Activités Enzymatiques**

Compte tenu de l'importance accordée aux critères qualitatifs globaux que sont la couleur, mais aussi les proportions relatives en sucres, la texture , il est apparu qu'une évaluation du traitement par micro-ondes sur ces critères devenait nécessaire pour connaitre l'impact de cette technologie sur la qualité des dattes.

Nous avons essayé d'apprécier l'effet du traitement micro-ondes sur l'invertase, la polygalacturonase et la pectine-méthylestérase en évaluant les niveaux de ces activités par dosage des substrats ou des produits résultant des réactions enzymatiques associées.

***4-3-1 L'invertase***

HASEGAWA et SMOLENSKI (1970) ont mis en évidence l'existence dans la datte de deux formes d'invertase : une forme soluble de l'invertase voyant son activité se développer au stade tamar, à la différence d'une forme insoluble. MAROUF et ZEKI (1982) ont mis en évidence et caractérisé les deux formes d'invertases : activité optimale à 45°C de la forme soluble, activité mesurable de la forme insoluble jusqu' à 60°C.

Par ailleurs, le changement de la teneur en sucres semble être en relation avec les modifications d'activité de la polygalacturonase d'après HASEGAWA *et al.* (1969). Dans les dattes au stade tamar il apparait dès lors important de vérifier l'activité de cet enzyme en fonction des températures appliquées durant le traitement et durant la phase de séchage afin de pouvoir évaluer les modifications de structures, et de composition engendrées par un traitement thermique.

*4-3-1-1 Etude de l'effet du traitement micro-ondes*

Le **Tableau 38** donne les teneurs moyennes en sucres des différents lots de dattes exprimés en g/100 g de produit humide (MF).

***Tableau 38** : Valeurs moyennes des teneurs en sucres exprimées en g/100g de produit humide*

| AVANT TRAITEMENT | | | | | APRES TRAITEMENT | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| LOT | fructose | glucose | saccharose | totaux | LOT | fructose | glucose | saccharose | totaux |
| 1 | 13,81 | 15,06 | 34,39 | 63,26 | 4 | 14,0 | 14,75 | 36,4 | 65,15 |
| 2 | 13,47 | 14,37 | 36,49 | 64,33 | 5 | 13,4 | 14,7 | 33,9 | 62,00 |
| 3 | 12,91 | 13,69 | 35,07 | 61,67 | 6 | 13,8 | 15,15 | 36,2 | 65,15 |
| MOY | 13,4 | 14,37 | 35,32 | 63,09 | MOY | 13,73 | 14,87 | 35,5 | 64,10 |
| CV en % | 2,7 | 4,1 | 2,4 | 1,7 | CV en % | 1,8 | 1,3 | 3,1 | 2,3 |

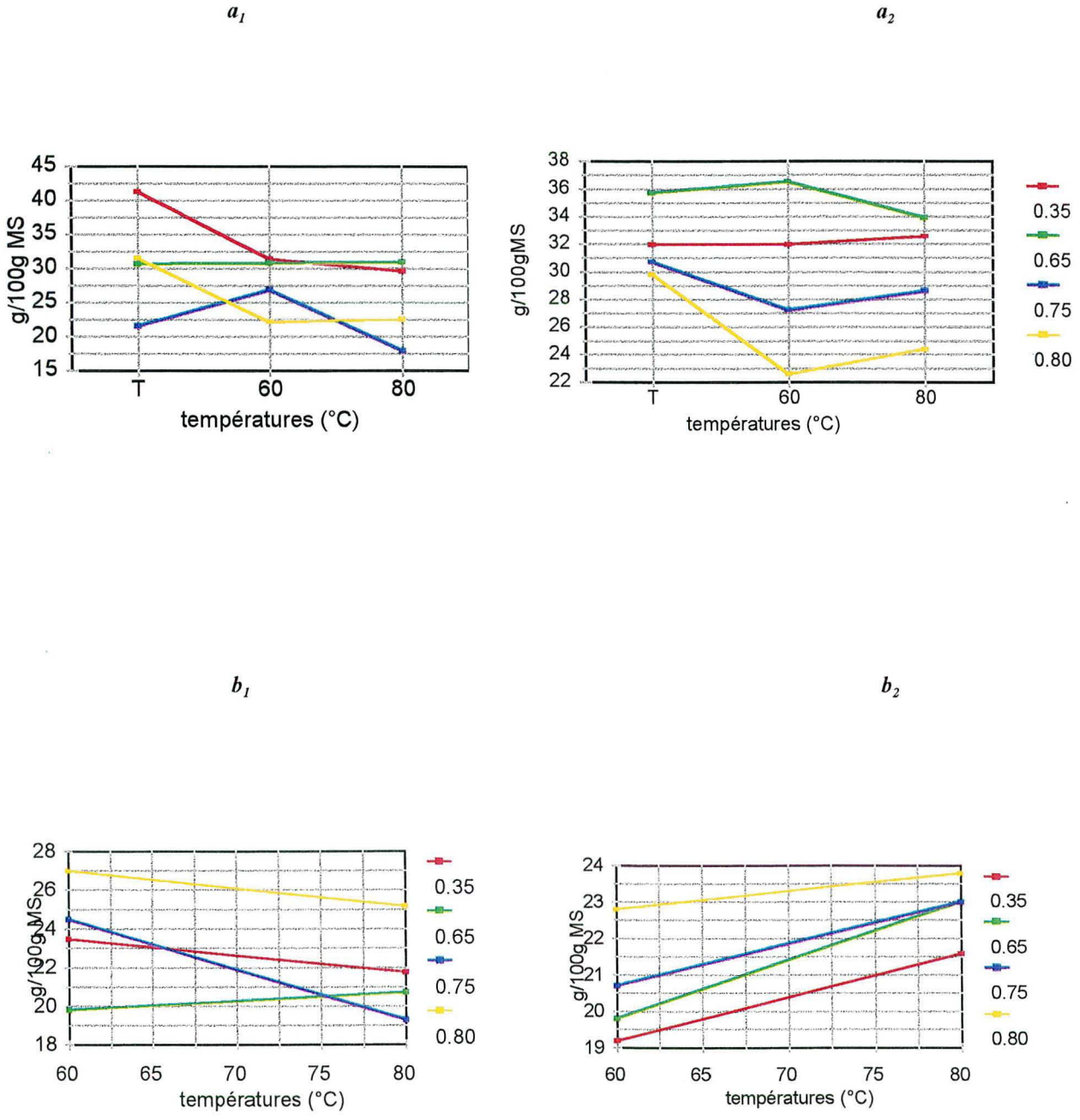
Il n'a été question que de connaître la variation relative de cette teneur. En effet ,dans les conditions opératoires préétablies, dans lesquelles la teneur en eau des échantillons avait été équilibrée, et hormis la perte en eau engendrée par le traitement micro-ondes, le simple examen de ces résultats oriente vers la conclusion que le traitement par micro-ondes (2 minutes à 65°C) n'affecte pas les teneurs en sucres étudiés, ce qui est bien confirmé par une analyse de variance (P=0,347).Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par RYGG (1975) qui estimait que 90 % de l'activité de l'invertase étaient perdus après un chauffage de 10 minutes à 65°C, de HASEGAWA et SMOLENSKI (1970) qui avaient estimé qu'une température de 60°C, durant 10 minutes apparaissait nécessaire pour inactiver l'invertase à 90 % et à 95% pour la même durée mais à 65°C sans altérer la qualité des sucres de la datte. Le traitement micro-ondes semble inactiver plus rapidement(selon les conditions d'essai) les activités invertasiques.

On peut toutefois se demander si l'effet micro-ondes ne pourrait pas contribuer à détruire l'intégrité des membranes cellulaires, avec des résultats comparables à ceux de la maturation, lorsque la teneur en eau est importante. Cette hypothèse a déjà été suggérée par COGGINS and KNAPP (1969). En effet, les dattes ayant une forte teneur en sucres réducteurs (les dattes dites "molles", riches en sucres réducteurs) sont celles qui ont une activité invertasique la plus élevée.

*4-3-1-2 Influence du traitement microondes sur les sucres des dattes durant le séchage*

L'influence du traitement micro-ondes sur l'évolution des teneurs en sucres est présentée **Figure 56**; les teneurs en saccharose, glucose, après exposition aux températures de séchage de 60 à 80°C y sont été reportées pour des dattes traitées ou non par micro-ondes et équlibrées à des Aw de 0,35; 0,65; 0,75; 0,80.

***Figure 56 :*** *Evolution de la teneur en saccharose (a) ou glucose (b) en fonction de la température de séchage et de l'Aw, pour des dattes traitées (1) ou non traitées (2) par micro-ondes*



Un séchage durant 2 heures à 60°C des dattes à une Aw de 0.8 préalablement traitées aux micro-ondes a pour effet d'entraîner une faible perte en saccharose. A 80°C les concentrations résiduelles en saccharose sont significativement inférieures dans les dattes ayant subi un traitement, pour les fortes activités de l'eau considérées.

Dans les dattes traitées par micro-ondes, à une activité de 0,75, et exposées à un séchage de 60°C durant 2 heures, la teneur en glucose est supérieure à celle des dattes non traitées. Ce résultat peut être expliqué par une activité résiduelle de l'invertase, activité qui est détruite ensuite après une durée prolongée de séchage, ou par une modification physico-chimique des teneurs en sucres en relation avec la température. Cette situation tend à confirmer l'influence des conditions physico-chimiques permettant le développement des réactions de Maillard (MAIER and SCHILLER, 1961), KANNER et *al.* (1978).

### *4-3-2 Activité polygalacturonasique*

La texture des dattes est importante pour une approche "globale " qualité. Il apparait donc nécessaire de connaitre les teneurs en pectines solubles et protopectines, en vue d'apprécier l'influence du traitement par micro-ondes sur leurs teneurs, et en vue d'évaluer les modifications éventuelles de l'activité polygalacturonasique.

#### *4-3-2-1 Teneurs en substances pectiques*

Pour des dattes non traitées, la valeur moyenne du matériel insoluble à l'alcool (MIA) est de 4,0 g/ 100 g (base humide pulpe de datte), ou 4,9 g/100 g MS avec N (nombre de répétitions) = 15, et Cv(coefficient de variation) =1,4 % ; valeurs à rapprocher de 3,7 g/100 g de MS de COGGINS *et al.* (1968).

Le MIA des dattes renferme une teneur en pectines inférieure aux teneurs en cellulose, hémicelluloses, lignine et autres fibres végétales. Il est à noter que la méthode d'extraction des pectines utilisée (éthanol à chaud SOUTY *et al.*, 1981) semble surestimer légèrement les pectines solubles (PS ) en comparaison avec une méthode à l'éthanol froid pouvant être utilisée. En effet, il semble qu'aux températures les plus élevées, une partie des pectines liées à la paroi (protopectines) se solubilise. On peut toutefois minimiser cet effet car la différence entre les deux résultats est très faible (environ 4 % de la teneur des PS).

#### *4-3-2-2 Influence du traitement par micro-ondes*

##### *4-3-2-2-1 Sur les pectines solubles dans l'eau (PS)*

Les teneurs en acide galacturonique exprimés en milligrammes/gramme de matière sèche de datte pour des dattes non traitées sont de 11,33 mg/1 g de MS (N = 15; CV = 7,7 %) et de 11,73 mg/1 g de MS (N = 15, CV = 3,8 %) après traitement par micro-ondes. Au vu de ces résultats ( en accord avec ceux de BEN CHABANE *et al.*, 1995), on peut émettre l'hypothèse que le chauffage par micro-ondes pendant 2 minutes à 65°C ne semble pas avoir d'effet sur les pectines solubles.

*4-3-2-2-2 Sur les protopectines (PH)*

Les protopectines présentent une teneur moyenne de 2,73 mg/g MS de pulpe de dattes (N=15, CV=5,1 %) pour des dattes non traitées et une valeur moyenne de 2,48 mg/ g de MS (N=15, CV=6,8%) pour des dattes traitées par micro-ondes.

Ces valeurs sont à rapprocher de celles de BEN CHABANE *et al.* (1995) qui avaient trouvé des valeurs proches de 1,22 % par rapport à la matière sèche pour la datte Deglet Nour à un stade de maturité dit "stade IV". Nous noterons que pour ces derniers travaux, l'homogénéité des lots n'avait pas été vérifiée, (activité de l'eau non maîtrisée, par ailleurs le stade IV ne correspond pas nécessairement au stade de maturité "Tamar" couramment employé dans les autres pays et qui caractérise les dattes que nous avons analysées).

D'après ces observations, on serait quand même tenté de dire que le chauffage par micro-ondes tel qu'il a été appliqué n'influence pas de façon notable la détermination des protopectines. Les variations peu significatives des teneurs en PS et PH nous révèlent que le traitement thermique dû au traitement ne semble pas avoir exalté l'activité des polygalacturonases.

*4-3-2-3 Activité polygalacturonasique en fonction des températures de séchage, de l'Aw initiale et du traitement par micro-ondes*

On peut constater **Figure 57** qu'à toutes les activités de l'eau et pour les températures de 70 et 80°C, on assiste à une diminution des teneurs en acide galacturonique par rapport aux témoins. HASEGAWA *et al.* (1969) avaient détecté une augmentation significative de l'activité polygalacturonasique durant la phase de maturation qu'ils attribuaient à une conversion de formes inactives, insolubles en formes solubles. Par contre, COGGINS *et al.* (1968) ont suggéré que le séchage naturel des dattes pourrait freiner le développement des activités enzymatiques, telles l'invertase et la polygalacturonase.

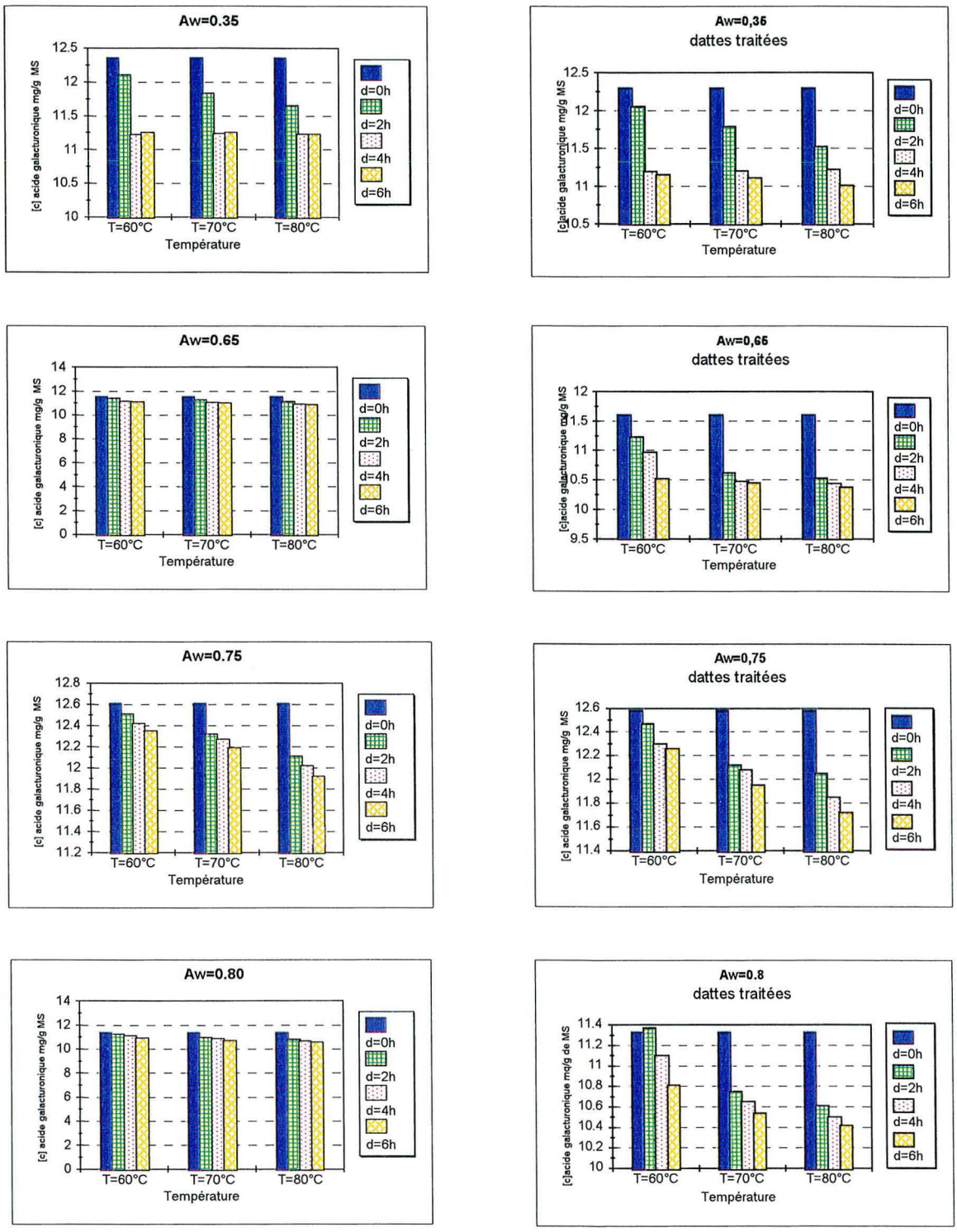
L'augmentation de la teneur en eau, et de la température, contribue à modifier la fermeté des structures cellulaires, comme l'ont confirmé MAIER *et al.*, (1961); COGGINS *et al.* (1967). AL-JASIM et DALAIMY (1972) ont estimé quant à eux l'activité pectinesterasique, de quatre variétés de dattes irakiennes de type "demi-molle" (avec une teneur en eau élevée) et à l'état Tamar, à 0,9 µéquivalent COOH/min/g de matière fraîche de fruits ce qui confirme l'intérêt d'inactiver rapidement cette enzyme pour conserver la texture initiale.

Dans notre cas, le traitement thermique seul à 60, 70, 80°C pour toutes les Aw considérées semble plus marqué à une Aw de 0,35 **(Figure 57)**. Il n'y a pas de différences significatives entre les lots traités ou non par micro-ondes.

***Figure 57 :*** *Teneurs en acide galacturonique des PS exprimées en mg/g de MS de pulpe de datte*

***a, b, c, d :*** *Dattes non traitées par micro-ondes*

***a', b' ,c', d' :*** *Dattes traitées par micro-ondes*



### *4-3-3 Activité pectine-méthylestérasique (PME)*

#### *4-3-3-1 Fonctions méthyl esters des pectines solubles(PS)*

Les valeurs moyennes , exprimées en pourcentage pondéral de méthylation relativement à l'acide polygalacturonique des PS pour des dattes non traitées est de 9,65 % (N = 40; CV = 2,3 %) et de 9,65 % (N = 40; CV = 7,2 %) pour les dattes traitées par micro-ondes.

Le degré d'estérification en rapport molaire est en moyenne de 61 %, ce qui correspond à des pectines solubles hautement méthylées. Ce résultat est en accord avec BEN CHABANE *et al.* (1995). L'effet du traitement est très peu significatif, le chauffage par micro-ondes ne semble pas modifier les teneurs fonctions méthyl esters des PS et sur l'activité enzymatique.

#### *4-3-3-2 Fonctions méthoxyles des protopectines (PH)*

La valeur moyenne des pourcentages pondéraux Méthanol/ac. galacturonique des PH est de 7,57 (N = 40; CV = 4,6 %) pour les dattes non traitées et de 8,05 (N = 40; CV = 6,2 %) pour les dattes traitées par les micro-ondes.

Le degré d'estérification molaire des protopectines est en moyenne de 49 %, ce qui correspond là aussi à des pectines hautement méthylées. Ces résultats sont également en accord avec BEN CHABANE *et al.* (1995).

Ces résultats permettent de conclure que les micro-ondes à 65°C pendant 2 minutes ne semblent pas affecter les fonctions méthoxyles des PH; ils confirment ceux de AL-JASIM et AL-DELAIMY, (1972) qui ont montré que l'activité de cette enzyme se développe surtout durant la phase de maturation. La réduction de plus de 50% de son activité au stade Tamar pourrait s'expliquer par l'effet d'inhibition dû aux tannins d'après ces auteurs.

A la vue de ces résultats, on peut émettre l'hypothèse que le traitement par micro-ondes dans les conditions opératoires préétablies n'exalte pas l'activité des enzymes endogènes (participant à la maturation de la datte), la PME et Pgase. Cette conclusion est intéressante pour les producteurs qui sont ainsi assurés de maintenir l'état de maturité de la récolte, tout en désinsectisant. Il faut toutefois nuancer cette observation car notre étude a été effectuée sur des dattes en fin de maturation. Un effet séchage, aux températures élevées semble favoriser une destucturation cellulaire partielle pour des Aw élevées .

### *4-3-4 Activité polyphénoloxydasique*

#### *4-3-4-1 Etude des caractéristiques de l'activité polyphénoloxydasique*

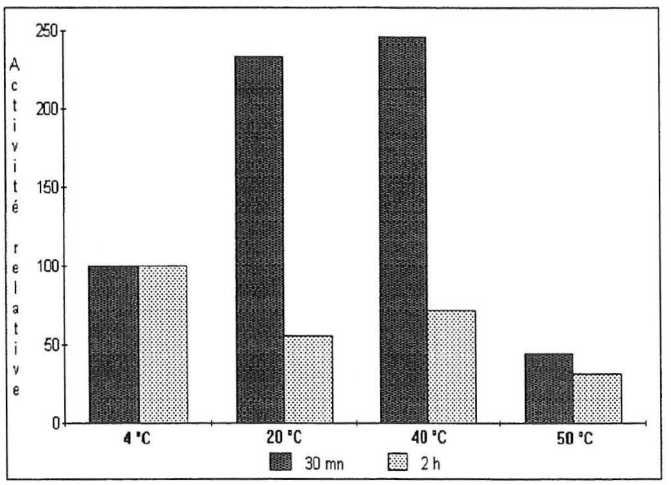
La caractérisation de l'activité PPO, notamment l'influence de la température a été étudiée par différents auteurs. MUTLAK et MAN (1984) ont estimé qu'un traitement par microondes de 1 minute à 110/120°C permettait d'inactiver les polyphénoloxydases et les péroxydases. Le même résultat serait atteint par un traitement de 14 minutes à 100°C d'après ces mêmes auteurs qui se réfèrent à RASHID (1950).

La caractérisation de l'activité poyphénoloxydasique est réalisée sur des dattes n'ayant pas été traitées par micro-ondes, par la mesure des valeurs des vitesses initiales d'oxydation de l'épicatéchine, en fonction de la température et de la durée de traitement des dattes (0 h 30 et 2 h) présentées dans le **Tableau 39.** Rappelons que la préparation de l'extrait enzymatique a été réalisée à partir de 7 grammes de pulpe de dattes ayant subi le traitement thermique considéré (en durée et en températures), puis repris dans une solution de tampon phosphate à un pH de 7, broyés, ramenés à une température de 4°C, centrifugés, filtrés. Une aliquote (0,5ml) de cet extrait, contenant environ 135 mg de matière sèche, est mise en contact avec une solution d'épicatéchine tamponnée, et la variation d'absorbance à 430 nm enregistrée pendant une dizaine de minutes environ. L'évolution des vitesses initiales avec le traitement thermique appliqué est représentée en **Figure 58**.

***Tableau 39 : Activité** polyphénoloxydasique, appréciée par la vitesse initiale de réaction en conditions opératoires standards, de pulpe de datte préalablement exposée durant 0h30 (a) ou 2h (b) aux températures indiquées*

| Températures (°C) | | 4 | 20 | 40 | 50 |
|---|---|---|---|---|---|
| Activité | (a) | 0,025 | 0,057 | 0,060 | 0,011 |
| | (b) | 0,025 | 0,013 | 0,018 | 0,008 |

***Figure 58 :** Activité polyphénoloxydasique mesurée en conditions standardisées sur des dattes non traitées par micro-ondes, après traitement thermique de 30 minutes ou 2h à diverses températures*



Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par HASEGAWA et MAIER (1980), qui avaient montré l'existence d'une activité résiduelle à 60°C, pour un pH de 5,0 (l'activité de cet enzyme étant maximale à un pH situé entre 4,5 et 6,5 (cas actuel), après un traitement de 10 minutes à des températures différentes. Il est à noter que d'après ces mêmes auteurs, un traitement à 67°C détruirait 50 % de l'activité de cet enzyme.

Dans nos conditions d'étude, (les dattes ont une activité de l'eau controlée de 0,65), pour une durée de traitement de 30 min, une perte d'activité se manifeste seulement au delà de 40°C, tandis que cette inactivation se produit à toutes les températures de traitement d'une durée de 2H30 sans traitement par micro-ondes. Il restera à vérifier si le traitement de désinfestation envisagé aura une répercussion sur l'activité résiduelle de cette enzyme à 65 °C.

Le calcul des pentes des droites ln (Vo/Vt) en fonction de la durée de traitement thermique à différentes températures a permis de déterminer la variation de la constante d'inactivation k en fonction de la température. Les valeurs obtenues, après régression par le programme Curve Expert nous ont amené à tracer le graphe ln k = f (1T) pour déterminer l'énergie d'activation apparente du processus d'inactivation de la PPO.

L'analyse des cinétiques d'inactivation aux différentes températures des essais nous a conduit à une estimation de l'Energie d'Activation Ea, de l'inactivation thermique de la PPO pour les dattes traitées ou non par micro-ondes :

Ea (dattes micro-ondées ) = 15,8 kcal.mole$^{-1}$
Ea (dattes non micro-ondées) = 4,2 kcal.mole$^{-1}$

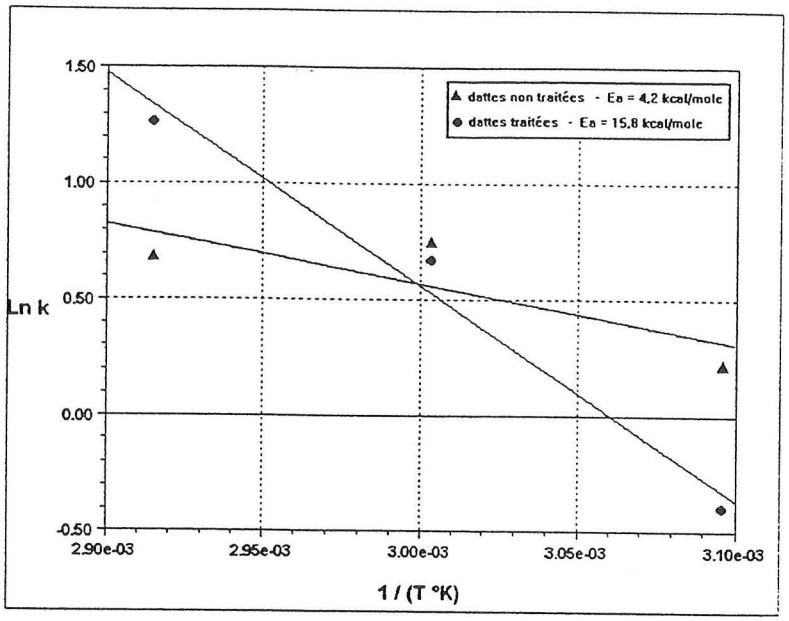
Ces valeurs nous permettent de conclure que les dattes traitées par micro-ondes présentent un degré d'inactivation de l' activité polyphénoloxydasique plus important que pour les dattes non traitées.

*4-3-4-2 Activité polyphénooxydasique et traitement microondes*

Les échantillons de dattes traités (par micro-ondes durant 2 minutes à 65°C) ou non, (après avoir subi les mêmes opérations de purification que pour le travail de caractérisation) sont portés à des températures de 50, 60, 70 °C en vue de pouvoir évaluer l'influence du traitement par micro-ondes sur l'activité polyphénoloxydasique.

La détermination de l'énergie d'activation **(Figure 59)** nous donne une valeur de 15,8 kcal/mole ce qui permet de conclure que l'effet du taitement micro-ondes permet une inactivation partielle de l'activité enzymatique considérée.

*Figure 59 : Inactivation de l'activité polyphénoloxydasique en fonction de la température de traitement thermique pour des dattes traitées ou non par micro-ondes. Relation d'Arrhénius : ln k = f (1/T)*




Les vitesses de réaction d'oxydation de l'épicatéchine par la PPO, qui ont été déterminées de la même manière que pour la caractérisation, exprimées en ΔDO/min/ml, et calculées à partir des courbes de cinétique effectuées sont les suivantes :

.pour des dattes traitées par micro-ondes, l'activité moyenne est de 0,017 Δ A .$min^{-1}$.$ml^{-1}$

.pour les dattes témoins, l'activité moyenne est de 0.095 Δ A .$min^{-1}$

Cette analyse, prouve que le traitement a un effet majeur sur la diminution de l'activité enzymatique de l'activité PPO. L'effet des micro-ondes à 65°C pendant 2 minutes réduit l'activité polyphénoloxydasique, résultats en accord avec ceux de MUTLAK and MANN (1984).

### *4-3-5 Activité peroxydasique*

D'après MUTLAK et MANN (1984), et les travaux de RASHID (1950), les peroxydases ont une implication limitée au niveau du brunissement des dattes, dans la mesure où il semble que leur présence soit de moins en moins importante durant la conservation (MAIER et SCHILLER, 1961). Ces enzymes seraient inactivés en portant les dattes à 100°C, durant 14 minutes ou par traitement micro-ondes durant 1 minute à 110°C, (MUTLAK et MANN, 1984).

ROBINSON, 1991, qui se réfère aux travaux de FRY (1986) mais aussi de COOPER et VARNER (1984) indiquaient que dans certains fruits, les péroxydases en présence d'oxygène et de dihydroxyfumarate pourraient intervenir au niveau de la tyrosine, phénylalanine. De la même manière l'acide p-coumarique pourrait être hydroxylé en acide caféique. Dans le cas de la datte, il reste à vérifier que ces conditions soient vérifiées.

*4-3-5-1 Caractérisation de l'activité peroxydasique*

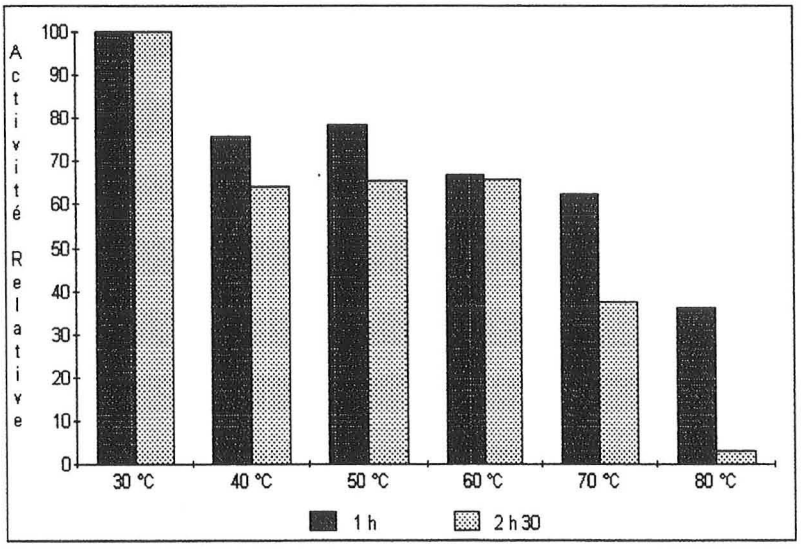
**Activité peroxydasique et température*

Nous avons étudié la thermo-inactivation de l'activité peroxydasique des dattes non traitées par micro-ondes en analysant l'évolution de l'activité à différentes températures et durées de traitement.
Rappelons que les conditions de travail ont été standardisées de la manière suivante : 7 grammes de dattes portés préalablement à différentes températures (de 10 à 80°C), durant 1 h et 2 h 30 sont tamponnés à pH 7, ramenés à 4°C, centrifugés, filtrés.

L'extrait de 0,5 ml est alors mis en contact avec une solution de gaiacol (100 µl) et 100µl d'eau oxygénée (1mM). Un ml d'extrait contient 272 mg de MS. La variation d'absorbance, est lue à 436 nm, toutes les 10 secondes, après un temps de contact enzyme/substrat de 3 minutes.

La **Figure 60** montre le caractère thermolabile de l'activité peroxydasique. La vitesse de réaction peroxydasique diminue d'une part avec la température de traitement thermique et d'autre part avec la durée de ce traitement. Nous remarquons que la température de 80°C, appliquée durant 2 h 30 inactive totalement la POD, résultats qui ne sont pas en contradiction avec les observations de MUTLAK et MANN (1984).

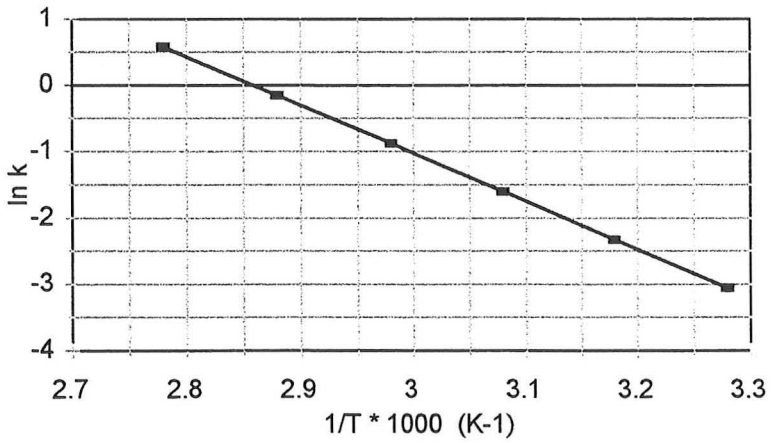
***Figure 60** : Activité peroxydasique résiduelle, évaluée en conditions opératoires standardisées de dattes non traitées par micro-ondes après traitement thermique dans diverses combinaisons de temps et de température*



** Détermination de l'Energie d'activation*

La détermination des vitesses initiales des activités peroxydasiques, dans des conditions standardisées (décrites au chapitre matériel et méthode) obtenues après des traitements de 50, 60, 70°C durant un temps variable de 1 à 4 heures a permis le calcul des pentes des droites ln (Vo/Vt), et de déterminer les différentes constantes d'inactivation, dans le cadre d'un schéma monoexponentiel (cinétique d'inactivation simple d'ordre 1 ), (CLOCHARD et GUERN, 1973), et de connaître l'Energie d'Activation (kcal/mole) **(Figure 61)**.

***Figure 61*** *: Inactivation de l'activité peroxydasique en fonction de la température de traitement thermique des dattes. Relation d'ARRHENIUS : ln (k)=f (1/T)*




L'évolution avec la température de la constante de vitesse d'inactivation- déterminée par l'étude précédente a été analysée avec le modèle simple d'ARRHENIUS, ce qui nous a conduit à une évaluation de l'Energie d'activation de 14,5 kcal.mole$^{-1}$.

*4-3-5-2 Influence du traitement micro-ondes et des conditions de séchage sur l'activité peroxydasique*

Les dattes préalablement microondées sont portées à des températures de 50°C, 60°C, 70°C, conformes aux conditions de séchage couramment employées dans l'industrie.

Les vitesses initiales de l'activité peroxydasique (réalisées et mesurées dans les mêmes conditions opératoires que pour la caractérisation) ont été déterminées pour chaque température de séchage, pour des dattes non traitées ou traitées au préalable par micro-ondes (2 minutes à 65°C). Elles sont exprimées en unités arbitraires (variation d'absorbance à 436 nm, par minute et par ml d'extrait enzymatique) et rapportées **Tableau 40**.

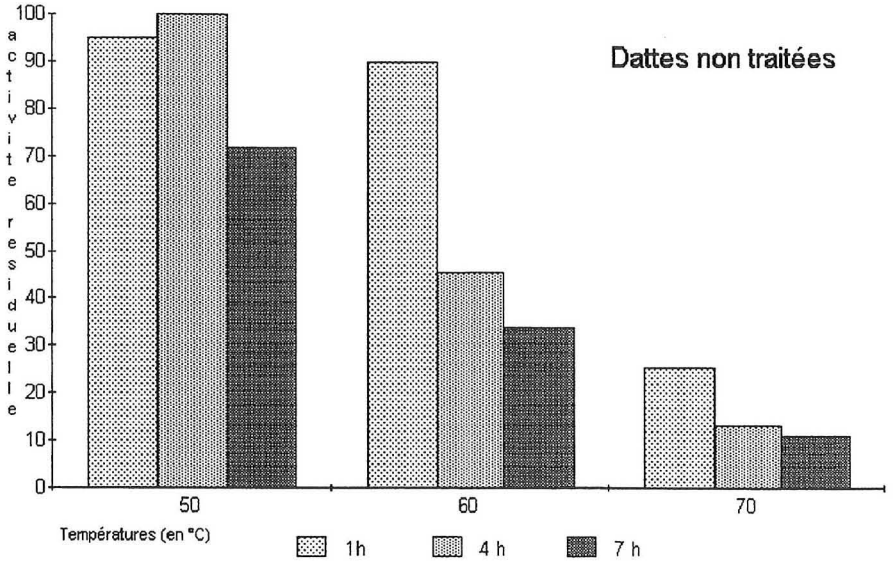
***Tableau 40 :*** *Activité peroxydasique évaluée par la vitesse initiale de réaction en conditions opératoires standard, de pulpe de datte traitée ou non par micro-ondes et après traitement thermique dans les combinaisons de durée et température indiquées*

| Dattes non micro-ondées | | | | | Dattes micro-ondées | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| T°C | 1H | 4H | 7H | | T°C | 1H | 4H | 7H |
| 50 | 1,4244 | 1,5002 | 1,0769 | | 50 | 0,563 | 0.,703 | 0,4825 |
| 60 | 1,3482 | 0,681 | 0,5075 | | 60 | 0,464 | 0.,671 | 0,2916 |
| 70 | 0,38345 | 0,1988 | 0,16633 | | 70 | 0,1829 | 0,1546 | 0,12105 |

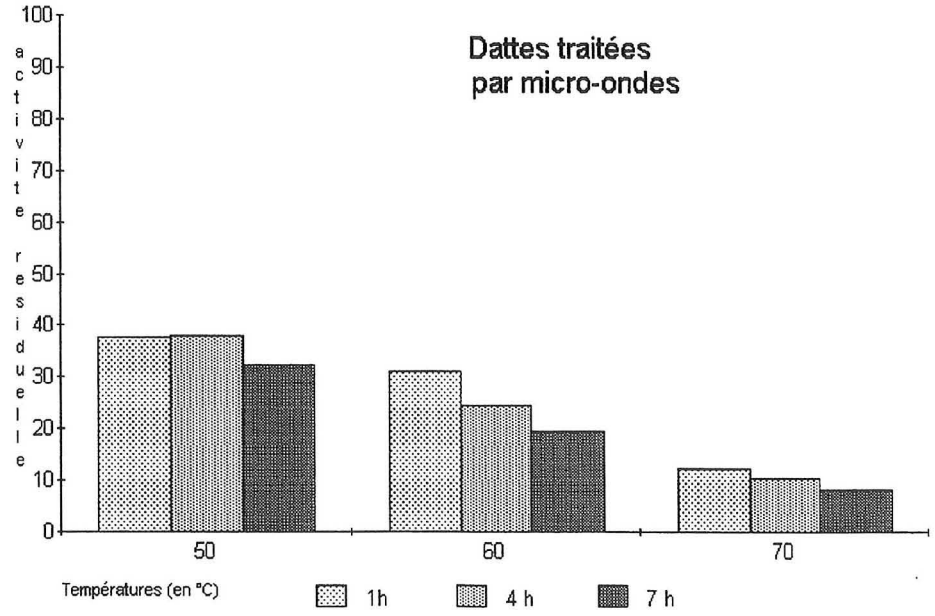
Ces résultats, reportés **Figures 62** permettent d'informer rapidement un technologue que les dattes non traitées présentent une activité peroxydasique qui diminue sensiblement (80%)après un séchage de 7 h à 70°C. Cette valeur d'activité est obtenue pour les dattes ayant subi un traitement par micro-ondes puis exposées à un séchage à 50°C durant 1 h., ce qui peut s'expliquer par une inactivation partielle des peroxydases par le traitement micro-ondes.

***Figure 62 :*** *Activités peroxydasiques (exprimées en % de l'activité initiale) des dattes traitées (a) ou non traitées (b) par micro-ondes, puis soumises au séchage (température de 50, 60 et 70°C durant 1h, 4h, 7h)*

***a***

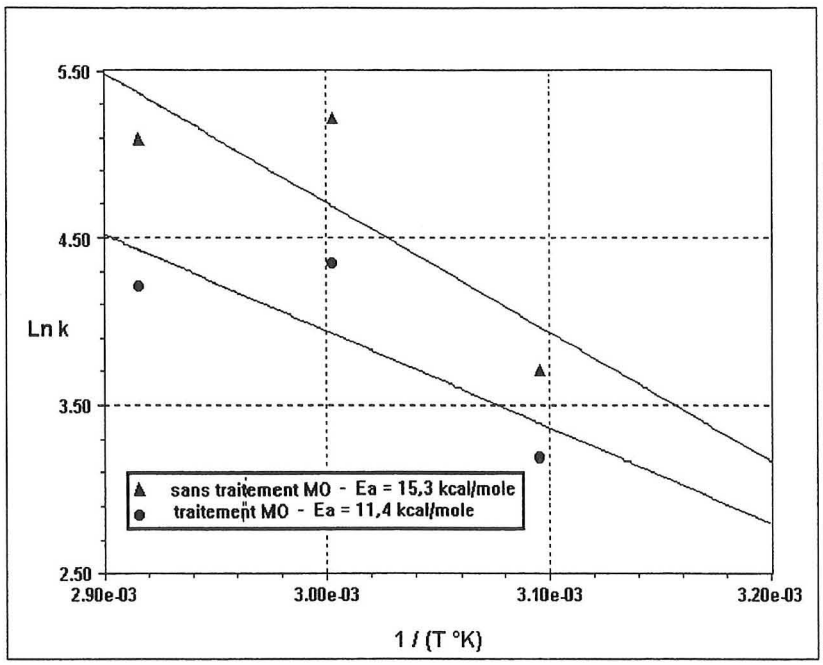



***b***



L'évolution de l'activité enzymatique a été analysée à travers un modèle simple de cinétique d'inactivation d'ordre 1. Nous obtenons la courbe, après régression linéaire qui nous a permis d'accéder aux constantes de vitesse d'inactivation aux différentes températures. La dépendance des constantes de vitesse envers la température a été ensuite analysée à travers le schéma simple d'ARRHENIUS, ce qui nous a conduit aux estimations des Energies d'Activation, pour les dattes traitées ou non par micro-ondes **(Figure 63)**.

***Figure 63 :*** *Inactivation thermique de l'activité péroxydasique des dattes soumises ou non à un traitement par microondes (2 minutes à 65°C).*
*Relation d'Arrhénius : ln k=f(1/T).*
*Températures de séchage : 50, 60, 70°C. Durée de séchage : 1h, 4 h ,7 h,*




On notera qu'il s'agit de valeurs relativement faibles par rapport à celles souvent rapportées pour des activités enzymatiques (souvent supérieures à 30 Kcal mole$^{-1}$), mais on doit considérer que les traitements thermiques ont été appliqués à un matériel peu hydraté (teneur en eau de 25%, Aw=0,65). Dans ces conditions, comme l'ont montré plusieurs auteurs (DRAPON, 1972; SCHWIMMER, 1980), les critères d'inactivation de diverses enzymes peuvent différer fortement de ceux connus pour ces mêmes enzymes en solution aqueuse.

Il apparait ,dans le cas de l'activité peroxydasique , que les énergies d'activation sont très voisines, pour les lots non traités ou traités par micro-ondes, ce qui nous autorise à penser que l'effet de dénaturation des peroxydases imputable aux micro-ondes n'est pas déterminant comparativement aux effets du séchage (1 ,4 ou 7 heures à 50, 60 ou 70°C du traitement est à comparer avec l'effet de dénaturation obtenu sur la polyphénoloxydase, dans les mêmes conditions.

# *CONCLUSIONS*

## CONCLUSIONS

Les dattes, par leur **diversité variérale et d'état de maturité**, présentent des caractéristiques morphologiques, physicochimiques et biochimiques très variables. Les fortes teneurs en sucres - jusqu'à 85 % de la matière sèche - et la présence d'acides aminés, permettent des réactions de brunissement non enzymatique. La présence d'enzymes pectinolytiques, de polyphénoloxydases et peroxydases peut affecter la qualité des fruits, durant les traitements post-récolte ou après conditionnement, en relation avec les traitements thermiques appliqués et les modifications de l'activité de l'eau.

La maîtrise de la qualité des fruits est grandement conditionnée par **l'homogénéité** de leur degré de maturité. Nous avons montré que la période de récolte qui se situe au stade Tamar est un facteur important, car la Datte est un fruit climatérique. Pour réduire l'hétérogénéité des lots de fruits utilisés dans nos études, nous avons eu recours à un contrôle de l'activité d'eau. Au niveau industriel, une maturation artificielle, qui reste à étudier (apport de chaleur, humidification etc..), serait judicieuse pour accroître l'homogénéité des fruits.

Certains constituants biochimiques (acides aminés, acides organiques, sucres, polyphénols), les niveaux d'activité d'enzymes pectinolytiques, peroxydasiques et polyphénoloxydasiques et la composition de l'arôme ont été étudiés. L'incidence de traitements industriels, actuellement pratiqués, sur ces facteurs de la qualité a été évaluée. En particulier, nous avons comparé les effets d'une désinfestation par fumigation au bromure de méthyle (interdite dans un nombre croissant de pays) ou par utilisation des micro-ondes. **L'objectif principal de notre travail était en effet de montrer la faisabilité et les avantages de cette alternative technologique**.

Toutes les dattes en provenance des zones de production oasiennes du Maghreb sont infestées par *Myélois ceratoniae zellers* (pyrale de la datte) - ce qui oblige les conditionneurs de dattes à désinsectiser, le plus souvent par fumigation au bromure de méthyle ou dans certains cas par utilisation de phosphure d'hydrogène. Nous avons montré que le traitement au bromure de méthyle entraîne une modification de la teneur en azote total (perte d'environ 25 %) et en acides aminés libres (perte d'environ 50 %), une modification de l'acidité (qui passe de 4,1 à 2,3 mEq / 100 g MS) et une altération de la composition aromatique - notamment au niveau des aldéhydes et alcools, avec apparition de dérivés méthylés.

***Au niveau de la caractérisation des principaux critères de qualité de la datte** , il a pu être montré de fortes hétérogénéités variétales pour tous les paramètres : morphologie (les dimensions et poids des fruits des variétés Ménakher et Boufagous, sont nettement supérieurs à ceux de la variété Deglet Nour), teneurs en acides aminés libres (de 250 mg / 100 g de MS à plus de 600 mg/ 100g deMS). Les dattes dites sèches telle la variété Kentichi qui se conservent plusieurs années en gardant une couleur claire, contiennent 170 mg d'acides aminés libres / 100 g MS .

Un autre facteur important de la qualité est la composition aromatique. Nous avons caractérisé 36 constituants volatils de la Datte et précisé la spéciation variétale par Analyse en Composantes Principales (ACP).

Nous apportons des arguments en faveur d'une **solution thermique, basée sur l'utilisation des micro-ondes et fondée sur les propriétés diélectriques des dattes** . En effet, la détermination de la constante diélectique ε' (dont la valeur varie de 4,4 à 3,9) et de la constante des pertes ε'' (dont la valeur varie de 0,8 à 0,6) ainsi que la coincidence de la croissance monotone de la permittivité ε') montrent que les dattes absorbent bien les micro-ondes. Par ailleurs la décroissance monotone de la constante des pertes, en fonction de la température (à la montée comme lors du retour à température ambiante), montre que le phénomène de relaxation est prédominant, et que la structure de la datte est sauvegardée. L'application d'un traitement par micro-ondes permettant d'obtenir la température de 65 °C durant 2 minutes a permis de détruire les oeufs et les larves de *Myélois ceratoniae celler*, principal agent infestant des dattes.

**L'influence du traitement que nous préconisons** sur les critères de qualité et sur leur évolution durant la phase de séchage, principale étape de stabilisation, a été étudiée. Au niveau des principaux paramètres physico-chimiques , nous retiendrons une légère modification de l'activité de l'eau (de 0,631 à 0,648),et du pH qui passe de 6,33 à 5,95.

Au niveau des acides aminés, les pertes occasionnées par le séchage restent de la même importance qu'un traitement par micro-ondes ait été appliqué ou non. Nos analyses ont montré une forte réactivité relative de l'acide gamma aminobutyrique , de l'arginine, et de l'asparagine .

Le brunissement non enzymatique a été pris en considération : l' Energie d'activation varie en fonction des Aw (de 0,35 à 0,75) des dattes, de 6,6 à 8,6 kcal/mole pour les dattes non traitées. Dans la même gamme d'activités de l'eau, ce paramètre ne varie que de 7,3 à 7,7 kcal/mole, pour les dattes ayant subies un traitement par micro-ondes, ce qui nous autorise à penser qu'il n'y pas d'effet déterminant du traitement, dans les conditions indiquées. A une activité de l'eau de 0,8 (dattes très hydratées), un effet du traitement micro-ondes apparaît.

Les teneurs en polyphénols dont la caractérisation a été avancée (principalement de l'acide dactyliférique et ses deux isomères (acides néo et iso dactylifériques), l'acide paracoumarique, l'acide férulique, et les composés arômatiques ne voient pas leurs teneurs modifiées par le traitement physique appliqué, conclusion tirée d'Analyse en Composantes Principales .

**A propos des enzymes impliqués dans la texture, la couleur**, et la formation de composants d'arômes, les résultats sont divers. La polygalacturonase ne voit pas son activité modifiée . L'énergie d'activation de la dénaturation de la polyphénoloxydase est de 9 kcal/mole pour les dattes non traitées et de 15 kcal/mole, avec une baisse de 90 % de l'activité, pour les dattes traitées par micro-ondes. Les micro-ondes permettraient donc d'inactiver partiellement la polyphénoloxydase.

L'Energie d'activation de la dénaturation des peroxydases est de 10 kcal/mole pour les dattes non traitées et de 12 kcal/mole pour les dattes traitées ce qui nous autorise à penser que dans ce cas l'effet de dénaturation imputable aux micro-ondes n'est pas déterminant comparativement aux effets du séchage.

**La portée pratique de ces résultats** est que nous pouvons désormais proposer aux industriels de la profession , un nouveau mode de désinfestation, capable de détruire les oeufs et les larves des pyrales de la datte, préservant les principaux critères de qualité. Au contraire , les inactivations partielles de la polyphénoloxydase impliquée dans les brunissement , l'absence d'influence du traitement proposé sur le brunissement non enzymatique, la diminution de l'activité peroxydasique représentent des atouts avec des répercussions économiques : amélioration de la couleur des dattes, qui va de pair avec le prix de vente des fruits corrélée avec une technique de désinfestation respectueuse de l'environnement. Un autre point intéressant est la réduction de l'intensité respiratoire du fruit, qui limitera les condensations d'eau dans les chambres de stockage.

**Au niveau des coûts engendrés par un tel traitement**, il a été estimé , après étude sur pilote qu'une puissance de 16 kw permettrait de désinfester 400kg de dattes par heure .En se basant un prix du kw de 0,35 ff, un prix du bromure de méthyle de 5,6 ff le kg, un investissement initial d'environ 350.000 ff pour les micro-ondes contre 180.000 ff pour une enceinte de fumigation, nous obtiendrions un prix de revient du traitement proposé de 14 ff/ tonne de dattes contre 14,3 ff pour la fumigation par le bromure. D'un point de vue pratique, le tunnel micro-ondes pourrait, placé en amont d'une chaîne de conditionnement traiter en continu les dattes ,(juste avant le conditionnement, ou le séchage) et éviter les manipulations de fruits, qui une fois traités se retrouvent dans des chambres de stockage, oû de nouvelles infestations ont lieu .

**Au niveau scientifique**, nous nous sommes limités , en relation directe avec nos objectifs à une simple exploration des principales enzymes permettant une réponse à la problématique posée. Il conviendrait de développer ce travail par des études sur des extraits enzymatiques purifiés. En effet la connaissance des systèmes enzymatiques durant la maturation , leur évolution à partir du point de récolte (dont l'optimun reste à définir) apparaissent essentiels pour la préservation de la qualité du fruit . Il est dommage que les enzymes principales responsables de l'altération de la qualité visuelle, de la datte, n'aient pas été étudiés jusqu'ici de façon plus complète (caractéristiques moléculaires et cinétiques).

Les relations entre les polyphénols de la datte et les activités polyphénoloxydasiques et peroxydasiques mériteraient une étude particulière. A propos de cette dernière il conviendrait d'évaluer la reprise d'activité ou "renaturation" qui s'avère être un problème dans d'autres fruits.

Par ailleurs, l'importance de la composition arômatique impose de mieux comprendre la genèse des constituants volatils mais aussi de mieux maîtriser au niveau technique leur évolution éventuelle lors des traitements technologiques (enrobages, etc.).

Enfin, au niveau hygiénique, il conviendrait de s'assurer, comme il a été vérifié pour d'autres produits alimentaires que les micro-ondes n'engendrent pas de risques pour le consommateur, ni de pertes au niveau nutritionnel.

# *REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES*

*A*

**ABBAS M.F., IBRAHIM M.A.** , 1996. The rate of ethylene in the regulation of fruit ripening in the Hillawi date Palm; J. Sc. Food Agric., 72. 306-308.

**AHMED M. S. H.**, 1976. Investigation on insect disinfestation of dried dates by using gamma radiation : presented at the joint FAO/IAEA advisory meeting on low. Dose irradiation of agricultural products (Rio de Janeiro, Brazil), Oct. 1975; Issued : IAEC, NRI, Tuwaitha, Baghdad, Rep. N°B - 34. 14p.

**AHMED M. S. H.**, 1980. International symposium on combination processes in food Irradiation, and the special commitee on legislation aspects of food irradiation, Sri Lanka, Colombo, 24-29 Nov.

**AHMED M. S. H.**, 1982. Disinfestation of commercially packed dates, Zahdi variety, by ionising radiation. Date palm Jl (2). 249-273.

**AHMED I.S.A., AL GHARIBI K.N., DAAR A.S., KABIR S.**, 1995. The composition and properties of date proteins . La composition et les propriétés des protéines de dattes. Food Chemistry (GBR), V. 53, N°4, pp. 441-446, 12 réf. 4 fig.

**AKYEL C.**, 1983. Measurement of the complexe permitivity of food products during microwave-power heating cyles. Joumal Microw. Power, 18, N°4, p. 335-365.

**AL-HAKKAK Z. S.**, 1983. Toxical studies with a hole diet of phosphine fumigated dry dates in the fig moth Ephestia Cauteua (Walker). J. Biological Sciences Research, 14 (2): 109 - 117. Biol. Res. Centr. Baghdad, Iracq.

**AL-HAKKAK Z.S., AUDIA H., AL-HAKKAK J.S.**, 1986. Effect of high doses of phosphine fumigation on the amino-acid, protein and sugar composition of Iraq dates. Date palm J., 4 (2), 235-246.

**AL-HELAL A.A.**, 1994. Response of date palm pollen tube growth to storage period and conditions. Qatar University Science Journal, 14, 1, p. 71-75.

**AL HOOTI S., SIDHU J.S., AL AMIRI H., ALOTAIBI J., QABAZARD H.**, 1996. Quality and acceptability of processed products from date fruits cultivars grown in the Unite Arab Emirates. Arab Gulf Journal of Scientific Research, 14, 2, pp. 383-403.

**AL JASIM, H.A., AL- DELAIMY, K.S.**, 1972. Pestinesterase activity of some Iraqi dates at different stages of maturity. Journal of the Science of Food and Agriculture,23 (7), p915-917..

**AL HOOTI S., SIDHU J.S., AL OTAIBI J., AL AMEERI H., QABAZARD H.**, 1997. Processing of some important date cultivars graown in United Arab Emirates into chutney and date relish. Journal of Food Processing and Preservation, 21 -(1), p. 55-68.

**AL-OGAIDI, H.K.H. et AREF A.A.**, 1985. Industrialisation des dattes et produits cellulosiques du palmier dattier (en arabe). U.A.I.A. , Baghdad, Iraq.

**AL-OGAIDI H.K.H. , MUTLAK H.H.**, 1986. The Phenolic Compound of four date cultivars during maturity stage. Date Palm J 4(2) p 191-203.

**AL-OMAR M. A., AL-BASSOMY M.**, 1984. Persistance of phosphine gas in fumigated Iraq dates. J. of food Safety, 6(4) : 253-260. Env. Pollution Dept., Biol. Res. Centre JadiRiyah, Baghdad.

**AL-RAWI N., MARKARIS P.,BAUER, D.H.**, 1967. Amino acid composition of Iraqi dates. J. Sc. Food Agric. 18, 1-2.

**AMBROSIO G. D'**, 1982. Tetrato genesis due to microwaves in Tenebrio molitor coleoptera Tenebrionidae, influence of impulse modulation. Boll. Lab. Entomol. Agraria "Filippo silvestri", 39, p.3.

**APPERT J.**, 1957. Les parasites animaux des plantes cultivées au sénégal et au Soudan. Technique et Documentation.

**ARCTANDER, S**. 1969. Perfume and Flavor Chemicals. Vol. I and II. Aluured Carol Stream, Illinois, mongraph nos. 580, 833, 842, 1503, 1778, 1803, 2039, 2315, 2339, 2348, 2356.

**ARCHIERI C.**, 1971. Utilisation des microondes dans la déshydratation sous vide des fruits, et des extraits de fruits. Paris, Action concertée DGRST,Technologie Agricole, contrat No 71.72.804, pp.1-38., C.D.I.U.P.A., No 084026.

**ARMITAGE H.M. , STEINWEDENEN J.B.**, 1945. Fumigation of California dates with methyl bromide. Bull. calif. Dep. Agric., **35** : 101-107.

**ARSONVAL J. D'**, 1893.Influence de la fréquence sur les effets physiologiques des courants alternatifs. C.R. Acad. Sci., Tome 116, pp 630-632.

**ASHAMAWI H., AREF H., HUSSEIN A.A.**, 1956. Positionnal changes in Zagloul date thoughout the different stages of maturity. J. Sci. Food Agric. , 7, 625-628.

**ASIF, M.I. , TAHER O.A.**, 1983. Ripening of Khasad dates by sodium chloride and acetic acid. Date Palm J., Baghdad, Iraq, vol.2, n°1, 1-146.

**AZANDEGBE N.** , 1992. Relation hygiène-Sécurité- efficacité de l'ionisation en technologie alimentaire. In Dossiers thématiques. ENSIA-SIARC. Montpellier.

## *B*

**BACK, E. A. , COTTON, R.T.**, 1926. Biology of the saw toothed grain beetle, *Oryzaephilus Surinamensis* Linné. J. Agric. Res., **33,** 435-452.

**BALACHOWSKY A. S.** 1953. Sur l'origine et le développement des insectes nuisibles aux plantes cultivées dans les oasis du sahara Français. Fruits, vol. 8, n°7.

**BALI, R.**, 1991. Microfiltration Using Tangential Flux : Applications and Interests in the Technological Procedure for Transformation of the Orangd. PhD Thesis, Faculty of Pharmacy, University of Montpellier I, Montpellier, France.

**BANWART W.L., PORTER P.M., GRANATO T.C. et HASSET J.J.**, 1985. HPLC separation and wave lengh area ratio of more than 50 phenolic acids and flavonoids. J. Chem. Ecol., 11, 114-116.

**BARREVELD W.H.** 1993, Date Palm Product, FAO Agricultural bulletin, N° 101, pages1-216.

**BELIOTTI E., DAUMAL J.**, 1969. Biologie de Phanerotoma flavitestacea FISHER (Hyménoptéra braconidae). Mise au point d'un élevage permanent en vue de la lutte bilogoique contre Ecotmyelois Ceratoniae Zell. Ann. Zoo. Ecol. Anim. 1, 379-394.

**BELITZ, H.D. , GROSCH W.** 1987. Food Chemistry, pp. 257-258, Springer Verlag, New York.

**BEN CHABANE A., MEFTAH F. et SAADI A.**, 1995. Caractéristiques de substances pectiques et évaluation des autres comosés pariétaux au cours de la maturation de deux variétés de dattes d'Algérie (Deglet-Nour et Ghars).Abstract of Proceedings Options Méditerranéennes N° 28; Palmier dattier dans l'agriculture d'oasis. Elche. Espagne 25/27 avril 1995. p.210.

**BENJAMIN N.D., SHABANA H.A., AL-ANI B.A., CLOR M.A., JAWAD K.S. and SHAIBANI A.M.** 1975. Effects of some growth regulators on the depressed period of development, and physico-chemical changes during different stages of ripening in date fruit. 1A chemical changes (soluble solids, sugars), and moisture content, in fruits of Zahdi and Sayer cultivars. Palms and Dates res., Cens., Baghdad Iraq. Tech. Bul., N°1/75.

**BEN KAABIA M.**, 1991. Fumigation des dattes tunisiennes au phosphine ($PH_3$) Mémoire de fin d'études d'ingénieur. E.S.I.A. Tunis, Tunisie, 126 p.

**BEN OTHMAN Y., BOUHABIDI H., REYNES M.**, 1996. Impact des protections mécaniques sur la qualité de la datte. Abstract of Proceedings Options Méditerranéennes N° 28. Palmier dattier dans l'agriculture d'oasis. Elche. Espagne 25/27 avril 1995.page210.

**BILLIOTI, E., DAUMAL, J.**, 1969. Biologie de Phanerotoma flavitestacea FISCHER (Hyménoptera braconidae). Mse au point d'un élévage permanent en vue de la lutte biologique contre Ectomyelôîs ceratoniae Zell. Ann. Zool. Ecol. Anim. 1, 379-394.

**BLATTER E.**, 1926. The palms of british india and Ceylon. London, Oxford university Press. 600 p.

**BLUMENKRANTZ N., ASBOE-HANSEN G.**, 1973. New method for quantitative determination of uronic acids. *Analytical Biochemistry*, 54, 484-489.

**BOND, E.J.**, 1990. La fumigation en tant que traitement insecticide. FAO, production végétale et protection des plantes, 54, 74-99.

**BOOIJ I., PIOMBO G., RISTERUCCI A.M., COUPE M., THOMAS D., FERRY M.**, 1992. Etude de la composition chimique de dattes à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmiers. Fruits, 47 (6), 667-678.

**BOUHABIDI H., ROUISSI M.B.** 1995. Influence des pollens sur la maturation et la qualité de la datte.Abstract of Proceedings Options Méditerranéennes N° 28. Palmier dattier dans l'agriculture d'oasis. Elche. Espagne 25/27 avril 1995page211.

**BRUN J.**,1984. Development of a campaign against date gall. Document interne INRA Antibes, 5 pages.

**BRIDGES R.G.**, 1955. N-methylation as a result of fumigation wheat with methyl bromide. J. Sci. Food. Agric., 6, 261-268.

*C*

**CALCAT A.**, 1959. Disease and pests of date palm in the sahara and North Africa. FAO. Plat. Prot. Bull., 8 n°. Rome.

**CARLETTI G.** ,1976. Détection automatique des valeurs anormales. Revue de Stastitique Appliquée; Vol. XXIV, 3, 61-70.

**CATHY R.**, 1929. Les exigences et les aptitudes du dattier. Ann. Acad. Sci. Colon., Paris. 3. 227-293.

**CAVEL A.J.**, 1947. Basra dates : relationship between ripening and sugar content of twelve varieties. J. Soc. Chem. Ind. Lond., **66**, 195-198.

**CHARREYRE-NEEL M., THIEBAULT J., ROUSSY G.**, 1984. Permitivity measurements of materials during high-power microwave irradiation and processing. J. Phys., E-17, pp. 678-682.

**CHEFTEL J.C., CHEFTEL H.**, 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments volume aliments. Volume 1. 381 p., Technique et documentation, Lavoisier, Paris.

**CHEFTEL J.C., CHEFTEL H. et BESANÇON P.**, 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 2. Technique et Documentation. 419 p. Technique et Documentation, Lavoisier, Paris.

**CHEVALIER A.**, 1952. Recherches sur les Phoenix Africains intermedia Naudin, R.B.A., V-VI., mai-juin 1952.

**CLARKE G.S.; ROBINSON M.L.**, 1988. Abasic program to determine outliers in biopharmaceutical analysis using NAIR criterion .Journal of Pharmaceutical and Biological Analysis; 6, 3;3 17-319.

**CLEVELAND M.M., FELLERS C.R.**, 1923. Mineral composition of dates. Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 4. 267-268.

**COGGINS C.W., LEWIS L.N., KNAPP J.C.F.**, 1967. Progress Report Chemical and Histological studies of tough and tender "Deglet-Noor" dates. Physical, Chemical date growers Inst. Ann. Rept., 44, 15.

**COGGINS C.W. J., KNAPP J.C.F., RICKER A.L.**, 1968. Physical, Chemical and Histological changes, date growers inst. Ann. Rept., 45.

**COGGINS C.W.J., KNAPP J.C.F.**, 1969. Growth Development and Softening of the Deglet Our Date Fruit. Date Growers' Institute. Vol. 45.

**COHN E.J., EDSALL J.T.**, 1943. Proteins, Amino Acids and Peptides. Reinhold Publishing Corporation New York.

**COMELLI A.**, 1960. Le palmier dattier en Israël. Fruits, Vol. 15, N°5.

**COOK J. A. , FURR J. R.**, 1953. Kinds and relative amounts of sugars and their relation to texture in some american- grown dates varieties. Proc. Am. Soc. Hort. Sci., 61, 286-292.

***D***

**DATTA A. K. and HU W.**, 1992. Optimization of quality in microwave heating. Food Technology. December.p. 50-56.

**DAVIS J. M.**, 1934. U.S. Patent, 1, 972, 050., 28, 28 Aout. In Nelson S. 0 et WitneyW. K., 1960. Trans. ASAE, 3, 2, 2.

**DECAREAU R.V.**, 1992. "Microwave Foods : New product development". Food nutrition press, Trumbull, Conn.

**DELMOTTE M. , JULLIEN H., OLLIVON M.** , 1991. Variations of the dielectric properties of epoxy resins during microwave curing. Eur. Polym.J. Vol. 27, N° 4/5, pp 371-376.

**DESBRAUWER L., VERNIN G., METZGER I., SIOUFFI A.M., LARIVE J.L.**, 1991. Cinétique de formation et dégradation thermique de l'intermédiaire d'Amadari Fru-Proline. Bull. Soc. Chim F1. ; 128, 244-254.

**DHOUIBI M.H., JARRAYA A.**,1988. Le ver des dattes , carob moth: Ectomyelois ceratoniae, document Institut National Agronomique de Tunisie et Groupement Interprofessionel de la datte, 9 pages.

**DHOUIBI M. H.** ,1991. Les principaux ravageurs du palmier dattier et de la datte en Tunisie; document Institut National Agronomique de Tunisie et Groupement Interprofessionel de la datte, 64 pages.

**DHUIQUE-MAYER, C. BLANC, S., and LOZANO, Y.** 1991. Processing capability and aroma quality of several mango cultivars grown in the North of Ivory Coast. IRFA Seminar on Citrus and Mangoes. 191 annual meeting, September 4-10, CIRAD-IRFA, Montpellier, France.

**DOWSON V.H..W.**, 1935. Note on the résistance of the fig moth *Ephistia cautella Walk.* to cold. Trop. Agric., Trin., 12 : 22

**DOWSON V.H.W. et ATEN. A.**, 1963. Composition et maturation. Récolte et conditionnement des dattes. Collection FAO, Rome, cahier N°72, 1-394.

**DUPAIGNE P.**, 1976. Le dattier, plante saccharifère. Fruits. Vol 31, N°2, p 111-116.

**DUPAIGNE, P., MUNIER P.**, 1965. Préparations nouvelles à partir de la datte. Fruits Volume 20, N°8, p. 420-424.

***E***

**EJLALI, M., CAZROUNI TIMMSSAR, C. And BADII F.**, 1975. Study of the biochemical characteristics of Iranian varieties of dates. Fruits, 30, 411-412.

**EL HOUMAIZI, M.A. et coll.**, 1993. Température de maturation des dattes dans la région de Marrakech, in Al Awamia, N° 28, Sept. 1993, pp. 137-149.

**EL-SAYED S. A. and BAESHIN N. A.**, 1983. Feasibility of desinfestation of date fruits produced in Saudi Arabia by gamma irradiation. The first symposium on the date palm in Saudi Arabia. March 23-25.

**EL-ZOGHBI M.**, 1994. Biochemical changes in some tropical fruits during ripening. Modifications biochimiques de certains fruits tropicaux au cours de la maturation. Food Chemistry (GBR), V. 49, N°1, p. 33-37.

**EMAN O.A., FARAG S.E.A.,HAMMAD A.I.**, 1994. Comparative study between fumigation and irradiation of semi-dry date fruits. Nat. Cent.for Radiation Res.&Tech. Cairo, Egypt.Nahrung, 38-(6), pp 612-620.

**ESTANOVE P. , REYNES M.**, 1990. Expertise de la technologie sur la datte. Mission au Yemen du 17 au 27 Juillet. DSA/IRFA. 36p.

***F***

**FATTAH, M.T.**, 1927. Chemical studies of dates. Date Grow. Inst. Rep. 4, 10-12.

**FELLERS, C.R.**, 1925. Pasteurized dried fruits. Amer. J. Publ. Hlth., vol.20, N°2, 175.

**FELLOWS, P.J.** 1988. Food Processing Technology. Principles and Practice. Chapter 8 - Irradiation. Ellis Horward. Chichester West Sussex. England.

**FLEURAT-LESSARD, F.**, 1979. Désinsectisation préventive des produits agro-alimentaires par les ondes de haute fréquence (27 Mhz). Réunion du club "rayonnements" de l'EDF.

**FLEURAT-LESSARD F.**, 1988. Les micro-ondes et les ondes de haute fréquence pour la désinsectisation préventive ou la stabilisation sanitaire des produits agro-alimentaires à base de céréales. INRA. Bordeaux. 9 p.

**FORGEAT M.**, 1992. Les applications industrielles des micro-ondes. Les cahiers de l'ingénieur N°43, mars, p. 12-17.

**FORGEAT M. et MARCHAND C.**, 1992. Les applications industrielles des rayonnements micro-ondes. EDF/CINELLI, Direction des Etudes et Recherches.

**FRY S.C.**, 1986.In Molecular and physiological Aspects of Plant Peroxydases.Ed.H Greppin,C.Penel, Th. Gaspar, University of geneva, Switzeland, p169-179.

*G*

**GAZALA S., RAMASWANG F.R.,VAN DE WOORT F.R., AL-KANATI T.**, 1991.Kinetics of color development in aqueous systems at hight temperatures. Journal of Food Engineering, 13, 79-89

**GIESSE J.**, 1992. Advances in microwave food processing. Food Technology. Septembre. p. 118-123.

**G.I.D.** 1991. Campagne des dattes 1990-1991.5 pages.

**G.I.D.** 1993. Rapport d'activité. GID (Groupement Inter Professionnel de la Datte), 52 p.

**GIOVANE A., BALESTRIERI C., QUAGLIULO L., LARATTA B., LOIUDICE R., CASTALDO D.**, 1991. Présence dans les dattes, d'une activité inhibant la pectine methylesterase. Presence of pectin methylesterase - inhibiting acivity in dates. Industria conserve (ITA), V.66, N° 4, p. 304-306.

**GIRARD F.**,1980. Palm plantations and date palm cultivation in the Air Massif (Nothern Niger). Fruits, 35,(6).

**GOLDBLITH S.**, 1972. Radio-frequency energy. The theory of its interaction with foodstuffs and possible applications in food processing, 6e Congrès International de la conserve, 251-265.

**GOLDBLITH S.**, 1974. Dielectric properties of foods and their importance in processing with microwave energy. Microw. Energy. Appl. Newsl., 7, N°3, P. 9-14.

**GOLDBLYM S.**, 1974. Dielectric properties of foods and their importance in processing with microwave energy. Energy. Appl. Newsl., 7, N°3, P. 9-14.

**GREENSPAN, L.** 1977. Humidity fixed point of binary saturated aqueous solutions. J. Res. Nat. Bur. Stand. (U.S.). Vol 81-A n°1, pp. 89-96.

**GROSS J., HABER O., IKAN R.**, 1983. The carotenoïds pigments of the date. Scientia Horticulturae, 20, 251-257.

*H*

**HAASS A.R.C., BLISS D.E** , 1935. Growth and composition of Deglet-Noor dates in relation to water injury. Hilgardia, 9 : 295-344.

**HAMDI S. , HAMDI M.**, 1991. Maturation artificielle et séchage des dattes Deglet-Nour. Fruits, vol.46, N°5, 587-592.

**HAMDI S., HAMDI M.**,1991.Absorption de la phosphine par les dattes fumigées. Fruits, vol.46, No5, pp581-585.

**HARLFINGER L.**, 1992. "Microwave processing of foods offers product as well as processing advantages over conventionnal sterelisation processes. Food Technology, december. p. 57-59.

**HASEGAWA S., MAIER V.P., KASZYCKI H.P., CRAWFORD J.K.**, 1969. Polygolacturonase content of dates and its relation to maturity and softness. Journal of Food Science, volume 34.

**HASEGAWA S., SMOLENSKY D.C.**, 1970. Date invertase: Properties and activity associated with maturaiton and quality. J. Agr. Food Chem. 18:902.

**HASEGAWA S. ,SMOLENSKI D.C.**, 1971. Cellulose in dates and its role in fruit softening. Journal of Food Science, Vol. 36.

**HASEGAWA, S., SMOLENSKI, D.C., MAIER, V.P.**, 1972 . Hydrolytic enzymes in dates and their application in softening of tough dates and sugar wall dates, 1972. Report of forty-ninth annual Date Grow. Institute, Vol. 49, p.6-8.

**HASEGAWA, S., MAIER V.**, 1980. Polyphenoloxydase of dates. J. Agr. Food CHEM., 28, 891-893.

**HASLAM E.**,1977. Symmetry and promiscuity in procyanidin biochemistry. Phytochemistry *16. 1625-1640.*

**HASSOUNA M. , GHRIR R., MAHJOUB A. et HAMDI S.**, 1994. Influence de la fumigation au bromure de méthyle sur la composition chimique des dattes tunisiennes. Revue Fruits, Vol.49, N°3, 197-204.

**HILGEMAN, R.H. and SMITH, J.G.**, 1938. Maturation and storage studies with soft varieties of dates. Annu. Rep. Date Grower's Inst., 15, 14-17.

**HILL W.D., WALTERS F.H., WILSON T.D., START J.D.**, 1979. HPLC Determination of aminoacid in the picomole range. Anal. Chem., 51, 1338-1341.

**HOBSON, G.E.**, 1962. Determination of polygolacturonose in fruits. Nature 195, 804.

**HOBSON G.E.**, 1968. Cellulasa activity during the maturation and ripening of tomato fruit. J. Food Sci. 33:588.

**HODGE, J.E.**, 1953.Dehydrated foods. chemistry of browning reactions in model systems. J. Agric.Food Chem. I.,928 -943.

**HUSSAIN A.A.**, 1974. Date palms and dates with their pests in Iraq. Baghdad Univ., Min. Higher. Educ. Sci. Res. 166 pp.

**HUSSEIN A.A., AREF H.**, 1957. The respiration of fresh dates through out maturity. Cairo Univ. Faculty Sci. Rul 59, 10 pp. Chem Abs 51 ; 16742 f.

**HUSSEIN F., GOUHAR K.A.**;1973. Effect of fumigation with méthyl Bromide on fruit quality and insect infestation of dry dates. Bulletin of the Entomological Society of Egypt .No 7,p102-112.

**HUSSEIN F., MOUSTAFA S., LE-SANUIRALA F. And LE ZEID A.**, 1976. Sudies on physical and chemical characteristics of eghteen date cultivans grown in Sandia Arabia Indian J. Hartic. 33, 107-113.

**HUSSON M.**, 1931. Contribution à la technologie de la datte. Semaine du dattier. Biskra. Rapport. Section c, N°31 : 1.

*I*

**ITOUA GASSAYE, S.**, 1990. Study of the retention of constituents with organoleptic characteristics during tangential filtratio of pineapple juice. PhD Thesis, National Polytechnic Institute of Toulouse, Toulouse, France.

*J*

**JACQ C.**, 1985. Rappels sur les rayonnements électromagnétiques HIF-UHIF-UV et leurs applications industrielles. Documentation EDF, 34p.

**JADDOU H., MHAISEN M.T. and AL-HAKIM M.** 1984. Flavor volatile analysis of Zahdi Dates by gaz-liquid chromatography. Date Palm J., 3(2), 367-379.

**JADDOU H., AL-HAKIM M., MHAISEN M.T. and AL-ADAMY L.Z..**, 1986. "Zahdi" dates as a source of sugar. Journal of Food Science and Technology. Vol. 23. Sept.-Oct.. p. 267-270.

**JAKOVLJEVIC M.**, 1995. Diagnostic et amélioration des traitements de la datte dans deux usines du Djérid tunisien. Rapport de mission en Tunisie du 06 octobre au 29 décembre 1994, dans le cadre du projet de coopération franco-tunisien "Recherche pour le Développement de l'Agriculture d'Oasis", 24 p., G.R.I.D.A.O./C.I.RA.D. - S.A.R., N° 5/95, Montpellier.

**JOLION M.**, 1977. Vers des voies nouvelles d'applications industrielles des hautes fréquences et des hyperfréquences. In Congres- Joumées d'informations électroindustrielles de la région Parisienne. PARIS : comité Français d'électrothermie, 12p. (chauffage UHF).

**JOLION M.**, 1981. Applications industrielles des Micro-ondes. In : Revue générale électrique, 11, p. 810- 815.

**JUNAID A. H. M. and NASIR M. N.**, 1956. Fumigation of cut flowers, rose cuttings and preserved dates with methyl bromide. Agric. Pakistan.

*K*

**KALRA S.K., JAWANDA S., MUNSHI S.K.**, 1977 : studies on softening of doka dates by sodium chloride and acetic. Indian J. Hort. 34 ; 220-24.

**KANNER J., ELMALED H., RENNENI O., BENGERA I.**, 1978. Invertase (B-fructosidase) activity, in three date cultivars. J. Agric. Food Chem., vol.26, N°5.

**KAPLAN, J., LENORMAND, C., COMBA, D.**, 1972. La protection des régimes de dattiers contre les attaques oviaires. Fruits, Vol. 27, n° 6, pp 439-444.

**KECHAOU N ; BAGANE M. ; MAALEJ M. ; KAPSEU C.**,1996. Empirical approach of drying kinetics of dates. Sciences des Aliments ; 16 ; 593-606 .

**KHALIFFA T.A., SIDAHMED O.T.**, 1988. Physical chemical evoluation of fruits of some sudanese date cultivars. Agric (Trinidad) Vol 65 N°2, april 88.

**KIKUCHI N., and MIKI T.**, 1974. Free fatty acid constituents in the sarcacarps of the date palm. J. Agric. Chem. Soc. (Japan) 48, 137-140.

**KLAVONS J.A. and BENNETT R.D.**, 1986. Determination of methanol using alcohol oxidase and its application to methyl ester content of pectrine. *J.Agric. Food Chem., 34, 597-599.*

*L*

**LABUZA T.P., SALTMARCH M.**, 1981. The Non enzymatic Browning Reaction as Affected by water in foods. *In Water Activity : Influences on Food Quality* ; Rocklang, L.B. ; Stewart, G.F., Eds. ; Academic Press : New York , pp 605-650.

**LABUZA T.P. and SCHMIDL M.K.**, 1986. Advances in the control of browning reactions in foods. In : Role of chemistry in the quality of processed food. *Chap. 6, 65-85. Academic press, New York.*

**LABUZA T.P. ; BAISIER W.M.**, 1992. The Kinetics of Nonenzymatic Browning. In Physical Chemistry of Foods ; Schwartzenburg, H.G., Hartel, R.W ; Eds ; Dekker : New York ; pp 595-649.

**LACAZE B.** 1991. Micro-ondes pour chauffage fin. TECHNOLOGIES. p. 36-44.

**LANE R., BOSCHUNG M. and ABDEL-GHANT M.**, 1985. Absorbic acid retention of selected vegetables blanched by microwave and conventional methods. J. Food Qual., 8, N°2-3, 139-144.

**LASSERE S., PIOMBO G.**; 1996.Validation de la méthode de dosage de l'azote par combustion. Document interne CIRAD-GERDAT.

**LATIF S.M., MATOUK A.M., ABDALLA K.N.**, Aug. 1993. Solar heat drying of dates. 1-Dryer set up. Journal of Agricultural Sciences, Mansoura, v. 18 (8), p. 2365-2374.

**LEBOUTEILLER M.J.**, 1991. Le système polyphénoloxydasique et son inhibition chez la pomme Golden Delicious. 60 p., Mémoire d'ingénieur CNAM soutenu le 22 janv. 1991.

**LEESCH, J. G., REDLINGER L.M., GILLENWATER H.B., ZEHNER J.M.**, 1982. Fumigation of dates with phosphine. J. Econ. Ent., 75 (4) : 685-687.

**LEFEUVRE S.**, 1981. Les propriétés caractéristiques du chauffage par micro-ondes. In : Revue générale électrique, 11 p. 795-801.

**LEPIGRE A. E.**, 1938. Essais de lutte sur l'arbre contre la pyrale des dattes. Ann. Epiphyt. (Hors série. 14 : 85- 101).

**LINDEGREN D. L. et VINCENT L. E.**, 1953. Nitidulia Beetles infesting california dates, Hilgardia, n°22, Berkeley, cal.

**LLIMOUS-HERAL G., BARRE D.**, 1996.Minéralisation voie sèche,URA /code PP0904 A. Procédures opérationelles des plantes.Document interne URA/GERDAT.

**LLOYD F.E.**, 1910. Developpement and nutrition of embryo. Seed and carpel in the dae. L. Mo. Bot. Gard. Annu. Rep. 21, 103-164.

**LOCATELLI D.P., and TRAVERSA S.**, 1989. Microwaves in the control of rice infestants. Ital. J. Food Sci. n°2, 53.

**LOFDAHL C.**, 1968. Microwave food applications : statuts and potential. In : Microwave energy applications News letters, Vol 1, 4, p. 3-8.

**LORENTE F.T., FERRERES F.,** 1988. Sulfatos de Flavonoïdes en frutos de Phoenix Dactilifera Revista Agroquimica Technolo Aliment. 28 (4) p 581-585.

**LOZANO Y.** 1992. Applications of separative membrane techniques for tropical fruit juices. Fruits. 47, 268-274.

**LUCK H.** 1964. Peroxydase, measurements of enzyme activity. Bergmeyer Section C. 895-896.

**LUND, E.D., SMOOT, J.M., HALL, N.T.** 1983. Dietary fibre content of elevent tropical fruits and vegetables. J. Agr. And Food Chem. 31.5.

*M*

**MACHEIX J.J., FLEURIET A. et BILLOT J.**, 1990. Fruit phenolic. CRC Press. Boca Raton, Florida.

**MAC ARTHUR L. A.**, 1982. Microwave and gamma radiations of wheat. In : Cereal Foods Word, Vol 27, N°2, p.58-60.

**MAFART P.**, 1991. Les micro-ondes. In : Génie Industriel Alimentaire. Tome 1. Les procédés physiques de conservation. 71-81. Technique et Documentation-Lavoisier et APRIA, Paris.

**MAIER V.P., SCHILLER, F.H.** 1959. Progress of chemical studies od Deglet Noor dates. Date Grow. Inst.Rep. 36, 8-10.

**MAIER V.P. , METZLER D.M.**, 1961. Sucrose inversion in Deglet Noor dates and its processing application. Date Growers' Inst. Ann. Rept. 38:6.

**MAIER, V.P., SCHILLER F.H.**, 1961. Journal of Food Sciences. Studies on Domestic Dates III. Effect of Temperature on Some Chemical Changes Associated with Deterioration., 26, 529-533.

**MAIER V.P.**, 1963. Hydroxy cinna-moy esters of quinic and shikimic acid. "Aspects of Plant Phénolic chemistry", Proc. Third. Ann. Symp. P.P.G.N.A., chapter 4, page 53-67. Toronto, 1963.

**MAIER V.P. and METZLER D.M.**, 1964. Phenolic consituents of the date, and their relation to browning. First International Congress of Food Science and Technology. Science Publishers, Inc. By Gardon and Breach. New York.

**MAIER V.P., METZLER D.M. and HUBER A.F.**, 1964. Effect of heat processing on the properties of dates. Date Growers' Institute Report, 41, p. 8 and 9.

**MAIER V.P. , METZLER D.M.**, 1965A. Quantitative changes in date polyphenols and their relation to browning. J. Food Sci. 30, 80-84.

**MAIER V.P. , METZLER D.M.**, 1965B. Changes in dividual date polyphenols and their relation to browning. J. Food Sci. 30, 747-752.

**MAIER V.P., METZLER D.M.**, 1965C. Isolation of catechins from Deglet Noor dates. (Unpublished data).

**MAIER, V.P, HUBER, A.F.**, 1966. Organic acids of immature Deglet Noor dates. (unpublished data).

**MARC E.M.**, 1941. The deterioration of dates. Date Grower's Institue, Rept. 18, 3-8.

**MAROUF A. B. and ZEKI L.**, 1982. Invertase from dates fruits. J. Agric. Food chem., 30,. p.990-993.

**MEISEL N.**, 1974. Apport d'énergie instantanée au coeur des produits alimentaires : les micro-ondes. IAA, N°9-10, Sept. Oct. P. 1203-1214.

**MEISEL N.**, 1984. Les micro-ondes dans les industries agro-alimentaires. Bilan 1974/1984. IAA, Vol 101, N°4, p. 259-264.

**MESTRES R., ATMAWIJAYA S., FRANCOIS Cl.**, 1980. Méthode de recherche et de dosage des résidus de pesticides dans les produits corners. Ann. Fals. Exp. Chim., 73, N°788. pp.407-420.

**MOHAMMED S., SHABANA H.R., MAWLOD E.A.**, 1983. Evaluation and identifi cation of iraqui date cultivars : fruit characteristics of fifty cultivars. Date palm J., 2 (1), 27-55.

**MULTON J.L., BIZOT, H., MARTIN, G.**, 1981. Détermination expérimentale des courbes d'isothermes d'adsorption désorption. In Techniques d'analyse et de contrôle dans les IAA, ed. Tec et Doc. Chap.1: 26-44.

**MUNIER P.**, 1955. Le palmier-dattier en Mauritanie-Paris. Annales de l'industrie des fruits et des agrumes coloniaux N°12, p. 65.

**MUNIER P.**, 1960. Le palmier dattier et sa culture en Afrique Tropicale. IFAC. Station expérimentale du palmier dattier. Kankossa-Mauritanie.

**MUNIER P.**, 1961. Note sur le séchage et conditionnement des dattes communes. Fruits, 16 (8), 415-417.

**MUNIER P.**, 1973. La datte. In: " Le palmier-dattier ". Paris (France) : Maisonneuve et Larose, p. 209, 141-150.

**MUROTA A.**, 1993. Canonical discriminant analysis applied to the headspace GC profiles of coffee cultivars. Biosci. Biotech. Biochem., 57, 1043-1048.

**MUTLAK H.H., MANN J.**, 1984. Darkening of dates : control by microwave heating. Date Palm J. 3 (1) : 303-316.

*N*

**NELSON S.**, 1966. Electromagnetic and sonic energy for insect control. Trans. Am. Soc.Agric. Eng., , 9 pp. 398-405.

**NELSON S.O., CHARITY L.F.**,1972. Frequency dependence of energy absorption by insects and grain in electric fields. Trans. Am. Soc. Agric. Eng., 15, no72-346, pp1099-1102.

**NIELSEN B.W., Mc COLLOCH R.J., BEAVENS E.A.** 1950. Processing and Packaging of canning and Pasteurizing Deglet Noor dates. Food Technology, June, p 227-237.

**NIXON, R.W. and CARPENTER, J.B.**, 1978. Growing dates in the United States. US. Dept. of Agric., Agr. Inf. Bull. N° 207.

**NORMAN, S.M. and FOUSE, D.C.** 1977. Changes in volatile aldhyde content with storage of Deglet Noor dates. J. Agric. Food Chem., 25, 686-688.

**NOUR A.A.M., MAGBOUL B.I.**, 1985. Amino acid composition of some sudanese dates cultivars. Date Pallm J., 4(1), 51-54.

**NUSSINOVITCH A.**, 1990. Chemical composition of dates pits. Tropic. Sci., 30, 421-424.

*P*

**PAREEK, O.P.** 1990. Date palm. In Fruits: Tropical and Subtropical, (T.K. Bose and S.K. Mitra, Eds.) Pp 667-689, Naya Prokash, Calcutta.

**PERREAU-LEROY, P.**, 1958. Le palmier dattier au Maroc. Document I.F.A.C.

**PERROT E. et LECOQ J.**, 1946. Etude sur la valeur alimentaire des dattes. Journées du dattier. Compte rendu général : 183-188.

**PETERSON J., TONG C.H.T, HO C.T. and WELT B.A.**,1994. Effect of moisture content on Maillard Browning kinetics of a model system during microwave heating. J. Agric. Food Chem., 42, 1884-1887.

**PEYRON G. et GAY F.**, 1988. Contribution à l'évaluation du patrimoine génétique Egyptien : phénologie du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.). CIRAD-DSA.

**POSTLETHWAITE R.H.**,1938. The Coachella Valley and its date industry. Coachella green.

**PRATT and GOESCHL**, 1969. The onset of the hydrolytic enzymes and scharp increases in their activities during the early stages of riening are a typical phenomenon occurring in climacteric fruits.

**PRIOU A.**, 1981. Intéraction avec les milieux diélectriques, applications industrielles des micro-ondes. In : Ensemble des travaux, Doctorat d'Etat, Université Paul SABATIER, Toulouse, chap. II, pp. 367-377.

## *R*

**RANDOUIN L., LE GALLIC, P., DUPUIS, Y., BERNARDIN, A.**, 1961. Tables de composition des aliments. Inst. Scien. d'Hygiène Alimentaire, Paris.

**RANGASWAMY, J. R.**, 1984. Simple sdwtrophotometric method phosphine residues in wheat. J.A.O.A.C., Vol 67, N°1. Whashington D.C..

**RANGASWAMY J.R. and MUTHU , M.** 1985. Spectrophotometric determination of phosphine residues in rice. J.AO. C, Vol 68, N°2. Whashington D.C.

**RANGASWAMY, J.R.**, 1988. Spectrophotometric method for determination of phosphine residues in Cashew Kemels. J. A. 0. C., Vol 7 1, N°3. Washington DC.

**RASHID L.M.**, 1950. Oxidizing enzymes in dates in relation with the darkening of the fruit. PhD thesis. Mass. University, Amherst.

**REED R**, 1924. Growing and marketing dates with low overhead cost. Annu. Rep. Date Grow. Inst., 1 : 9-10.

**REKTORIK J.**,1984.Thermal desorption of solid traps by means of microwave energy; Proceedengs of the 5th International on Capillary Chromatography in Riva del Garda, Italy, pp 45-48

**RENAULT-ROGER C., HARIDANE R., BIARD J.F., BOUKEF K.**, 1986. Determination of phenolic compounds in the palm products, date and sap extract. Journées Internationales d'Etude du groupe Polyphénol. JIEP 86. 9/11 juillet 1986. Bulletin liaison volume 13.

**REYMOND D. and PHAFF H.J.**, 1965. Purification and certain properties of avocado polygolacturonase . Journal Food Sci. , 30, 266.

**REYNES M. ODOUX E., MAJHOUB A., TORKI A.**, 1992 . Valorisation des dattes par extraction de sucres. Rapport d'étude MRE/aide 92L0399-01, 114 p.

**REYNES M.**, 1992. Etude de la mise au point d'un procédé physique de désinsectisation des dattes. Document interne. IRFA, Service de Technologie.

**REYNES M., BOUABIDI H., PIOMBO G. et RISTERUCCI A.M.**, 1994. Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie. Fruits, Vol 49, N°24 289-298.

**REYNES M., THEMELIN A.**, 1994. Amélioration et uniformisation de la qualité des dattes en Tunisie. Rapport de mission en Tunisie du 25 janvier au 1er février 1994, dans le cadre du projet de coopération franco-tunisien "Recherche pour le Développement de l'Agriculture d'Oasis", 15 p., G.R.I.D.A.O./C.I.R.A.D.-F.L.H.O.R.-S.A.R., Montpellier.

**REYNES M.**, 1995. Etude FAO/ La Filière Datte en Tunisie; volet traitement post récolte et qualité des dattes, rapport technique ,66 pages.

**REYNES M., LEBRUN M. and SHAW P.E.**, 1996. Identification of volatile date components and use of multivariate analysis to distinguish date varieties. Journal of Food Quality. 19, 505-514.

**REYNES M., MONOD A., FONTENAEAU L., TERLECKI D.**, 1996. Procédé de préparation d'un jus de datte. Abstract of Proceeding, p212, OPTIONS Méditerranéennes, numéro 28 . Le palmier dattier dans l'agriculture d'oasis. Elche (Espagne, 25-27 avril 1995).

**RHOUMA A.**, 1987. Les variétés de palmier dattier en Tunisie. Tunis (Tunisie): INRA, Annales de l'INRA, numéro spécial, 44 p.

**RHOUMA A.**, 1994. Le palmier dattier en Tunisie, le patrimoine génétique, Vol.1. Edition FAO/RAD/88-024.

**RINDERKNECHT H.**, 1959. The free amino acid pattern of dates in relation to their darkening during maturation and storage. Food Research, 24 (3), 298-304.

**RISMAN P. , BENGTSSON N.**, 1971. Dielectric properties of foods at 3GHz as determined by a cavity pertubation technique : Measuring technique. J. Microw. Power., 6, N°2 pp. 101-106.

**ROBERTS D., BERTSCH. W.** 1987. Use of computerized pattern recognition in the analysis of stress induced changes in coffee aroma. J. High Resol. Chromatogr. 10, 244-247.

**ROBINSON D.S.**, 1991. Peroxydase and their signification in fruits and vegetables in Food Enzymology. Book edited by Fox P.F University College Cork, Ireland. Vol. 1. 399-427.

**ROUHANI, I. And BASSIRI, A.** 1976. Changes in the physical and chemical characteristics of Shahani dates during development and maturity. J. Hortic. Sci. 51, 489-494.

**RYGG G. L.**, 1944. Glazing and hydrating date. Annu. Rep. Date Growers'Inst. 21 : 7-10.

**RYGG G.L.**, 1946. Compositional changes in the date fruit during growth and ripening. U.S. Department of Agriculture. Technical Bulletin 910.

**RYGG G.L.**, 1948. Acidity in relation to quality in the date fruit. Date Growers'Institute, vol. 25, p.32.

**RYGG G.L.**, 1975. Date Development, Handling and Packing in the United States. U.S.S Dept. of Agr., Agr. Handbook Nb 482.

*S*

**SACCANI, G., CHERARDI, S., TRIFIRO, A., ALDINI, R., BAZZARINI, R.**, 1991. Caratterizzazione analitica di Alcune Varieta di datteri. Industria Conserve, 66, n°3, p. 229-233.

**SALEM S.A., HEGAZI S.M.**, 1971. Chemical composition of the Egyptian dry dates. J. Sci. Food Agric., Vol. 22 (december), 632-633.

**SAWAYA W.N., KHALIL J.K., KHATCHADOURIAN H.A., SAFI W.M., MASHADI A.S.**, 1982. Sugars, Tannins and some vitamins contents of twenty five date cultivars in Sandi Arabia at the khalal and tamar stages. The first symposium on the date palm. Sandia Arabia, march 23-25, 1982, p. 468-477.

**SAWAYA W.N., MISKI A.M., HALIL J.K., KHATCHADOURIAN H.A., MASHADI A.S.**, 1983. Physical and chemical characterisation of the major date varieties grown in Saudia Arabia. Date palm J., 2 (1), 1-25.

**SAWAYA, W.N., SAFI, W.M., BLACK, L.T., MASHADI, A.S. and AL-MUHAMMAD, M.M.** 1983. Physical and chemical characterization of the major date varieties grown in Saudi Arabia. II. Sugars, tannins, vitamin A and C. Date Palm J. 2, 183-196.

**SCHMILOVITCH Z., ZALTZMAN A., HOFFMAN A., EDAN Y.**, 1995. Firmness sensor and system for date sorting. Applied Engineering in Agriculture, 11, 4 ; p. 555-560, Presented as ASAE Paper N° 93-6028..

**SCHILLER F.H. and MAIER V.P.**, 1959. Research on dates and dates products growers Inst. Rpt. 36 : 11-13.

**SCHIMMER S.**,1980. Influence of water activity on enzyme reactivity and stability. Food technology, may 1980, 64-74.

**SHARP J.L.** 1993. Microwaves as a quarantine treatment to desinfest commodities of pests. Post harvest symposium of Chiang, Mai, Thailand.

**SHELLIE K.C. and MANGAN R.** 1993. Effect on Non chemical Treatment on Fruit market quality. Postharvest symposium of Chiang Mai, Thailand.

**SHIFMANN R.F.**, 1992. Microwave processing in the US food industry. Food Technology, december. P. 50-56.

**SHAFIK M. et HILMY A. L.**, 1939. A mud brick oven for drying dates and controlling *Ephestia*. Bufi. Soc. Fouad. 1. Ent., 22 : 223-263.

**SHAW, P.E., BERRY, R.E.**, 1977. Hexose amino acid degradation involving formation of pyrroles, furans, other low molecular weight products, J. Agric. Food. Chem. Vol. 25, n°3, 1977.

**SHAW, PE.**, 1991. Fruits II, In Volatile Compounds in Foods and Beverades. Pp. 305-328, Marcel Dekker Inc., New-York, NY.

**SHAW, P.E., BUSLIG B.S. and MOSHONAS M.G.** 1993. Classification of commercial orange juice types by pattern recognition involving volatile constituents quantified by gas chromatography. J. Agric. Food Chem. 41, 809-813.

**SHAW P.E. and MOSHONAS M.G.**, 1993. Volatile components in juice from manadarin and mandarin fruit J. Essent. Oil Res. 5, 101-104.

**SHAW P.E., MOSHONAS M.G. and BUSLIG B.S.**, 1995. Multivariate analysis for classification of commercial orange juice products by volatile constituents using headspace gas chromatography. In advances in Fruit Flavors (M.M. Leathy and R.L. Rouseff eds.) Pp. 33-47, ACS Symposium Series N° 596, Washington, D.C..

**SHIFMANN R. F.**, 1992. Microwave processing in the U.S Food industry. Food Technology. December, p. 50-56.

**SIEVERS A. F. and BARGER, W. R.**, 1930. Experiments on the processing and storing of Deglet Noor dates in California. Voir Etats Unis. Departement of Agriculture.

**SINCLAIR W.B., BARTHOLOMEN E.T. and BLISS D.E.**, 1941. Composition of dates as affected by soil fertilizer treatments. Date Growers' Inst. Ann. Rept. 15, 11.

**SMOLENSKI D.C., WYNN R.R. ET MAIER V.P.**, 1973. The enzymes and their application in the quality improvement of mixed green dates. Dates Grower's Institute. Vol. 50., p. 7-8.

**SOUTY M., THIBAULT J.F., NAVARRO-GARCIA G., LOPEZ-ROCA J.M. et BREUILS L.**, 1981. Les substances pectiques de l'abricot (Prunus armeniaca L.) Var. Rouge du roussilon. Caractéristiques globales et étude par chromatographie d'échange d'ions. Sciences des aliments, 1981, Vol. I, N°1, 67-80.

**SPIESS W.E.L. et WOLF W.**, 1987. Critical evaluation of methods to determine moisture sorption isotherms. In Water activity : theory and applications of foods, IFT Basic Symposium Series, ed; L.B. Rockland and L.R. Beuchat, M. Dekker, New York. 215-233.

**STARCK E., BALME D., LEFEBVRE A. C.**, 1986. Caractéristiques et applications actuelles et potentielles des micro-ondes dans les industries agro-alimentaires. ADRIA. 72 p.

**STARON T.;THIROUIN D.; PERRIN L.; FRERE G.**, 1980. Le traitement des produits biologiques alimentaires par les microondes .revue IAA, numéro 12, p. 1305-1312.

**STICKNEY F. S.**, 1950. Date palm insects in the United States. Circ. U.S. Dep. Agri. N° 846. WASHINGTON

**SWAIN T., GOLDSTEIN, J.L.**, 1963. Changes in tanning in ripening fruits. Physicochem. 2, 371.

*T*

**TACKOLM V., DRAR M.**, 1950. Flora of Egypt, Université du Caire.

**TEISSEIRE P.**, 1959. Aperçu sur les ennemis et maladies du palmier dattier en Algérie et au Sahara et les moyens mis en oeuvre pour les combattre. C.R. Congrès de la première réunion technique intemationale sur la production et le traitement des dattes, F.A.0. Tripoli.

**THIBAULT J.F.**, 1988. Les substances pectiques . In : MONTES B., (Ed), Les polymères végétaux non azotés. 232-249. Gauthier-Villar, Paris.

**THOUREL B.**, 1976. Désinsectisation des denrées alimentaires. Compte rendu des travaux. Document N°1/1091/4-MO.

**THOUREL B.**, 1979. Utilisation des ondes électromagnétiques dans l'industrie agroalimentaire. In : Revue générale électrique, Vol 88, 1 1, p. 932-938.

**THUERY J.**, 1989. Les micro-ondes et leurs effets sur la matière. Applications industrielles, agro-alimentaires et médicales. Deuxième édition. Technique et Documentation, 558p.

**TINGA W. et NELSON S.**, 1973. Dielectric properties of materials for microwave processing tabulated. The journal of Microwave power, 8, N°I, p 23-65.

**TOULEMONDE B. and BEAUVERD D.** 1985. Headspace Analysis, trap desorption by microwave energy application to the volatile components of some tropical fruits. In Progress in Flavour Research 1984 (J. Adda, ed.) Pp. 533-548, Elsevier, Amsterdam.

**TRAN V.** , 1984. Dielectric properties of selected of vegetables and fruits 0,1 - 10 Ghz. J. MicroW. Power, 19, N°4. Pp. 251-258.

**TURREL F.M., SINCLAIR W.B. and BLISS D.**, 1940. Structural and chemical factors In relation to fungus spoilage of dates. Date Grow. Inst. Rep. 17, 5-11.

*V*

**VANDERCOOK C.E., HASEGAWA, S., MAIER V.P.**, 1980. Dates Tropical and Subtropical Fruits. Composition properties and use, (S. Nagy and P.E. Shaw, eds.) pp. 506-541, Van Nostrand Reinhold AVI, Connectikut (New York) .

**VERNIN G., MEJJGER J.**, 1981.La chimie des arômes: les hétérocycles .B.S.C. Belg., vol.90, No 6, p.563 à 565.

**VILARDEBO A.**, 1973. Déprédateurs de la production après la récolte. In : Le palmier dattier. Maisonneuve et Larose.

**VINCENT L.E., LINDGREN D.L.**,1972.Hydrogene phosphide and ethyl formate: fumigation of insects infecting dates and other dried fruits. Journal of Economic Entomology, vol.65, No6,p.1667-1669.

**VINSON A.E.**, 1911. Chemistry and ripening of the date. Bull. Ariz. Agric. Exp. Sta., 66 : 403-435.

*W*

**WERTH E.**, 1933. Zur kuttur an Dattenpalm und die Frage ihrer Herkunft. Ber. Deut. Bot. Ges., Vol. 51, N°10, 510-513.

**WERTHEIMER M.**, 1958. Un des principaux parasites du palmier dattier algérien, le Myeloïs decolor. Fruits, Vol 13.

**WILLIAMS C.A., HARBORNE J.B. and CLIFFORD H.T.**, 1971. Flavonoid patterns in the monocotyledons. Flavonols and flavones in some families associated with the Poaceae. Phytochemistry 10. 1059-1063.

**WOLFROM M.L., KASHIMURA N., HORTON D.** 1974. Factors Affecting the Maillard Reaction between Sugars and Amino Acids. Studies on the Nonenzymatic Browning of Dehydrated Orange Juice. J. Agric. Food Chem., 22, 796-800.

*Y*

**YAYALAYAN V.A.;MATNI G.; PARE J.R.J.. BELANGER M.R.**; 1997.Microwave Assisted Synthesis and Extraction of selected Maillard Reaction Products. J. Agric.Food Chem.;45,149-152.

**YEO H.C.H., SHIBAMOTO T.**, 1991. T. Chemical Comparison of Flavors in Microwaved and Conventionally Heated Foods. Trends Food Sci. Technol., 2, 329-332.

# *ANNEXES*

# *ANNEXE 1*

***Identification of volatile date components and use of multivariable analysis to distinguish date varieties.***
***Journal of Food Quality, 1996***

***Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie***
***Fruits, 1994***

# IDENTIFICATION OF VOLATILE DATE COMPONENTS AND USE OF MULTIVARIATE ANALYSIS TO DISTINGUISH DATE VARIETIES[1]

MAX REYNES and MARC LeBRUN

*Centre de Cooperation Internationale en Recherche Agronomique pour le Developpement*
*CIRAD-FLHOR Departement des Productions Fruitieres et Horticoles*
*BP 5035, 34032*
*Montpellier Cedex 1, France*

AND

PHILIP E. SHAW[2]

*U.S. Citrus and Subtropical Products Laboratory*
*U.S. Department of Agriculture, ARS, SAA*
*Winter Haven, Florida 33883*

Accepted for Publication November 29, 1995

## ABSTRACT

*Pentane extracts which possessed strong date-like aromas were obtained from three date varieties and analyzed by gas chromatography-mass spectrometry. Thirty-six volatile components were identified and only six of these had been found earlier in dates. Many of these components possessed aromas and flavors which could contribute to the sensory characteristics of dates, suggesting that a combination of volatile components is responsible for the desirable flavor of dates. Headspace gas chromatographic analysis of fresh dates from each of the three varieties combined with multivariate analysis involving eleven of the known constituents was used to distinguish differences among the varieties.*

[1]Mention of a trademark or proprietary product is for identification only and does not imply a guarantee or warranty of the product by the U.S. Department of Agriculture. All programs and services of the U.S. Department of Agriculture are offered on a nondiscriminatory basis without regard to race, color, national origin, religion, sex, age, marital status, or handicap.
[2]To whom correspondence should be addressed.

Journal of Food Quality 19 (1996). 505-514. *All Rights Reserved.*
*©Copyright 1996 by Food & Nutrition Press, Inc., Trumbull, CT 06611*

## INTRODUCTION

Worldwide date production is now more than 3 million tons annually, and of this total, 400,000 tons is produced in Maghreb. The composition of this important world food commodity and the relationship of composition to date quality were reviewed by Vandercook *et al.* (1980). At that time, technical reports on dates were mostly of a general nature, and they were usually concerned with horticultural problems. The studies involving date flavor concentrated on sugars and their changes during ripening and effects of natural and added enzymes on date quality and color (Vandercook *et al.* 1980). One study involving volatile components found acetaldehyde as the major volatile aldehyde in dates, and showed the acetaldehyde level to decrease over a 5-month storage period as darkening increased (Norman and Fouse 1977). A more comprehensive study of volatile components in Zahdi dates was reported by Jaddou *et al.* (1984). In that study, 27 neutral compounds and 11 organic acids were separated and identified from a date extract which possessed date aroma. The precise mixture of compounds responsible for date aroma and flavor was not determined.

Flavor and other quality factors vary considerably among the different date varieties available for human consumption, although few studies have been reported showing varietal differences that impact flavor quality (Sawaya *et al.* 1983). Deglet Noor is a premium quality date which is valued for its excellent flavor (Reynes *et al.* 1995), while Kentichi is a dry variety of poorer quality recommended for long storage periods. A third variety of intermediate quality is the semi-dry Alligh date. Since it is produced in large quantities, and it commands a lower price than does the Deglet Noor, the Alligh is a potential source for production of quality processed date products. Because the qualities of these three varieties are markedly different, there is potential to use analysis of the volatile components as a means of identifying flavor and other quality differences among the three varieties. Such knowledge can aid processors in efforts to produce processed products and flavor extracts from lower-priced varieties to increase their value for human comsumption.

In the present study, up to 36 volatile components in fresh dates from these three varieties of varying flavor quality were identified. These results were compared with previous findings, and the possible contributions of specific components to date flavor were considered. In addition, relative quantities of selected volatile components were used to distinguish differences among the three varieties using computer assisted multivariate analysis techniques. Such techniques have proven valuable with other foods in evaluating relative quality differences among varieties and differences in processed products (Shaw *et al.* 1995; Murota 1993; Roberts and Bertsch 1987).

## MATERIALS AND METHODS

Fresh date samples were obtained directly from growers in Tunisia without any disinfestation or other treatment.

### Extraction Procedure

Date samples (100 g each) were halved with a kitchen knife to remove the seeds, and the date halves were blended in a Waring Blendor with 200 mL of distilled water for 2 min., an additional 160 mL of water was added, and the mixture was blended for 1 min. The resulting puree was distilled on a rotary evaporator at 45C until no more water would distill (about 360 mL of clear, colorless distillate), using water aspirator vacuum and ice cooling of the receiving flask. The distillate was extracted with 3 × 50 mL of pentane (RPE reagent grade; Carlo Erba, Milan, Italy). The combined pentane extracts were dried over sodium sulfate and then reduced to <0.5 mL for GC-MS analysis. A blank was also prepared by blending 360 mL of distilled water in the blender as above, extracting the water with pentane and concentrating the combined extracts to small volume for GC-MS analysis as described above for the date samples.

### GC Conditions for Analyses of Date Extracts

The gas chromatograph-mass spectrometer (GC-MS) system was a Fisons Model 8000 GC connected to a Model Trio 1000 MS operated at 70 ev and at a mass range of 40-400. A 0.32 mm × 60 m DBWax fused silica column with 0.25 $\mu$m film thickness was used (J & W Scientific, Folsom, CA) with splitless injection and a He flow rate of 1.7 mL/min. Temperature programming was 30C isothermally for 6 min, then increased at 6C/min to 200C. Authentic samples purchased from commercial sources were used to confirm retention times of identified components, as indicated in Table 1.

### Trapping Procedure for Headspace GC

A 35 mL glass container in the shape of a conical centrifuge tube fitted with a 6 mm glass side-arm and a top fitted with a 6 mm glass inlet tube and connected to the glass container as described earlier was used as the container for date samples (Lozano 1992; Dhuique-Mayer *et al.* 1991; Bali 1991; Itoua-Gassaye 1990). Each sample consisted of 28 g of deseeded, quartered date pieces sliced 3-4 mm thick. A 1.5 mm stainless steel tube was fitted through the glass side-arm and continued to the bottom of the conical trap for introduction of nitrogen gas to purge the system. A 6 mm Swagelok fitting with Teflon ferrule sealed the side-arm containing the inlet tube. The outlet tube in the glass top was fitted with a Swagelok fitting to hold the ceramic carbon trap for the Rektorik headspace injec-

TABLE 1.
COMPONENTS IN PENTANE EXTRACT OF THREE DATE VARIETIES

| Component[a] | RT | Found in: Alligh | Deglet Noor | Kentichi | Sensory Characteristics[b] |
|---|---|---|---|---|---|
| 2-Pentanone | 10.4 | + | — | + | |
| Hexanal[c] | 14.1 | + | + | + | |
| Heptanal[c] | 17.5 | + | + | + | sweet, almond-like, nut-like |
| 3-Methyl-1-butanol | 18.2 | + | + | + | fruity, winey |
| 2-Hexenal | 18.5 | + | + | + | |
| 1-Pentanol[c] | 19.5 | + | + | + | |
| 2-Octanone | 20.4 | + | + | + | |
| Octanal[c] | 20.6 | + | + | + | orange-like, honey-like, fatty |
| 2-Heptenal | 21.5 | + | + | + | |
| 6-Methyl-5-hepten-2-one | 21.9 | + | + | + | |
| 1-Hexanol | 22.3 | + | + | + | aged fragrance, conceals sharp n |
| 2-Nonanone[c] | 23.2 | + | + | + | |
| Nonanal[c] | 23.3 | + | + | + | pleasant fatty notes |
| 2-Octenal | 24.3 | + | + | + | |
| 1-Octen-3-ol | 24.6 | + | + | + | |
| 1-Heptanol | 24.8 | + | + | + | winey nut-like taste |
| 6-Methyl-5-hepten-2-ol | 25.0 | + | + | + | |
| 2,4-Heptadienal | 25.8 | + | + | + | |
| Decanal | 25.9 | + | + | + | sweet waxy, orange peel-like |
| 2-Nonenal | 26.8 | + | + | + | waxy, pleasant, slight green |
| Linalool | 26.9 | + | + | + | creamy floral taste |
| 1-Octanol[c] | 27.2 | + | + | + | waxy sweet, oily, fruity sweet ta |
| 2-Methyl-2,4-heptadien-6-one | 28.2 | + | + | + | cocoanut-like, sweet oily nut-like |
| *iso*-Cyclocitral | 28.9 | + | + | + | |
| 2-Decenal | 29.3 | + | + | + | waxy orange-like |
| Nonanol | 29.5 | + | — | + | oily floral, rather fatty |
| Neral | 30.1 | + | + | + | |
| alpha-Terpineol | 30.4 | + | + | + | |

(Table 1 continued)

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 2,4-Nonadienal | 30.5 | + | – | + | buttery-oily, oily green |
| 2-Undecanol | 30.7 | + | – | + | |
| Geranial | 31.1 | + | + | + | |
| Carvone | 31.4 | + | + | + | warm, spicy, breadlike |
| Nerol | 32.4 | + | + | + | sweet, rosy fruity taste |
| 2,4-Decadienal | 32.8 | + | + | + | |
| ß-Ionone | 35.4 | + | – | + | warm, woody, dry odor |
| 4-Methoxy-benzaldehyde | 37.9 | – | – | + | |

[a]Identified in dates both by mass spectral comparison and by comparison of GC retention times with those of authentic samples.
[b]As reported by Arctander (1969).
[c]Found previously in Zadhi dates (Jaddou *et al.* 1984).

tor. Nitrogen flow at 29-33 mL/min was continued for 2 h to sweep volatile date components onto the carbon trap. The glass system containing the date sample was equilibrated at 37C in a water bath during the 2 h trapping period. The ceramic trap was then placed in a Rektorik microwave headspace sampler and desorbed onto a capillary GC column at a power setting of one for 5 s (Toulemonde and Beauverd 1985). The average coefficient of variation for triplicate runs of each variety was about 40%, a value similar to that found earlier for minor constituents of mandarin juices using a static headspace sampling technique (Shaw and Moshonas 1993).

### Multivariate Analysis

Principal components analysis was carried out using the spreadsheet and multivariate analysis programs in Einsight (Infomatics, Inc., Seattle, WA), as described earlier (Shaw *et al.* 1993, 1995).

## RESULTS AND DISCUSSION

Prior to the current study, only one study (Jaddou *et al.* 1984) had reported detailed compositional analysis of a volatile extract from dates. A modification of

their date extraction procedure (freeze concentration of the distillate was omitted) was used to isolate and concentrate the volatile constituents from fresh dates (Jaddou *et al.* 1984). The concentrated pentane extracts obtained from the three date varieties studied, Deglet Noor, Alligh and Kentichi, all possessed strong aromas characteristic of fresh dates.

Analyses by GC-MS of concentrated extracts from the three date varieties studied afforded the results listed in Table 1. All of the 36 components identified in this Table were found in Kentichi, and all but one were found in Alligh dates. In the Deglet Noor sample, the variety studied with the most desirable flavor, 6 of the components reported in Table 1 were not found. When these results were compared with the previous report by Jaddou *et al.* (1984) in which 27 neutral date components were tentatively identified, some similarities were noted, but significant differences in individual components identified were also observed. Four of the five aldehydes identified earlier were identified in this study, as shown in Table 1, footnote c. However, only one of the five alcohols, and none of the eight hydrocarbons found earlier were observed in the current study. Similarly, only one of the six ketones, and none of the three phenols reported earlier were observed in this study.

In general, the current study showed the presence of many shorter-chain aldehyde, ketone and alcohol derivatives (C5-C9) than reported in the earlier study (Jaddou *et al.* 1984). In that study, many straight-chain derivatives with more than nine carbon atoms were found. Perhaps this is caused by a varietal difference, since Zadhi dates were used in that study. However, the omission in the current study of a freeze-concentration step prior to solvent extraction could have resulted in retention of some lower-boiling components with less than 10 carbon atoms not reported in the earlier study.

The date extracts prepared by Jaddou *et al.* ( 1984) also possessed strong aromas characteristic of dates even though the composition of their extracts was markedly different from those we report in Table 1. Sensory properties for some of the components in Table 1 were described by Arctander (1969), and are listed in this Table. Based on those sensory descriptions, many of the date components found in this study possess some of these sensory characteristics expected in date flavor. These reported sensory properties suggest that date flavor is due to a complex mixture of components rather than one or a few components, as has been found in many fruit flavors (Belitz and Grosch 1987; Shaw 1991). This study and that of Jaddou *et al.* (1984) represent the initial stage essential to understanding the contribution of volatile constituents to date flavor. Earlier studies on date flavor had concentrated on sugar content and changes with ripening, enzymatic browning, and textural changes with maturity, which are also important parameters of date flavor (Hasegawa *et al.* 1972; Maier and Schiller 1959; Pareek 1990).

Computer multivariate analysis was used to distinguish each of the three date varieties by monitoring peak areas for eleven volatile constituents common to the

three varieties (Table 2). Three samples of each variety were analyzed, and GC peak area values for each of the eleven constituents were used with the Einsight multivariate analysis program. Figure 1 shows graphic results when principal components one (PC1) and two (PC2) were plotted. The replicate samples for each

TABLE 2.
DATE CONSTITUENTS USED IN THE EINSIGHT MULTIVARIATE ANALYSIS PROGRAM

| | Constituent | R.T.(min) | | Constituent | R.T(min) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1. | 2-Pentanone | 9.49 | 7. | 1-Hexanol | 20.91 |
| 2. | Hexanal | 12.50 | 8. | Nonanal | 21.95 |
| 3. | 3-Methyl-1-butanol | 16.82 | 9. | 1-Heptanol | 23.56 |
| 4. | 1-Pentanol | 18.07 | 10. | Decanal | 24.68 |
| 5. | Octanal | 18.96 | 11. | Octanol | 26.06 |
| 6. | 6-Methyl-5-hepten-2-one | 20.46 | | | |

of the three varieties fell in different areas of the plot. The two principal components, PC1 and PC2, accounted for 78% of the total cumulative variance (Massart *et al.* 1988). Inclusion of the third principal component provided the three-dimensional plot shown in Fig. 2, representing 89% of the total variance. In this figure, the three-dimensional plot was rotated in space until separation of the three clusters of samples was optimized. Only a slight improvement in separation of the three varieties was observed by addition of PC-3.

This study provides basic information on the composition of volatile date components present in an extract which possessed date aroma. The extract revealed a complex profile of volatile date constituents. The nature of the identified constituents suggested that the mild, subtle flavor of dates is created by a mixture of many flavor components. The study also demonstrates the potential for classifying date varieties by HS-GC analysis of volatile date constituents. Computer assisted multivariate analysis of the complex data sets obtained is necessary to provide classification into distinct classes.

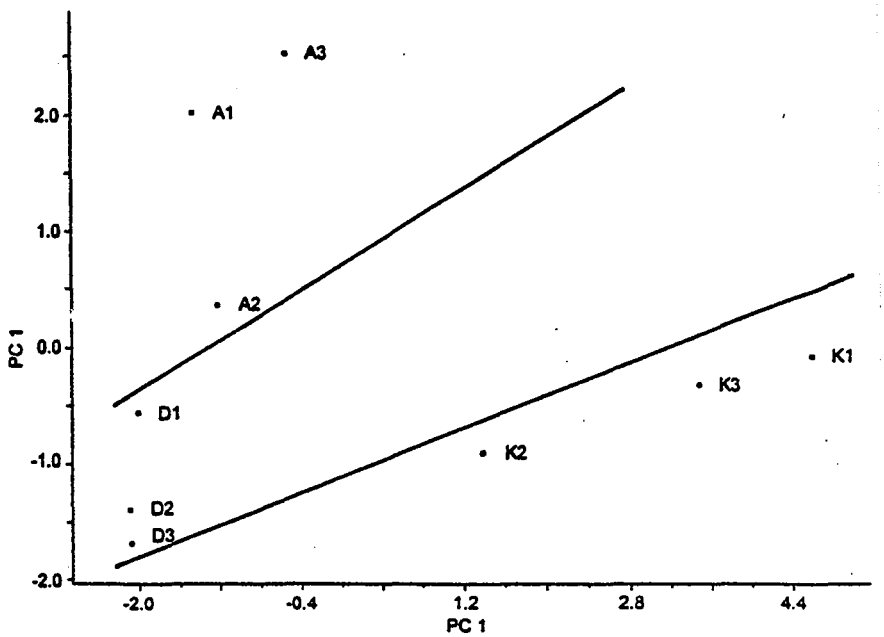



FIG. 1. TWO DIMENSIONAL PRINCIPAL COMPONENTS ANALYSIS PLOT BASED ON 11 VOLATILE CONSTITUENTS OF THREE DATE VARIETIES, ALLIGH (A1-A3), DEGLET NOOR (D1-D3) AND KENTICHI (K1-K3)

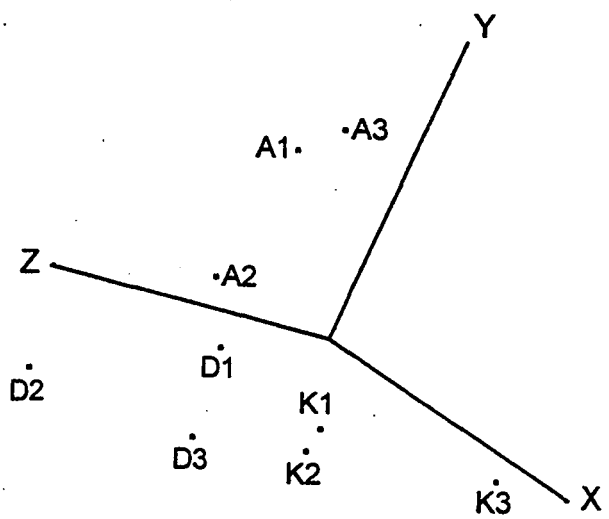



FIG. 2. THREE DIMENSIONAL PRINCIPAL COMPONENTS ANALYSIS PLOT BASED ON 11 VOLATILE CONSTITUENTS LISTED IN TABLE 2 FOR THE DATE VARIETIES SPECIFIED IN FIG. 1.

## REFERENCES

ARCTANDER, S. 1969. Perfume and Flavor Chemicals. Vol. I and II. Allured, Carol Stream, Illinois, monograph nos. 580, 833, 842, 1503, 1778, 1803, 2039, 2315, 2339, 2348, 2356.

BALI, R. 1991. Microfiltration Using Tangential Flux: Applications and Interests in the Technological Procedure for Transformation of the Orange. PhD Thesis, Faculty of Pharmacy, University of Montpellier I, Montpellier, France.

BELITZ, H.-D. and GROSCH, W. 1987. *Food Chemistry*, pp. 257-258. Springer Verlag, NewYork.

DHUIQUE-MAYER, C., BLANC, S. and LOZANO, Y. 1991. Processing capability and aroma quality of several mango cultivars grown in the north of Ivory Coast. IRFA Seminar on Citrus and Mangoes, 1991 Annual Meeting, September 4-10, CIRAD-IRFA, Montpellier, France,

HASEGAWA, S., SMOLENSKY, D.C. and MAIER, V.P. 1972. Hydrolytic enzymes in dates and their application in the softening of tough dates and sugar wall dates. Date Grow. Inst. Rep. *49*, 6-8.

ITOUA-GASSAYE, S. 1990. Study of the retention of constituents with organoleptic characteristics during tangential filtration of pineapple juice. PhD Thesis, National Polytechnic Institute of Toulouse, Toulouse, France.

JADDOU, H., MHAISEN, M.T. and AL-HAKIM, M. 1984. Flavor volatile analysis of Zahdi dates by gas-liquid chromatography. Date Palm J. *3*(2), 367-379.

LOZANO, Y. 1992. Applications of separative membrane techniques for tropical fruit juices. Fruits *47*, 268-274.

MAIER, V.P. and SCHILLER, F.H. 1959. Progress of chemical studies of Deglet Noor dates. Date Grow. Inst. Rep. *36*, 8-10.

MASSART, D.L., VANDEGINSTE, B.G.M., DEMING, S.N., MICHOTTE, Y. and KAUFMAN, L. 1988. Chemometrics. *A Textbook*. pp. 339-355, Elsevier, New York.

MUROTA, A. 1993. Canonical discriminant analysis applied to the headspace GC profiles of coffee cultivars. Biosci. Biotech. Biochem. *57*, 1043-1048.

NORMAN, S. M. and FOUSE, D.C. 1977. Changes in volatile aldehyde content with storage of Deglet Noor dates. J. Agric. Food Chem. *25*, 686-688.

PAREEK, O.P. 1990. Date palm. In *Fruits: Tropical and Subtropical*, (T.K.Bose and S.K. Mitra, eds.) pp. 667-689, Naya Prokash, Calcutta.

REYNES, M., BOUABIDI, H., PIOMBO, G. and RISTERUCCI, A. 1995. Study of some criteria for characterization of several date varieties. Fruits *49*, 295-298.

ROBERTS, D. and BERTSCH, W. 1987. Use of computerized pattern recognitio in the analysis of stress induced changes in coffee aroma. J. High Reso Chromatogr. *10*, 244-247.

SAWAYA, W.N., SAFI, W.M., BLACK, L.T., MASHADI, A.S. an AL-MUHAMMAD, M.M. 1983. Physical and chemical characterization of th major date varieties grown in Saudi Arabia. II. Sugars, tannins, vitamin A an C. Date Palm J. *2*, 183-196.

SHAW, P. E. 1991. Fruits II. In *Volatile Compounds in Foods and Beverages*. pp 305-328, Marcel Dekker, New York.

SHAW, P.E., BUSLIG, B.S. and MOSHONAS, M.G. 1993. Classification o commercial orange juice types by pattern recognition involving volatil constituents quantified by gas chromatography. J. Agric. Food Chem. *41* 809-813.

SHAW, P.E. and MOSHONAS, M.G. 1993. Volatile components in juice fron mandarin and mandarin fruit. J. Essent. Oil Res. *5*, 101-104.

SHAW, P.E., MOSHONAS, M.G. and BUSLIG, B.S. 1995. Multivariate analysi for classification of commercial orange juice products by volatile constituent using headspace gas chromatography. In *Advances in Fruit Flavors* (M.M Leahy and R.L. Rouseff eds.) pp. 33-47, ACS Symposium Series No. 596 Washington, D.C.

TOULEMONDE, B. and BEAUVERD, D. 1985. Headspace Analysis: tra desorption by microwave energy application to the volatile components of som tropical fruits, In *Progress in Flavour Research* 1984, (J. Adda, ed.) pp 533-548, Elsevier, Amsterdam.

VANDERCOOK, C.E., HASEGAWA, S. and MAIER, V. P. 1980. Dates, In *Tropical and Subtropical Fruits*, (S. Nagy and P.E. Shaw, eds.) pp. 506-541, Van Nostrand Reinhold AVI, New York.

# Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie

**M. Reynes**
CIRAD-FLHOR
Réseau GRIDAO
BP 5035
34032 Montpellier cedex 1
France

**H. Bouabidi**
Centre de recherches
phoenicicoles de Degache
Degache
Tunisie

**G. Piombo**
CIRAD
Département URAT-GERDAT
BP 5035
34032 Montpellier cedex 1
France

**A.M. Risterucci**
CIRAD
BIOTROP AGETROP
BP 5035
34032 Montpellier cedex 1
France

## Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie.

RÉSUMÉ

Certains critères physiques et physico-chimiques de 21 variétés de dattes cultivées au sud de la Tunisie, dont la Deglet Nour, ont été étudiés. Cela a abouti au classement des cultivars en fonction de critères de qualité spécifiques de l'industrie dattière.
Des caractères morphologiques particulièrement intéressants (dimensions des fruits et teneur en pulpe) ont été trouvés pour les variétés Menakher, Boufagous et Trongea.
Sept acides aminés sont présents dans la pulpe des dattes à une teneur significative, mais les taux d'acides aminés totaux sont très variables selon les variétés (de 82 à 700 mg/100 g de matière sèche). Les variétés qui ont les plus fortes teneurs en acides aminés sont les moins aptes à une bonne conservation.
Les fortes teneurs en malate ont été relevées chez les dattes sèches et pourraient expliquer en partie leur faible valeur aromatique.

## Characterization of the Main Varieties of Dates Grown in the Djérid Region of Tunisia.

ABSTRACT

Some physical and physicochemical factors were investigated in 21 date varieties, including Deglet Nour, grown in southern Tunisia. Date cultivars were thus classified according to specific quality criteria set out by the date industry. Very interesting morphological traits (fruit size and pulp content) were noted for Menakher, Boufagous and Trongea varieties. High levels of seven amino acids were detected in date pulp, but there were considerable variety-dependent variations in total amino acid levels (82-700 mg/100 g dry matter). Varieties with the highest amino acid contents had the poorest conservation performances. High levels of malate were detected in dried dates, which could partially explain their low aromatic value.

## Caracterización de las principales variedades de dátiles cultivadas en la comarca del Djerid, en Túnez.

RESUMEN

Se estudiaron ciertos criterios físicos y físico-químicos de 21 variedades de dátiles cultivadas en el sur de Túnez, y entre las cuales figuraba la Deglet Nour. Dicho estudio desembocó en la clasificación de las variedades en función de criterios de calidad específicos de la industria de los dátiles. En las variedades Menakher, Boufagous y Trongea se encontraron caracteres morfológicos particularmente interesantes (dimensiones de los frutos y cantidad de pulpa). Siete aminoácidos están presentes en la pulpa de los dátiles y con proporciones significativas, pero las tasas de aminoácidos totales varían mucho según las variedades (de 82 a 700 mg/100 g de materia seca). Aquellas variedades que poseen las mayores proporciones de aminoácidos son las menos aptas para una buena conservación. Se observaron grandes cantidades de malato en los dátiles secos, lo cual podría explicar en parte su leve valor aromático.

*Fruits*, vol. 49, n°4, p. 289-298

MOTS CLÉS
Datte, Tunisie, qualité, variété, propriété physicochimique, sucres, acide aminé.

KEYWORDS
Dates, Tunisia, quality, varieties, chemicophysical properties, sugars, aminoacids.

PALABRAS CLAVES
Dátil, Túnez, calidad, variedades, propriedades fisico-químicas, azúcares, aminoácidos.

## introduction

Selon les données fournies par le groupement interprofessionnel tunisien de la datte (GID, 1993), la Tunisie produirait 80 000 t de dattes par an ; environ 22 % de cette production serait exporté.

La région du Djérid, au sud de la Tunisie, est à l'origine d'une grande partie de cette production qui provient de l'exploitation de nombreuses variétés parmi lesquelles la Deglet Nour est la plus connue.

Les caractéristiques agronomiques de 200 variétés de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) cultivées dans ces palmeraies du Djérid tunisien avaient été précisées par RHOUMA en 1987, mais les analyses pondérales et physico-chimiques des fruits n'avaient encore jamais été réalisées. Or, de la connaissance de ces caractéristiques dépendrait une meilleure exploitation de ces variétés dont les récoltes pourraient être orientées, selon les cas, vers une commercialisation en fruits frais ou vers un conditionnement mieux adapté à un marché d'exportation.

Par ailleurs, des analyses permettant de caractériser différents autres types de dattes avaient déjà été effectuées par diverses équipes en Irak (RAWI *et al.*, 1967 ; MOHAMMED *et al.*, 1984), au Soudan (NOUR et MAGBOUL, 1985), en Egypte (SALEM et HEGAZI, 1971) et en Arabie Saoudite (SAWAYA *et al.*, 1983). Les expérimentations présentées ont permis d'aborder ces études sur les dattes tunisiennes et de comparer les résultats obtenus avec ceux déjà rapportés par la littérature.

Les travaux ont porté sur la recherche de quelques critères permettant de caractériser plus particulièrement les variétés de dattes pouvant faire l'objet d'une commercialisation. Qualité et aptitude à la conservation des fruits échantillonnés sont les principales composantes qui ont donc été considérées.

En 1961, MUNIER avait défini un indice "r", dit de qualité ou de dureté, égal au rapport de la teneur en sucres sur la teneur en eau des dattes. Cette teneur en eau des fruits, mais aussi la présence de sucres invertis et éventuellement de saccharose, avaient, par ailleurs, également permis à d'autres auteurs de caractériser certaines variétés de dattes (COOK et FURR, 1953 ; DOWSON et ATEN, 1963). Le calcul de l'indice "r" proposé par MUNIER permet d'estimer le degré de stabilité du fruit, jugé optimal si le rapport "r" est égal à 2, et d'apprécier son aptitude à la conservation. Il conduit à classer les dattes qui sont alors qualifiées de molles pour un rapport "r" inférieur à 2, demi-molles pour "r" compris entre 2 et 3,5 et sèches pour "r" supérieur à 3,5.

Il paraissait intéressant, dans le cadre de l'étude entreprise, de classer les variétés de dattes tunisiennes à partir du calcul d'un tel indice.

## matériel et méthodes

L'étude a été réalisée au Centre de recherche phoenicicole de Degache en Tunisie, et en relation étroite avec le laboratoire de technologie du CIRAD-FLHOR à Montpellier (France).

Les variétés choisies ont été étudiées à partir des récoltes de dattes faites en 1991 et 1992 dans la région du Djérid en Tunisie (tableau 1). Les fruits ont été cueillis en fin de maturation, et plus précisément au stade "Tamar" tel qu'il est défini par la nomenclature irakienne (MUNIER, 1973). A ce stade, le développement du fruit est terminé ; il a perdu toute l'astringence liée à la précipitation des tanins sous forme insoluble, et il présente des caractéristiques physico-chimiques différentes selon les variétés (DOWSON et ATEN, 1963). Le stade Tamar intervient environ 200 jours après la pollinisation ; il succède aux états "Routab" et "Khalaal", autres étapes du développement physiologique des dattes.

La variété Deglet Nour, la plus exploitée en Tunisie, a été prise comme référence pour toutes les analyses effectuées.

La comparaison des cultivars a été entreprise à partir de la mesure de diverses caractéristiques morphologiques de leurs fruits et de l'analyse de la composition chimique des dattes échantillonnées.

Tableau 1
Variétés de dattiers cultivées dans le Djérid tunisien, échantillonnées lors des récoltes de 1991 et 1992.

| variété | année de récolte |
|---|---|
| Menakher | 1992 |
| Alligh | 1992 |
| Tazerzit Safra | 1992 |
| Boufagous | 1992 |
| Khawat Boufagous | 1992 |
| Zahidi | 1992 |
| Kentichi | 1992 |
| Trongea | 1992 |
| Gondi | 1992 |
| K. Alligh | 1992 |
| Kenta | 1992 |
| Angou | 1992 |
| Gasbi | 1992 |
| Farmla | 1992 |
| Deglet Nour | 1992 |
| Khalt Chetoui | 1992 |
| Ghars | 1991 |
| Ammani | 1991 |
| Bser Halou | 1991 |
| Bich Haman | 1991 |
| Halaoui | 1991 |

## caractéristiques morphologiques

Les dimensions du fruit entier puis de son noyau (longueur et largeur), leurs poids respectifs, et la répartition dans l'ensemble du fruit de la pulpe et de son noyau ont été mesurés pour les variétés échantillonnées en 1992.

Ces observations ont porté sur 2 séries de 20 fruits prélevés au hasard pour chacune des variétés.

## analyses chimiques

Pour chaque variété étudiée, les échantillons de dattes ont été constitués par environ 1 kg de fruits prélevés au hasard sur plusieurs régimes récoltés sur différents palmiers de cette même variété.

Dix fruits issus de chacun de ces échantillons ont été dénoyautés et broyés jusqu'à donner une pâte homogène représentative de la variété à évaluer. C'est sur ce matériel de base qu'ont été ensuite effectuées les différentes analyses.

### mesure de la teneur en eau

La teneur en eau a été déterminée par séchage d'une partie aliquote de 2 g du broyat de base : l'échantillon, pesé à 0,1 mg près, est étalé dans une capsule en inox tarée, puis séché dans une étuve à vide à une température de 70 °C pendant 48 h. Ces conditions permettent d'éviter la caramélisation des sucres et les réactions qui en résultent. Les résultats sont exprimés en teneur en matière sèche (% matière totale).

### dosage des éléments minéraux

Une partie aliquote de 1 g de la pâte préalablement préparée a été minéralisée par voie sèche (calcination à 500 °C) et reprise dans une solution d'acide chlorhydrique (HCl) dilué. La teneur totale en azote puis en phosphore a été dosée par colorimétrie sur analyseur à flux continu. Le potassium a été mesuré par spectrométrie d'émission de flamme et le magnésium par spectrométrie d'absorption atomique.

### analyse des sucres

Les sucres ont été extraits à partir de 3 g du broyat de base par une solution d'éthanol de 100 ml (80 ml d'éthanol pour 20 ml d'eau) à reflux pendant 1 h. Cette opération a été répétée 2 fois. Après avoir été réunis, les extraits obtenus ont été évaporés sous vide, puis ajustés à 50 ml avec de l'eau distillée. Après centrifugation (8 000 g pendant 5 min) et filtration (0,45 µm), 20 µl d'extrait ont été injectés dans le système HPLC (Beckman M332) par un passeur automatique. La séparation a été réalisée sur une colonne Brownlee (Amino-Spheri 5).

La phase d'élution a été obtenue par l'emploi d'une solution d'acétonitrile (80 % d'acétonitrile et 20 % d'eau) au flux de 1,2 ml/min. La pression et la température de la colonne ont été fixées respectivement à 1000 psi et 35 °C. La détection a été effectuée par réfractométrie différentielle (Jobin-Yvon/IOTA Orsay). La quantification a été faite sur un intégrateur (Hewlett-Packard 3390 A), par comparaison des aires obtenues avec celles des standards (méthode de l'étalon externe).

La boucle d'injection étant de 20 µl, 200 µg de sucres ont donc été injectés. Le coefficient de variation obtenu est compris entre 1,5 et 4 %.

### analyse des acides aminés

Un échantillon de 35 g de pulpe a été homogénéisé à grande vitesse dans un broyeur à couteau (Sorval), en présence de 100 ml d'eau distillée. 2 ml de cette solution ont alors été centrifugés 15 min à 5000 g, puis 20 min à 12 500 g. 1 ml de surnageant a été dilué dans une solution de borate de sodium 0,4 M (pH 9,5). L'analyse a été faite par HPLC en phase inverse, après une dérivation pré-colonne à l'aide d'un injecteur automatique (Sedere 100) en présence d'orthophtaldéhyde (OPA) (HILL *et al.*, 1979).

Les analyses ont été réalisées en chromatographie liquide (Beckman 420) équipée d'un fluorimètre (Shimadzu RS-530). La colonne (135 × 4,7 mm) est constituée de silice de 3 µm greffée en C18 (Shandon Hypersyl 3 µm). Un gradient d'élution a été obtenu avec de l'acétate de sodium 0,02 M à 1 % en THF et du méthanol HPLC. La détection a été faite par mesure de la fluorescence (excitation à 360 nm, émission à 455 nm). Les résultats obtenus ont été exprimés par rapport à un standard de 250 pmole en chaque acide aminé (Pierce/ref.20089 dilué 100 fois). Le coefficient de variation obtenu est compris entre 3 et 5 %.

### analyse des anions organiques

Après extraction alcoolique (voir analyse des sucres), l'extrait concentré obtenu (filtré à 0,45 µm) a été analysé par chromatographie ionique (Dionex). La séparation s'est effectuée sur une colonne d'anions (Omnipack 500). Le module de "suppression chimique" de Dionex permet l'utilisation d'un gradient d'élution sodique (Baker) de 0,02 M à 0,1 M, à un débit de 1 ml/min. La détection est réalisée par conductimétrie. Les résultats sont exprimés après intégration et calibration externe des surfaces des pics du chromatogramme.

## résultats et discussion

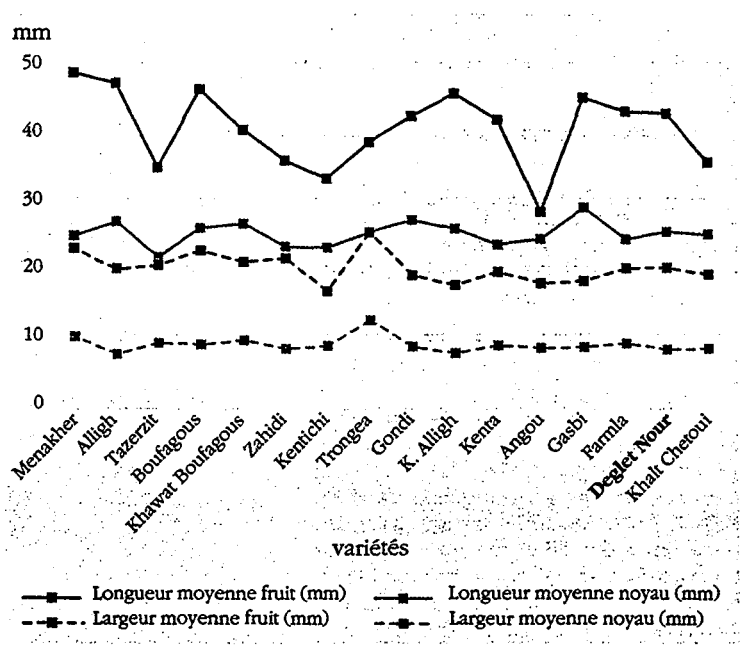
### caractéristiques morphologiques

Les fruits ayant les dimensions les plus importantes sont ceux de la variété Menakher (48,9 mm de long), Alligh (47,4 mm) et Boufagous (46,4 mm) (figure 1). Ces données sont nettement supérieures à celles de la Deglet Nour (42,9 mm) ou à celles des principales variétés irakiennes telles que la Khiyara (43,5 mm) (MOHAMMED *et al.*, 1983).

Le poids moyen d'une datte fraîche de la variété Deglet Nour est de 10,8 g. La figure 2 permet de mettre en évidence certaines autres variétés qui produisent des fruits plus intéressants de ce point de vue ; c'est le cas en particulier des variétés Trongea et Boufagous qui ont des fruits de 15,1 g, et surtout de la variété Menakher dont le poids moyen d'un fruit est de 15,9 g. Ces valeurs sont nettement supérieures aux valeurs moyennes rapportées par la littérature (DOWSON et ATEN, 1963 ; SAWAYA *et al.*, 1983).

La teneur en pulpe, exprimée en pourcentage pondéral (poids de la pulpe /

Figure 1
*Dimensions des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.*



poids total du fruit frais) indique que pour cette caractéristique également la variété Deglet Nour (91,7 %) n'est pas la seule intéressante (figure 2) ; des variétés comme Alligh, Boufagous ou Menakher (respectivement 92,6 %, 91,4 %, 91,2 %) ont des valeurs qui lui sont égales voire supérieures. Ces valeurs seraient toutefois inférieures à celle de la variété Medjol dans laquelle la pulpe représente 94,6 % du poids du fruit selon NUSSINOVITCH (1990) ou à celles de certaines variétés d'Arabie Saoudite qui atteindraient des valeurs supérieures à 94 % (SAWAYA *et al.*, 1983).

Les rapports entre le poids de pulpe et le poids de noyau présentés également sur la figure 2 mettent en évidence la supériorité de la variété Alligh (12,5). Cette valeur n'est en effet que de 11,0 pour la Deglet Nour et descend jusqu'à 4,3 et 4,6 pour les variétés Kentichi ou Gasbi.

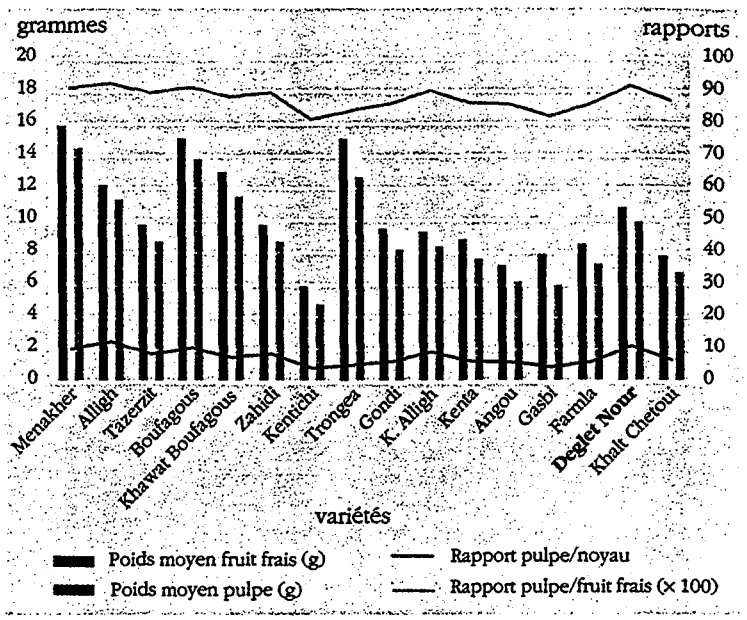



Figure 2
*Critères pondéraux permettant de comparer les poids des fruits et les teneurs en pulpe des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.*

## analyses chimiques

### teneurs en sucres et en amidon

Les dattes de la variété Deglet Nour ont une teneur en sucres totaux, exprimée en pourcentage de la matière sèche (% ms), de l'ordre de 70 % ms (figure 3). Cette valeur s'avère inférieure à celles des variétés Menakher (76 % ms), Alligh (74 % ms) et Zahidi (77 % ms). Ces résultats confirment ceux collectés et trouvés pour les 51 variétés analysées par COOK et FURR (1953) dont les teneurs en sucres totaux variaient de 68 à 85 % ms.

Par ailleurs, les faibles teneurs en sucres totaux des variétés Ammani et Bser Alou, ainsi que leurs faibles teneurs en matière sèche (respectivement 56,3 % ms et 37,7 % ms) indiquent qu'elles sont sujettes à des fermentations et difficilement entreposables. Ces dattes sont en général consommées avant maturation complète (dès l'état de développement appelé "Khalaal") et sont alors qualifiées de "fraîches".

Seules les variétés Kentichi et Deglet Nour contiennent du saccharose de façon significative (40,3 et 36,1 % ms du fruit). Les variétés Tazerzit Safra, Gondi, Gasbi, Khalt Chetoui, Ammani, Bser Halou, Halaoui semblent particulièrement dépourvues de ce sucre.

Les indices de qualité (rapport sucres totaux /teneur en eau) indiquent (figure 4), que seules les variétés Kentichi et Farmla, peuvent être considérées comme sèches (indices supérieurs à 3,5).

Les dattes pouvant être qualifiées de demi-molles comprennent, outre les variétés Deglet Nour, les variétés Menakher, Boufagous, Zahidi, Trongea, Kenta et Angou ; cette caractérisation est en accord avec la classification présentée par DOWSON et ATEN (1963).

La comparaison entre les teneurs en amidon et l'indice de qualité des dattes de chacune des variétés étudiées (figure 5), analysées au stade de maturité optimale (stade Tamar), laisse apparaître que ces deux paramètres varient de manière inverse. Les dattes dites sèches contiennent relativement peu d'amidon (0,2 g % ms) alors que les dattes considérées comme molles en contiennent 0,5 g % ms. LLOYD (1910) avait indiqué que les fruits, peu de temps après la pollinisation, présentaient une faible teneur en amidon qui disparaissait ensuite entièrement dans la plupart des cultivars à maturité. ASHMAMWI *et al.* (1956) indiquaient, quant à eux, que certaines variétés comme Samany possédaient toutefois 3,1 % d'amidon pour 100 g de ms au stade Tamar.

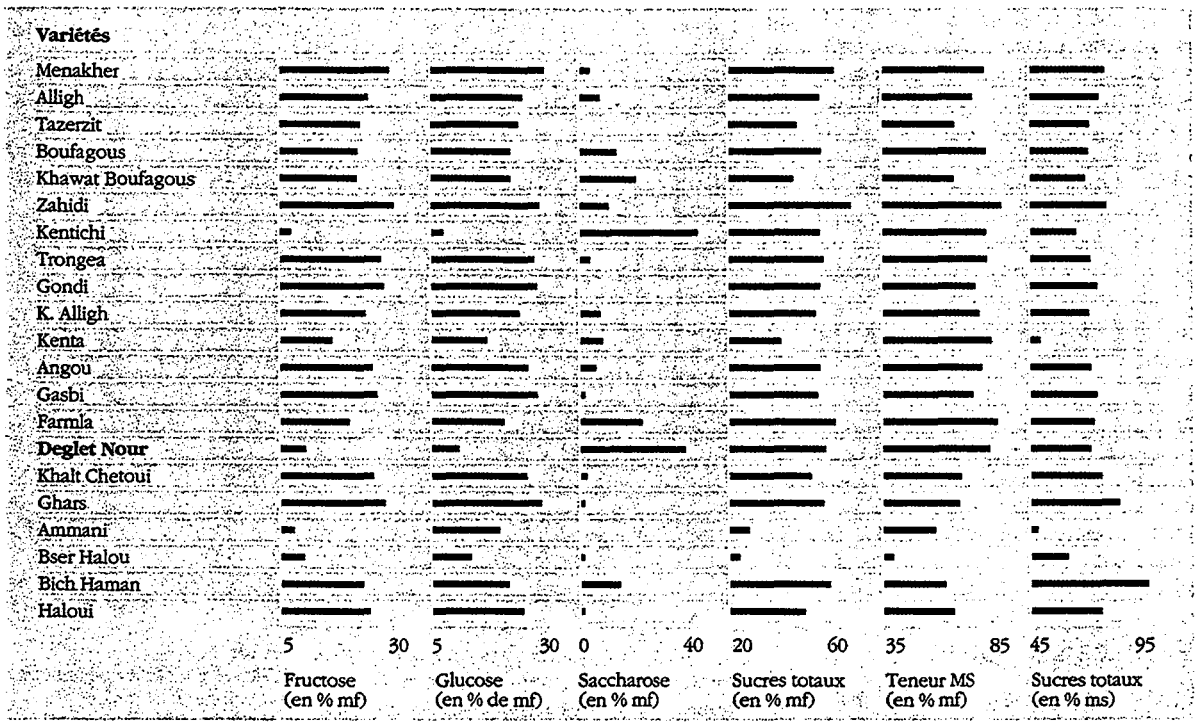



Figure 3
*Teneurs en sucres et en matière sèche des dattes (récoltées au stade Tamar) des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.*

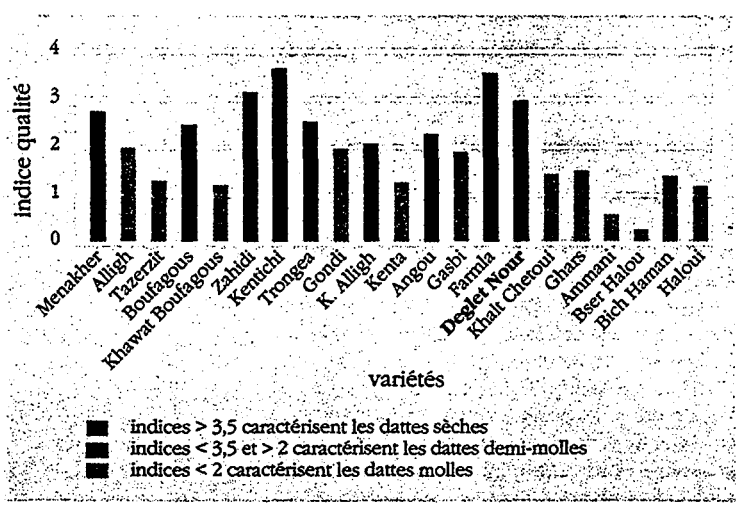



Figure 4
*Caractérisation des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie, à partir du calcul de leur indice de qualité "r" (r = sucres totaux /teneur en eau).*

## teneur en acides aminés

Les composés aminés jouent un rôle primordial dans les réactions de brunissement non enzymatique (réactions de Maillard) qui interviennent lors de la conservation. Les fortes teneurs influent de façon très sensible sur l'évolution de la couleur du fruit. Elles provoquent un brunissement rapide de la datte durant le stockage (Rinderknecht, 1959).

Les teneurs en acides aminés libres ont surtout été étudiées pour les principales variétés de dattes cultivées en Irak : 10 à 18 acides aminés permettent de caractériser les variétés analysées par Rawi *et al.* (1967). Pour certaines variétés d'Egypte étudiées par Salem et Hegazy (1971), 13 acides aminés se sont avérés importants. Leur évolution en fonction de différents stades de maturité de plusieurs cultivars a été étudiée principalement par Booij *et al.* (1992).

Les teneurs en acides aminés totaux trouvées dans les fruits des différentes variétés cultivées dans le Djérid tunisien se sont révélées être très hétérogènes (tableau 2). Ces valeurs varient en effet

de 82 mg pour 100 g de ms pour la variété Tazerzit Safra, à 700 mg pour 100 g de ms pour la variété Bser Halou, avec des teneurs intermédiaires de 105 mg pour 100 g de ms pour la variété Kentichi ou de 256 mg pour 100 g de ms pour la variété Deglet Nour. Les variétés les plus riches en acides aminés totaux sont Bser Halou, Bich Aman, Menakher, Boufagous, Trongea.

La variété Kentichi présente une très faible teneur en acides aminés dénotant une bonne aptitude à la conservation et se caractérise par une coloration très claire après un stockage prolongé.

Au cours de ces travaux, 17 acides aminés différents ont pu être identifiés, mais seulement 7 d'entre eux s'avèrent être présents à des teneurs importantes : l'acide aspartique (ASP), l'arginine (ARG), l'alanine (ALA), l'acide gamma-aminobutirique (GAB), la glycine (GLY), la thréonine (THR) et l'asparagine (ASN) qui se révèle très caractéristique de la variété Menakher.

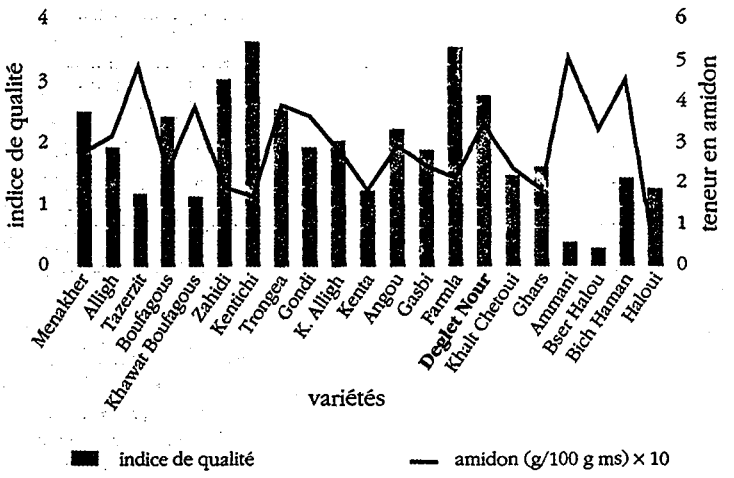



Figure 5
*Comparaison des indices de qualité (r) et du taux d'amidon des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie (r=sucres totaux/teneur en eau).*

Tableau 2
Teneurs en acides aminés (exprimées en mg/100 g de matière sèche) des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.

| Variétés | ASP | GLU | ASN | SER | GLN | GLY | THR | ARG | ALA | GAB | TYR | MET | VAL | PHE | ILE | LEU | LYS | TOTAL |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Menakher | 9,8 | 2,9 | 129,6 | 6,0 | 51,3 | 10,9 | 8,7 | 32,0 | 37,8 | 86,8 | 1,2 | 1,2 | 2,7 | 1,8 | 0,7 | 0,8 | 5,1 | 389,2 |
| Alligh | 5,1 | 0,6 | 4,0 | 6,9 | 30,5 | 10,2 | 7,6 | 21,1 | 23,9 | 81,7 | 1,3 | 1,4 | 2,3 | 1,8 | 0,7 | 1,0 | 4,8 | 204,8 |
| Tazerzit | 8,0 | 1,5 | 1,1 | 1,8 | 0,5 | 5,1 | 3,1 | 5,5 | 0,4 | 50,8 | 1,1 | 0,5 | 0,8 | 0,8 | 0,5 | 0,4 | 0,0 | 82,1 |
| Boufagous | 5,7 | 2,7 | 33,7 | 3,3 | 95,1 | 11,4 | 15,6 | 34,0 | 23,2 | 98,4 | 1,5 | 1,4 | 2,1 | 1,7 | 0,7 | 0,8 | 2,1 | 333,5 |
| Khawat Boufagous | 6,6 | 2,3 | 18,5 | 3,9 | 76,1 | 7,0 | 7,2 | 20,2 | 6,2 | 70,8 | 1,6 | 1,4 | 2,0 | 1,8 | 1,0 | 1,0 | 2,7 | 230,0 |
| Zahidi | 9,9 | 0,6 | 20,6 | 3,0 | 6,1 | 10,0 | 2,3 | 11,3 | 32,2 | 68,7 | 1,6 | 1,0 | 1,8 | 1,6 | 0,7 | 1,0 | 0,0 | 172,5 |
| Kentichi | 0,7 | 0,7 | 1,2 | 2,1 | 3,4 | 6,6 | 1,6 | 12,8 | 20,8 | 47,0 | 0,8 | 0,8 | 1,1 | 1,1 | 0,8 | 0,4 | 2,7 | 105,5 |
| Trongea | 14,6 | 0,6 | 44,7 | 1,7 | 26,8 | 13,2 | 21,0 | 37,9 | 20,3 | 111,5 | 2,0 | 1,5 | 3,1 | 1,6 | 1,3 | 1,3 | 6,4 | 309,3 |
| Gondi | 3,8 | 2,8 | 5,3 | 2,8 | 2,8 | 7,7 | 6,4 | 12,4 | 2,5 | 85,1 | 1,8 | 1,0 | 1,6 | 3,2 | 0,8 | 1,2 | 2,3 | 144,5 |
| K. Alligh | 4,2 | 0,8 | 7,9 | 3,1 | 14,9 | 11,0 | 7,2 | 18,8 | 17,3 | 98,5 | 1,4 | 1,7 | 2,2 | 1,3 | 0,8 | 0,8 | 4,7 | 196,5 |
| Kenta | 5,5 | 2,1 | 33,6 | 3,6 | 34,3 | 8,5 | 28,2 | 29,8 | 32,6 | 62,0 | 1,0 | 1,4 | 1,8 | 1,2 | 0,7 | 0,6 | 4,0 | 250,9 |
| Angou | 4,4 | 0,5 | 18,2 | 4,5 | 30,0 | 7,7 | 3,9 | 21,9 | 24,3 | 70,1 | 1,3 | 1,5 | 1,8 | 1,8 | 0,8 | 0,8 | 4,0 | 197,4 |
| Gasbi | 11,9 | 0,9 | 50,0 | 2,7 | 9,6 | 8,3 | 5,9 | 13,0 | 13,7 | 60,0 | 2,7 | 1,0 | 2,3 | 1,6 | 1,2 | 2,2 | 3,6 | 190,5 |
| Farmla | 2,6 | 0,9 | 11,8 | 1,6 | 19,9 | 7,5 | 4,7 | 117,7 | 18,2 | 82,7 | 0,9 | 0,5 | 1,4 | 1,2 | 0,4 | 0,5 | 2,7 | 305,2 |
| **Deglet Nour** | 6,3 | 2,4 | 36,0 | 1,7 | 24,5 | 11,7 | 6,1 | 38,8 | 21,9 | 87,1 | 1,9 | 1,6 | 3,4 | 4,0 | 1,0 | 1,3 | 6,8 | 256,4 |
| Khalt Chetoui | 5,7 | 1,6 | 1,4 | 5,0 | 27,4 | 8,8 | 5,0 | 15,5 | 13,9 | 80,2 | 1,3 | 0,6 | 2,0 | 1,5 | 0,5 | 0,6 | 0,0 | 170,8 |
| Ghars | 11,1 | 3,3 | 64,8 | 3,3 | 20,6 | 6,7 | 3,5 | 13,8 | 6,5 | 58,4 | 1,9 | 0,8 | 2,7 | 1,6 | 1,3 | 1,9 | 7,4 | 209,6 |
| Ammani | 8,4 | 5,4 | 39,7 | 3,2 | 103,5 | 2,5 | 27,4 | 7,7 | 9,7 | 50,5 | 1,7 | 1,4 | 2,2 | 1,5 | 0,9 | 1,4 | 6,1 | 273,0 |
| Bser Halou | 40,1 | 29,3 | 34,9 | 20,1 | 352,0 | 4,8 | 56,3 | 25,4 | 20,4 | 89,8 | 1,7 | 3,0 | 15,6 | 1,6 | 3,2 | 1,7 | 0,0 | 699,7 |
| Bich Haman | 13,7 | 5,8 | 92,4 | 3,9 | 267,9 | 7,7 | 49,1 | 26,6 | 10,4 | 80,1 | 3,5 | 2,5 | 17,3 | 6,7 | 2,1 | 2,2 | 2,5 | 594,3 |
| Haloui | 10,5 | 3,7 | 10,1 | 4,1 | 11,5 | 7,5 | 2,9 | 6,7 | 22,9 | 51,0 | 2,1 | 1,1 | 1,9 | 1,1 | 1,1 | 1,5 | 3,1 | 142,6 |

Ces mêmes acides aminés ont également été observés comme étant les plus importants dans l'étude réalisée par AL-RAWI *et al.* (1967) à partir des principales variétés de dattes irakiennes. Les cultivars Bser Halou et Bitch Aman sont caractérisés par de fortes teneurs en glutamine (GLN), acide aminé caractérisant par ailleurs plus particulièrement les dattes en provenance du Soudan (NOUR et MAGBOUL, 1985).

## teneurs en éléments minéraux

Si les fortes teneurs en potassium (K) caractérisent la composition des dattes en général, les sels minéraux peuvent, quant à eux, contribuer à la caractérisation d'une origine géographique particulière (BOOIJ, 1992).

HAAS et BLISS, en 1935, avaient réparti les principaux éléments minéraux entrant dans la composition de la datte en trois groupes. Ils se basaient pour cela sur les teneurs respectives trouvées en général : le potassium (K : 0,6 %), le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le phosphore (P) (0,05 %, 0,04 % et 0,045 % respectivement), enfin le fer (Fe), le cuivre (Cu) et le manganèse (Mn) (60, 20, 10 ppm respectivement). Cette classification s'avère également valable pour les résultats des analyses permettant de comparer les variétés du Djérid tunisien (tableau 3) à l'exception des teneurs en Fe, Cu et Mn qui présentent des teneurs très inférieures. Les variétés K. Alligh et Farmla présentent toutefois, par rapport à ces valeurs, des teneurs supérieures en K qui atteignent le taux de 0,85 %.

Les varétés Khawat Boufagous, Bich Haman et Khalt Chetoui présentent de faibles teneurs en Ca (0,02 %) alors que Tazerzit en possède 0,1 %.

Par ailleurs, la variété Ghars serait caractérisée par une forte teneur en Na.

Tableau 3
Composition minérale des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.

| Variétés | P % | K % | Ca % | Mg % | Na ppm | Fe ppm | Cu ppm | Mn ppm | Zn ppm | Cend % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Menakher | 0,056 | 0,533 | 0,053 | 0,058 | 37,5 | 5,9 | 2,7 | 0 | 3,2 | 1,38 |
| Alligh | 0,045 | 0,737 | 0,052 | 0,039 | 8,8 | 3,1 | 2,0 | 0,9 | 2,8 | 1,73 |
| Tazerzit | 0,036 | 0,635 | **0,101** | 0,043 | 30,0 | 7,4 | 0,9 | 10,0 | 1,0 | 1,72 |
| Boufagous | 0,059 | 0,724 | 0,068 | 0,069 | 20,0 | 9,6 | 3,4 | 0,8 | 4,6 | 1,80 |
| Khawat Boufagous | 0,048 | 0,717 | **0,021** | 0,030 | 22,5 | 2,4 | 0,9 | 0,9 | 1,5 | 2,04 |
| Zahidi | 0,052 | 0,759 | 0,050 | 0,044 | 17,5 | 8,3 | 2,9 | 1,9 | 4,1 | 1,81 |
| Kentichi | 0,061 | 0,691 | 0,072 | 0,069 | 10,0 | 5,1 | 3,9 | 7,4 | 1,7 | 1,74 |
| Trongea | 0,058 | 0,650 | 0,084 | 0,073 | 12,5 | 8,6 | 4,1 | 2,7 | 2,8 | 1,78 |
| Gondi | 0,045 | 0,755 | 0,046 | 0,046 | 7,5 | 4,2 | 1,7 | 1,3 | 1,5 | 1,84 |
| K. Alligh | 0,058 | **0,856** | 0,076 | 0,054 | 12,5 | 9,6 | 2,0 | 2,8 | 4,1 | 2,04 |
| Kenta | 0,039 | 0,647 | 0,061 | 0,056 | 13,5 | 5,3 | 1,2 | 3,2 | 3,4 | 1,69 |
| Angou | 0,053 | 0,560 | 0,096 | 0,068 | 8,7 | 8,3 | 3,4 | 2,2 | 2,9 | 1,65 |
| Gasbi | 0,054 | 0,781 | 0,061 | 0,066 | 8,7 | 10,6 | 3,3 | 1,1 | 3,3 | 1,93 |
| Farmla | 0,057 | **0,878** | 0,087 | 0,061 | 18,7 | 10,4 | 2,1 | 8,5 | 3,4 | 2,17 |
| **Deglet Nour** | 0,055 | 0,639 | 0,049 | 0,054 | 17,5 | 7,8 | 2,3 | 1,4 | 2,8 | 1,61 |
| Khalt Chetoui | 0,036 | 0,502 | **0,027** | 0,032 | 7,5 | 5,1 | 2,3 | 0 | 2,0 | 1,30 |
| Ghars | 0,035 | 0,559 | 0,035 | 0,036 | **49,5** | 5,7 | 1,9 | 0 | 3,5 | 1,27 |
| Ammani | 0,054 | 0,621 | 0,091 | 0,082 | 10,0 | 6,1 | 2,8 | 2,4 | 3,4 | 1,70 |
| Bser Halou | 0,051 | 0,547 | 0,047 | 0,039 | 11,3 | 4,7 | 1,7 | 0,2 | 3,0 | 1,33 |
| Bich Haman | 0,044 | 0,437 | **0,025** | 0,035 | 6,3 | 6,3 | 1,5 | 0,6 | 3,5 | 1,10 |
| Haloui | 0,038 | 0,593 | 0,035 | 0,037 | 25,0 | 4,3 | 1,9 | 0,7 | 3,9 | 1,37 |

### valeur du pH et teneur en malate et citrate

Pour les dattes de la variété Deglet Nour, une corrélation existerait entre la valeur du pH (qui doit tendre vers un pH neutre) et la qualité commerciale (RYGG, 1948). Les pH les plus communs se situeraient entre les valeurs 5,3 et 6,3. C'est le cas des variétés qui ont été étudiées, à l'exception de la Bser Halou qui a un pH de 4.

Les acides organiques, comme les acides citrique, malique ou oxalique, qui seraient une composante de la flaveur des dattes fraîches, sont présents en quantité non négligeable durant les phases de maturation des dattes. Cependant cette valeur diminue considérablement au stade Tamar (BARREVELD, 1993).

Si les teneurs en citrate (figure 6) sont très voisines pour toutes les variétés considérées (moins de 50 mg pour 100 g de matière brute) à l'exception de la variété Zahidi (80 mg pour 100 g de matière brute), il n'en est pas de même pour les teneurs en malate. En effet, les variétés de dattes dites sèches, telles la Kentichi et la Farmla, ont des concentrations exceptionnellement élevées en malate qui peuvent atteindre plus de 150 mg pour 100 g de matière brute. Cela pourrait expliquer en partie leur faible valeur aromatique. Les variétés Boufagous, Kenta et Bser Halou présentent quant à elles des teneurs pratiquement nulles.

## conclusions

L'ensemble des travaux qui ont été présentés permettent de souligner l'intérêt que pourrait présenter, dans un contexte d'exportation des dattes tunisiennes, le développement de certains cultivars exploités dans le Sud Tunisien, par rapport à la variété Deglet Nour, plus communément trouvée.

Les critères morphologiques étudiés ont tout d'abord mis en évidence la supériorité des variétés Menakher et Boufagous sur la Deglet Nour, toutes les deux produisant des fruits de dimensions plus importantes, de poids plus avantageux et avec une teneur en pulpe plus élevée que la variété choisie comme référence. De telles caractéristiques sont intéressantes dans le contexte de l'industrie dattière mondiale car elles sont tout à fait comparables à la variété Medjol.

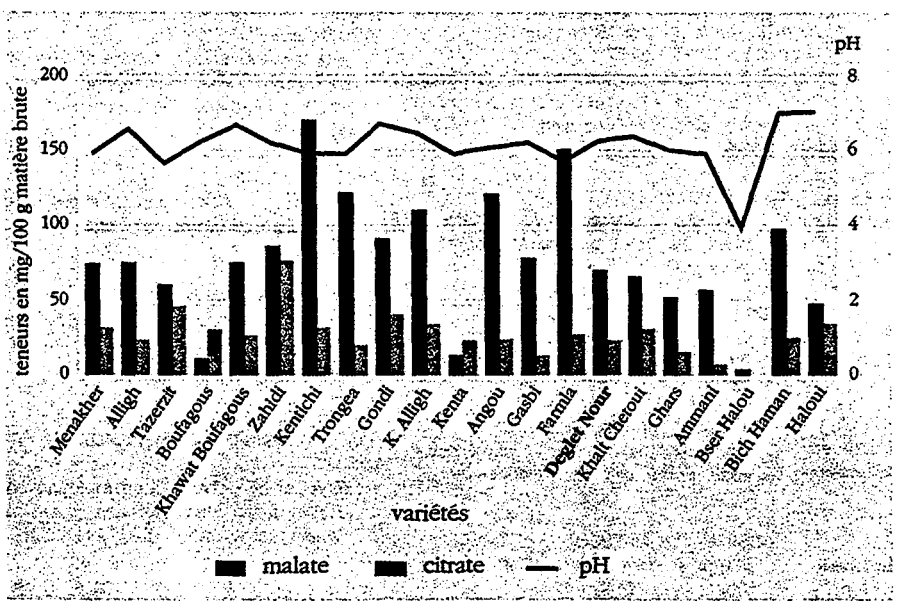



*Figure 6*
*Comparaison des teneurs en malate et citrate et du pH des dattes des principales variétés cultivées dans le sud de la Tunisie.*

L'indice de qualité calculé à partir de l'analyse de la production des cultivars étudiés a abouti à une classification des variétés cultivées dans la région du Djérid :

– Menakher et Boufagous déjà citées, ainsi que les dattes Trongea, Zahidi, Kenta et Angou ont pu être qualifiées de demi-molles, catégorie regroupant des dattes de bonne qualité à laquelle appartient également la Deglet Nour,

– les variétés Farmla et Kentichi appartiennent au groupe des dattes sèches, elles présentent donc la meilleure qualité commerciale et sont aptes à une bonne conservation,

– les variétés Tazerzit Safra, Gondi, Gasbi, Khalt Chetoui, Ammani, Bser Halou et Halaoui, particulièrement dépourvues de saccharose seraient rattachées au groupe des dattes molles. Leur consommation devrait préférentiellement se faire sous forme de dattes fraîches.

La variété Bser Halou, la plus riche en acides aminés totaux parmi les différentes dattes étudiées, s'avère donc la moins apte à être conservée, à l'inverse de Kentichi qui présente un faible taux d'acides aminés : cette dernière variété est la mieux indiquée pour l'industrie dattière, elle se caractérise en particulier par une coloration très claire après un stockage prolongé.

L'ensemble de ces résultats permet de mettre en évidence la nécessité de prendre certaines précautions pour adapter les procédés de séchage ou d'humidification, et d'enrobage, aux caractéristiques des variétés exploitées en Tunisie. Ces caractérisations permettront d'améliorer les conditions de la transformation des dattes dans les usines de conditionnement et faciliteront le choix des variétés à traiter selon le marché visé : en frais, semi-transformé ou transformé. ●

## ●●●● références


ASHAMAWI H., AREF H., HUSSEIN A.A., 1956.
Compositionnal changes in Zagloul date thoughout the different stages of maturity. *J. Sci. Food Agric.*, 7, 625-628.

BARREVELD W.H., 1993.
Date palm products. *FAO, Agricultural bulletin*, n° 101, 41-42.

BOOIJ I., PIOMBO G., RISTERUCCI A.M., COUPE M., THOMAS D., FERRY M., 1992.
Etude de la composition chimique de dattes à différents stades de maturité pour la caractérisation variétale de divers cultivars de palmiers. *Fruits*, 47 (6), 667-678.

COOK J.A., FURR J.R., 1953.
Kinds and relative amounts of sugar and their relation to texture in some American-grown date varieties. *Proc. Am. Soc. Hort. Sci.*, 61, 286-292.

DOWSON V.H.W., ATEN A., 1963.
Composition et maturation. Récolte et conditionnement des dattes. *Collection FAO, Rome*, cahier n° 72, 1-392.

GID, 1993.
*Rapport d'activité*. GID (Groupement Inter Professionnel de la Datte), 52 p.

HILL W.D., WALTERS F.H., WILSON T.D., START J.D., 1979.
HPLC, determination of aminoacid in the picomole range. *Anal. Chem.*, 51, 1338-1341.

LLOYD F.E., 1910.
Development and nutrition of embryo, seed and carpel in the date. *L. Mo. Bot. Gard. Annu. Rep.*, 21, 103-164.

MOHAMMED S., SHABANA H.R., MAWLOD E.A., 1983.
Evaluation and identification of iraqui date cultivars: fruit characteristics of fifty cultivars. *Date palm J.*, 2 (1), 27-55.

MUNIER P., 1961.
Note sur le séchage et le conditionnement des dattes communes. *Fruits*, 16 (8), 415-417.

MUNIER P., 1973.
La datte. In: *Le palmier dattier*. Paris (France) : Maisonneuve et Larose, 141-150.

NOUR A.A.M., MAGBOUL B.I., 1985.
Amino acid composition of some sudanese dates cultivars. *Date Palm J.*, 4 (1), 51-54.

NUSSINOVITCH A., 1990.
Chemical composition of dates pits. *Tropic. Sci.*, 30, 421-424.

RAWI AL. N., MARKAKIS P., BANER D.H., 1967.
Amino acid composition of Iraqui dates. *J. of the Science of Food and Agriculture*, vol. 18, London.

RHOUMA A., 1987.
*Les variétés de palmier dattier en Tunisie*. Tunis (Tunisie) : INRA, Annales de l'INRA, numéro spécial, 44 p.

RINDERKNECHT H., 1959.
The free amino acid pattern of dates in relation to their darkening during maturation and storage. *Food Research*, 24 (3), 298-304.

RYGG G.L., 1948.
Acidity in relation to quality in the date fruit. *Date Growers' Institute*, vol. 25, p. 32.

SALEM S.A., HEGAZI S.M., 1971.
Chemical composition of the Egyptian dry dates. *J. Sci. Food Agric.*, vol. 22 (december), 632-633.

SAWAYA W.N., MISKI A.M., KHALIL J.K., KHATCHADOURIAN H.A., MASHADI A.S., 1983.
Physical and chemical characterisation of the major date varieties grown in Saudia Arabia. *Date palm J.*, 2 (1), 1-25.


●●●●

LA 1 ERE CONFERENCE MAGHREBINE DE GENIE DES PROCEDES

Marrakech les 4, 5 et 6 Mai 1994

COMAGEP

الندوة المغاربية الاولى لهندسة الانساق

مراكش من 4 الى 6 ماي 1994

Organisée par :

FSM - UCA - Maroc
ENIG - Tunisie
U B - Algérie

avec la collaboration de :

EST - Casablanca
EMI - Rabat
EST - Safi
ENIM - Rabat

Parrainée par :

MEN - Maroc
MU - Algérie
MES - Tunisie
GFGP - France

avec le soutien du

Ministère Français des Affaires Etrangères Ambassade de France au Maroc Service Culturel, Scientifique et de Coopération

Marrakech le : 15 / 03 / 94

A Monsieur(s)

M. REYNES et H. TABUNA

V/Réf :

N/Réf :

N° ARRIVÉ 94.D.
15. AVR. 1994
CIRAD-FLHOR-MONTP.

OBJET : Attestation d'acceptation de communication à la COMAGEP.

Cher (e) Collègue,

Le Comité d'Organisation de la Première Conférence Maghrébine de Génie des Procédés, a le plaisir de vous informer que votre article intitulé :

" Etude d'une méthode de Desinsectisation des dattes par l'utilisation des microondes."

a été retenu pour présentation* à cette conférence sous forme d'une communication orale.

Nous vous rappelons que la durée maximale d'une communication est de 20 minutes: 15 minutes d'exposé suivi de 5 minutes de discussion.

En attendant le plaisir de vous accueillir, recevez cher (e) Collègue, l'expression de nos meilleures salutations.

Secrétariat COMAGEP
M. BEN CHANAA & A. BELGHIT

N. B : * sous réserve du paiement des droits d'inscription.

Secrétariat COMAGEP - SPS
Faculté des Sciences - Bd. Prince M / Abdellah
BP : 515 - 40 000 Marrakech
Tél : (212) 4 43 46 49 Poste 409 - Télécopie (212) 4 43 67 69 - Télex : FACSMAR 74013M

# ETUDE D'UNE METHODE DE DESINSECTISATION DES DATTES PAR L'UTILISATION DES MICRO-ONDES

Auteurs : M. REYNES, H. TABUNA, CIRAD-FLHOR, BP 5035, 34032 MONTPELLIER (FRANCE).

## RESUME

La production de dattes au niveau mondial est de l'ordre de 3,4 millions de tonnes. L'infestation des fruits par la pyrale constitue l'un des problèmes majeurs de la filière datte. Les pertes post récoltes en résultant peuvent atteindre 10 à 25 % selon les pays. A ce jour, l'utilisation du bromure de méthyle représente le seul moyen de lutte contre les oeufs et les larves de Myeloïs Ceratoniae Zeller, responsable de ce fléau. Une méthode de traitement par micro-ondes des dattes infestées a été mise au point au laboratoire puis au niveau pilote, grâce à un équipement expérimental d'une capacité de 50kg/heure. Un couple temps-température de traitement a été déterminé afin d'assurer la destruction des oeufs et larves sans compromettre la qualité des fruits.

## I INTRODUCTION

La majorité des fruits secs et notamment les dattes font l'objet d'infestations se traduisant par la présence d'oeufs, déposés dans le fruit par différents insectes. Les attaques peuvent avoir lieu sur l'arbre, lors de la cueillette, ou lors du stockage. La présence de ces oeufs ou larves dans les fruits provoquent d'importantes pertes post récolte et une diminution des prix de vente. La mise au point d'un système de désinsectisation, sans emploi de produits chimiques est l'objet du travail présenté.

### I.1 les dattes et l'infestation

Les différents stades de développement de la datte au cours de son cycle de maturation ont été décrits dans la littérature [1] [2]. Les sucres représentent jusqu'à 80 % de la matière sèche. Leur teneur constitue l'un des principaux critères de qualité. En particulier les proportions respectives de glucose, fructose et saccharose influent sur les qualités organoleptiques de la datte. La variété Deglet Nour, la plus prisée sur le marché contient 40 % de saccharose et autant de sucres réducteurs par rapport à la matière sèche, avec une teneur en eau d'environ 25 %.

L'invertase de la datte, dont l'activité est liée à l'avancement de la maturité des fruits a été décrite par différents auteurs [3]. Durant le stockage des fruits mûrs, la vitesse d'inversion du saccharose en glucose et fructose varie selon la température et l'humidité de l'air ambiant. L'invertase soluble et l'invertase insoluble de la datte de variété Zehdi ont un optimum d'activité à 45°C et une perte de celle-ci à 60°C [3].

La qualité de la datte, qualifiée de molle ou dure, est liée au rapport sucres totaux sur teneur en eau [2], et plus particulièrement à la teneur en saccharose qui confère au fruit une certaine rigidité.

Les insectes déprédateurs de la datte (lépidoptères appartenant à la famille des *phycitidae)*, au niveau de la palmeraie et des entrepôts ont été identifiés [4],[5],[6],[7] et leur mode d'infestation décrit .Les oeufs sont pondus sur le fruit et les larves migrent vers le noyau après éclosion

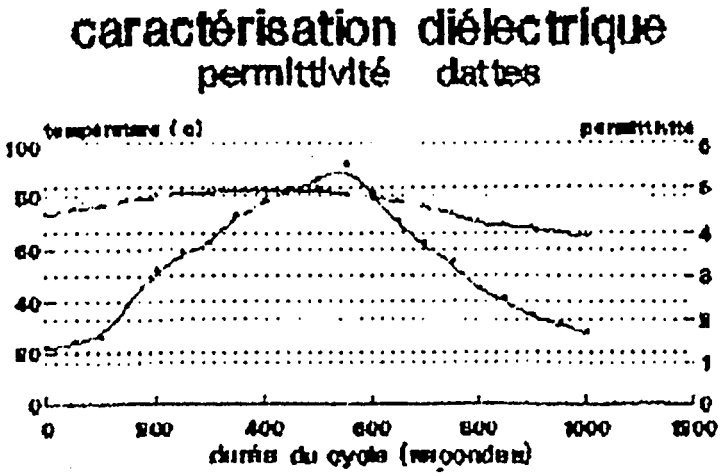
### I.2 Mise au point d'une technologie adaptée

La législation de plus en plus restrictive quant à l'emploi de produits chimiques, impose la recherche de technologies adaptées. Une technique basée sur l'emploi des micro-ondes pourrait être une solution envisageable pour les dattes.

### I.3 la technique

L'utilisation d'ondes électro-magnétiques dans l'industrie alimentaire a fait l'objet de nombreux travaux portant sur des applications telles que la décongélation, la cuisson, le séchage, la stérilisation, la désinsectisation de farines etc..[8] [9] [10] [11] [12] [13].Des traitements de dattes par micro ondes, en vue d'améliorer la conservation, avaient permis de constater une

2 Détermination de la température de destruction des oeufs et des larves contenues dans les dattes: la figure 3 présente les températures létales des larves contenues dans des dattes de deux qualités différentes (Deglet Nour et Vrac Tunisie). Le taux de survivants est nul quand le chauffage des fruits atteint une température de 53°C.
Les taux d'éclosion des oeufs, représentés sur la même figure chutent à 0 lorsque le chauffage des fruits approche une température d'environ 55°C .




3 Mesure de l'influence de la température de désinsectisation sur les teneur en sucre des dattes: les résultats des analyses de sucre réalisées sur les fruits témoins et sur les fruits traités à différentes températures sont présentés dans la figure 4. On note qu'aux températures permettant la destruction des oeufs et larves (55°C), il apparaît une baisse notable de la teneur en saccharose. Celle-ci passe de 25,8 % pour le témoin à 14 et 15 % pour les dattes "vrac Tunisie" (dattes non conditionnées).
Ces observations confirment les résultats de l'étude menée sur les invertases par [4] qui avaient mis en évidence les deux formes d'invertases (activité optimale à 45°C), la forme insoluble restant active jusqu'à 60°C (figure 5).Les résultats obtenus avec les dattes muscades (figure 6) indiquent qu'aucune influence de la température de traitement n'est décelable.Les traitements suivis par ce type de datte lors de son conditionnement et notamment les températures de séchage ont inactivé les différents enzymes.
L'utilisation de températures supérieures à 60°C apparait nécessaire pour inactiver l'invertase et pour ne pas altérer la qualité des sucres de la datte.
4 Etude de la durée de traitement:
. Les essais ont été réalisés sur le pilote semi-industriel. L'étude de l'influence de la durée de traitement a été réalisée à des températures de 60°C, 61°C, 62°C, 63°C, 64°C, 65°C, durant 2, 4, 6 et 8 minutes en vérifiant les taux d'éclosion des oeufs (plus résistants que les larves). Il a été constaté qu'au bout de 6 minutes, quelque soit la température de chauffage, le taux d'éclosion est nul. A 64°C, une durée de traitement de minimum 2 minutes est létale.
5 Influence du traitement sur la qualité:
. Les résultats présentés dans la figure 7 indiquent qu'au niveau des sucres, aucun changement n'a été noté pour des durées de traitement allant jusqu'à 8 minutes. Pour des durées d'exposition supérieures, une inversion du saccharose se produit avec les températures de traitement de 63°C, 64°C, 65°C.
. Au niveau de la couleur, l'influence d'un chauffage à 63/65°C sur la couleur des dattes a été quantifié par la mesure des variables : L (luminance), a et b (coordonnées de chromaticité). Les résultats analysés statistiquement avec le logiciel STATIFCF, correspondent à ceux obtenus avec 80 mesures.

inactivation partielle de la polyphénol oxydase et de la peroxydase [14].

## II MATERIELS ET METHODES

### II.1 echantillonage

* Les échantillons considérés sont des dattes de variété Deglet Nour soit en provenance directe de Tunisie, récoltées à l'état mûr (stade tamar), n'ayant subies aucun traitement et appelées "Vrac", soit achetées dans le commerce sous la dénomination muscades (provenance Algérie). Le poids d'échantillon est de 250 g pour les essais réalisés dans un four industriel micro-ondes en laboratoire et de 2 kg pour ceux effectués avec le matériel pilote.

* L'infestation artificielle a été réalisée avec des oeufs et des larves d'*Ephestia Kuehniella* qui présentent des points communs de résistance avec *Myeloïs Ceratoniae Zeller*

### II.2 materiel micro-ondes utilisé

Au niveau laboratoire : cavité micro-onde instrumentée de marque SFAMO/ALM 2000 (puissance 2000 Watts)

Au niveau industriel : l'appareil utilisé est un pilote semi industriel de type PULSAR RM, commercialisé par la société MES, équipé de :

- un magnétron de puissance variable 0 - 2000 Watts
- une bande transporteuse permettant le traitement de 0 à 50 kg de dattes par heure.

### II.3 Les analyses

. Les sucres: par HPLC

. L'analyse de la couleur: La quantification de la couleur des dattes est réalisée par la déterminationes caractéristiques colorimétriques L, a, b.

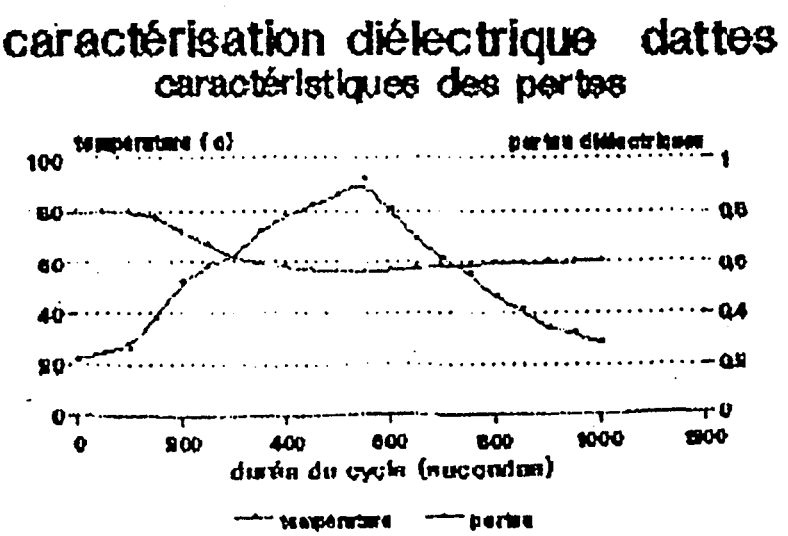
### II.4 methodologie employée

Les essais d'abord réalisés dans l'enceinte instrumentée sont ensuite vérifiés sur le pilote semi-industriel qui permet le traitement en continu grâce à un tapis transporteur, dont la vitesse de défoulement a été préalablement étalonnée.

## III.RESULTATS ET DISCUSSIONS

1 La mesure des caractéristiques diélectriques de permittivité ($') et de pertes ($") ont été réalisée sur 400 mg de produit, pour une plage de température s'étendant de la température ambiante à 90°C [15]. La constante diélectrique ($') varie de 4,4 à 3,9 (figure 1) lorsque sur un cycle de 1000 secondes, la température des dattes est portée progressivement à 90°C et ramenée à température ambiante. Cette diminution est représentative de la perte en eau, et est confirmée par le passage de 0,84 à 0,6 ( figure 2) de la constante des pertes ($'').

L'évolution respective de ces deux courbes, en fonction de la température, montre que le phénomène de relaxation du produit reste dominant et que la structure de la datte est sauvegardée. Compte tenu de l'ensemble de ces paramètres, il peut être admis que les dattes absorbent et réagissent bien aux micro-ondes.



Pour les trois variables, les valeurs des indices de symétrie et d'aplatissement indiquent qu'il y a une répartition nette et homogène des différentes mesures effectuées. Il n'y a pas de différence significative entre les dattes traitées et les non traitées.

## CONCLUSION

Les résultats qualitatifs obtenus au niveau des sucres et de la couleur des dattes couplés à l'effet destructif des oeufs et larves des dattes par un traitement micro-onde permet de souligner qu'un traitement des dattes infestées (par des oeufs ou des larves de Myéloïs Ceratoniae Zeller), durant 2 minutes et avec une température de 64 °c, garantit la qualité et est efficace quant à une désinsectisation.Les essais au niveau pilote industriel ont permis de désinsectiser 50 kg de dattes/heure avec une puissance micro-ondes de 2 kW.

## REFERENCES


[1] DOWSON V.H.W et ATTEN, 1963. Récolte et conditionnement des dattes. FAO Rome.

[2] MUNIER P., 1973. Le palmier dattier. Maisonneuve et Larose. 221 p.

[3] MAROUF A.B and ZEKI L., 1982. Invertase from date fruits. J. Agric. Food Chem., 30, p. 990-993.

[4] VILARDEBO A., 1973. Déprédateurs de la production après la récolte. In : Le palmier-dattier, Maisonneuve et Larose.

[5] DAUMAL J. et al, 1973. Acclimatation sur la côte méditerranéenne française de Phanerotama flavitestacea fisher parasite d'Ectomyelois ceratoniae Zell.

[6] BRUN J., 1984. Development of campagn against date galle.

[7] EL SAYED S.A. et BAESHIN N.A., 1982. Feasibility of desinfestation of date fruits produced in Saudi Arabia by gamma irradiation. In : the first symposium on the date palm in Saudi Arabia. March 23-25.

[8] NELSON S., 1966. Electromagnetic and sonic energy for insect control. Trans. Am. Soc. Agric. Eng., 9 p., 398-405.

[9] THOUREL B., 1979. Désinsectisation des denrées alimentaires. Compte rendu des travaux. Document n° 1/1091/4-MO.

[10] FLEURAT-LESSARD F., 1979. Désinsectisation préventive des produits agro-alimentaires par les ondes de haute fréquence (27 MHz). Réunion du club "rayonnements" de l'EDF.

[11] FLEURAT-LESSARD F., 1988. Les micro-ondes et les ondes de haute fréquence pour la désinsectisation préventive ou la stabilisation sanitaire des produits agro-alimentaires à base de céréales. INRA. Bordeaux. 8 p.

[12] SHIFMANN R.F., 1992. Microwave processing in the US food industry.Food Technology, december. p 50-56.

[13] MEISEL N. ; 1984. Les micro-ondes dans les industries alimentaires.bilan1974/1984.IAA, vol. 101, 4, p.259-264.

[14] MUTLAK H.H., MANN J. 1984. Darkening of dates : control by microwave heating. Date Palm J. 3 (1) : 303-316

[15] DELMOTTE M.,JULLIEN H.,OLLIVON M.,1991. Variations of the dielectric properties of epoxy resins during microwave curing. Eur.Polym.J. Vol.27,No 4/5,pp 371-376.

# *ANNEXE 2*

## *Brevet*

# FICHE RECAPITULATIVE CONCERNANT LE BREVET DELIVRE DONT LE TITRE OFFICIEL EST JOINT

| | |
|---|---|
| PAYS : | TUNISIE |
| TITRE : | "Procédé et dispositif de désinsectisation de fruits" |
| N° de Brevet : | N° 16 847 |
| TITULAIRE : | CIRAD - CENTRE DE COOPERATION INTERNATIONALE EN RECHERCHE AGRONOMIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT (FLHOR) |
| INVENTEUR(S) : | REYNES Max |
| Date de dépôt & N° de la demande déposée : | 8 Juin 1994 - N° SN 94.062 |
| Priorité revendiquée: | 11 Juin 1993 (Demande FR 93/07337) |
| Date de DELIVRANCE : | 29 Juin 1995 |
| Date d'EXPIRATION : | 8 Juin 2014 |
| Date de la prochaine Annuité : | 8 Juin 1996 |
| Conditions éventuelles particulières : | Obligation d'exploiter dans les 3 ans du dépôt.<br>L'importation ne doit pas être supérieure à l'exploitation dans le pays.<br>La non exploitation peut être sanctionnée par la déchéance du brevet. |

# BREVET D'INVENTION

Titre : Procédé et dispositif de désinsectisation de fruits.

Déposant : CIRAD - Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique Pour le Développement (Etablissement Public) (FLHOR)

Inventeur : REYNES Max Georges Christian

# Procédé et dispositif de désinsectisation de fruits.

## DESCRIPTION

La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif de désinsectisation de fruits.

Le secteur technique de l'invention est la réalisation d'équipements pour la mise en oeuvre de procédé permettant la destruction des insectes nuisibles.

Une des applications principales de l'invention est le traitement des fruits secs ou séchés tel qu'en particulier des dattes, qui sont largement infectés par un papillon du genre par exemple "Ectomyeloïs ceratoniae Zeller" ou "Myelois decolor" de la famille Pyralidae ou autres espèces, dont les oeufs et les larves se localisent respectivement sur et dans la datte et provoquent des dégâts importants pouvant rendre impropres à la consommation des productions entières.

C'est au niveau de la palmeraie et au cours du stockage que se produisent les dégâts dus aux insectes, bien que ce soit dans la nature qu'a lieu la contamination : en effet, c'est pendant le séchage du fruit entre la récolte et l'entrée en magasin, soit une quinzaine de jours, que les papillons viennent pondre leurs oeufs, les chenilles poursuivent ensuite le développement dans le fruit pendant le stockage, au cours duquel plusieurs générations peuvent se succéder.

Le présent descriptif et les exemples ci-après portent sur la contamination et la désinsectisation des dattes, qui est l'application principale de l'invention, mais celle-ci concerne aussi en fait tous les fruits secs ou séchés, à savoir les fruits naturellement dépourvus de pulpe, ou ceux desséchés pour être consommés en l'état, comme les raisins secs, les figues sèches, les abricots secs, les dattes, soit tous ceux dont la composition contient entre 10 à 35% d'eau, et plus particulièrement également ceux comprenant un fort pourcentage de sucre, soit au moins 40% de leur poids frais total, et même plutôt de l'ordre de 60 à 70% de ce poids en matière fraîche totale, incluant des sucres non réducteurs tel que le saccharose et réducteurs tel que le glucose et le fructose.

On retient dans la présente demande essentiellement l'exemple de la datte du fait de son importance économique et nutritionnelle dans

de nombreux pays, surtout dans ceux en voie de développement, et pour lesquels la sauvegarde de la production de ce fait est un facteur essentiel et nécessaire à leurs capacités propres d'autonomie à la fois alimentaire pour leur population et financière pour l'exportation; la datte est classée par exemple au troisième rang des exportations tunisiennes.

En effet, on compte à ce jour plus d'un milliard de palmiers dattiers dans le monde produisant 2 millions de tonnes de fruits avec comme première zone de production, les pays méditerranéens : la datte est un fruit comestible à pulpe riche en sucre et très nutritif; c'est une baie contenant une seule graine appelée noyau de forme plus ou moins oblongue ou ellipsoïde. De couleur verte à l'état juvénile, elle devient jaune plus ou moins claire, jaune ombrée translucide, brune plus ou moins prononcé ou bien rouge ou noire à maturité. Ces couleurs sont fonction des espèces et sont assez caractéristiques pour que le consommateur soit sensible à leur aspect, dont une altération quelconque le détournera.

Or cette production, en évolution chaque année, est réduite par la perte évaluée à au moins 9% des dattes destinées à l'exportation dues aux insectes tels qu'indiqués ci-dessus, et même après traitement actuel, souvent du reste non contrôlé. On estime encore à 20 à 30% la quantité de dattes infestées en provenance du Maghreb et mises sur le marché quand même.

A cause de cette infestation, les industriels importateurs et exportateurs de dattes, soucieux de vendre des produits propres ont mis en place de méthodes de désinsectisation pour combattre ce fléau qui se présente comme un danger à l'essor de l'industrie : les industriels ont pensé à désinsectiser les dattes soit aux champs, soit à l'entrepôt, car il convient de détruire les oeufs dès que possible, bien sûr au mieux avant leur éclosion.

Les méthodes utilisées sont ainsi soit physiques, chimiques ou biologiques, mais c'est toutefois la méthode chimique la plus utilisée par les planteurs et les conditionneurs à ce jour.

Les méthodes dites physiques ou biologiques sont basées sur le principe qu'à une certaine température, les larves et les insectes mourraient : ainsi des méthodes simples ont été développées depuis plus de trente ans, tels que l'immersion des fruits dans de l'eau

bouillante, mais ce procédé ne saurait convenir aux entreprises de conditionnement qui ont à traiter de grandes quantités de fruits; d'autre part il a été utilisé, l'exposition à l'air à haute et basse températures, car en effet la température basse peut détruire également les insectes, mais la mise en oeuvre du matériel nécessaire pour traiter rapidement un grand volume de fruits est coûteuse et exige beaucoup de place.

De plus, le contrôle de la température à coeur des fruits est difficile à obtenir, or l'on sait qu'une température dépassant une certaine valeur pour des fruits chargés de sucre, risque de provoquer l'inversion de ces sucres, et donc de détruire le goût et la qualité des fruits : ceci étant le cas pour une datte, les méthodes et procédés physiques ont été toujours écartés pour son traitement, l'homme du métier étant même détourné de leur utilisation pour cette raison et pour les risques de changement de couleur de ce fruit.

Une méthode chimique a donc été développée depuis quelques dizaines d'années, et est très utilisée à ce jour : il s'agit de la fumigation par le bromure de méthyle, qui peut être mis en oeuvre même directement dans les palmeraies avant les récoltes; cette méthode s'est avérée très efficace, car le bromure de méthyle détruit les insectes à n'importe quel stade. Cependant, ce produit est très toxique pour l'homme, car malgré le ressuyage après fumigation, il reste des résidus du produit dans le fruit, entraînant une réglementation d'utilisation par tous les pays producteurs et consommateurs; ainsi de plus en plus ce produit est interdit dans certains pays tels qu'en particulier aux Etats Unis, ou d'autres méthodes par pulvérisation nécessitant des moyens industriels dans les champs directement ont été développés mais ne sont pas transposables dans les pays méditerranéens en particulier qui ne sont pas outillés. Aussi, le bromure de méthyle est encore toléré à défaut de solutions dans la Communauté Européenne en particulier, pour pouvoir importer des dattes en provenance de ces pays, mais l'interdiction y sera bientôt effective également.

Aussi, afin de pouvoir assurer une désinsectisation avec des méthodes qui soient adaptées à des pays producteurs n'ayant pas des moyens industriels trop importants pour traiter les fruits concernés et d'autre part, satisfaire la consommation en n'infectant pas les

fruits par des produits chimiques nocifs, différentes autres méthodes ont été recherchées depuis quelques années, pour permettre une désinsectisation propre sans porter atteinte à la qualité des fruits.

Nous passerons rapidement sur les possibilités de désinsectisation biologique, qui consistent à lutter contre l'infestation des insectes par des ennemis naturels, mais qui est une méthode, bien qu'effectivement non polluante et moins onéreuse, très aléatoire, et ne peut donc pas être satisfaisante pour obtenir un produit consommable sur la totalité de la production, et cela d'autant plus qu'à l'origine les oeufs ne se voient pas dans les fruits : les insectes ne peuvent apparaître que quand ils sont sur la table du consommateur.

Le problème posé est donc de pouvoir désinsectiser des fruits d'une manière à près de 100% efficace, si ce n'est 100% de mortalité des larves, oeufs ou insectes pouvant avoir infecté les fruits sur l'arbre ou après la récolte, tout en gardant d'une part la qualité gustative de ceux-ci, et cela d'autant plus qu'ils contiennent du sucre, et d'autre part leur couleur pour rassurer le consommateur, et cela sans produits chimiques pouvant être nocifs pour l'homme, et avec des moyens permettant une cadence de traitement rapide, à des coûts raisonnables ne nécessitant pas de moyens industriels trop encombrants, et pouvant être mise en oeuvre dans tous pays.

De plus, il faut signaler le problème de l'existence d'enzymes qui peuvent changer la consistance des sucres, s'ils sont actifs : il faut donc les rendre également inactifs, de façon à ne pas risquer un changement de la consistance de ces sucres.

Une solution au problème posé est un procédé de désinsectisation de fruits dans lequel :

- on soumet lesdits fruits à un champ de micro-ondes de puissance telle que la température desdits fruits soit comprise entre 52°C et 70°C;

- on maintient lesdits fruits à cette température dans ledit champ de micro-ondes pendant une durée de 1 à 3 minutes.

Dans un mode préférentiel de réalisation, on détermine le chauffage du champ de micro-ondes et la durée de maintien desdits fruits dans ce champ, de telle façon que la température desdits fruits soit comprise entre 60 et 65°C, et cela d'autant plus que lesdits

fruits contiennent au moins 40% de leur poids en sucre, et même, entre 60 et 70%.

Pour atteindre l'objectif ci-dessus, et de préférence :

- on dispose lesdits fruits sur un dispositif plan de transport continu, suivant une répartition la plus uniforme et d'une seule épaisseur de fruits;

- on couvre une partie de la surface plane dudit dispositif de transport par une enceinte, dans laquelle est diffusé ledit champ de micro-ondes;

- on règle la vitesse dudit dispositif et la puissance dudit champ de micro-ondes pour que lesdits fruits restent recouverts par ladite enceinte et soient chauffés alors pendant la durée voulue à une température comprise dans les limites fixées.

L'application principale de l'invention telle qu'indiquée en introduction est le traitement de fruits secs ou séchés, qui peuvent être considérés comme tous ceux contenant entre 10 et 35% d'eau de leur poids total, et plus particulièrement parmi ceux-ci ceux qui contiennent 40% au moins de leur poids en sucre et même 60 à 70% tels que les dattes.

Le résultat est de nouveaux procédés et dispositifs de désinsectisation des fruits, essentiellement donc de fruits secs ou séchés, tels que les dattes, qui répondent au problème posé et aux objectifs cités ci-dessus; en particulier, grâce au choix des ondes électromagnétiques que sont les micro-ondes, des fourchettes de température, et de la durée d'exposition, on obtient effectivement une conservation du goût, de la couleur, et une efficacité de 100% de mortalité des oeufs, des larves et des insectes pouvant infecter les fruits.

En effet, des recherches et des essais ont confirmé qu'en-dessous de la température de 52°C, les insectes ne sont pas totalement détruits, et qu'entre 52° et 60°C, même si les insectes sont quasiment tous détruits, les enzymes ne sont pas stabilisés et peuvent donc changer la consistance des sucres, tel qu'indiqué ci-dessus; de plus, au-dessus d'une température de 65° à 70°C, les fruits peuvent changer de couleur, car des réactions chimiques au niveau des constituants de la datte (sucres, protéines...) et au niveau de la peau des fruits se traduisent par un brunissement du fruit.

Au delà de ces problèmes de températures, la durée d'exposition joue un rôle important qui se cumule à celui du choix de ces fourchettes de température, pour obtenir l'effet désiré, et si on s'écarte des durées retenues dans l'invention, l'efficacité est réduite et les risques de complication tels qu'indiqués ci-dessus, peuvent se produire.

Parmi toutes les ondes électromagnétiques, qui englobent aussi l'ultraviolet, l'infrarouge etc..., et qui sont du reste utilisées dans d'autres applications aux produits agro-alimentaires, mais n'ayant pas toutes la même capacité de pénétration dans les produits, les micro-ondes et les hautes fréquences, compte tenu de leur longueur d'ondes, peuvent pénétrer jusqu'à 30 cm dans le produit; cependant seules les micro-ondes proprement dites conviennent pour des produits de faible épaisseur, comme les fruits secs ou séchés, en particulier la datte.

Les micro-ondes ou hyper fréquences appartiennent en effet à la famille des ondes électromagnétiques, dont elles occupent une bande de fréquence entre 300 Mégahertz et 30 Gigahertz, comprises entre les fréquences radio VHF et l'infrarouge : elles sont actuellement utilisées pour obtenir l'élévation la plus rapide de la température à coeur des produits, et elles sont déjà appliquées dans l'industrie en général, et dans diverses applications telles que la décongélation, la cuisson, le séchage et la stérilisation, la pasteurisation etc...., dont certains ont fait l'objet de dépôt de demandes de brevets : on peut citer par exemple la demande de brevet FR. 2.671.266 publiée le 10 Juillet 1992 et déposée par la Société AGRO INVESTISSEMENT DEVELOPPEMENT sur un "procédé de stérilisation de farine de céréale par traitement thermique", ou la demande EP 14.121 publiée le 06 Août 1980 de la société PREMOFRANCE sur un "appareil de chauffage micro-ondes" appliqué à une enceinte sous vide, ou encore la demande EP 155.760 publiée le 25 Septembre 1985 des Laboratoires "THE GRIFFITH LABORATORIES LIMITED" au CANADA et intitulée "composition de couches superficielles pour des aliments", dont la constitution est obtenue par l'application de l'énergie micro-ondes.

Dans l'industrie française, seule la fréquence de 2.450 Mégahertz est employée, mais d'autres fréquences pourraient être utilisées dans la présente invention.

Il est connu en effet que l'utilisation des micro-ondes pour le chauffage de matériaux concerne particulièrement ceux diélectriques, car alors l'échauffement de ce produit est provoqué par la transformation en chaleur d'une partie de l'énergie contenue dans l'onde électromagnétique : les produits diélectriques contiennent des dipôles électriques qui s'orientent dans le sens du champ électrique appliqué, créé par un courant alternatif : si le changement de polarité du champ électrique est rapide, tel que pour la fréquence ci-dessus plus de 2 milliards de fois par seconde, il se crée au sein même de la matière des mouvements, des vibrations et des frottement des dipôles, qui provoquent la friction des molécules sur une profondeur de 5 à 30 cm, et causent un échauffement interne qui peut être très intense sous l'effet d'une onde de forte puissance : les variations de température peuvent atteindre 10°C par seconde.

Ainsi d'autres applications de micro-ondes à la désinsectisation ont déjà été réalisées, mais dans des grands silos de stockage avec des équipements spécifiques complexes et uniquement sur des céréales tel que le blé, le pois, les lentilles, les farines etc.... On a remarqué comme indiqué précédemment, que les insectes nuisibles comme tout organe vivant, sont fortement hydratés, et leur facteur de perte diélectrique est supérieur à celui du milieu environnant : compte tenu de l'action des micro-ondes indiqués ci-dessus, ces organismes vont donc s'élever en température beaucoup plus forte que le produit dans lequel ils sont situés, et leur destruction due à cette élévation de température sera inéluctable, et cela dans le cas de céréales bien avant que leurs qualités organoleptiques et technologiques du produit soient atteintes par le choc thermique.

En effet, pour les céréales en dehors d'une température minimum pour permettre la destruction des insectes, aucune autre contrainte, du fait de la certaine stabilité de ces denrées n'était critique : les micro-ondes peuvent donc être utilisées sans préjugés ni contraintes de procédés et de méthodologie particulière, car sans effet secondaire.

On peut citer à ce sujet l'ouvrage entre autre de Monsieur THUERY J. de 1989 aux Editions TECHNIQUE ET DOCUMENTATION de LAVOISIER, et intitulé "les micro-ondes et leur effet sur la matière; l'application industrielle agro-alimentaire et médicale" pages 313 et

suivantes, essentiellement.

Dans l'application aux fruits tel qu'en particulier les fruits secs ayant des teneurs en sucre élevés et surtout ceux comprenant des enzymes qui peuvent changer la consistance de ces sucres, l'application des micro-ondes posait certains problèmes et n'étaient pas envisagés jusqu'à présent, et comme indiqué précédemment, étaient même contre-indiqués, incitant les professionnels à s'en détourner, car on obtenait des changements de couleurs et des changements de goût qui rendaient les produits impropres à la consommation.

Ainsi le procédé et le dispositif de l'invention tels que décrits ci-après et indiqués précédemment, ont permis après de nombreuses recherches de choisir des gammes de températures, des durées d'expositions et des phases de procédés particulières pour obtenir l'ensemble des conditions indiquées dans les objectifs et le problème posés précédemment : il est donc permis à présent d'envisager l'application de la présente invention sur un plan industriel, en choisissant la puissance voulue en fonction des cadences souhaitées de quantités de fruits à traiter, tel qu'un homme du métier connaissant les contraintes thermiques de vitesses et d'exposition indiquées dans la présente invention peut déterminer en faisant appel à ses seules connaissances générales, et après quelques réglages; pour cela, on peut utiliser des équipements connus à ce jour, mais adaptés à la désinsectisation en particulier, et cela sur les lieux propres de la production. Ainsi des pays, même en développement peuvent en effet disposer de tels équipements qui n'utilisent pas de grandes surfaces et de grands volumes, ni de technicité particulière, et cela à un coût raisonnable; la consommation d'énergie nécessaire est très faible et l'utilisation en est non polluante, à la fois pour les consommateurs et pour le personnel mettant en oeuvre les dispositifs ou procédés.

On pourrait citer d'autres avantages de la présente invention, mais ceux cités ci-dessus en montrent déjà suffisamment pour en démontrer la nouveauté et l'intérêt.

La description et la figure ci-après représentent un exemple de réalisation de l'invention, mais n'ont aucun caractère limitatif : d'autres réalisations sont possibles dans le cadre de la portée et de l'étendue de cette invention, en particulier en changeant la disposition du champ de micro-ondes et le dispositif d'entraînement

des fruits dans l'enceinte contenant ce champ.

La figure unique ci-jointe, est une vue simplifiée de profil en coupe d'un dispositif suivant l'invention, et permettant d'illustrer et d'appliquer le procédé suivant cette invention.

Le dispositif de désinsectisation de fruits 1 comprend une enceinte 8, dans laquelle une source à micro-ondes 1 émet un champ à micro-ondes 2 vers une surface 9 recevant lesdits fruits 1 et pouvant maintenir ceux-ci à une température au moins de 50° et au plus de 70°C.

De préférence, la température retenue et choisie sera comprise entre 60 et 65°C, afin de permettre une application particulière pour les fruits secs ou séchés, pouvant contenir entre 10 et 35% d'eau de leur produit total, et contenant au moins 40% de leur poids frais total en sucre, si ce n'est même de 60 à 70% de leur matière fraîche totale en sucre telles que les dattes.

Suivant la figure, ladite surface 9 est celle d'un tapis 5 de transport continu desdits fruits 1, dont la vitesse est telle qu'en fonction de la longueur de ladite enceinte 8, le temps de passage desdits fruits et à la température voulue dans celle-ci, peut être établie d'une façon certaine, soit suivant la présente invention de 1 à 3 mn. Cette vitesse peut être réglée d'une manière connue par le contrôle du moyen d'entraînement 10 dudit tapis 5.

Les fruits tels que les fruits secs 1 sont amenés par tout moyen de chargement 4 sur ladite surface 9 du tapis 5 entraîné en continu et à vitesse constante, pour passer dans ladite enceinte 8 : celle-ci est reliée d'un côté à une source telle qu'un guide d'ondes 1 assurant le lien entre l'applicateur et le générateur, tel qu'un magnétron pouvant être disposé par ailleurs; la trajectoire et le sens des ondes est ensuite dirigé dans l'enceinte 8 pour créer un champ 2 qui est alors dans cet exemple parallèle à la surface 9 du tapis 5 et à l'autre extrémité de l'enceinte 8, une charge à eau 7 peut être disposée pour récupérer l'énergie non absorbée par les fruits 1.

Après passage dans l'enceinte, les fruits sont alors évacués vers tout dispositif 6 de stockage et de remplissage pour être conditionnés ou envoyés aux distributeurs ou consommateurs.

Il pourrait être également adapté dans l'enceinte 8 un système de répartition des ondes électromagnétiques micro-ondes en douche,

dans lequel les ondes seraient perpendiculaires au déplacement des fruits, afin de permettre d'accroître l'efficacité du traitement et de diminuer une certaine hétérogénéité de celui-ci : il a été en effet constaté en cours d'essais qu'avec un système tel que celui sur la figure 1 avec des ondes parallèles à la surface de traitement, des températures plus hautes sur les bords, créant une certaine hétérogénéité de traitement des fruits.

Différents essais et tests ont permis de vérifier le procédé et le dispositif suivant l'invention, avec en particulier à titre d'exemple de validation de ceux-ci une puissance émise de 2 KW de source de micro-ondes dans une enceinte, couplée à une vitesse de tapis permettant la désinsectisation de 60 KG par heure de dattes infectées, positionnées en vrac mais en monocouche, et d'une manière la plus uniforme en densité de surface sur ce tapis, et portées alors grâce à la puissance émise de la source de micro-ondes, à une température de 60° à 65°C, avec une durée de traitement de 2 mn et avec une température finale moyenne minimum de 60° : ni la couleur ni les sucres ne changent après ce traitement, et les insectes, ou oeufs, ou larves qui étaient présents et vivants en début de traitement, sont détruits à 100%.

La présente invention peut être également considérée comme celle de l'application de champs de micro-ondes, connus par ailleurs pour le chauffage de diverses denrées alimentaires, mais utilisés ainsi à la désinsectisation de fruits, en particulier de fruits secs ou séchés, en assurant le chauffage de ceux-ci dans une fourchette de température entre 52° et 70°C pendant une durée comprise entre 1 et 3 mn; en particulier, ladite application est utilisée pour la désinsectisation de fruits contenant de 60 à 70%de la matière totale en sucre, et entre 10 et 35% d'eau de leur poids total, tels que les dattes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de désinsectisation de fruits (1), au moyen de rayons (2) électromagnétiques à haute fréquence, caractérisé en ce que :

- on traite les fruits (1) contenant entre 10 et 35% d'eau de leur poids total;

- on soumet lesdits fruits (1) à un champ de micro-ondes (2) de puissance telle que la température desdites fruits soit comprise entre 52°C et 70°C;

- on maintient lesdits fruits (1) à cette température dans ledit champ (2) de micro-ondes pendant une durée de 1 à 3 minutes.

2. Procédé de désinsectisation suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on détermine le chauffage du champ de micro-ondes (2) et la durée de maintien desdits fruits (1) dans ce champ, de telle façon que la température desdits fruits soit comprise entre 60 et 65°C.

3. Procédé de désinsectisation suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que :

- on dispose lesdits fruits (1) sur un dispositif plan (5) de transport continu, suivant une répartition la plus uniforme et d'une seule épaisseur de fruits;

- on couvre une partie (9) de la surface plane dudit dispositif de transport (5) par une enceinte (8), dans laquelle est diffusé ledit champ de micro-ondes (2);

- on règle la vitesse dudit dispositif (5) et la puissance dudit champ de micro-ondes (2) pour que lesdits fruits (1) restent recouverts par ladite enceinte (8) et soient chauffés alors pendant la durée voulue à une température comprise dans les limites fixées.

4. Procédé de désinsectisation suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que lesdits fruits (1) contiennent au moins 40% de leur poids en sucre.

5. Dispositif de désinsectisation de fruits (1), caractérisé en ce qu'il comprend une enceinte (8) dans laquelle une source à micro-ondes (1) émet un champ à micro-ondes (8) vers une surface (9) recevant lesdits fruits (1) et pouvant maintenir ceux-ci à une température au moins de 52°C et au plus de 70°C.

6. Dispositif de désinsectisation suivant la revendication 5,

caractérisé en ce que ladite surface (9) est celle d'un tapis (5) de transport continu desdits fruits (1), dont la vitesse est telle que, en fonction de la longueur de ladite enceinte (8), le temps de passage desdits fruits dans celle-ci soit de 1 à 3 minutes.

7. Application des champs de micro-ondes permettant le chauffage des denrées alimentaires, et utilisés pour la désinsectisation de fruits, caractérisée en ce que lesdits champs de micro-ondes désinsectisent des fruits contenant entre 10 et 35% d'eau de leur poids total, en assurant le chauffage de ceux-ci dans une fourchette de température entre 52°C et 70°C pendant une durée comprise entre 1 à 3 minutes.

8. Application des champs de micro-ondes suivant la revendication 7, caractérisée en ce qu'ils sont utilisés pour la désinsectisation de fruits contenant entre 60 à 70% de leur matière fraîche totale en sucre.

# BREVET D'INVENTION

Titre : Procédé et dispositif de désinsectisation de fruits.

Déposant : CIRAD - Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique Pour le Développement (Etablissement Public) (FLHOR)

Inventeur : REYNES Max Georges Christian

## ABREGE DESCRIPTIF

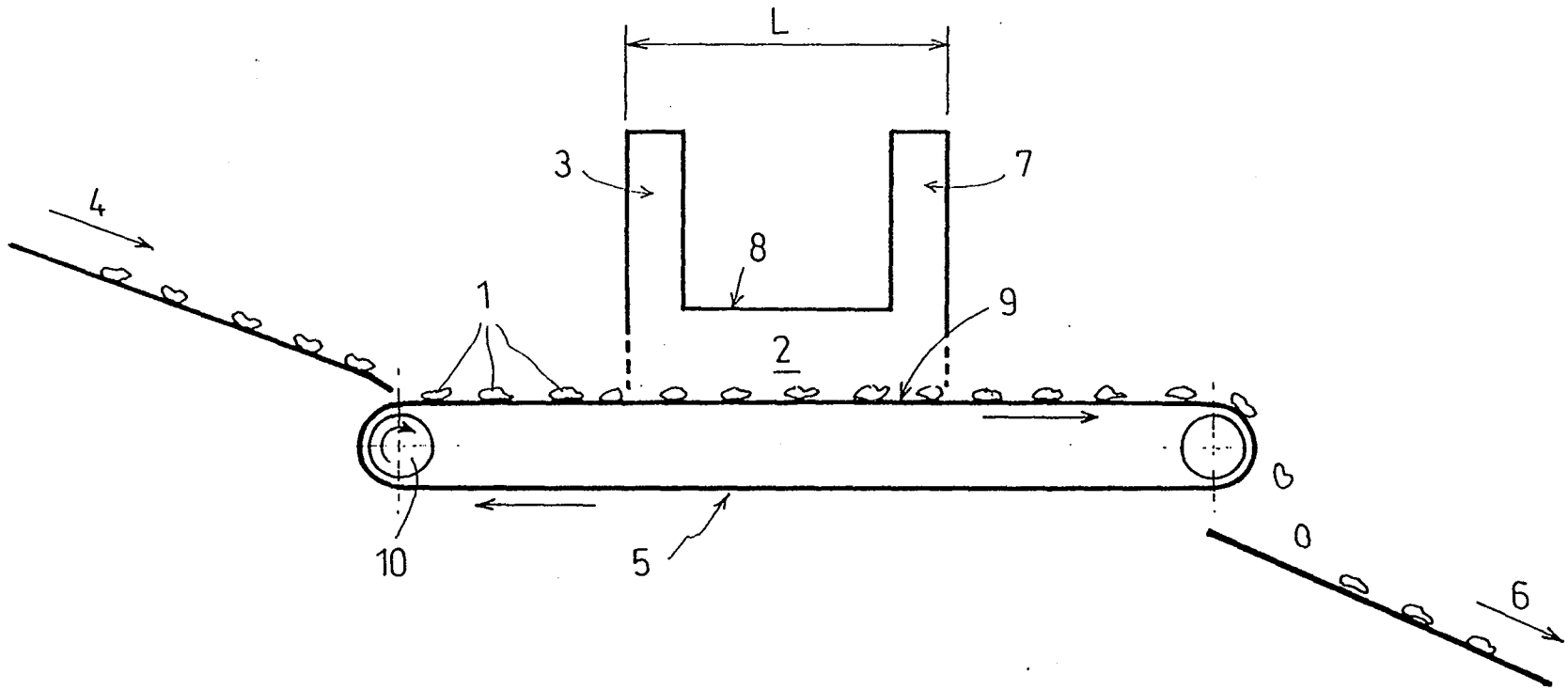
La présente invention a pour objet un procédé et dispositif de désinsectisation de fruits.

Le secteur technique de l'invention est la réalisation d'équipements pour la mise en oeuvre de procédé permettant la destruction des insectes nuisibles, dont l'application principale est le traitement des fruits secs ou séchés tels que les dattes.

Un procédé de désinsectisation de fruits (1) suivant l'invention est tel que :

- on soumet lesdits fruits (1) à un champ de micro-ondes de puissance telle que la température desdites fruits soit comprise entre 52°C et 70°C;
- on maintient lesdits fruits (1) à cette température dans ledit champ (2) de micro-ondes pendant une durée de 1 à 3 minutes.

Figure unique.


L
3
7
4
8
1
9
2
10
5
6

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE**
**DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE**
**DE LORRAINE**

**o0o**

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
**Monsieur BAILLY Jean-René, Professeur, Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie Toulouse,**
**Monsieur STUARGA Didier, Professeur, Université de Dijon.**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur REYNES Max**

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :
**"Influence sur les critéres de qualité physicochimiques et biochimiques de la datte d'une technique de désinfestation par micro-ondes".**

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

Spécialité : **"BIOTECHNOLOGIES & INDUSTRIES ALIMENTAIRES"**

Fait à Vandoeuvre le, **12 Novembre 1997**
Le Président de l'I.N.P.L.,

J. HARDY

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE NANCY

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDŒUVRE CEDEX

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

TEL. 33/83.59.59.59
FAX. 33/83.59.59.55

Vu et Permis d'imprimer
*Le Président*

**Résumé**

Toutes les dattes en provenance des zones de production casiennes du Maghreb sont infestées par *Myélois Ceratoniae Zellers* (pyrale de la datte) - ce qui oblige les conditionneurs de dattes à désinsectiser, le plus souvent par fumigation au bromure de méthyle ou dans certains cas par utilisation de phosphure d'hydrogène. Nous avons montré que le traitement au bromure de méthyle entraîne une modification de la teneur en azote total (perte d'environ 25 %) et en acides aminés libres (perte d'environ 50 %), une modification de l'acidité (qui passe de 4,1 à 2,3 mEq / 100 g MS) et une altération de la composition aromatique - notamment au niveau des aldéhydes et alcools, avec apparition de dérivés méthylés.

La solution proposée est de substituier le bromure de méthyle par une **solution thermique , basée sur l'utilisation des micro-ondes et fondée sur les propriétés diélectriques des dattes.** L'application d'un traitement par micro-ondes permettant d'obtenir la température de 65 °C durant 2 minutes a permis de détruire les oeufs et les larves de *Myélois Ceratoniae Zeller*, principal agent infestant des dattes . L'influence du traitement préconisé sur les critères de qualité et sur leur évolution durant la phase de séchage, principale étape de stabilisation , a été étudié. Le brunissement non enzymatique a été pris en considération : l' Energie d'activation mesurée pour des Aw (de 0,35 à 0,75) est de 6,6 à 8,6kcal/mole pour les dattes non traitées et de 7,3 à 7,7 kcal/mole, pour les dattes ayant subies un traitement par microondes, ce qui nous autorise à penser qu'il n'y pas d'effet déterminant du traitement , dans les conditions indiquées.

Les teneurs en polyphénols dont la caractérisation a été avancée, et les composés aromatiques ne voient pas leurs teneurs modifiées par le traitement physique appliqué, conclusion tirée par une Analyse en Composantes Principales dans les deux cas.

L'énergie d'activation de la dénaturation de la polyphénoloxydase est de 9 kcal/mole pour les dattes non traitées et de 15 kcal/mole, avec une baisse de 90% de l'activité, pour les dattes traitées par micro-ondes. Les micro-ondes permettraient donc d'inactiver partiellement la polyphénoloxydase alors que pour l'énergie d'activation de la dénaturation des peroxydases ( de 10 kcal/mole pour les dattes non traitées et de 12 kcal/mole pour les dattes traitées ), l'effet de dénaturation imputable aux micro-ondes n'est pas déterminant comparativement aux effets de séchage.

La portée pratique de ces résultats est que nous pouvons désormais proposer aux industriels de la profession , un nouveau mode de désinfestation , capable de détruire les oeufs et les larves des pyrales de la datte, préservant les principaux critères de qualité. Au contraire , les inactivations partielles de la principale enzyme impliquée dans les brunissement , ainsi que l'absence d'influence du traitement proposé sur le brunissement non enzymatique et sur l'activité peroxydasique représentent des atouts avec des répercussions économiques : amélioration de la couleur des dattes, qui va de pair avec le prix de vente des fruits corrélée avec une technique de désinfestation respectueuse de l'environnement.

**Mots clés** : dattes, micro-ondes, qualité, arômes, brunissement , biochimie