



**HAL**  
open science

# Variation de la qualité des dattes en fonction des conditions de conservation et des traitements post-récolte

Sarra Cherif

► **To cite this version:**

Sarra Cherif. Variation de la qualité des dattes en fonction des conditions de conservation et des traitements post-récolte. Sciences agricoles. Université d'Avignon; Université du Centre (Sousse, Tunisie). Institut supérieur agronomique de Chott-Mariem, 2021. Français. NNT : 2021AVIG0726 . tel-03630070

**HAL Id: tel-03630070**

**<https://hal.inrae.fr/tel-03630070v1>**

Submitted on 28 Sep 2022

**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.

République Tunisienne

République Française

Ministère de l'Enseignement Supérieur et  
de la Recherche Scientifique

Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la  
Recherche et de l'Innovation

Université de Sousse

Avignon Université



Institut Supérieur Agronomique de Chott  
Meriem

l'Institut National de Recherche pour l'Agriculture,  
l'Alimentation et l'Environnement

UR « Agrobiodiversité » (UR13AGR05) -  
Laboratoire Post-récolte

UMR 408 Sécurité et Qualité des Produits d'Origine  
Végétale

## THESE DE DOCTORAT EN COTUTELLE INTERNATIONALE

Ecole doctorale « Agronomie & Environnement »

Ecole doctorale « Agrosiences & Sciences »

Discipline : Productions & Biotechnologies Végétales

Discipline : Sciences Agronomiques

**Titre de la thèse**

**VARIATION DE LA QUALITE DES DATTES EN FONCTION DES CONDITIONS DE  
CONSERVATION ET DES TRAITEMENTS POST-RECOLTE**

**DOCTORANTE : SARRA CHERIF**

**Composition du Jury :**

- Président :** M. Mohamed BANNI, Professeur, Institut Supérieur de Biotechnologie de Monastir
- Directeur de thèse :** M. Jameleddine BENABDA, Maître de Conférences, ISA-CM, Université de Sousse
- Directrice de thèse :** Mme Carine LE BOURVELLEC, Chargée de Recherches, HDR, INRAE, Avignon Université
- Examinatrice :** Mme Florence CHARLES, Maître de Conférences, Avignon Université - UMR Qualisud
- Rapporteuse :** Mme Nabihah BOUZOUITA, Professeur, Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis
- Rapporteur :** M. Driss ELOTHMANI, Professeur, INRAE, Ecole Supérieure d'Agriculture d'Angers

## *Dédicaces*

*A Dieu le Tout Puissant de m'avoir donné courage et santé afin  
d'achever ce travail.*

*A Mon père Rafik et ma mère Latifa*

*Qui ont consenti d'énormes sacrifices tout au long de ma vie,  
Qui m'ont encouragé et ont cru en moi,  
Et sans qui je ne serai pas où j'en suis aujourd'hui...  
Que Dieu les protège*

*A Mon frère Nasreddine*

*Pour ton aide petit frère, ton amour et pour les bons moments qu'on  
a passé ensemble.*

*A Mon mari Mohamed El Hedi*

*Pour ton soutien et ton amour*

## *Remerciements*

Cette thèse a été effectuée en co-tutelle entre l'Institut Supérieur Agronomique de Chott-Meriam (Université de Sousse) et Avignon Université, spécifiquement au centre Provence-Alpes-Côte d'Azur (PACA) de l'Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement (INRAE) à Avignon, au sein de l'Unité Mixte de Recherche UMR 408 Sécurité et Qualité des Produits d'Origine Végétale (SQPOV) dirigée par M. Frédéric Carlin. Cette thèse a été financée par le Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Tunisien et la bourse de mobilité Perdiguier d'Avignon Université.

Il est toujours délicat de remercier l'ensemble des personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail de recherche. Que ceux qui ne sont pas mentionnés ne m'en tiennent pas rigueur.

*D*e prime abord, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance et mes vifs remerciements à **Mme Catherine Renard**, Directrice de recherches et ancienne directrice de l'unité SQPOV et à **M. Frédéric Carlin**, Directeur de recherches et directeur actuel de l'unité SQPOV de m'avoir acceptée au sein de leur unité pour faire mes travaux de thèse.

*M*es plus vifs remerciements vont à mon directeur de thèse **M. Jameleddine Benabda** pour avoir initié ce travail, accepté de m'encadrer et m'avoir donné la chance et la confiance pour l'accomplir. Je le remercie pour sa patience, sa générosité et pour les pertinents conseils qu'il m'a prodigués et les efforts qu'il a consentis durant ce travail.

*J*adresse mon profond respect et mes sincères remerciements à ma directrice de thèse **Mme Carine Le Bourvellec** d'avoir accepté de diriger ce travail, d'avoir partagé ses connaissances et de m'avoir soutenue jusqu'à la fin. Ce travail n'aurait vu le jour sans sa patience, sa générosité, son professionnalisme et sa disponibilité. Je la remercie aussi pour les efforts qu'elle a consentis durant la rédaction de ce manuscrit qui ont toujours été clairs et précis, pour nos échanges fructueux, me permettant de mener à terme ce travail dans d'excellentes conditions logistiques et financières.

*J*ai l'honneur ensuite d'exprimer mon estime et ma gratitude à tous les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

*U*n grand merci à **Mme Monia Jemni**, chercheur au Centre Régional de Recherches en Agriculture Oasienne (CRRAO) de Degache, Tozeur, Tunisie, pour sa collaboration et son aide dans la fourniture des échantillons de dattes.

*J*e remercie chaleureusement **Mme Sylvie Bureau**, **Mme Barbara Gouble** et **M. Alexandre Leca** ingénieures et chargé de recherche dans l'équipe Qualité & Procédés de l'UMR SQPOV pour leur collaboration, aide et leurs discussions intéressantes.

*M*a profonde gratitude va aussi à tous les personnels de l'UMR SQPOV, à mes collègues de l'équipe Qualité & Procédés, particulièrement **Mme Caroline Garcia** pour sa gentillesse, son sourire et son aide lors de mes manipulations.

*J*'adresse aussi mes chaleureux remerciements à **M. Mars Messaoud** et **M. Gouia Mohamed** professeurs et membres de mon comité de thèse à l'Unité de recherche « Agrobiodiversité » (UR13AGR05) à l'Institut Supérieure Agronomique de Chott-Meriam, pour avoir suivi le déroulement de mon travail avec patience.

*J*e tiens à remercier aussi **Mme Beatrice Prioron Pinelli**, **Mme Elodie Larisse** et **Mme Isabelle Auriol**, responsables de formation des publics à Avignon Université d'avoir cru en mes compétences, de m'avoir donnée la chance d'exercer ma passion et d'enseigner à l'Université.

*M*es remerciements les plus profonds vont à tous mes amies de l'Institut Supérieure Agronomique de Chott-Meriam, Sabrine, Aroua, Safa, Assia, Najla, Dhekra, Rim, Nessrine pour les bons moments qu'on a passés ensemble

## Résumé

La production de dattes ne cesse d'augmenter d'une saison à une autre ce qui engendre des pertes essentiellement lors des étapes de manutention et de commercialisation. De plus, l'étape de manutention post-récolte joue un rôle important dans le maintien de la qualité des dattes. Dans ce cadre et afin de préserver les qualités organoleptique et nutritionnelle des dattes après récolte tout en améliorant leur valeur commerciale, des essais de conservation et de traitement post-récolte ont été mis en place.

L'effet de la conservation des dattes en fonction de la température, du temps, de l'utilisation d'atmosphère modifiée lors du stockage et d'un traitement thermique sur la fermeté, la couleur, et les teneurs en sucres, acides organiques, polyphénols et parois cellulaires a été étudié.

Les dattes du cultivar 'Deglet Nour' récoltées en 2017 et 2018 au stade Tamr ainsi que les dattes communes 'Arichti', 'Bouhattam', 'Bser Hlou' consommées à un stade de maturité précoce (stade Khalal) ont été conservées à -18, 0, 2 et 4 °C pendant 3, 6 et 9 mois et à 2 °C pendant 30 et 60 jours, respectivement. La spectroscopie Moyen Infrarouge (MIR) en tant que méthode non destructive et non ciblée a permis de mettre en évidence l'effet de l'année de récolte par rapport à la composition chimique et de discriminer les échantillons de dattes 'Deglet Nour' conservés à 4 et 2 °C. Le rendement en parois cellulaires assimilées aux fibres, ainsi que les procyanidines représentant 98% des polyphénols totaux sont stables durant la conservation du cultivar 'Deglet Nour' et du cultivar 'Arichti' quelque soit la température et la durée de conservation. En revanche, ces composants sont ceux qui sont les plus affectés par les conditions de conservations dans le cas des cultivars 'Bouhattam' et 'Bser Hlou'. Ce dernier est le cultivar le plus ferme et le plus apprécié par les consommateurs, en raison notamment de l'augmentation des teneurs en sucres réducteurs affectant son goût sucré lors de la conservation. De ce fait, une conservation des dattes 'Deglet Nour' à -18 °C pourrait être une solution pour un stockage à long terme, par contre en raison des coûts énergétiques élevés, 2 °C est la température optimale de conservation. En outre, afin de bien valoriser les dattes communes et prolonger leur durée de vie, la durée de conservation peut être prolongée pour le cultivar 'Arichti', une optimisation de la température de conservation pour le cultivar 'Bser Hlou' et 'Bouhattam' sera cependant nécessaire.

Les dattes précédemment citées ont été également conservées dans différents types d'emballages à atmosphère modifiée (EAM) à 2 °C pendant 3, 6 et 9 mois pour le cultivar 'Deglet Nour' et pendant 30 et 60 jours pour les cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou'. D'une façon générale, des différences entre les paramètres physiques et chimiques étudiés ont été observé avec l'utilisation de différents types de EAM pour 'Deglet Nour'. La couleur de ces dattes s'est assombrie sous EAM Trendlife et Aypeck. Les dattes conservées sous ce dernier type de EAM ont montré une augmentation des teneurs en polyphénols, en quelques composants de la paroi, en fructose et en acide citrique. Le ramollissement des fruits de ce cultivar a été retardé durant la conservation sous EAM Zoepack, avec une stabilité des teneurs en polyphénols. Ce dernier type d'emballage a permis de maintenir la fermeté et la couleur initiales des trois cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' sans différence vis-à-vis du témoin. Les acides organiques, le rendement en parois et leur composition et les polyphénols sont également stables durant le stockage. Seules les teneurs en sucres de chaque cultivar ont changé durant le stockage avec surtout une augmentation des teneurs en saccharose. Ces résultats ont montré que les EAM ont le même impact que la température et la durée de conservation sur la qualité des dattes. Par conséquent, leur utilisation dans les industries de conditionnement de dattes va entraîner des coûts supplémentaires sans effets bénéfiques.

L'impact d'un traitement d'hydratation sur les qualités organoleptique et nutritionnelle des dattes a également été évalué. Le traitement des dattes 'Deglet Nour' de trois usines de conditionnement différentes, à une vapeur d'eau saturée à 60-62 °C pendant 4 heures a montré qu'elles deviennent plus souples comme attendu, tandis que les paramètres nutritionnels sont resté stables. La spectroscopie Moyen Infrarouge (MIR) a permis de discriminer les dattes des trois usines et il est suggéré qu'elle soit adoptée par les stations de conditionnement comme une nouvelle technique prédictive et non destructive. Ce résultat confirme que le traitement d'hydratation pourrait être fortement recommandé pour valoriser les dattes sèches de faible valeur commerciale, cependant il doit être optimisé pour les dattes très sèches.

**Mots-clés:** *Phoenix dactylifera* L., conservation, polyphenols, parois, sucres, acides, hydratation, qualité

## Abstract

The production of dates is increasing every season, causing losses especially during post-harvest handling and marketing. Post-harvest handling plays an important role in maintaining date palm. In order to preserve organoleptic and nutritional quality of date palm fruits after harvest with improving their commercial value, storage experiments and post-harvest treatments have been assayed.

The effect of different storage conditions of temperature, time and modified atmosphere, as well as the effect of heat treatment of dates, on firmness, colour, sugars, organic acids, polyphenols and cell walls and compositions have been studied. 'Deglet Nour' date palm fruits of two harvest seasons (2017 and 2018) as well as common date cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' consumed at early maturity stage (Khalal stage), were stored at -18, 0, 2 and 4 °C for 3, 6 and 9 months and at 2 °C for 30 and 60 days, respectively. Mid Infrared Spectroscopy (MIR) as a non-targeted method allowed to highlight a year effect on 'Deglet Nour' chemical composition and to discriminate samples stored at 4 and 2 °C regarding to major components (moisture, sugar, organic acids...). Cell wall yields (assimilated to fiber) as well as procyanidins, accounting for 98% of total polyphenols, were stable during 'Deglet Nour' and 'Arichti' cultivars storage regardless of temperature and time conditions. However, these same components were the most affected by storage conditions for 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' cultivar. This latter, was the softest cultivar and the most appreciated by consumers, may be because of reducing sugars increase affecting its sweet taste. Thus, stored fruits at -18 °C could be the solution for a long-term storage but due to its high energetic costs, 2 °C must be the optimal temperature. Moreover, in order to valorize common dates palm and prolong their shelf life, storage time could be prolonged for 'Arichti' cultivar with temperature storage optimization for 'Bser Hlou' and 'Bouhattam' cultivars.

Date palm fruits mentioned above, were also stored under Modified Atmosphere packaging (MAP) at 2°C during 3, 6 and 9 months for 'Deglet Nour' and during 30 and 60 days for commons cultivars ('Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou'). In general, differences were observed on physical and chemical parameters using different MAPs treatments for 'Deglet Nour' date palm fruits. Dates became darker with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> storage. Dates palm stored under this latter MAP bag showed an increase on procyanidins, some cell walls compositions, fructose and citric acid. Firmness loss of this cultivar was delayed with MAP<sub>Z</sub> storage with polyphenols stability. This latter bag type conserved firmness and colour of the three studied cultivars ('Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou') were stable with no difference comparing to control (without MAP). Organic acids, cell walls yield and composition, polyphenols were also stable during storage. Only sugars contents of every cultivars had different behaviour. These results showed that MAP bags had very lower beneficial effects than storage time and temperature on 'date palm quality. So, their use in date processing industries could have more costs with no apparent effects.

The organoleptic and nutritional quality of 'Deglet Nour' date palm was also evaluated before and after hydration treatment commonly used in date processing units (DPU), in order to become more commercially valued and to minimize waste generated along the date palm fruit supply chain. Hydration treatment under saturated steam at 60-62°C for 4 hours improved date fruits texture as expected while nutritional parameters were quite stable. Mid Infrared Spectroscopy (MIR) allowed to discriminate samples from the three DPUs suggesting to be adopted in DPU as a new predictive and non-destructive technique. So, hydration treatment could be highly recommended to valorize fruit by-products. However, it needs to be optimized for the very hard-type dates.

**Key words:** *Phoenix dactylifera* L., storage, polyphenols, cell walls, sugars, acids, hydration, quality.

## الملخص

انتاج التمور في ارتفاع مستمر من موسم الى اخر مما يجعل مراكز الفرز و التخزين تتخلص من كميات هائلة من التمور المتضررة أثناء عمليات الفرز والتسويق. هذه العمليات تلعب دورا هاما في الحفاظ على جودة التمور. ومن أجل الحفاظ على الجودة الغذائية للتمور بعد الجني مع تحسين قيمتها التسويقية، تم القيلم بتجار □ التخزين وبعض معالجات ما بعد الجني.

وقد تم دراسة تأثير ظروف التخزين المختلفة من درجة الحرارة، مدة الخزن وتقنية الجو الهوائي المعدل، وكذلك تأثير معالجة التمور الجافة على الصلابة، اللون، السكريات، الأحماض العضوية، البوليفينول وجدران الخلايا النباتية (الالياف) ومكوناتها.

تم تخزين تمور ' دقلة النور ' لصابية 2017 و2018 والأصناف الأخرى من التمور الأقل انتشارا مثل ' الارشطي'، ' بو حتم'، ' بسر حلو' التي تستهلك في مرحلة متقدمة من النضج (خلال)، لمدة ثلاثة، ستة وتسعة أشهر في 4، 2، 0، 18 درجة مئوية وفي 2 درجة مئوية لمدة 30 و60 على التوالي. اثبت التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء الوسطى ان سنة الجني لها تأثير على العناصر الكيميائية للتمور ' دقلة النور' وقامت بتمييز التمور المخزنة في 2 و4 درجة مئوية بالنسبة لاهم مكوناتها (الماء، السكريات، الأحماض العضوية...). اثبت النتائج ان جدران الخلايا النباتية (الالياف) وان أكبر مكونات البوليفينول (بروسياندين) كانت مستقرة اثناء تخزين تمور ' دقلة النور' و ' الارشطي'، بغض النظر عن درجة حرارة ومدة التخزين. نفس هذه العناصر كانت الأكثر تأثيرا بعوامل التخزين بالنسبة لاصناف ' بو حتم' و ' بسر حلو'. هذا الصنف الأخير كان الأكثر ليونة مع تغير بنية جدران الخلايا على الرغم من انه أكثر صنف قابلية لدى المستهلك، من الممكن بسبب ارتفاع كمية السكريات السريعة التي اثرت على مذاقه الحلو.

فحيث ان تخزين التمور ' دقلة النور' في - 18 درجة مئوية من الممكن ان يكون أحسن حل على مدى طويل، لكن نظرا لتكاليف الطاقة الباهضة، تخزين التمور في 2 درجة مئوية يجب ان يكون أفضل حل. بصفة عامة لم يكن هناك خسائر هامة للقيمة الغذائية بالنسبة لاصناف التمور الاخرى اثناء التخزين، مما يجعل التمديد في مدة التخزين ممكنا بالنسبة اصنف ' الارشطي' مع البحث عن درجة حرارة تخزين ناجحة الصنف ' بسر حلو' و ' بو حتم'.

تم ايضا تخزين انواع التمور المذكورة اعلاه بتقنية الجو الهوائي المعدل في 2 درجة مئوية لمدة ثلاثة، ستة وتسعة أشهر بالنسبة ' لدقلة النور' ولمدة 30 و60 يوم بالنسبة لاصناف الأخرى. بصفة عامة هناك اختلافات في العناصر الفيزيائية والكيميائية ' لدقلة النور' المخزنة في كل أنواع تقنيات الجو الهوائي. ' دقلة النور' المخزنة في أكياس ترندلايف و ايباك. أصبحت داكنة اللون.

دقلة النور المخزنة في أكياس ' سجلت ارتفاعا في مكونات جدران الخلايا، بروسياندين، الفروكتوز و حامض السيتريك. تخزين ' دقلة النور' في أكياس زويباك اخرجت في ليونتها مع استقرار في البوليفينول. هذه النتائج اثبتت ان تخزين التمور في اكياس الجو الهوائي المعدل لم تكن ذو نجاعة عالية مقارنة بعوامل الحرارة والمدة الزمنية.

لون وصلابة التمور من اصناف ' الارشطي'، ' بو حتم'، ' بسر حلو' اثبتت استقرارها بعد تخزينها في أكياس زويباك، لكن بعدم ايجاد فرق مقارنة بالتمور المخزنة بدون اكياس الجو الهوائي المعدل، مثلها مثل بقية العناصر الفيزيائية والكيميائية بصفة عامة. هذا يثبت ان استعمالها في مصانع تخزين التمور ليس له جدوى اقتصادية واضحة.

تم دراسة مدى تأثير القيمة الغذائية لتمور ' دقلة النور' الجافة على إثر معالجتها وترطيبها بالطريقة المعتادة في اغلب مصانع تخزين التمور لتكون ذات قيمة تسويقية عالية ولتقليل كمية الخسائر. تقنية ترطيب التمور على طريقة البخار في 60-62 درجة مئوية لمدة 4 ساعات اثبتت نتائج ناجحة كما كان متوقع مع المحافظة على استقرار المكونات الغذائية. طريقة معالجة التمور بترطيبها هي طريقة متصوح بها لكنها غير ناجحة للتمور الأكثر جفافا التي تحتاج تطوير في هذه التقنية.

الكلمات المفاتيح: الأحماض، التخزين، البوليفينول، جدران الخلايا، السكريات، ترطيب، الجودة، *Phoenix dactylifera L.*



# Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	24
<b>Synthèse bibliographique</b> .....	27
<b>1 Présentation du secteur des dattes</b> .....	28
1.1 Production dans le monde .....	28
1.2 Production en Tunisie .....	29
<b>2 Physiologie post-récolte de la datte</b> .....	31
2.1 Morphologie .....	31
2.2 Maturation .....	32
2.3 Classification des dattes .....	35
<b>3 Conditionnement et conservation des dattes</b> .....	38
3.1 De la récolte au conditionnement .....	38
3.1.1 Désinsectisation .....	39
3.1.2 Triage .....	40
3.1.3 Lavage .....	41
3.1.4 Hydratation / Séchage .....	41
3.1.5 Packaging/Conditionnement .....	41
3.2 Techniques de conservation .....	42
3.2.1 Conservation à basse température .....	42
3.2.2 Emballage sous Atmosphère Modifiée .....	43
3.3 Traitement post-récolte des dattes couramment utilisés .....	46
<b>4 Principaux paramètres de qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes et leur évolution au cours du stockage et de certains traitements thermiques</b> .....	48
4.1 Couleur .....	50
4.2 Texture .....	51
4.3 Teneur en eau .....	51
4.4 Sucres .....	51
4.5 Acides organiques .....	53
4.6 Paroi cellulaire végétale .....	53
4.6.1 Structure et composition de la paroi cellulaire végétale .....	53
□ Cellulose .....	55
□ Hémicelluloses .....	57
□ Lignine .....	58
4.6.2 Structure de la paroi des dattes et son évolution .....	59
4.7 Polyphénols .....	61

4.7.1	Les acides phénoliques.....	62
4.7.2	Flavonoïdes .....	63
5	Altérations des dattes au cours de la conservation .....	68
	<b>Problématique &amp; Objectifs</b> .....	71
	<b>Chapitre 1 : Effet de la température et de la durée de conservation sur la qualité des dattes</b> .....	74
	Introduction à l'étude.....	74
	<b>Partie 1 : Effet de la température et de la durée de conservation sur la qualité des dattes 'Deglet Nour'</b> .....	75
1.	Introduction.....	76
2.	Material and methods.....	77
2.1	Chemical .....	77
2.2	Plant material .....	77
2.3	Sample preparations .....	78
2.4	Mid Infrared Spectroscopy.....	78
2.5	Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation .....	79
2.6	Analysis methods .....	79
2.6.1	Sugars and organic acids.....	79
2.6.2	Neutral sugar analysis .....	79
2.6.3	Uronic acids assay.....	80
2.6.4	Methanol assay.....	80
2.6.5	Lignin content .....	80
2.6.6	Polyphenol quantification .....	80
2.7	Statistical analysis .....	81
3	Results.....	82
3.1	Mid-infrared spectroscopy .....	82
3.2	Cell wall yields and compositions .....	82
3.3	Sugars and organic acids.....	84
3.4	Polyphenols.....	86
4.	Conclusion .....	87
5.	Acknowledgements.....	94
	<b>Partie 2: Effet de la température et de la durée de conservation sur les qualités organoleptiques et nutritionnelles de trois cultivars de dattes au stade Khalal ('Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou') en vue de leur valorisation</b> .....	95
1.	Introduction.....	96

2. Material and methods.....	98
2.1 Chemical .....	98
2.2 Plant material .....	98
2.3 Sample characterization .....	99
2.3.1 Fruit firmness and colour .....	99
2.3.2 Sample preparations .....	100
2.3.3 Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation .....	100
2.3.4 Analysis methods .....	100
2.4 Sensory analysis .....	100
2.5 Statistical analysis .....	101
3 Results and Discussion .....	101
3.1 Effect of storage conditions on date physical properties and appearance.....	101
3.1.1 Firmness .....	101
3.1.2 Colour.....	102
3.2 Effect of storage conditions on fruit composition.....	102
3.2.1 Sugars and organic acids.....	102
3.2.2 Cell wall yields and composition .....	104
3.2.3 Polyphenols .....	105
3.2.4 Sensory evaluation .....	107
4. Conclusion.....	107
Comparaison entre le cultivar ‘Deglet Nour’ et les trois cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’ .....	114
<b>Chapitre 2 : Effet de l’utilisation d’Emballage à Atmosphère Modifiée sur la qualité des dattes</b> .....	116
Introduction à l’étude.....	116
<b>Partie 1: Effet de l’utilisation d’Emballages à Atmosphère Modifiée sur les dattes ‘Deglet Nour’</b> .....	117
1. Material and methods.....	117
1.1 Chemicals.....	117
1.2 Plant material .....	117
1.3 Gas measurement .....	118
1.4 Sample characterization .....	118
1.4.1 Fruit firmness and colour .....	118
1.4.2 Sample preparations .....	119
1.4.3 Samples analysis .....	119
1.5 Statistical analysis .....	119
2 Results and Discussion .....	119

2.1	Modified Atmosphere .....	119
2.2	Effect of storage conditions on date physical properties and appearance.....	120
2.2.1	Firmness .....	120
2.2.2	Colour.....	121
2.3	Effect of treatment on fruit composition.....	122
2.3.1	Sugars and organic acids.....	122
2.3.2	Cell wall yields and composition.....	123
2.3.3	Polyphenols.....	124
3	Conclusion .....	125
<b>Partie 2: Effet de l'utilisation d'Emballage sous Atmosphère Modifiée sur trois cultivars de dattes 'Arichti', 'Bouhattam', et 'Bser Hlou' au stade Khalal.....</b>		
<b>133</b>		
1.	Material and methods.....	134
1.1	Chemicals.....	134
1.2	Chemicals were the same used in the first chapter, section 2.1.....	134
1.3	Plant material .....	134
1.4	Sample characterization .....	135
1.4.1	Fruit firmness and colour .....	135
1.4.2	Sample preparations.....	135
1.4.3	Samples characterization.....	136
1.5	Statistical analysis .....	136
2.	Results and Discussion .....	136
2.1	Effect of storage conditions on date physical properties and appearance.....	136
2.1.1	Firmness .....	136
2.1.2	Colour.....	136
2.2	Effect of treatment on fruit composition.....	137
2.2.1	Sugars and organic acids.....	137
2.2.2	Cell wall yields and composition.....	138
2.2.3	Polyphenols.....	139
3.	Conclusion .....	140
Comparaison entre le cultivar 'Deglet Nour' et les trois cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' .....		
145		
<b>Chapitre 3 : Effet du traitement thermique (Hydratation) sur la qualité des dattes 'Deglet Nour' .....</b>		
<b>147</b>		
1.	Introduction.....	148
2.	Material and methods.....	149
2.1	Chemical .....	149
2.2	Plant material including hydration treatment.....	149

2.3	Sample characterization .....	151
2.3.1	Fruit firmness and colour .....	151
2.3.2	Samples preparation .....	151
2.3.3	Mid Infrared Spectroscopy.....	151
2.3.4	Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation .....	151
2.3.5	Analysis methods .....	151
2.4	Statistical analysis .....	152
3.	Results and discussion .....	152
3.1	Global Characterization of date palm by mid-infrared spectroscopy .....	152
3.2	Effect of treatment on date palm physical properties and appearance.....	153
3.2.1	Firmness .....	153
3.2.2	Colour.....	154
3.3	Effect of treatment on fruit composition.....	155
3.3.1	Sugars and acids.....	155
3.3.2	Cell wall yields and composition.....	156
3.3.3	Polyphenols.....	157
4.	Conclusion .....	159
	Acknowledgements .....	166
	<b>Conclusion &amp; Perspectives.....</b>	<b>168</b>
	<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>173</b>

## Liste des abréviations

### **A**

Ara: Arabinose

AIS: Alcohol Insoluble Solids

AUA: Anhydrous Uronic Acids

AC: Atmosphère Contrôlée

APII: Agence de Promotion de l'Industrie et de l'Innovation

AM: Atmosphère Modifiée

ATR: Attenuated Total Reflection

### **C**

CO<sub>2</sub>: Dioxyde de Carbone

CEE-ONU: Commission Économique des Nations Unies pour l'Europe

CRE: Capacité de Rétention d'Eau

C<sub>2</sub> H<sub>4</sub>: Ethylène

CD<sub>3</sub>OH: deuterated Methanol-d<sub>3</sub>

C Glc: Cellulosic Glucose

CAT: (+)-catechin

CSH1: CafeoylShikimic Hexoside\_1

CSH2: CafeoylShikimic Hexoside\_2

CSA4: 4-CafeoylShikimic Acid

CSA5: 5-CafeoylShikimic Acid

CSpH: CafeoylSinapoyl Hexoside

ChRh: Chrysoeriol Rhamnosyl Hexoside

ChhS: Chrysoeriol Hexoside Sulfate

CW: Cell Wall

CWM: Cell Wall Material

### **D**

DM : Degré de Méthylation

DA : Degré d'Acétylation

DPn : Degré de Polymérisation moyen

DM: Dry Matter

DPV : Différence de Pression de Vapeur

DPU: Date Processing Unit

## **E**

EAM : Emballage sous Atmosphère Modifiée

EC: (-)-epicatechin

EC<sub>ext</sub>: (-)-epicatechin as extension unit

## **F**

Fuc: Fucose

FW: Fresh Weight

FAO: Food Agriculture Organisation

F-value: Fisher's value

FT-IR spectra: Fourier-Transform Infrared Spectroscopy

## **G**

GC-FID: Gas Chromatography – Flame Ionization Detector

GC–MS: Gas Chromatography–Mass Spectrometry

GIFruits: Groupement Interprofessionnel des Fruits

Glc: Glucose

Gal: Galactose

## **H**

HR: Humidité relative

HG: HomoGalacturonane

HPLC-MS: High Performance Liquid Chromatography–Mass Spectrometry

HPLC-DAD: High-Performance Liquid Chromatography with Diode-Array Detection

Hr: Heure

## **I**

IhR: Isorhamnetin Rutinoside

IhH: Isorhamnetin Hexoside

## **K**

kPa: Kilopascal

Kg: Kilogramme

## **L**

Lig: Lignin

LC-MS: Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

## **M**

MS: Matière Sèche

MF: Matière fraîche

MHDP: m-hydroxydiphenyl

Man: Mannose

MeOH: Methanol

MAP<sub>T</sub>: Trendlife MAP

MAP<sub>A</sub>: Aypeck MAP

MAP<sub>Z</sub>: ZOEpac MAP

MAP<sub>Z</sub>CO<sub>2</sub>: Zoepack MAP with CO<sub>2</sub> injection

MIA: Matériel Insoluble à l'Alcool

MIR: Mid Infrared Spectroscopy

## **N**

NaBH<sub>4</sub>: Sodium Borohydride

NaOH: Hydroxyde de Sodium

N<sub>2</sub>: Azote

NH<sub>4</sub>OH: Ammonium Hydroxide

NC Glc: Non-Cellulosic Glucose

## **O**

ONAGRI : Observatoire National de l'Agriculture

O<sub>2</sub>: Oxygène

O<sub>3</sub>: Ozone

## **P**

PE: Polyéthylène

PET: Polyethylene Terephthalate

PP: PolyPropylène

PVC: Polychlorure de Vinyle

PPO: Polyphénol Oxidase

PME: Pectine Methyl Esterase

PG: PolyPalacturoase

PCA: procyanidins

PP: polyphenols

PCA: Principal component analysis

Pooled SD: Pooled standard deviation

## **Q**

QR: Quercetin-3-Rutinoside



## **R**

RG: RhamnoGalacturonane

Rha: Rhamnose

## **S**

S.Time: Storage Time

S.Temperature: Storage Temperature

## **U**

UE: Union Européenne

UV: UltraViolet

## **X**

XGA: XyloGalacturonane

Xyl: Xylos

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1:</b> Classement des pays producteurs (tonnes/an) de dattes en 2017 .....	29
<b>Tableau 2:</b> Evolution de la production (tonnes) de dattes (Deglet Nour et dattes communes) pendant les 10 dernières campagnes.....	30
<b>Tableau 3:</b> Stades de développement de la datte (Djerbi, 1994). .....	33
<b>Tableau 4:</b> Normes de qualité des dattes .....	36
<b>Tableau 5:</b> Composition nutritionnelle de quelques variétés de dattes tunisiennes.....	48
<b>Tableau 6:</b> Définitions des différentes caractéristiques qualitatives des dattes jugées de bonnes qualités selon les préférences des consommateurs. ....	49
<b>Tableau 7:</b> Teneurs en sucres de 11 cultivars de dattes tunisiennes exprimés en g/100 g MS.....	52
<b>Tableau 8:</b> AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables .....	88
<b>Tableau 9:</b> Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables .....	90
<b>Tableau 10:</b> Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	91
<b>Tableau 11:</b> Sample schedule of three date cultivars at Khalal stage at 2 °C.....	99
<b>Tableau 12:</b> Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L*), Redness/Greenness (a*), Yellowish/Blueness (b*) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivars during storage at 2 °C. Statistical results (Pooled SD, two-way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	109

<b>Tableau 13:</b> Sugars and organic acids contents (mg/g FW) and dry matter (%) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivars during storage. Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.....	110
<b>Tableau 14:</b> AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivar during storage. Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables .....	111
<b>Tableau 15:</b> Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivar during storage. Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	112
<b>Tableau 16:</b> Storage assay of ‘Deglet Nour’ dates at 2°C using MAP.....	118
<b>Tableau 17:</b> Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L*), Redness/Greenness (a*), Yellowish/Blueness (b*) of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP <sub>T</sub> : MAP Trendlife; MAP <sub>A</sub> : MAP Aypeck; MAP <sub>Z</sub> : MAP Zoepack; MAP <sub>ZCO2</sub> : MAP Zoepack with CO <sub>2</sub> injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.....	127
<b>Tableau 18:</b> Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP <sub>T</sub> : MAP Trendlife; MAP <sub>A</sub> : MAP Aypeck; MAP <sub>Z</sub> : MAP Zoepack; MAP <sub>ZCO2</sub> : MAP Zoepack with CO <sub>2</sub> injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	128
<b>Tableau 19:</b> AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP <sub>T</sub> : MAP Trendlife; MAP <sub>A</sub> : MAP Aypeck; MAP <sub>Z</sub> : MAP Zoepack; MAP <sub>ZCO2</sub> : MAP Zoepack with CO <sub>2</sub> injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables .....	129
<b>Tableau 20:</b> Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP <sub>T</sub> : MAP Trendlife; MAP <sub>A</sub> : MAP Aypeck; MAP <sub>Z</sub> : MAP Zoepack; MAP <sub>ZCO2</sub> : MAP Zoepack with CO <sub>2</sub> injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	131

<b>Tableau 21:</b> Storage assay of three date fruits cultivars at 2°C .....	135
<b>Tableau 22:</b> Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L*), Redness/Greenness (a*), Yellowish/Blueness (b*) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.....	141
<b>Tableau 23:</b> Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.....	142
<b>Tableau 24:</b> AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.....	143
<b>Tableau 25:</b> Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) variation of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variable.....	144
<b>Tableau 26:</b> ‘Deglet Nour’ dates from industrial batches before and after hydration treatment..	150
<b>Tableau 27:</b> Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L*), Redness/Greenness (a*), Yellowish/Blueness (b*) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	161
<b>Tableau 28:</b> Sugars, organic acids contents (mg/g FW) and dry matter (%) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. ....	162
<b>Tableau 29:</b> AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars, galacturonic acids and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction.....	163

**Tableau 30:** Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW and characterization) and minor phenolic compounds ( $\mu\text{g/g}$  of FW) of 'Deglet Nour' date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables. .... 164

## Liste des figures

<b>Figure 1:</b> Evolution des exportations des dattes en quantité (T : tonnes) et en valeur (MDT : millions de dinars tunisien) entre 2007/2008 et 2018/2019.....	31
<b>Figure 2:</b> Coupe longitudinale d'une datte de la variété 'Medjool' .....	32
<b>Figure 3:</b> Différents stades de maturation des dattes .....	35
<b>Figure 4:</b> Circuit de conditionnement des dattes.....	39
<b>Figure 5:</b> Structure et composition de la cellule végétale (A) structure générale de la cellule (B) Paroi primaire composée essentiellement de pectines, de cellulose et d'hémicelluloses (C) Paroi secondaire constituée de cellulose et de lignine.....	54
<b>Figure 6:</b> Structure générale de la cellulose .....	55
<b>Figure 7:</b> Structure générale des pectines .....	57
<b>Figure 8:</b> Structure de la lignine et ses monomères .....	59
<b>Figure 9:</b> Schéma des composés phénoliques.....	62
<b>Figure 10:</b> Structure chimique des acides hydroxycinnamiques.....	63
<b>Figure 11:</b> Structure générale des flavonoïdes.....	64
<b>Figure 12:</b> Structures des différents monomères de flavan-3-ols. ....	66
<b>Figure 13:</b> Structure de base des procyanidines.....	67
<b>Figure 14:</b> PCA results on mid-infrared spectral data between 1500 and 900 cm <sup>-1</sup> based on storage conditions of Deglet Nour'. The code corresponds to the year (17 : 2017 ; 18 : 2018), to storage time (T0 : initial time ; T3 : 3 months storage ; T6 : 6 months storage and T9 : 9 months storage) and to the temperature (18 : -18 °C ; 0 : 0 °C ; 2 : 2 °C ; 4 : 4 °C and te : control). A) as function of the year B) as function of the storage time C) as function of the storage temperature.....	93
<b>Figure 15:</b> Eigenvectors associated to PCA results (A), (B) and (C) on FT-IR spectra (1500-900 cm <sup>1</sup> ) .....	93

**Figure 16:** Effect of storage time on colour ■, sweet taste ■, astringency ■, texture ■ and overall acceptability ■ of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date palm cultivars dates after 30 and 60 days storage at 2 °C..... 113

**Figure 17:** Changes of gaz composition — % O<sub>2</sub> and — % CO<sub>2</sub> within packages MAP<sub>Z</sub> (Zoepack) (a) and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> (Zopepack with CO<sub>2</sub> injection) (b) at 2° C..... 126

**Figure 18:** PCA results on mid-infrared spectral data (2000 and 800 cm<sup>-1</sup>) of of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU)..... 165

## *Valorisation des travaux*

Le travail réalisé au cours de cette thèse a déjà fait l'objet de :

### 1 article accepté

**Cherif, S.**, Le Bourvellec, C., Bureau, S., Benabda, J. (2021). Effect of storage conditions on 'Deglet Nour' date palm fruit organoleptic and nutritional quality. *LWT-Food Science and Technology*, 137, 110343.

### 1 article soumis

**Cherif, S.**, Leca, A., Bureau, S., Benabda, J., Le Bourvellec, C. Does hydration of 'Deglet Nour' date palm fruits after harvest improve their organoleptic and nutritional characteristics? *European Food Research and Technology*.

### 4 communications à des congrès nationaux et internationaux :

Dont :

#### *1 Communication orale à un congrès internationale avec comité de lecture*

Cherif S., Ben Abda J., Jemni M. Characterization and sensory analysis of some Tunisian date cultivars consumed at early maturity stage. II International Symposium on Date Palm, 12-16 August 2018, Istanbul, Turkey.

Avec:

*Prix "jeunes chercheurs" pour la meilleure présentation orale au II International Symposium on Date Palm, 12-16 August 2018, Istanbul, Turkey*

#### Et 3 communications affichées

**Sarra Cherif**, Alexandre Leca, Sylvie Bureau, Jameleddine Benabda, Carine Le Bourvellec. Effect of postharvest hydration treatment on 'Deglet Nour' date quality. 3rd F&V Processing Conference, 24-25 novembre 2020, Avignon, France.

**Cherif S.**, Ben Abda J., Jemni M. Characterization and sensory analysis of some Tunisian date cultivars consumed at early maturity stage. Les 2èmes Journées Scientifiques de l'Ecole Doctorale « Agronomie & Environnement » de l'ISA-CM, JSAE 2018, 7 & 8 novembre 2018.

**Cherif S.**, Martin Sanchez A.M., Perez-Alvarez J.A., Vilella Espla J., Ben Abda J. Characterization and valorization of Tunisian date palm fruit (*Phoenix dactylifera* L.) by-products for food industry, 8es Journées Scientifiques Internationales sur la Valorisation des Bioressources 5-7 mai 2017 à l'Hôtel SENTIDO Rosa Beach -Monastir, Tunisie.



## Introduction générale

Originaire de la région du Moyen-Orient, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) compte parmi les cultures les plus importantes dans le monde. Il est cultivé principalement en tant qu'aliment dans les régions arides et semi-arides et son exploitation couvre environ 3% des superficies totales cultivées dans le monde (Dowson, 1985 ; Ahmed et al. 1995). Le palmier dattier constitue la ressource économique principale des habitants de la région du sud tunisien. De plus, en nutrition humaine, les dattes sont considérées comme un élément majeur du régime méditerranéen en raison de leur haute valeur nutritionnelle et notamment de leur richesse en fibres, vitamines, minéraux et polyphénols (Awad et al., 2011 ; Al-Farsi et al., 2005a; Elleuch et al., 2008 ; Sawaya et al., 1983; Ahmed et al., 1995; Al-Hooti et al., 1995; Al-Shahib & Marshall, 2003; Ismail et al., 2006). En médecine traditionnelle, les dattes ont souvent été utilisées pour leur rôle contre l'hypertension, le cancer, les infections, les maladies cardiaques, etc. (Vayalil, 2012).

En Tunisie, la production de dattes est estimée à un total de 287 700 tonnes en 2018/2019 réparties ainsi : 228400 tonnes pour le cultivar 'Deglet Nour' et 59300 tonnes pour les dattes communes (GIFruits, 2019). Les dattes communes regroupent les cultivars moins produits et commercialisés que le cultivar 'Deglet Nour', ayant une qualité moins importante. Le cultivar 'Deglet Nour' est le plus cultivé, il est très apprécié par le consommateur aussi bien sur le plan national qu'international. Ce cultivar représente 16% du total des exportations de produits agricoles et environ 65% du total des exportations de dattes (GIFruits, 2019). La production de dattes a connu une forte croissance durant les dernières années. Cependant cette production est accompagnée de pertes et gaspillages en raison de la diminution de la qualité des dattes, aspect fondamental pour le consommateur, tout au long de la chaîne de valeur. Les pertes ont notamment lieu durant le triage, le stockage, la commercialisation et le processus de conditionnement des dattes et sont estimées à environ 30% de la production totale (Estanove, 1990). Afin de minimiser ces pertes, de bonnes pratiques de manutention et de stockage des dattes avec des traitements post-récolte appropriés doivent être réalisés sur l'ensemble de la chaîne de production tout en prenant en compte les propriétés physiologiques des fruits de manière à en préserver les caractéristiques organoleptiques et nutritionnelles (Dowson & Aten 1965).

Un des points clés de la chaîne d'approvisionnement des dattes est le stockage. La conservation des dattes à basse température est une technique efficace qui permet de réduire l'activité métabolique du fruit, permettant ainsi le maintien de la qualité et l'augmentation de la durée de vie du fruit (Siddiq & Greiby 2013). Dans ce cadre, des études ont été menées pour étudier la variation de la qualité des dattes en fonction de la température, de la durée de conservation

(Hazbavi et al., 2015 ; Alhamdan & Al-Helal, 2008 ; Ismail et al., 2008) et de l'utilisation d'emballages sous atmosphère modifiée (Achour et al., 2003 ; Jemni et al., 2019).

Ces études restent cependant très limitées et en particulier aucune étude complète et détaillée n'a été réalisée sur l'effet des techniques de conservation couramment utilisées dans les usines de conditionnement de dattes en Tunisie sur la qualité des dattes, et plus spécifiquement sur le cultivar majoritairement produit qu'est 'Deglet Nour'. La conservation des dattes dans ces usines est actuellement faite de manière arbitraire. Par conséquent, la question que nous nous posons est la suivante : est ce que la conservation à basses températures, et l'utilisation d'emballages sous atmosphère modifiée permettent de préserver les qualités organoleptiques et nutritionnelles initiales des dattes ? Est-il possible de déterminer la température optimale de conservation des dattes ?

Outre le cultivar 'Deglet Nour', les pertes post-récoltes affectent également les autres dattes communes tels que les cultivars Allig, Kenta, Fermela, Beser, Kentichi et Arichti qui représentent 20 % de la production totale de dattes (GIFruits, 2018). Certains cultivars sont destinés à l'exportation comme les cultivars Allig et Kenta, alors que d'autres sont commercialisées pour le marché local où font l'objet d'une consommation familiale ('Arichti', 'Kentichi', 'Beser Hlou', 'Arichti', 'Goundi'...) (Gendre et al., 2007 ; APII, 2017). Les dattes de cette dernière catégorie sont généralement consommées à un stade précoce correspondant au stade Khalal (3ème stade de maturité des dattes) (Al-Shahib & Marshall, 2003), en raison de leur faible astringence et de leur couleur jaunâtre (Al-Farsi & Lee, 2008; Barreveld, 1993). Par ailleurs, les faibles teneurs en matière sèche de ces cultivars induisent des fermentations rendant difficile leur stockage (Reynes et al., 1994). Actuellement, en Tunisie aucun essai de conservation n'est fait à l'échelle industrielle. Ainsi afin d'améliorer leur conservation, leur utilisation, leur valorisation et d'en minimiser les pertes un essai de conservation des dattes consommables au stade Khalal a été mis en place dans notre étude avec comme objectif leur valorisation commerciale et l'étude de la variation de leurs qualités organoleptique et nutritionnelle.

Afin de minimiser les pertes post-récoltes et de maintenir la qualité des fruits, les stations de conditionnement des dattes doivent adapter les technologies appliquées pour la désinsectisation et la stabilisation (séchage/hydratation) des fruits au type et au stade de maturité des dattes réceptionnées (Reynes, 1997). En particulier, la maturation des dattes et notamment celle du cultivar 'Deglet Nour' est échelonnée dans le temps nécessitant plusieurs passages (Awad, 2007). Par ailleurs, le changement climatique, les conditions environnementales de production et le mauvais choix de la date de récolte, génèrent des fruits de faible valeur commerciale en raison notamment de leur texture inappropriée (très sèche ou très molle) ou de leur degré d'infestation (Kader & Hussein, 2009). L'ensemble de ces phénomènes conduit donc à un amoindrissement des qualités

organoleptiques et nutritionnelles des fruits. Ces fruits sont considérés comme des écart de tri ou des sous-produits de la chaîne de conditionnement. Afin de valoriser les dattes de texture inappropriées, d'en minimiser les pertes et de les rendre plus acceptable par le consommateur, des méthodes d'hydratation des dattes sèches sont couramment utilisées dans les stations de conditionnement (Kader & Hussein, 2009; Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014). Ces techniques permettent d'avoir une texture acceptable et valorisable, en revanche, est ce qu'elles auront des impacts sur la qualité nutritionnelle et organoleptique des dattes? Un chapitre de ce travail va être consacré à l'étude de cette problématique.

Ainsi, les travaux présentés dans ce manuscrit portent à la fois sur l'évaluation de l'évolution globale non ciblée de la qualité des dattes via l'utilisation de la spectroscopie infra-rouge et de l'évolution ciblée de la qualité par la caractérisation de leurs paramètres physico-chimiques (fermeté, couleur, sucres/acides, parois cellulaires végétales, polyphénols), lors :

- d'une conservation à basse température à différents temps ;
- de l'utilisation d'emballages sous atmosphère modifiée afin d'augmenter la durée de vie des fruits ;
- après un traitement d'hydratation (dattes de texture sèche).

Ces travaux ont été réalisés à la fois sur le cultivar 'Deglet Nour' et sur trois cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' à potentiel de valorisation.

Ainsi, le présent travail est structuré en 5 parties : une introduction générale du sujet, une synthèse bibliographique reprenant l'état de l'art, une partie objectivant la problématique de l'étude, une partie présentant les résultats et leurs discussions, et enfin une partie conclusions et perspectives.



## **Introduction générale**



## **Une synthèse bibliographique**



## **Problématiques & Objectifs**



## **Résultats & discussions** : présentant les différents chapitres de la thèse



## **Conclusions & perspectives**

## *Synthèse bibliographique*

## 1 Présentation du secteur des dattes

La dénomination du palmier dattier depuis 1734 par Linné est *Phoenix dactylifera*. Cette espèce appartient à l'ordre des Palmales et à la famille des Palmacées. Le palmier dattier est une espèce diploïde ( $2n = 2x = 36$ ), pérenne, et monocotylédone (Barrow, 1998). Le genre *Phoenix* comprend douze espèces dont cinq, en dehors du palmier dattier, sont à fruits consommables : *Phoenix atlantica Chev*, *Phoenix reclinata Jacq*, *Phoenix farinifera Roxb*, *Phoenix humilis Royal et Phoenix acoulis Roxb* (Munier, 1973).

Le palmier dattier est originaire du bassin de l'Euphrate, où se sont établies les plus vieilles civilisations de l'Eurasie, il y serait cultivé depuis 6 000 à 8 000 ans, ce qui en ferait l'un des arbres fruitiers les plus anciennement domestiqués.

Actuellement, son aire de culture s'étend des zones arides et semi-arides chaudes, allant de la vallée de l'Indus à l'est jusqu'aux côtes atlantiques à l'ouest. Ces zones possèdent environ 90% du nombre total de palmiers et génèrent l'essentiel de la production mondiale (Djerbi, 1994).

### 1.1 Production dans le monde

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est l'une des cultures les plus importantes dans le monde. Il est cultivé afin de fournir des aliments et couvre environ 3% des superficies cultivées dans le monde (Dowson, 1985). Le palmier dattier, vivant dans les zones sahariennes arides et sèches du globe, permet de valoriser l'eau, le sol et le savoir-faire de ces régions où les conditions climatiques sont souvent très sévères. Le palmier dattier offre grâce à son ombrage une protection permettant aux oasiens de diversifier leurs cultures, généralement en étage, et de les étaler dans le temps, de consolider l'équilibre de l'écosystème oasien. Il a aussi pour conséquence de stabiliser les populations dans un milieu hostile. Le palmier dattier joue de ce fait un rôle majeur tant sur le plan écologique que sur le plan socio-économique. La Méditerranée, lieu d'un commerce de la datte intense et orientée des pays de la rive sud vers ceux de la rive nord, ne réalise que des échanges modestes avec les autres régions du monde présentes sur le marché de la datte (Greiner, 1994). Les limites extrêmes s'étendent sensiblement entre 10' de latitude nord (Somalie) et le 39' de latitude nord (d'Elche en Espagne au Turkmenistan). Les zones les plus favorables sont comprises entre le 24' et le 34' de latitude nord (Maroc, Algérie, Tunisie, Libye, Egypte, Irak, etc...). Aux Etats-Unis la culture s'étend du 33' au 35' parallèle. Les surfaces de dattiers de l'hémisphère Sud (Australie, Amérique du Sud...) sont négligeables par rapport à l'ensemble des terres cultivées (Abdallah, 1990).

La datte est une source majeure de devises pour certains pays d'Afrique et du Moyen Orient. L'Europe, en particulier l'Union Européenne (UE), est un marché essentiel pour les exportateurs de dattes. Les importations de l'UE représentent environ 10% du volume commercialisé au niveau

mondial, mais approximativement 30% de leur valeur. Ceci s'explique par le fait que les prix d'importation des dattes dans l'UE sont bien plus élevés que la moyenne mondiale. Toutefois, la valeur des importations de l'UE a relativement stagné durant la dernière décennie et les prix d'importation ont baissé depuis 1996. Par conséquent, il est nécessaire que les pays fournisseurs trouvent de nouveaux produits qui puissent augmenter la valeur de leurs exportations de dattes (FAO, 2011). La France, la Grande Bretagne, l'Allemagne, l'Italie et l'Espagne, représentent ensemble plus de 83 % des volumes de dattes importées en Europe, en progression régulière d'environ 4% par an depuis 1990 (FAO, 2000).

**Tableau 1: Classement des pays producteurs (tonnes/an) de dattes en 2017 (FAOSTAT, 2019).**

Rang	Pays	Production
1	Egypte	1590414
2	Algérie	1058559
3	Iran	1185165
4	Arabie saoudite	754761
5	Iraq	618818
6	Pakistan	524041
7	Emirates	475286
8	Soudan	439355
9	Oman	360917
10	Tunisie	260000
11	Libye	174583

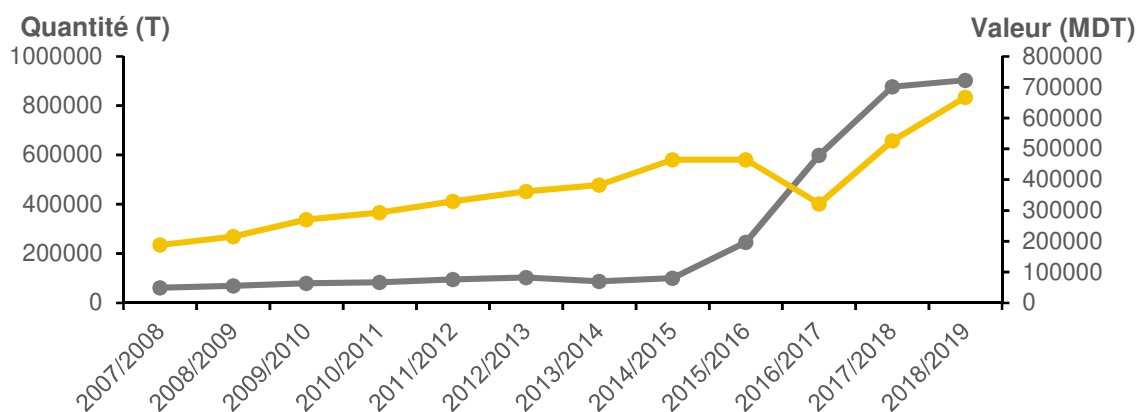
## 1.2 Production en Tunisie

Le palmier dattier représente la principale culture sur laquelle est essentiellement basée l'économie régionale tunisienne (Rhouma, 1994). La superficie totale de culture du palmier dattier en Tunisie est de 40 976 ha, pour un effectif total de 5.5 millions de pieds dont 66% du cultivar 'Deglet Nour'. Les oasis tunisiennes couvrent 1,9% des superficies arboricoles totales et sont localisées dans les gouvernorats de Kébili (58%), Tozeur (21%), Gabès (16%) et Gafsa (5%). En fonction de leur situation géographique et bioclimatique, sont distinguées les oasis continentales du Djérid (Tozeur et Nefta) et de Nefzaoua (Kébili et Douz), les oasis côtières de Gabès et les oasis d'altitude de Gafsa (ONAGRI, 2014). La Tunisie est un grand producteur de dattes dont la production augmente d'année en année comme le montre le tableau 2 et est estimé à 287 700 tonnes

en 2018/2019 dont 228 400 tonnes du cultivar ‘Deglet Nour’. Actuellement, plus de 2000 cultivars sont connus dans le monde et plus de 250 en Tunisie. En revanche, seulement quelques-uns ont une importance d’un point de vu performance et qualité des fruits, tel que le cultivar ‘Deglet Nour’. L’excellente capacité de conservation du cultivar ‘Deglet Nour’ en chambre froide permet sa commercialisation pendant toute l’année. La récolte des dattes, proprement dite, débute à partir du mois de septembre, pour ce qui est des dattes vertes et des cultivars dits communs, et à partir de mi-octobre pour le cultivar ‘Deglet Nour’. Elle s’achève en décembre/janvier (GIFruits, 2019). La campagne agricole (récolte et écoulement) quant à elle, débute le 1er octobre de chaque année et prend fin le 30 septembre de l’année suivante.

**Tableau 2: Evolution de la production (tonnes) de dattes (Deglet Nour et dattes communes) pendant les 10 dernières campagnes (GIFruits, 2019).**

<b>Année</b>	<b>Deglet Nour</b>	<b>Dattes communes</b>	<b>Production Totale</b>
<b>2007/2008</b>	77500	46400	123900
<b>2008/2009</b>	95400	49300	144700
<b>2009/2010</b>	109600	52400	162000
<b>2010/2011</b>	119200	54925	174125
<b>2011/2012</b>	135200	54925	190125
<b>2012/2013</b>	135330	56795	192125
<b>2013/2014</b>	141200	57650	198850
<b>2014/2015</b>	174430	60570	235000
<b>2015/2016</b>	182250	63500	245750
<b>2016/2017</b>	182388	59273	241661
<b>2017/2018</b>	241321	63930	305251
<b>2018/2019</b>	228400	59300	287700



**Figure 1: Evolution des exportations des dattes en quantité (T : tonnes) et en valeur (MDT : millions de dinars tunisien) entre 2007/2008 et 2018/2019 (GIFruits, 2019).**

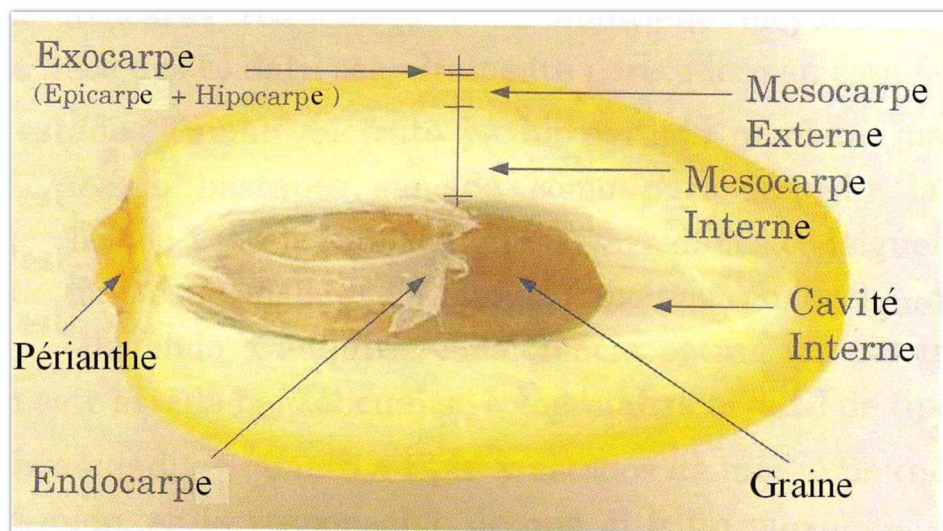
La Tunisie est le premier exportateur mondial de dattes en termes de valeur. 46% des exportations sont destinées aux marchés européens. Les dattes tunisiennes représentent 23% de la valeur du commerce mondial. Les exportations de la campagne 2018/2019 ont atteint 1 072 750 tonnes dont 704 130 tonnes du cultivar ‘Deglet Nour’ pour une valeur de 780 936 millions de dinars (GIFruits, 2019). Les exportations des dattes en quantité et en valeur ne cessent d’augmenter comme le montre la figure 1.

## 2 Physiologie post-récolte de la datte

### 2.1 Morphologie

La datte est une baie ayant une seule graine communément appelée noyau. Comme le montre la figure 2 (Vilella, 2004) elle comporte une enveloppe fine, l’épicarpe ou peau, un mésocarpe plus ou moins charnu et de consistance variable, présentant une zone périphérique de couleur plus soutenue et de texture compacte, et une zone interne de teinte plus claire et de texture fibreuse, l’endocarpe, réduit à une membrane parcheminée entourant la graine ou noyau. Le péricarpe, le mésocarpe et l’endocarpe sont confondus par les conditionneurs sous l’appellation de chair ou pulpe.





**Figure 2: Coupe longitudinale d'une datte de la variété 'Medjool' (Vilella, 2004).**

Les dattes sont généralement de forme allongée, oblongue ou ovoïde, mais certaines peuvent également être sphériques. Les dattes ont une longueur variant entre 1 à 8 centimètres et un poids de quelques grammes à plus de 50 grammes. Leur couleur varie d'un cultivar à l'autre et est en général le descripteur le plus utilisé au niveau de leur caractérisation phénologique: de jaune clair à brun plus ou moins foncé, en passant par toutes les teintes de jaune, jaune ombré, orangé, rouge vif, rouge brun mais également vert, violet, noir (Peyron, 2000).

## 2.2 Maturation

La récolte des dattes à un stade de maturité donné dépend du cultivar et de la destination du fruit. La date de récolte est estimée en se basant sur l'apparence du fruit, sa texture ainsi que sur ses teneurs en eau et en sucres. Les dattes destinées à une consommation immédiate sont généralement cueillies quand leur teneur en eau est assez élevée, en revanche celles destinées à être conservées en vue d'une commercialisation ultérieure, sont gardées sur le palmier afin de réduire leur taux d'humidité. Un certain nombre de changements physiques et chimiques ont été évalués en tant qu'indices de maturité et de récolte (Yahia et al., 2014), y compris l'augmentation des sucres totaux, le changement de couleur du vert au jaune ou au rouge ou à l'orange ou au pourpre selon le cultivar, la chute rapide de la fermeté du fruit, la diminution de la teneur en eau, augmentation des sucres réducteurs et la diminution du saccharose, ainsi que la diminution de l'acidité et des tanins.

Selon Djerbi, (1994) il existe différents stades de développement de la datte, chaque stade porte une appellation particulière selon le pays. Le tableau 3 illustre les différents stades de développement et les appellations utilisées dans différents pays. De nombreux auteurs ont adopté la terminologie utilisée en Irak.

**Tableau 3: Stades de développement de la datte (Djerbi, 1994).**

Stade physiologique	I	II	III	IV	V
<b>Irak</b>	Hababouk	Kimri	Khalal	Rutab	Tamr
<b>Tunisie</b>	Bezer	Bleh	Bser	Rutab	Tamr
<b>Algérie</b>	Loulou	Khlal	Bser	Martouba ou Mrebta	Tamr
<b>Libye</b>	-	Gamag	Bser	Rutab	Tamr
<b>Mauritanie</b>	Zeï	Tefejena	Engueï	Blah	Tamr

Les différents stades de maturation se distinguent les uns des autres en fonction de la teneur en eau et du poids (Hussein & El-Zeid, 1975) et en fonction de leur dimension physique et de leur apparence comme le montre la figure 3 (Baliga et al., 2010).

- **Hababouk** : c'est le stade de développement le plus précoce (Kader & Hussein, 2009). Il commence juste après la fécondation, dure environ cinq semaines et se caractérise par une croissance lente. La couleur du fruit à ce stade est de crème à vert clair.

- **Kimri**: ce stade se caractérise par sa couleur verte et par une augmentation rapide du poids et de la taille du fruit (Djerbi, 1994), il dure de neuf à quatorze semaines. Au cours de ce stade et d'après Dowson & Aten, (1965), deux phases se succèdent: la première se caractérise par une augmentation rapide de la concentration en tanins et en amidon et une légère augmentation des sucres totaux et de la matière sèche. Elle présente aussi une très forte acidité et une teneur en eau élevée bien que légèrement inférieure à celle de la phase suivante. La seconde phase se distingue, notamment par un accroissement plus lent du poids et du volume, une baisse importante du taux d'accumulation des sucres réducteurs, un ralentissement considérable de la formation des sucres totaux, une légère diminution de l'acidité et une teneur en eau élevée. Les dattes à ce stade contiennent environ 6% de sucres totaux, 5.6% de protéines, 0.5% de lipides et 3.7% de cendres (Al-Hooti et al., 1995).

- **Khalal** : La couleur du fruit à ce stade passe du vert au jaune ou rouge selon les cultivars (3-5 semaines) (Al-Hooti et al., 1995). Certains cultivars comme par exemple 'Bahree' (Barhi, Berhi), 'Hayany', 'Samany', et 'Zaghlol', sont récoltés au stade khalal (partiellement mûre). Selon Djerbi, (1994) ce stade se caractérise par :

- Une légère diminution de la teneur en amidon.
- Une augmentation rapide de la concentration en sucres (saccharose).
- Une diminution de la teneur en eau d'environ 45-65% (Kader & Hussein, 2009).
- Un taux de respiration inférieure à 5 mg CO<sub>2</sub> kg/hr à 20 °C et inférieure à 2 mg/kg/hr au stade Rutab et Tamr.

A des températures plus élevées, entre 30 et 35 °C, les dattes au stade khalal peuvent montrer une réponse à l'éthylène, optimale pour leur maturité.

Certains cultivars précoces comme 'Lonet-Mesaed' atteignent le stade Khalal ou Rutab vers fin mai/début juin, d'autres plus tardivement tel que 'Helali' vers la mi-août et fin septembre. Au stade Khalal, les dattes sont jugées plus ou moins astringentes par les consommateurs (Cherif et al., 2018) selon les cultivars à cause de leur teneur variable en proanthocyanidines ou tannins condensés (Lea & Arnold, 1978). Les fruits du cultivar 'Lonet-Mesaed' sont peu astringent, ce qui explique notamment pourquoi ils sont appréciés par les consommateurs (Awad et al., 2011).

Les cultivars issus des oasis côtières de Gabes en Tunisie (l'unique oasis maritime du Maghreb) sont récoltés au stade Khalal, en raison des conditions géo-climatiques de cette région (proximité de la mer et forte humidité), ainsi généralement les dattes de cette région sont dites molles. Il s'agit notamment des dattes issues des cultivars 'Arichti', 'Bouhattam', 'Aguwa', 'Ain Hanach', 'Korkobbi', 'Hlawa Jabnoun', 'Smiti' (Rhouma, (2005). Cependant cette forte humidité impacte négativement les qualités organoleptiques de certains cultivars de dattes à maturité telle que le cultivar 'Deglet Nour' qui est défini comme une datte de type demi-molle (Kearney, 1906 ; Rhouma, 2005).

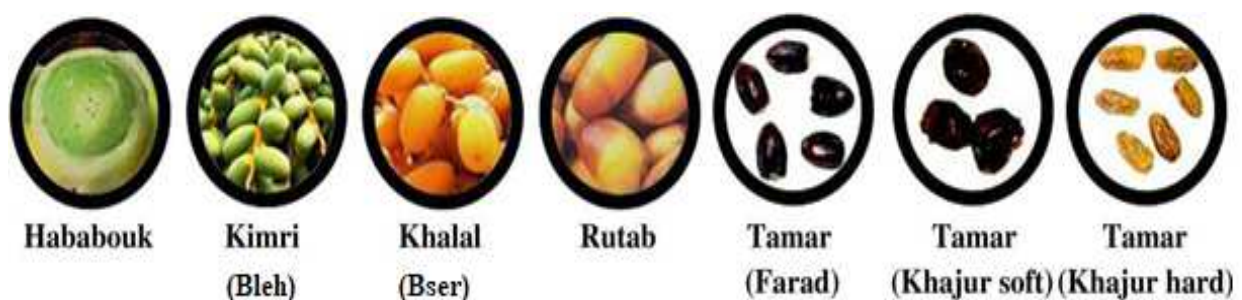
La maturité des dattes au stade khalal pour le passage au stade Rutab peut être accélérée par l'ensachage des régimes durant le développement (Kader & Hussein, 2009). Au stade khalal, la datte a un taux de respiration très faible, comparé à d'autres fruits, et qui augmente avec l'augmentation de la teneur en eau. La production d'éthylène chez les dattes est aussi très faible, elle est inférieure à 0.1µl/kg/hr au stade Khalal et non présente au stade Rutab et Tamar (Yahia, 2004). Compte tenu du faible pic d'éthylène et de la faible augmentation de l'activité de respiration au cours de la maturation, certains travaux (Serrano et al., 2001) considèrent la datte comme un fruit modérément climatérique. Cette maturation est également caractérisée par un ramollissement de la chair, une augmentation du rapport sucres/acides et un changement de couleur (Serrano et al., 2001). Les dattes au stade Khalal sont cueillies quand leur couleur est totalement jaune, et commercialisées en régimes ou en branches (Kader & Hussein, 2009).

**-Rutab** : Au cours de ce stade qui dure de deux à quatre semaines en fonction du cultivar (Al-Farsi & Lee, 2008), la couleur jaune ou rouge du stade Khalal passe au foncé ou au noir. Ce

stade se caractérise par une perte de la turgescence du fruit suite à la diminution de sa teneur en eau, une fixation des tanins sous l'épicarpe du fruit (Hammouda et al., 2013) et une augmentation de la teneur en glucose et fructose donnant le goût sucré au fruit (Djerbi, 1994).

**-Tamr** : Ce stade correspond à la senescence du fruit. La dattes est suffisamment mature avec une couleur sombre (Hussein & El-Zeid, 1975) et une texture a assez ferme (Al-Shahib & Marshall, 2003) en raison de sa faible teneur en eau (< 30%) (Kader & Hussein, 2009). Le rapport sucre/eau est élevé induisant une faible activité de l'eau évitant la fermentation et assurant la conservation du fruit (Djerbi, 1994).

Les dattes sont récoltées majoritairement soit au stade Rutab soit au stade Tamr, c'est-à-dire lorsqu'elles possèdent une teneur élevée en sucres, une faible teneur en eau et une texture plus sèche qu'au stade khalal (Kader & Hussein, 2009).



**Figure 3: Différents stades de maturation des dattes (Baliga et al., 2010).**

## 2.3 Classification des dattes

### Classification qualitative

Les caractéristiques organoleptiques, le calibre, la présence d'insectes ou traces d'insectes (Gendre et al., 2007) permettent de classer commercialement les dattes destinées, après le conditionnement et l'emballage, aux consommateurs finaux (dattes à utilisations industrielles non incluses) selon des normes de qualités. Pour être jugées de bonne qualité, elles doivent être mûres, saines, molles, et charnues. Le taux de sucres doit être au minimum le double de la teneur en eau (FAO/OMS, 1985). Un certain nombre d'organisations nationales et internationales ont défini des normes de qualité pour les dattes comme le montre le tableau 4 : la norme CEE/ONU DF-08 révisée en 2010, la norme tunisienne NT 45.14 (1985) et la norme du Codex Alimentarius FAO/OMS qui sont très proches les unes des autres.

## Classification industrielle

D'après la FAO (2000), les dattes sont traditionnellement classées dans la catégorie des fruits secs parce qu'elles ont une teneur en humidité réduite par séchage naturel ou artificiel et disposent d'un potentiel de conservation assez long. Bien que cette classification puisse convenir aux dattes conditionnées du fait qu'elles sont « sèches, réhydratées et généralement recouvertes d'un sirop de glucose », elle pourrait ne pas refléter la réalité physique des dattes commercialisées à l'état frais (cas des dattes naturelles, généralement branchées) et qui nécessitent la conservation à froid. Selon la FAO, pour des raisons de distribution et de marketing il est important de distinguer entre la désignation des dattes en tant que fruits secs et celle en tant que fruits frais. En Tunisie, les dattes sont majoritairement commercialisées sous deux formes : les dattes naturelles (branchées pour le cultivar 'Deglet Nour' ou en vrac) et les dattes conditionnées (en vrac).

**Tableau 4: Normes de qualité des dattes**

	CEE/ONU DF-08 (2010)			Norme tunisienne NT 45.14 (1985)			CODEX ALIMENTARIUS FAO/OMS
Taux humidité - variété sucre à canne - variété sucre inverti - variété Deglet Nour naturel	<26% <30% <30%			max 26 % max 30% max 30 %			max 26 % max 30% max 30 %
Additifs alimentaires autorisés				sirop de glucose			Glycérol , Sorbitol
Catégorie	Extra - I - II			Extra - I - II			
Calibrage minimal et tolérance	4,75 g Max 10 % avec poids inférieur			max 10 % avec poids inférieur			4,75 g Max 5 % avec poids inférieur
				Extra	I	II	
				7 g	6 g	4,75 g	
Tolérances de quantité	Extra	I		Extra	I	II	
Tolérance globale	5	10	20	5	10	20	1
-Fruits aigres/pourris/moisiss	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 - Longueur minimale - Fruits /10 cm de longueur - % autorisé de fruits détachés - Catégorie concernée	10 cm 4 10 % en poids Extra & I	10 cm 4 10 % Extra & I	
Marquage -Identification -Nature du produit -Origine du produit -Caractérisation commerciale	Emballeur et/ou expéditeur  Date/Nom Variété/en régence ou en branchette  Nom du pays  Catégorie/poids net unitaire	Emballeur et/ou expéditeur et/ou producteur  Date/ deglet Nour de Tunisie ou Date commune de Tunisie/ en régence ou en branchette Cf ci dessous  Catégorie/date limite/utilisation poids net unitaire	Emballeur et/ou distributeur et/ou importateur etc.  Date ou date enrobée de sirop de glucose  Pays d'origine  Poids net/date limite de conso
Désinsectisation		opération obligatoire avant mise en marché. Opération certifiée.	.
Note: * Allemagne/Pologne/SuisseIUK souhaitent le maintien des tolérances Exira 2%, 14% et II 6%			

**-Catégorie "Extra"**. Les dattes classées dans cette catégorie doivent être de qualité supérieure. Elles doivent présenter la forme, le développement et la coloration typiques de la variété. Elles doivent avoir une couleur allant d'ambrée à brune et une chair abondante, grasse ou demi-grasse et onctueuse. L'épicarpe doit être translucide et, selon la variété, adhérent à la chair. Elles doivent être pratiquement exemptes de tout défaut à l'exception de très légères altérations superficielles à condition qu'elles ne portent pas atteinte à l'aspect général du produit, à sa qualité, à sa conservation ou à sa présentation dans l'emballage.

**-Catégorie "I"**. Les dattes classées dans cette catégorie doivent être de bonne qualité. Elles doivent présenter les caractéristiques typiques de la variété. La chair doit être suffisamment abondante, grasse ou semi-grasse, compte tenu de la variété.

**-Catégorie "II"**. Elles peuvent comporter des légers défauts suivants, à condition que ceux-ci ne portent pas atteinte à l'aspect général du produit, à sa qualité, à sa conservation ou à sa présentation dans l'emballage: - un léger défaut de l'épicarpe n'affectant pas la pulpe - un léger défaut de forme ou de développement - de légères rides

Suivant ces mêmes normes, les classifications des dattes qui suivent les catégories citées ci-dessus sont ainsi :

**-Dattes immatures** récoltées au stade Khalal : leur pourcentage est variable suivant la fraîcheur du climat et peut atteindre 50% de la production en cas d'une baisse de température notable durant les mois de septembre octobre (Munier, 1973).

**-Dattes « Rutab »** : c'est la catégorie de dattes presque mures. Leur teneur en eau dépasse les 30%. Elles sont traditionnellement mûries artificiellement et séchées sur des claies ou suspendue

en régimes, comme elles peuvent subir un procédé industriel de maturation et séchage (Hamdi, 1991).

-**Dattes sèches dites « Frezza »** ou « Saifi » récoltées à une teneur en eau moyenne entre 12% et 16%. Leur proportion dans la production est au-delà de 30%, elle peut atteindre les 50% et même plus dans les années très chaudes (cas des vents chauds : sirocco). Cette catégorie doit subir une réhydratation pour être commercialisée.

-**Dattes dites « caoutchouc »** plus ou moins déformées et plus ou moins élastiques rappelant par leur consistance le caoutchouc.

-**Dattes dites noires** regroupant tout ce qui est détérioré, fermenté, parasité ou décoloré.

-Dattes ratatinées dites « **Ahchef** ».

-Dattes non fécondées dites « **Sich** ».

### **3 Conditionnement et conservation des dattes**

#### **3.1 De la récolte au conditionnement**

Les dattes peuvent être récoltées et commercialisées à trois stades de maturité (Khalal, Rutab et Tamr) selon les caractéristiques physique et biochimique du cultivar (couleur, fermeté, teneurs en sucres et en tanins), les conditions climatiques et la demande du marché (Glasner, et al., 1999).

La date de récolte est basée sur les indices de maturité des dattes (voir section 2.2). Une estimation du moment adéquat de la récolte permet de réduire la gravité des dommages des fruits: déshydratation excessive, infestation par les insectes, attaques de microorganismes. Les dattes au stade Khalal sont récoltées à partir du mois d'août et jusqu'à décembre pour les dattes au stade Rutab et Tamr (Kader & Hussein, 2009; Glasner et al., 1999).

Les dattes 'Deglet Nour' doivent être cueillies lorsque leur texture devient souple et lorsque leur couleur vire de l'ambree à la cannelle. Les fruits cueillis avec un anneau rougeâtre à l'extrémité du périanthe présentent un meilleur potentiel de stockage que ceux laissés sur le palmier pour une maturité plus avancée jusqu'à ce que l'anneau se fane (Rygg 1975). Les fruits de dattes dans la même branche ou le même régime ne murissent pas au même moment entraînant un étalement de la récolte.

L'industrie du conditionnement est définie comme étant l'ensemble des opérations effectuées après la cueillette et le ramassage de la production au niveau de stations permettant de présenter un produit fini, constitué de dattes entières prêtes à être consommées. Ces opérations sont: la désinsectisation, le triage, le lavage éventuel, l'humidification et/ou le séchage, l'enrobage par le sirop, la mise en caisse ou en boîte et l'entreposage frigorifique (Estanove, 1990). Les conditionnements sont très personnalisés dans chaque entreprise et selon la demande du client

(Espirad, 2002). Ces opérations ont pour objet de préserver toutes les qualités des fruits et de transformer ceux qui ne sont pas consommés, ou consommables en l'état, en divers produits, bruts ou finis, destinés à la consommation humaine ou animale et à l'industrie.

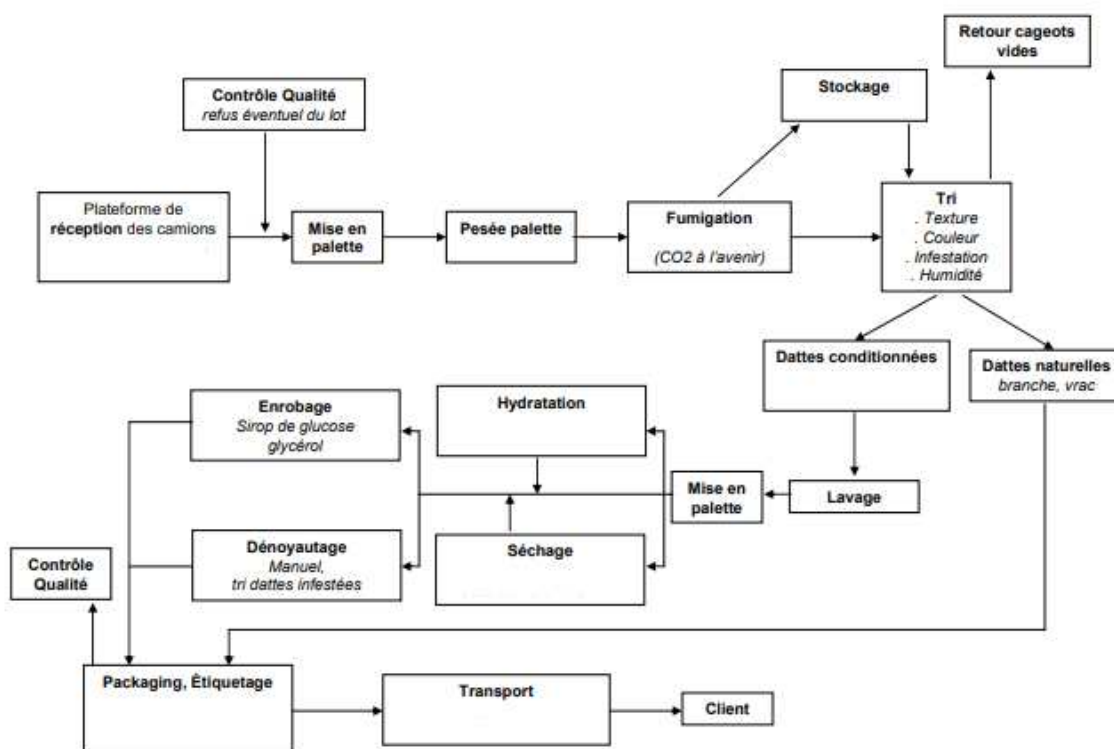


Figure 4: Circuit de conditionnement des dattes (Gendre et al., 2007).

### 3.1.1 Désinsectisation

L'infestation des dattes au champs et dans les aires de stockage déprécie énormément la qualité marchande des dattes et risque de compromettre les exportations notamment celle de la variété 'Deglet Nour' (Dhouibi, 1991). Cette technique consiste à traiter les insectes, et notamment la pyrale (*Ectomyeolis ceratoniae*). Le contrôle des insectes commence physiquement au niveau de la parcelle par l'ensachage des régimes et leur couverture par des tissus insectproof. Si ce type de contrôle n'a pas été adopté, une protection renforcée doit être faite au niveau des stations de traitement et avant le stockage (élimination des œufs et des larves pour empêcher leur propagation au cours de la chaîne de conditionnement). Plusieurs techniques de désinsectisation sont utilisées :

-La fumigation est réalisée lors de l'arrivée des dattes dans les usines et avant leur entrée dans le circuit de conditionnement et consiste à traiter les dattes avec le Phostoxin (Phosphine ou Phosphure d'hydrogène (PH<sub>3</sub>)) à une dose maximale de 0,1 mg/kg. La fumigation chimique est de moins en moins utilisée et est remplacée par d'autres alternatives plus douces citées par ordre de facilité d'application et de disponibilité telles que :



**-Traitement par le CO<sub>2</sub>** : Une concentration supérieure à 5% v/v inhibe la croissance de nombreux bactéries responsables de l'altération des aliments, en particulier les espèces psychotropes, qui poussent sur une large gamme d'aliments réfrigérés (Al-Ati & Hotchkiss, 2002) ; Douibi et al., (2015) ont montré qu'une exposition à 8,5 kg/m<sup>3</sup> de CO<sub>2</sub> pendant 20 heures permet d'atteindre 100% de mortalité des 2 principaux insectes des dattes (*Ectomyeolis ceratoniae* et *Ectomyeolis. Kuehniella*) dans tous les stades.

**-Température** : le traitement par air chaud à 55 °C pendant 30 min, 60 °C pendant 15 min et 60 °C pendant 20 min (Ben-Amor et al., 2016b) ou par trempage dans l'eau chaude à 50, 55 et 60 °C pendant 10, 5 et 3 minutes respectivement s'est avéré efficace à 100% contre la pyrale des dattes (Ben-Amoret al., 2016a). Un traitement à basses températures inférieures à 5 °C ou moins, ainsi qu'un traitement de congélation à -18 °C ou moins pendant 48 h sont efficaces pour lutter contre différentes formes d'insectes. (Yahia et al., 2014).

**-Micro-ondes**: Utilisée comme traitement de quarantaine pour contrôler certains insectes nuisibles, elle a comme principe de convertir l'énergie électromagnétique en chaleur énergétique (Jemni, 2016). D'une façon générale 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 (Shellie et al., 1994). Pour les dattes, Reynes, (1997) a montré qu'un traitement à 65 °C à 7,7 Kcal/mole durant 2 min permet de détruire les œufs et les larves de *Myélois Ceratoniae Zeller* sans effet de brunissement non enzymatique.

**-Irradiation par des rayons UV** ; En général, des faibles doses de rayonnement UV-C (254 nm) suscitent la résistance des fruits aux agents pathogènes (Valero and Serrano, 2010). Une dose de 6 kJ/m<sup>2</sup> des radiations UV-C (Jemni et al., 2014) ainsi que des doses de 1,6, 2,8, 4,8 et 7.2 kJ/m<sup>2</sup> (Artés-Hernández et al., 2010), se sont avéré efficace pour un meilleur contrôle des insectes tout en préservant la qualité globale initiale des dattes après stockage.

**-Eau ozonée O<sub>3</sub>** : Jemni et al., (2014) ont montré que le trempage des dattes dans une eau ozonée (ORP 814 mV et 0.6 ppm O<sub>3</sub>) à 15 °C, suivi par un rinçage à l'eau de robinet durant 1 min.

Ces trois dernières techniques sont en cours d'études et non utilisées actuellement dans les usines de conditionnement de dattes en Tunisie.

### 3.1.2 Triage

Cette étape est précédée d'un pré-triage qui consiste à l'élimination des dattes immatures, parthénocarpiques (non fécondées) et celles infestées par les insectes et les ravageurs ou endommagées lors de la récolte et du transport. Le triage consiste à répartir les dattes visuellement en groupes homogènes suivant le degré de maturité, la taille, la consistance de la chair, couleur,

forme et dimensions (Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014). Les dattes sont ensuite réparties en trois catégories selon la classification de la FAO, 1987 mentionnée dans le point 2.3 : les dattes branchées, les dattes en vrac de bonne qualité « qualité extra ou catégorie I », les dattes de seconde qualité ou de catégorie II.

Le contrôle de la qualité ne semble pas être répandu dans toutes les entreprises (Figure 4). Il s'effectue visuellement sur les lignes de triage et d'emballage par le personnel de production. Certaines stations ont cependant introduit un contrôle de la qualité des produits finis (contrôle de poids, détermination du taux de solides solubles et d'acidité selon les exigences clients et les normes CEE-ONU DF-08 et de la FAO 1987 concernant la commercialisation et le contrôle des dattes entières) à partir d'échantillonnages prélevés sur les lignes de production (APII, 2017).

### **3.1.3 Lavage**

Les dattes acheminées vers les usines de conditionnement peuvent en fonction de leur état (poussières, sables, petites particules collées à la surface, reste de produits chimiques (détecté selon le sous-échantillon prélevé pour examen conformément aux normes du codex stan 143-1985) ...) être lavées si elles sont sales. Le lavage s'effectue à l'eau courante ou soufflage d'air, un broyage léger peut également être réalisé afin d'éviter leur détérioration. Les dattes à tendance sèche peuvent être nettoyées dans des laveurs ou nettoyées à l'aide un papier absorbant. Quant aux dattes molles elles sont brumisées (Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014).

### **3.1.4 Hydratation / Séchage**

L'hydratation ou le séchage sont deux techniques de valorisation des dattes qui dépendent de leur type (molle, demi-molle ou sèches). Seule la technique d'hydratation est étudiée dans ce travail de thèse et fait l'objet d'une définition dans le point 3.3.

### **3.1.5 Packaging/Conditionnement**

Le conditionnement constitue l'étape finale du traitement des produits afin qu'ils répondent aux cahiers des charges des clients. L'industrie des dattes est structurée selon 4 niveaux au minimum : collecteurs, emballeurs ou conditionneurs, transporteurs et agents qui approvisionnent le marché national.

Le conditionnement concerne principalement les dattes destinées à l'exportation. Celles destinées au marché local sont généralement vendues en vrac. Ainsi, le conditionnement joue un rôle important dans la préservation de la qualité des dattes exportées. Dans les usines de conditionnement des dattes en Tunisie, la conservation des dattes peut accompagner les plus grandes

étapes de la chaîne de conditionnement (Figure 4) afin de préserver leur qualité initiale (organoleptique et nutritionnelle). Les dattes peuvent être stockées dès leur arrivée dans les stations de conditionnement en attendant leur affectation dans les différents circuits. Elles sont conservées notamment avant leur commercialisation. La conservation des dattes dans les usines de conditionnement se fait généralement à basse température, néanmoins, d'autres techniques prometteuses sont en train d'être testées sur les dattes comme le conditionnement sous atmosphère modifiée (Achour et al., 2003).

### **3.2 Techniques de conservation**

#### **3.2.1 Conservation à basse température**

La conservation des dattes à basse température est une technique efficace qui permet de maintenir la qualité initiale des fruits et augmente leur durée de vie après récolte en ralentissant leur activité métabolique (Siddiq & Greiby, 2013). La température optimale pour la conservation des dattes au stade Tamr est estimée à 0 °C pendant 6 à 12 mois selon le cultivar. Les dattes demi-sèches 'Deglet Nour' et 'Halawy' peuvent être conservées plus longtemps que les dattes molles tels que 'Medjhol' et 'Barhee'. Pour un stockage plus long, il est possible de conserver les dattes à de très basses températures telles que -15,7 °C (Ismail et al., 2008 ; Kader & Hussein, 2009).

Généralement, les dattes avec des teneurs en eau inférieures ou égales à 20% peuvent être conservées à -18 °C durant plus qu'un an, à 0 °C durant 1 an, à 4 °C pendant 8 mois ou à 20 °C pendant un mois. Une activité de l'eau des dattes comprise entre 0,65 et 0,85 correspond à une teneur en eau comprise entre 15 et 35%. Selon Yahia et al., 2014, l'utilisation de températures de conservation en dessous de 13 °C prévient les dommages liés aux agents pathogènes tandis que celles inférieures ou égales à 5 °C sont efficaces pour le contrôle des insectes. Plus l'activité de l'eau est élevée plus les dattes sont sensibles au développement d'agents pathogènes tels que levures, moisissures et bactéries.

Par ailleurs, lors de l'entreposage, les dattes ne doivent pas être mélangées avec de l'oignon, de l'ail, de la pomme de terre, de la pomme ou d'autres produits dégageant de fortes odeurs qui peuvent être absorbées par les fruits (Kader & Hussein, 2009 ; Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014). L'humidité relative est définie comme étant la teneur en eau équivalente à la vapeur en eau dans l'atmosphère, elle est exprimée en pourcentage de la capacité de rétention d'eau par l'air ambiant (CRE) à une température et pression donnée sans condensation. La CRE de l'air augmente en fonction de la température, ainsi la perte d'eau est directement proportionnelle à la différence de pression de vapeur (DPV) entre le fruit et son environnement. La DPV est inversement liée à l'humidité relative entourant le fruit. L'HR peut influencer la perte d'eau et provoquer des désordres

physiologiques et des développements de maladies fongiques chez les dattes (Kader & Hussein, 2009). Ainsi, dans toutes les conditions, l'humidité relative (HR) doit être maintenue entre 65 et 75% (Kader & Hussein, 2009).

Les dégâts causés par la condensation de l'humidité sur la surface du fruit suite à sa transpiration, pendant de longues périodes de stockage sont probablement plus importants que l'effet de l'humidité relative de l'air ambiant. A des taux élevés d'humidité relative, les dattes absorberont l'humidité de l'air ambiant, à moins qu'elles ne soient emballées dans des emballages étanches.

La chaîne du froid doit être maintenue lors du transport des dattes avec le respect des différentes conditions (humidité, durée...). Ces mesures permettent de minimiser les pertes de qualités organoleptiques (couleur, texture flaveur, ...); de retarder l'apparition de cristallisation (dépôt de sucres sur la surface des fruits) et le développement des levures et moisissures ainsi que l'infestation par les insectes, de prévenir le développement de siruposité (due à la conversion du saccharose en sucres réducteurs).

La conservation des dattes dans ces usines est faite d'une façon arbitraire entre 2 °C et 4 ou 5 °C et aucune étude n'a été faite pour déterminer les meilleures conditions de conservation, d'où l'intérêt dans ce travail de thèse, d'évaluer l'effet de différentes températures de stockage sur la qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes.

### **3.2.2 Emballage sous Atmosphère Modifiée**

Récemment, l'industrie agroalimentaire s'est consacrée au développement de nouvelles techniques qui s'associent ou non aux basses températures. Il s'agit en particulier de l'utilisation pour les produits frais, d'emballage sous atmosphère modifiée (EAM). Ces emballages qui se limitent actuellement à des essais à petite échelle pourraient être utilisés dans l'industrie des dattes afin de fin de mieux conserver le produit emballé et de faciliter son écoulement sur les marchés devenus de plus en plus exigeants (Achour et al., 2003). Aujourd'hui la technique de l'emballage sous vide est la plus répandue dans les principales stations de conditionnement tunisiennes. Emballées sous vide, les dattes peuvent être conservées jusqu'à deux ans sans altération de goût et d'apparence (APII, 2017).

#### **-Définition et utilisation**

L'emballage sous atmosphère modifiée est défini comme « l'emballage des produits alimentaires périssables dans une atmosphère qui a été modifiée en ayant une composition différente de celle de l'air ambiant » (Mullan & McDowell 2003). La composition gazeuse normale de l'air est: de l'azote (N<sub>2</sub>) à 78,08%, de l'oxygène (O<sub>2</sub>) à 20,96% et de l'oxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) à 0,03%,

avec des concentrations variables de vapeur d'eau et de traces de gaz inertes ou nobles (Mullan & McDowell 2003).

Le principe de l'EAM est le remplacement de l'air existant à l'intérieur de l'emballage par un mélange fixe de gaz (Sivertsik et al., 2002). Dans une atmosphère modifiée (AM), les concentrations élevées en dioxyde carbone ( $\text{CO}_2$ ) et les taux réduits d'oxygène ( $\text{O}_2$ ) et d'éthylène ( $\text{C}_2\text{H}_4$ ), peuvent être des suppléments utiles pour fournir une humidité relative optimale au maintien de la qualité des fruits et légumes après récolte. Le stockage sous atmosphère contrôlée (AC) implique le maintien d'une concentration fixe des gaz entourant le produit par une surveillance attentive et l'ajout de gaz si nécessaire (Mullan & McDowell 2003). L'utilisation d'EAM permet de réduire le taux de respiration, de production d'éthylène, de retarder le ramollissement et le changement de composition nutritionnelle (vitamines, minéraux, fibres, arômes, composés phénoliques...) (Artés et al., 2006). Les basses concentrations en  $\text{O}_2$  et/ou les concentrations élevées en  $\text{CO}_2$  peuvent réduire l'incidence et la gravité de certains troubles physiologiques comme ceux induits par le  $\text{C}_2\text{H}_4$  (échaudure de pommes et de poires) et les maladies du froid de certains fruits et légumes (exemple, avoca, agrumes, piment et gombo). D'autre part, les taux d' $\text{O}_2$  et de  $\text{CO}_2$  au-delà de ceux tolérés par certains produits peuvent induire des troubles physiologiques, tels que des tâches brunes sur la laitue, un brunissement interne et des piqûres en surface des fruits à pépins. Des différences existent entre les différents cultivars en terme de sensibilité aux troubles physiologiques induits par l'AC / AM qui peuvent être dus à des différences anatomiques et à leurs caractéristiques de diffusion de gaz (Kader et al., 1989).

Le  $\text{CO}_2$  est le principal composant des mélanges gazeux appliqués aux légumes fraîchement coupés en raison de son activité antimicrobienne. Il augmente ainsi à la fois le temps de latence et le délai d'apparition des microorganismes de contamination (Devlieghere et al., 1999). Une corrélation négative a été observée entre la concentration de  $\text{CO}_2$  et la survie d'insectes, ainsi que le développement des levures et moisissures (Al-Eid et al. 2012; Dehghan-Shoar et al. 2010). Cependant, l'exposition des produits frais à de très faibles concentrations en  $\text{O}_2$  et/ou à de très fortes concentrations en  $\text{CO}_2$  peut entraîner un stress qui se manifeste par une détérioration accélérée du produit.

La conservation des dattes à 20 °C utilisant un emballage sous atmosphère modifiée (6 kPa  $\text{O}_2$ +12 kPa  $\text{CO}_2$ ) dans l'étude de Jemni et al., (2019). Achour et al., (2003) ont montré que la meilleure méthode de conservation des dattes fourrées (ce sont des dattes naturelles dénoyautées qui ont été triées, hydratées et fourrées avec une pâte d'amande, préparée au préalable selon un procédé standard) à 20 °C consiste en l'injection de 10 % du volume de la barquette en gaz dans un ratio 20 %  $\text{CO}_2$  et 80 %  $\text{N}_2$ ). Ceci montre que le conditionnement des dattes sous atmosphère modifiée en

faisant varier les différentes proportions de gaz permet de conserver leurs qualité organoleptique et nutritionnelle. Un essai de conservation des dattes 'Barhee' au stade Khalal à 4 et 25 °C sous vide et dans un emballage sous atmosphère modifiée pendant 20 jours a aussi permis de préserver la qualité physicochimique (perte d'eau, fermeté, solides solubles totaux, activité de l'eau, acidité et apparence) initiale de ces dattes (Mortazavi et al., 2007). Ces auteurs ont montré que les fruits conservés sous EAM ont enregistré une perte de poids de moins de 1%, l'activité d'eau la plus élevée (0,957).

Les recherches concernant l'effet de EAM sur la qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes après conservation sont cependant restreintes, d'où ce travail d'évaluer l'effet de la conservation de quelques cultivars de dattes tunisiennes sous différents types de EAM en vue de prolonger leur durée de vie et de les valoriser à l'échelle internationale.

### **-Caractéristiques et types**

Les EAM ont connu récemment une évolution commerciale en raison du développement récent des polymères de plastique. Ces types de film doivent avoir quelques caractéristiques primordiales, tels que : une perméabilité aux gaz, une sélectivité (perméabilité au CO<sub>2</sub>/perméabilité O<sub>2</sub>) (Artés, 2006 ; Belay et al., 2016) et capable de garantir la sécurité des aliments (développement de flores pathogènes et de flores d'altération) (Oliveira et al., 2015). La modification des pourcentages de gaz dans les emballages dépend de la perméabilité du film, du taux de respiration des produits et des caractéristiques de diffusion des gaz, ainsi que du volume libre initial et de la composition atmosphérique à l'intérieur de l'emballage. En général, les films micro-perforés offrent une transmission très élevée de l'O<sub>2</sub> et sont donc utilisés pour les fruits et légumes avec des taux de respiration élevés (Artés et al., 2006 ; Artés, 2004 ; Hussein et al., 2015a). La température, l'humidité relative et le mouvement de l'air au tour de l'emballage peuvent aussi influencer la perméabilité du film. La température a aussi un effet sur l'activité métabolique du produit et par conséquent le taux de l'AM souhaitée (Kader et al., 1989).

La perméabilité du film dépend de plusieurs facteurs, entre autres la micro-perforation (Hussein et al., 2015b ; Belay et al., 2016). De plus, il a été constaté que pour le même film, il existe de grandes différences entre les fournisseurs. C'est dans ce cadre que l'essai de conservation des dattes sous EAM de ce travail de thèse a été conduit Visant essentiellement d'identifier les meilleurs conditions d'emballage et de comparer les différents emballages pour fins commerciales et industrielles.

### **3.3 Traitement post-récolte des dattes couramment utilisés**

Au cours des dernières années, les traitements thermiques ont été utilisés en post récolte pour lutter contre les insectes et autres agents pathogènes (fongiques et bactériens). Ils sont appelés traitements de quarantaine (Klein & Lurie, 1992) et sont aujourd'hui obligatoire lors de l'exportation de certains fruits comme les dattes. Par contre certains traitements thermiques comme l'hydratation et le séchage ont essentiellement pour but la valorisation commerciale du produit initial. D'où l'intérêt dans ce travail, de tester l'utilisation de l'hydratation, traitement couramment utilisés dans les industries de conditionnement) afin de valoriser des dattes tout en en réduisant les pertes et les gaspillages dans les chaînes de production, tout en caractérisant l'évolution de leurs caractéristiques organoleptique et nutritionnelle.

#### **-Séchage/déshydratation**

Le séchage est l'un des plus anciens procédés pour stabiliser les dattes communes, les dattes molles ou demi molle (Munier, 1961). Cette opération a pour but de ramener les dattes à une teneur en eau optimale, c'est-à-dire entre 23 et 25%, afin de préserver leurs qualités au cours de la conservation. Une diminution de l'activité de l'eau de la datte réduit la prolifération microbienne ainsi que les réactions chimiques et enzymatiques d'altération (Rygg, 1975). La température et la durée nécessaire pour réduire leur teneur en eau dépend du type de dattes, de leur utilisation et de leur texture. Le séchage des dattes peut être fait suivant différentes méthodes :

- l'exposition au soleil, ce qui peut favoriser l'infestation des fruits par les insectes (Chouicha et al., 2014) ;

- l'exposition à un courant d'air chaud dans un four solaire ou industriel < 70 °C ;

- le trempage à l'eau chaude à 96 °C suivi d'une déshydratation à 60 °C durant 18-20 heures ;

Les conditions de séchage (température et humidité relative) doivent être bien maîtrisées car elles sont susceptibles d'affecter la qualité organoleptique des dattes (Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014).

#### **-Enrobage dans une solution de glucose**

Les dattes sont trempées dans une solution de sirop de glucose à 20° Brix, ce qui permet d'améliorer leur conservation et d'obtenir une surface brillante des dattes. L'enrobage des dattes peut être fait avec :

- Une solution contenant 6 % d'amidon ou 3 % de méthyl cellulose (Schiller & Maier, 1959)

- Une solution contenant de 2 % de butyl-hydroxyanisole; 6 % de buthyl-hydroxytoluène et d'huile végétale (Rygg, 1975).

Les dattes seront ensuite conditionnées dans divers types d'emballage comme des barquettes en bois, en carton ou en plastique ou dans des caissettes.

## **-Hydratation**

Le traitement d'hydratation est utilisé afin de ramollir les dattes les plus sèches en vue de leur commercialisation. Différentes méthodes d'hydratation peuvent être utilisées :

-Le trempage de dattes dans une eau froide (à température ambiante) pendant une durée déterminée

-Le traitement thermique à la vapeur d'eau saturée (humidité relative à 100%) pendant 4-8 heures à une pression atmosphérique bien déterminée et à une température de 60-65 °C (Djerbi, 1994)

-Le trempage à l'eau chaude à 30 °C suivi par un séchage à l'air chaud à 60 °C à différents pourcentages d'humidité relative (entre 30% et 50%) a montré des résultats satisfaisants pour la valorisation des dattes 'Deglet Nour' très sèches (Boubekri et al., 2010). Hazbavi et al., (2015) ont montré qu'un lavage de dattes 'Stamiran' à 60°C pendant quelques secondes avec un séchage à l'air chaud à 70°C (jusqu'à ce que les dattes atteignent leur teneur en eau initiale) suivi d'une conservation à 25 °C pendant 6 mois à 75% d'humidité relative, est la meilleure méthode pour préserver la qualité organoleptique initiale des dattes.

La non disponibilité d'études précises et récentes à ce sujet, notamment en ce qui concerne les conditions optimales d'hydratation (température, temps, pression, humidité relative) nous permet de juger que ces conditions restent à optimiser selon le cultivar, le type des dattes et la destination du produit.

L'hydratation permet de rendre les dattes plus molles, charnues et brillantes. La circulation d'air forcée est utilisée afin d'améliorer l'uniformité de la température et de l'humidité relative dans toute la chambre d'hydratation. Ce traitement est aussi efficace pour contrôler l'évolution de certains microorganismes et garantir ainsi la préservation de la qualité des dattes. Ce traitement paraît efficace pour avoir une bonne qualité organoleptique des fruits (Djerbi, 1994; Yahia et al., 2014) par contre son impact sur la qualité nutritionnelle des dattes n'a pas encore été décrit dans la littérature. Ce qui fait l'objet d'une étude dans l'un des principaux chapitres de cette thèse.

Ces aspects restent très limités et n'ont pas été étudié de manière précise en fonction de chaque type de traitement (par exemple, hydratation à l'eau chaude ou froide seule et/ou suivi d'un séchage). Le suivi de la qualité organoleptique et nutritionnelles des dattes hydratées après conservation n'a pas été abordé dans cette thèse. Il serait très intéressant d'optimiser les conditions de stockage afin de garder le plus longtemps possible le bénéfice de ces traitements qui est certainement coûteux.



#### 4 Principaux paramètres de qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes et leur évolution au cours du stockage et de certains traitements thermiques

Dans cette partie, les principaux critères de qualité des dattes vont être présentés. L'effet de la conservation (couple temps/température), de l'utilisation d'emballage sous atmosphère modifiée et du traitement thermique, sur chaque paramètre étudié dans ce travail de recherche, vont être rapportés.

##### -Aperçu sur la composition nutritionnelle générale des dattes

Les dattes se caractérisent par un pourcentage élevé de glucides, de lipides, de protéines, fibres alimentaires, de minéraux (Al-Shahib & Marshall, 2003) et de composés mineurs tels que les polyphénols (Mansouri et al., 2005 ; Hammouda et al., 2013 ; Amira et al., 2012), ainsi que des composés volatils (Amira et al., 2011 ; Harrak et al., 2005) (tableau 4).

**Tableau 5: Composition nutritionnelle de quelques cultivars de dattes tunisiennes (Abbès et al., 2011).**

Composition	Deglet Nour	Allig	Kentichi
Sucres totaux (°Brix)	75.0	65.0	70
Teneur en eau (% MS)	18.8	31.7	23.6
Sucres solubles (% MS)	77.6	83.8	69.6
Sucres réducteurs (% MS)	23.2	77.9	21.3
Saccharose (% MS)	54.0	5.9	48.3
Polysaccharides (% MS)	17.4	6.5	22.4
Pectines (mg/g MF)*	241		
Cendres (% MS)	2.29	2.4	2.6
Potassium (mg/100g MS)	783	769	1109
Magnesium (mg/100g MS)	75.3	70.8	99.0
Sodium (mg/100g MS)	6.0	34.7	83.7
Phosphorus (mg/100g MS)	75.5	71.3	55.9
Proteines (% MS)	3.1	4.6	3.5
Lipides (% MS)	0.69	3.3	1.6
Phénols totaux (mg acide gallique/100g MS)	253	207	243

\* (Benchabane, 2007)

Les critères de qualité majeur d'un point de vue du consommateur sont l'apparence (couleur, taille et forme, absence de défauts tels que la séparation de la peau, la décoloration, la déformation, la présence de fruits parthénocarpiques et immatures, l'infestation par les insectes, la présence de moisissures, de corps étrangers), suivi de la perception en bouche ou texture, ainsi que la flaveur (Wills et al. 1989). Un système de notation standardisé et bien défini a été mis en place par Ismail et al. (2001) afin d'évaluer la qualité globale des dattes au stade Tamr en fonction des préférences des consommateurs. Onze caractéristiques ont été attribuées à la qualité des dattes au stade Tamr à l'aide d'une échelle à cinq niveaux (très pauvre, pauvre, satisfaisant, bon et excellent) (tableau 5). Cette notation est transformée ultérieurement en un score quantitatif afin d'être évaluée. Pour la majorité de ces caractéristiques (couleur, apparence, goût sucré, taille du fruit, perception dans la bouche et taille de la graine), il existe toujours une seule catégorie préférée par la majorité des consommateurs de dattes.

**Tableau 6: Définitions des différentes caractéristiques qualitatives des dattes jugées de bonnes qualités selon les préférences des consommateurs (Ismail et al. 2001).**

<b>Caractéristiques</b>	<b>Définition qualitative</b>
Couleur	marron claire
Apparence	uniformes
Goût sucré	goût sucré modéré
Taille	peu larges
Masticabilité	mastication légère à modérée
Epaisseur de la pulpe	pulpe moyennement épaisse à épaisse
Solubilité	moyennement à très soluble lors de leur consommation
Elasticité	légèrement à moyennement élastiques
Texture et perception dans la bouche	Les meilleures dattes ont une texture lisse et une perception dans la bouche
Cisaillement	Une légère force est nécessaire pour couper ou cisailier
Taille du noyau	Noyaux de taille moyenne (ni petites ni grosses)

## 4.1 Couleur

L'apparence visuelle du fruit joue un rôle majeur dans l'acceptabilité du consommateur (Francis & Clydesdale, 1975). Les dattes à pleine maturité (stade Tamr) tendent à avoir une couleur marron claire (Ismail, 2001). La couleur peut être affectée par plusieurs facteurs tels que, la température, la durée de conservation ainsi que le traitement thermique. La couleur jaunâtre de quelques cultivars de dattes tunisiennes consommés au stade Kahlal tel que 'Arichti' et 'Bouhattam', est également appréciée par le consommateur, ce qui justifie leur abondance commerciale, bien que locale (Cherif et al., 2018). La couleur des fruits est déterminée à l'aide d'un chromamètre permettant ainsi d'avoir des valeurs objectives de la couleur.

Plusieurs études ont montré que la couleur des dattes pourrait être affecté par la conservation. L'essai de conservation de dattes 'Deglet Nour' de Jemni et al., (2019) à différentes basses températures a montré que les dattes deviennent plus sombres après 10 mois de conservation avec une augmentation des paramètres  $L^*$ ,  $C^*$ , et  $h^\circ$  qui est plus accentuée à -20, -40 et -80 °C qu'à 0 °C. Le même phénomène est observé dans le cas des cultivars de dattes 'Sukkary' et 'Khalas' conservé à -18 °C pendant 12 mois (Aleid et al., 2014).

Selon Jemni et al., (2019), la brillance des dattes 'Deglet Nour' ( $L^*$ ) stockées pendant 30 jours à 0 °C et 20°C avec et sans emballage sous atmosphère modifiée (passive) n'a pas changé, par contre les valeurs de  $C^*$  et  $H^\circ$  ont diminué. Cette diminution est plus prononcée à 20 °C quel que soit l'atmosphère de l'emballage. Une autre étude menée par Achour & Bagga, (2005) montre qu'une conservation des dattes avec et sans emballage sous atmosphère modifiée à 10 et 25 °C, affecte le paramètre  $L^*$ . Cette différence d'observation pourrait être due au type d'emballage utilisé et à la composition de l'atmosphère.

Le noircissement des dattes durant la conservation pourrait être attribué au brunissement enzymatique, qui peut être plus perceptible après congélation et décongélation. La congélation/décongélation entraînant une décompartimentalisation cellulaire et donc la mise en contact de la polyphénol oxidase (PPO) avec ses substrats que sont l'oxygène et les polyphénols conduisant ainsi au brunissement enzymatique, comme décrit chez d'autres fruits tels que les arilles de grenade (Bhatia et al., 2015; Pretel et al., 2015).

La couleur des dattes est aussi affectée par le traitement thermique qui varie en fonction du fruit et du cultivar. L'utilisation de hautes températures (50, 55, 60, 70 °C) augmente généralement le noircissement des dattes (Kader & Hussein, 2009 ; Hazbavi et al., 2015) qui pourrait être due à l'oxydation des polyphénols par le même mécanisme que précédemment à savoir une décompartimentalisation cellulaire et mise en contact enzyme/substrats et une activation de l'enzyme à ces températures.

## 4.2 Texture

La texture composante de la qualité organoleptique est un descriptif majeur des produits frais et transformés (El-Zoghbi, 1994). La texture est déterminée par Texture Profil Analysis. Il s'agit d'un test de double compression permettant de déterminer les propriétés texturales d'un fruit/légumes/aliment telles que la fermeté, la cohésion, le collant, l'élasticité, la résilience et la masticabilité. La fermeté, la masticabilité et la résilience augmentent exponentiellement avec la diminution de la teneur en eau, par contre la cohésion, le collant et l'élasticité diminuent (Rahman & Al-Farsi, 2005). Comme le montre le tableau 5 (Ismail, 2001), les dattes jugées de bonne qualité doivent être soluble à la consommation, légèrement à moyennement élastique nécessitant une légère force pour couper ou cisailer et ayant une texture lisse dans la bouche. La fermeté des dattes diminue avec la maturation (Mustafa et al., 1986). D'un point de vue structural, la fermeté est attribuée à la turgescence des cellules, aux dimensions des méats et à la distribution des polysaccharides pariétaux (Bartley & Knee, 1982). Les propriétés mécaniques et physicochimiques des parois et donc la texture des fruits et des légumes sont fortement liées à la structure des polysaccharides pariétaux (pectines, hémicelluloses et cellulose). D'où l'intérêt d'étudier la variation de la composition de la paroi cellulaire et sa relation avec la fermeté du fruit.

## 4.3 Teneur en eau

Le débit de circulation de l'eau physiologique dans la datte diminue progressivement au cours du développement du fruit, depuis la fécondation jusqu'à la maturité physiologique. La teneur en l'eau décroît de 85% au stade Kirnri jusqu'au 25 % au stade Tamr. La teneur en eau varie de 12 à 30 % selon la variété de dattes et selon les régions de production. (Dowson & Aten, 1965 ; Barreveld, 1993). Au cours du stockage, la datte absorbe l'humidité ou la cède à l'atmosphère environnante, jusqu'à un état d'équilibre caractérisé par une même humidité relative, laquelle est directement proportionnelle à l'activité de l'eau (aw) du fruit.

## 4.4 Sucres

Les sucres sont des composés majoritaires issus du métabolisme primaire, caractérisant la qualité gustative et nutritionnelle du fruit. Les sucres comme les acides sont utilisés comme substrat pour la respiration (fructose, acides) ou la synthèse d'amidon (glucose) (Gérard et al., 2010).

Trois sucres majeurs sont présents chez les dattes: le saccharose, sucre majoritaire, le glucose et le fructose (Reynes et al, 1994). Le glucose et le fructose (sucres réducteurs), proviennent probablement de l'inversion du saccharose (non réducteur), après action de l'invertase (Fayadh & Al-Showiman, 1990). Les préférences des consommateurs varient en ce qui concerne le degré de douceur des dattes, ce qui doit être mis en évidence lors de la commercialisation des fruits de chaque cultivar dans les marchés spécifiques et lors du développement des produits qui combinent les dattes

avec d'autres aliments ou faire l'équilibre avec l'acidité dans le but de diminuer le degré sucrant des dattes (Kader & Hussein, 2009).

La teneur en sucres varie généralement en fonction du cultivar. Le tableau 7 illustre la variabilité des teneurs en sucres majoritaires (glucose, fructose, saccharose) chez différents cultivars de dattes au stade Tamr. Ces teneurs varient aussi en fonction de la maturation. Ben Salah & Helali, (1995) ont montré que les taux de sucres réducteurs sont faibles à la nouaison et augmentent progressivement dès la stabilisation du poids frais (ils doublent de valeur au passage du stade Kimri à Tamr), au stade Tamr ils atteignent presque 40% du poids sec des fruits.

Le taux de sucre est aussi affecté par les conditions de conservations. Quelques études ont montré que le saccharose, diminue généralement après la conservation à basses températures (Jemni et al., 2019 ; Alhamdan & Al-Helal, 2008). Par contre, selon Jemni et al., 2019, le saccharose reste généralement stable après une conservation sous atmosphère modifiée avec une diminution du glucose et fructose. Des variabilités dans l'évolution des sucres au cours du stockage peuvent être observées selon le cultivar, la température et la durée de conservation. La respiration qui peut avoir lieu durant la conservation associée à l'hydrolyse du saccharose en sucre réducteurs suite à l'action de l'invertase peuvent aussi expliquer cette variabilité (Ismail et al., 2008 ; Jemni et al., 2019). Les sucres sont aussi affecté par un traitement thermique. Boubekri et al., (2010) et Ben-Amor et al., (2016a) ont observé une diminution de saccharose. Cette diminution a été accompagné par une augmentation de sucres réducteurs (Boubekri et al., 2010) mettant en avant l'activité de l'invertase.

**Tableau 7: Teneurs en sucres de 11 cultivars de dattes tunisiennes exprimés en g/100 g MS (Borchani et al., 2010).**

<b>Cultivar</b>	<b>Fructose</b>	<b>Glucose</b>	<b>Saccharose</b>
<b>Alligh</b>	33	39	12
<b>Deglet Nour</b>	17	20	51
<b>Bajo</b>	18	22	39
<b>Boufeggous</b>	41	44	1
<b>Goundi</b>	37	44	3
<b>Ikhout</b>	34	41	2
<b>Kenta</b>	37	45	3
<b>Kentichi</b>	18	21	37
<b>Lagou</b>	34.	41	2
<b>Touzerzaillet</b>	35	42	0.6
<b>Tranja</b>	3	45	1

## 4.5 Acides organiques

Les acides organiques sont des métabolites secondaires, impliqués directement dans la croissance, la maturation et la sénescence des dattes. De fortes teneurs en acides organiques inhibent le développement des microorganismes dans le fruit. Les teneurs en acides organiques chez les dattes varient selon la variété, les conditions de cultures, le type de sol et le protocole d'analyse utilisée.

L'acide malique a été identifié comme étant l'acide prédominant chez les dattes (Youssef et al., (1992) ; Ahmed et al., (1995) ; Ghnimi et al., (2018)). Sa teneur varie entre 0,9 et 3,5 mg/g de matière fraîche, en revanche, la teneur en acide citrique varie entre 0,11 et 1 mg/g de matière fraîche (Ghnimi et al., (2018)). Ses teneurs dépendent également de la maturité, de la saison, de l'origine géographique, de la fertilisation, des conditions de stockage, de la quantité d'ensoleillement reçue et la date de récolte. La variation des teneurs des acides organiques des dattes en fonction de la conservation reste limitée à la détermination de l'acidité titrable totale dans le fruit. Jemni et al., (2019) ont observé une augmentation de l'acidité titrable au cours de la conservation des dattes à 0 °C pendant 10 mois. Cette acidité varie (diminue ou augmente) en fonction de la température, du cultivar et du fruit (Jemni et al., (2019); Kim et al., (1993)). En revanche l'acidité est stable dans le cas de dattes conservées en emballage sous atmosphère modifiée. Cet effet est également observé dans le cas des nectarines (Bal, 2016) lors d'un stockage à 0-1 °C durant 40 jours.

Aucun travail n'a porté sur l'impact du traitement thermique, entre autre l'hydratation, sur l'acidité des dattes. Par contre, il apparait que l'acidité diminue généralement suite à un traitement thermique dans le cas de la pomme et des fraises (Kim et al., 1993 ; Garcia et al., 1995).

## 4.6 Paroi cellulaire végétale

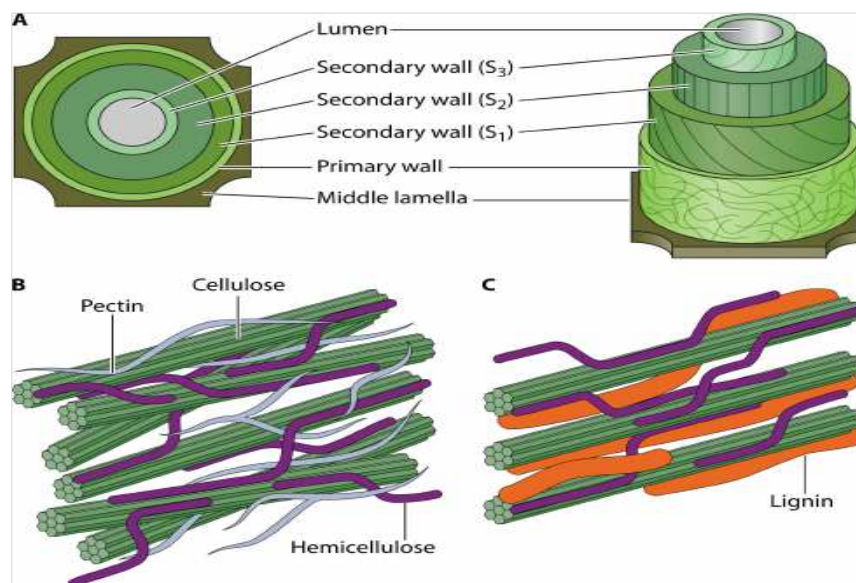
Cette partie comporte la description des différents constituants de la paroi végétale et est dans notre cas assimilée aux fibres alimentaires.

### 4.6.1 Structure et composition de la paroi cellulaire végétale

La cellule végétale est entouré d'une paroi pecto-cellulosique d'épaisseur et de composition variables suivant les espèces, la différenciation cellulaire, le tissu et l'environnement (Suty, 2014). Cette paroi détermine la taille et la forme du végétal, tout en assurant la cohésion des cellules. Elle est responsable de la rigidité des végétaux et joue un rôle de barrière. Elle protège ainsi la cellule contre : les infections (virales, fongiques et bactériennes) et les chocs osmotiques ou physiques. Elle intervient dans les échanges intercellulaires via les plasmodesmes, canaux traversant la paroi. Elle est perméable aux ions et aux petites molécules (sucres, acides, acides aminés) constituant une voie de compartimentation et de transport des métabolites. La paroi végétale est constituée

majoritairement de polysaccharides (60 à 85 %), de protéines (6 à 15 %), et de lignine (2 à 12 %). Les trois constituants majeurs de la paroi végétale sont la cellulose, les hémicelluloses et les pectines (Rytioja et al., 2014).

Trois niveaux d'organisation peuvent se distinguer suivant l'évolution du tissu végétal : **la lamelle moyenne** constituant la couche la plus externe essentiellement constituée de pectines; **la paroi primaire**, mince, semi-rigide, constituée d'une trame de microfibrilles de cellulose et d'hémicelluloses formant ainsi un réseau de cellulose/hémicelluloses. Ce réseau est enchâssé dans une phase amorphe de pectines et de protéines ; et **la paroi secondaire**, rigide, dense et inextensible, rarement présente dans le cas des fruits (Figure 5) (Chassagne-Berces et al., 2013).



**Figure 5: : Structure et composition de la cellule végétale (A) structure générale de la cellule (B) Paroi primaire composée essentiellement de pectines, de cellulose et d'hémicelluloses (C) Paroi secondaire constituée de cellulose et de lignine (Rytioja et al., 2014).**

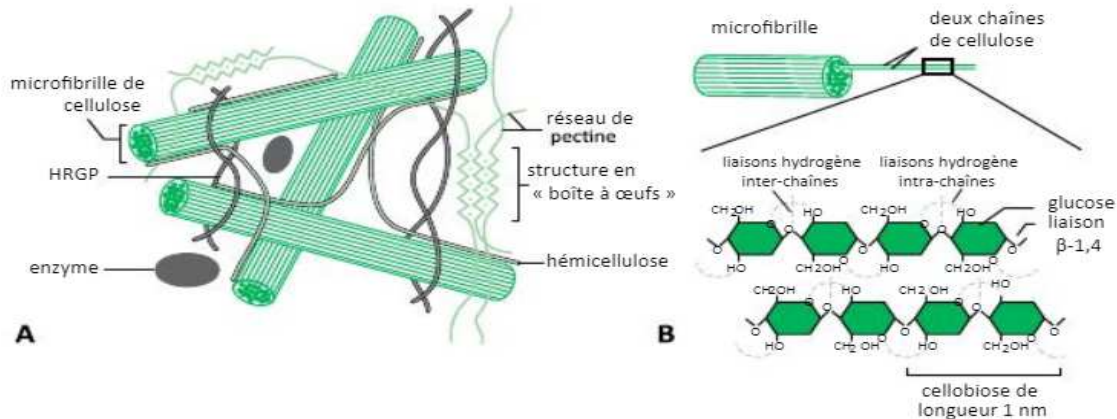
La paroi cellulaire végétale est un système poreux polysaccharidique qui peut être défini dans les fruits et légumes selon le modèle de type I de Carpita & Gibeaut (1993) (Figure 5). Elle est composée de trois domaines structurellement indépendants mais interpénétrés : un réseau de cellulose et d'hémicelluloses (>500 g.kg<sup>-1</sup> de matière sèche) de structure rigide, enchâssé dans une trame de polysaccharides pectiques (250-400 g.kg<sup>-1</sup> de matière sèche), le dernier domaine est constitué par les glycoprotéines structurales.

La composition et l'architecture des parois, varient, non seulement d'une espèce végétale à l'autre, mais également d'un type cellulaire à l'autre (épiderme, parenchyme, phloème, xylème). De plus, des variations spatiales de l'organisation des polymères pariétaux existent au sein de la lamelle moyenne, des jonctions intercellulaires, ou bien encore des plasmodesmes. Enfin, la paroi est une

structure dynamique qui subit au cours du temps des modifications liées à l'élongation des végétaux et à la différenciation cellulaire.

### ✓ Cellulose

La cellulose est le composant central de la paroi cellulaire végétale et constitue le biopolymère le plus abondant sur Terre. La cellulose est un polysaccharide hautement insoluble constituant de 20 à 30 % de la matière sèche des parois primaires et de 40 à 90 % des parois secondaires (Fry, 1988).



**Figure 6: Structure générale de la cellulose (Fry, 1988).**

La cellulose est un polymère simple, linéaire et homogène constitué de résidus de glucose liés en β-1,4 interagissant ensemble via des liaisons hydrogènes et des forces de Van der Waals (Somerville, 2006). Deux molécules de glucose consécutives s'orientent l'une par rapport à l'autre selon une rotation de 180° autour de l'axe de la molécule et forment l'unité structurale répétitive de base, le cellobiose (Figure 6). Cette association forme ainsi des chaînes cellulosiques cristallines orientées de façon parallèle et formant des microfibrilles, insolubles et très résistantes aux dégradations chimiques et enzymatiques (Taylor, 2008 ; Kroon-Batenburg & Kroon, 1997), leur conférant les propriétés physiques requises pour leur rôle dans la paroi cellulaire. En raison de ses propriétés physiques, ce polysaccharide joue un déterminant dans l'orientation de l'expansion cellulaire (Taylor, 2008).

### ✓ Pectines

Les pectines sont un ensemble de polysaccharides complexes plus ou moins ramifiés présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules végétales (Ridley et al., 2001) comme le montre la figure 7. Elles ont pour rôle le maintien des cellules en formant un ciment intercellulaire. Les pectines sont caractérisées par un squelette constitué entièrement de résidus d'acide α-D-galacturonique avec de faibles proportions de α-L-rhamnose. La chaîne principale de



pectines est donc soit homogalacturonique appelée également zones lisses soit rhamnogalacturonique avec des ramifications plus ou moins complexe appelées zones hérissées.

-La chaîne d'homogalacturonane (HG) représente la structure la plus simple des pectines. Il s'agit d'est un polymère d'acide  $\alpha$ -D-galacturonique liés en (1→4). Le degré de polymérisation des chaînes varie de 70 à 100 résidus d'acide galacturonique dans le citron, la betterave sucrière ou la pomme (Thibault et al., 1993). Les acides  $\alpha$ -D-galacturonique peuvent être sous forme acide, neutralisés par des cations ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ) ou être estérifiés par du méthanol en C-6 et/ou de l'acide acétique sur les fonctions alcools secondaires des carbones C-2 et C-3. En fonction de ces estérifications, les pectines sont caractérisées par un degré de méthylation (DM) et un degré d'acétylation (DA) qui correspond au rapport des acides galacturoniques estérifiés (méthylés ou acétylés) sur les acides galacturoniques totaux. D'un point de vue fonctionnel, on distingue trois groupes de pectines en fonction de leur degré de méthylation :

- Les acides pectiques possédant un DM inférieur à 5 %
- Les pectines faiblement méthylées ayant un DM inférieur à 50 %
- Les pectines hautement méthylées ayant un DM supérieur à 50 %

Le DM et le DAc sont variables et affectent les propriétés physicochimiques des pectines, spécifiquement la formation d'interactions à base de calcium entre les chaînes d'homogalacturonanes (Liners et al., 1989).

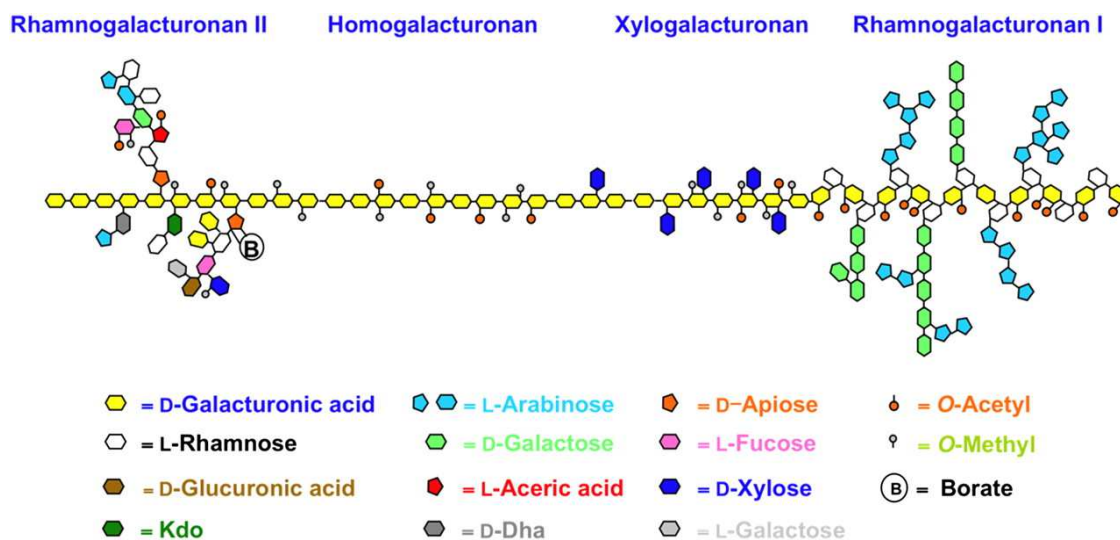
Dans les fruits, les pectines sont généralement hautement méthylées ( $\text{DM} > 50$ ) tel que dans la prune (DM dans la chair= de 61 à 78, Renard & Ginies, 2009), la pomme (DM = de 22 à 25, (Le Bourvellec et al., 2019)), l'abricot (DM = de 46 à 81 (Lahaye et al., 2011)), la guave (DM=73 (El-Zoghbi, 1994)), la mangue (DM=de 64 à 80 (El-Zoghbi, 1994)). Les homogalacturonanes (HG) peuvent être substitués par des unités simples de  $\beta$ -D-xylose liés en 1-3 attachés au squelette d'acide galacturonique formant des xylogalacturonanes (XGA).

- Les rhamnogalacturonanes de type I consistent en un enchainement de résidus d'acide  $\alpha$ -D-galacturonique liés en (1→4) et de  $\alpha$ -L-rhamnose liés en (1→2) (Lau et al., 1985). Généralement seuls les résidus d'acide  $\alpha$ -L-rhamnose sont substitués par des chaînes latérales d'oses neutres de différentes tailles (du monomère au polymère) et de différents types (Yapo, 2011 ; Fry, 2018; Caffall & Mohnen, 2009). La nature de la chaîne rhamnogalacturonane I peut présenter une grande diversité structurelle, non seulement au niveau de la composition en sucres (galactose, arabinose, fucose...) mais aussi en terme de liaisons glycosidiques (Perez, 2003). Les chaînes latérales majoritaires sont essentiellement des  $\alpha$ -L-arabinases,  $\beta$ -D-galactanes, et des arabinogalactanes de types I et II (Thibault et al., 1993). Les chaînes latérales sont liées aux C-3 et/ou C-4 des résidus d' $\alpha$ -L-rhamnose.

-Le rhamnogalacturonane de type II ont été identifiés dans des hydrolysats enzymatiques de parois (Darvill et al., 1978), cependant leur dénomination est trompeuse car ils sont caractérisés par un squelette homogalacturonique. Ils sont constitués d'un squelette de 8 résidus d'acides  $\alpha$ -D-galacturonique liés en (1→4), substitué par quatre chaînes latérales d'oligosaccharides (A, B, C, D). Ces rhamnogalacturonanes comportent 12 oses différents dont certains sont rares tels que le 2-O-methyl-D-xylose, 2-O-methyl-L-fucose, l'acide acérique, ... (Sjöström, 1993 ; Caffall & Mohnen, 2009 ; Fry, 2018). Les RG II jouent un rôle majeur dans la structure et la croissance des plantes supérieures (Perez, 2003).

La solubilité des substances pectiques dépend de leur masse moléculaire, de la présence des chaînes latérales, de leur degré d'acétylation et de leur le degré de méthylation.

Les pectines sont souvent utilisées dans l'industrie cosmétique et pharmaceutique (capsules et médicaments anti-cancer) et plus largement dans l'industrie agroalimentaire où elles sont essentiellement utilisées comme des agents de texture, gélifiants, stabilisants et épaississants et peuvent être extraits de la paroi par de l'eau chaude, des acides dilués ou des chélateurs de calcium, qui se présentent sous forme d'ingrédients nommés (E440) (Thakur et al., 1997).



**Figure 7: Structure générale des pectines (Harholt et al., 2010).**

### ✓ Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides qui regroupent les polyosides non celluloses et non pectiques de la paroi végétale. Les hémicelluloses représentent de 20 à 30% de la matière sèche de la plante, elles soutiennent la structure des microfibrilles de cellulose dans les parois primaire et secondaire des cellules végétales. Ces polysaccharides sont basés sur un squelette de

xylose, glucose, arabinose, galactose ou mannose, liés en  $\beta$ -(1, 4) et pouvant former des liaisons hydrogènes avec la cellulose (Fry, 1988; McNeil et al., 1984). Ce sont des polymères hétérogènes à structure linéaire portant de courtes chaînes latérales renfermant les xyloglucanes et les arabinoxyanes qui sont les principales hémicelluloses de la paroi primaire des végétaux. Dans la plupart des angiospermes, les principales hémicelluloses sont les xylanes, mannanes et le xyloglucane qui est constitué de xylose, galactose et fucose. La structure détaillée et l'abondance des hémicelluloses varient en fonction de l'espèce et du type de cellule. Les hémicelluloses sont solubles dans les bases diluées (Scheller & Ulvskov, 2010).

-Les xylanes sont des chaînes linéaires de  $\beta$ -D-xylose portant des groupements acétyles sur les positions O-2 ou O-3 (Darvill et al., 1980). Cette catégorie d'hémicellulose regroupe les arabinoxyanes (des résidus arabinose sont portés sur la position O-3 ou O-2 du xylose), les glucuronoarabinoxyanes et les glucuronoxyanes.

-Les mannanes peuvent avoir un squelette de D-mannose lié en  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4) ou un squelette de D-mannose et de D-glucose également liés en  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4). Ils sont alors appelés glucomannanes. Ces deux types de mannanes peuvent être substitués en  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 6) par des résidus de D-galactose définissant ainsi des galactomannanes. Un troisième type de mannane appelé galactoglucomannane (copolymère ramifié présentant des résidus de  $\beta$ -D-glucose liés en (1 $\rightarrow$ 4) et des galactomannanes) peut également être présent dans la nature (Dey & Brinson, 1984).

-Les xyloglucanes sont les hémicelluloses les plus abondantes dans la paroi primaire des dicotylédones. Leur structure de base est la même que la cellulose, c'est-à-dire qu'ils sont constitués de chaînes de  $\beta$ -D-glucose liées en (1 $\rightarrow$ 4), mais ils possèdent en plus des résidus de  $\alpha$ -D-xylose liés en (1 $\rightarrow$ 6) aux résidus de glucose (Fry, 1988).

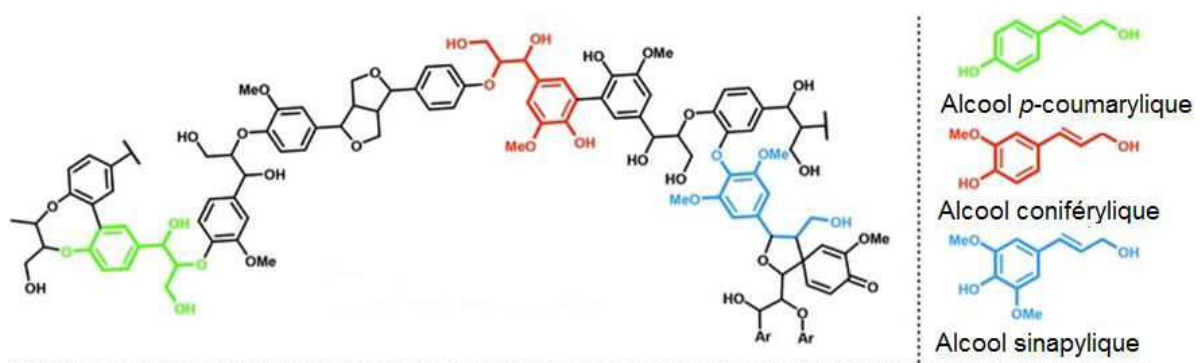
En se basant sur l'étude de El-Zoghbi et al., (1994), les dattes sont considérées des fruits riches en hémicellulose (12,9 mg/g MIA) en les comparant à d'autres fruits tels que la mangue (3 mg/g MIA), la fraise (1 mg/g MIA) et la guave (6 mg/g MIA). Par contre, c'est l'unique étude disponible pour donner une idée sur la quantité totale d'hémicellulose disponible dans les dattes, car les quelques autres études qui visent la paroi des dattes, donnent sa composition en oses neutres sans fractionnement (Mrabet et al., 2012 ; Elleuch et al., 2008 ; Abbes et al., 2011 ; Shafiei et al., 2010)

#### ✓ **Lignine**

La lignine est le polymère le plus abondant sur Terre après la cellulose. La lignine constitue de 20 à 35 % de la biomasse végétale. C'est un polymère amorphe tridimensionnel formé par la polycondensation et par la déshydrogénation de 3 monomères d'alcools phénylpropyliques en configuration trans, l'alcool coumarylique, l'alcool sinapylique et l'alcool coniférylique (Collin &

Crouzet, 2011; Gellerstedt & Henriksson, 2008) comme le montre la figure 8. Ces trois alcools peuvent être désignés sous le terme général de monolignols; leurs précurseurs, les acides hydroxycinnamiques (ou alcools phénylpropénoïques), sont produits au niveau du réticulum endoplasmique des cellules en voie de lignification, à partir de la phénylalanine, désaminée en cinnamate, hydroxylée, méthylée et réduite en alcool au niveau de la fonction carboxyle (Gellerstedt & Henriksson, 2008). Au niveau de la paroi cellulaire, les monolignols sont oxydés en radicaux libres sous l'influence d'enzymes (laccases et peroxydases), ces radicaux polymérisent, plus ou moins au hasard et sans intervention enzymatique, ce qui explique la variabilité importante dans la structure des lignines.

La structure de la lignine varie selon la nature du végétal : Gymnosperme, Angiosperme monocotylédone et Angiosperme dicotylédone. La lignification correspond à un dépôt de lignine plus particulièrement au niveau de la paroi secondaire mais aussi dans la lamelle moyenne et la paroi primaire (Figure 4.C). Dans la paroi cellulaire végétale, la lignine remplit les espaces entre la cellulose et les hémicelluloses, et agit comme une résine qui unit l'ensemble de la lignocellulose (biomasse lignocellulosique). Ce mécanisme de lignification assure la rigidité, l'imperméabilité et la protection de la cellule végétale contre la dégradation biologique. La lignine intervient dans la défense des plantes contre les stress biotiques et abiotiques (Boerjan et al., 2003). Les études disponibles sur la paroi des dattes ont montré que les teneurs de la lignine varient selon le cultivar de 333,5 mg/g à 503,7 mg/g de fibres fraîches pour 'Deglet Nour' (Mrabet et al., 2012), de 80 mg/g de fibres fraîches pour 'Deglet Nour' à 130 mg/g pour 'Allig' (Elleuch et al., 2008). Shafiei et al., (2010) ont reporté des fortes teneurs e lignine chez les dattes allant jusqu'à 499 mg/g de matière sèche. En se basant sur ces recherches, les dattes sont considérées des fruits riches en lignine par rapport aux autres constituants de la paroi et qui sont aussi très variables dans d'autres fruits (chair de pêches : 60 mg/g ; chair de poire : 155 mg/g de matière fraîche de MIA).



**Figure 8: Structure de la lignine et ses monomères**

#### 4.6.2 Structure de la paroi des dattes et son évolution

Dans la plupart des recherches portant sur la qualité nutritionnelle des dattes, les chercheurs se sont généralement intéressés à la quantification des fibres alimentaires totales. La teneur en fibres totales estimée dans la plupart des études par la méthode officielle AOAC (Association of Official Analytical Chemists) dépend de la variété et du stade de maturité, et varie de 69,9 à 176,7 mg/g de matière fraîche pour quelques cultivars de dattes selon l'étude de Borchani et al., (2010) démontrant ainsi sa richesse en fibres (Al-Farsi & Lee, 2008 ; Al-Shahib & Marshall, 2003 ; Myhara et al., 2000 ; Elleuch et al., 2008 ; Besbes et al., 2009).

En comparaison, le parenchyme de pomme contient entre 17 mg/g et 25 mg/g de matière fraîche de MIA assimilé aux fibres (Le Bourvellec et al., 2011), la poire 'William' 28 mg/g de matière fraîche de MIA (Le Bourvellec et al., 2013) et l'abricot 193 mg/g matière fraîche de fibres (Missang et al., 2012)). Seules quelques études se sont intéressées à la composition des fibres des dattes (Mrabet et al., 2012 ; Gribaa et al., 2013 ; Awad et al., 2011).

La paroi des dattes est ainsi constituée essentiellement de lignine, de cellulose, d'hémicelluloses composées principalement de glucane, xylane, galactane, mannane et arabinane (Shafiei et al., 2010), de pectines en faible proportion, et de protéines insolubles (Mrabet et al., 2012). Selon Shafiei et al., (2010), les teneurs en lignine et en acide uronique peuvent être utilisés comme indicateurs de la qualité des dattes. Une richesse en acides uroniques et une moindre quantité de lignine sont gages de dattes de bonne qualité, tandis que des dattes riches en lignine et pauvres en acides uroniques pourraient poser un problème de colmatage dans les processus agro-industriels (Shafiei et al., 2010)

Les recherches portant sur la structure et la composition de la paroi des dattes restent très limitées et aucune étude n'a portée sur l'effet des conditions de conservation sur l'évolution de la composition de la paroi. Néanmoins, quelques travaux ont étudié l'évolution de la paroi des dattes au cours de la maturation, qui a été développée dans le paragraphe suivant. Les phénomènes mis en œuvre pendant le stockage peuvent cependant être assimilés à ceux mis en œuvre pendant la maturation à une échelle différente.

#### ✓ **Evolution de la paroi au cours de la maturité**

Les modifications de la paroi cellulaire primaire des fruits sont nécessaires à la fois pour l'expansion cellulaire et les événements de développement, tels que le ramollissement des fruits, où la taille des cellules reste identique mais où le relâchement des parois est une caractéristique majeure. En général, les modifications structurales des fruits au cours de la maturation se déroulent au niveau de la paroi primaire et de la lamelle moyenne. Les principaux changements pariétaux, altérant la texture des fruits sont :

-Une perte des chaînes latérales pectiques que sont les arabinanes et les galactanes (Baron-Epel et al., 1988 ; Brummel, 2006) ;

-Une solubilisation et une dépolymérisation des pectines (Brummel, 2006) ;

-Une réduction du degré de méthylation des pectines (Brummel, 2006) ;

-Une réorganisation des interactions entre polymères pariétaux (Goulao & Oliveira, 2008) ;

Le ramollissement des fruits au cours de la maturation est lié aux actions des enzymes dégradatives telles que la polygalacturonase (PG), la pectine méthylesterase (PME), la  $\beta$ -galactosidase ( $\beta$ -GAL), et l' $\alpha$ -arabinofuranosidase entre autres ( $\alpha$ -ARF) (Deng et al., 2005; Wei et al., 2010; Wang et al., 2018; Gwanpua et al., 2016; Chen et al., 2017a; Chen et al., 2017b; Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Hasegawa & Smolensky, 1971).

#### ✓ Particularité de la paroi des dattes

Les teneurs en fibres des dattes diminuent avec la maturité de 137,3 mg/g au stade vert au 35,7 mg/g de matière fraîche au stade mûre (El-Zoghbi, 1994) et la teneur en paroi décroît de 70% au stade Kimri à 10% au stade Tamr (Gribaa et al., 2013). Au cours de la maturité, le changement de la structure de la paroi des dattes est expliqué par la dépolymérisation des pectines et leur déméthylation, par une perte des chaînes latérales telles que les arabinanes et les galactanes et une perte des chaînes de xylanes suite à une diminution de l'arabinose (Gribaa et al., 2013). Selon ces auteurs, le ratio (arabinose + galactose) / rhamnose indicateur de la richesse en chaînes latérales des rhamnogalacturonane, diminue au cours de la maturité de 5 à 2 du stade Kimri au stade Tamr respectivement traduisant une perte des chaînes latérales des fractions pectiques.

#### 4.7 Polyphénols

Les polyphénols sont des métabolites secondaires ubiquitaires présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs. Ils sont impliqués dans de nombreux processus biologiques tels que l'attraction des pollinisateurs, la défense contre les rayons ultraviolets (UV) et la protection des plantes contre l'invasion microbienne et les herbivores. En santé humaine, une association inverse entre les niveaux de consommation de flavonoïdes de pommes et la mortalité coronarienne a été observée dans plusieurs études épidémiologiques (Hertog et al., 1993 ; Knekt et al., 1996). Ils jouent également un rôle majeur dans les qualités organoleptiques des fruits et légumes et des produits qui en dérivent. Ils sont notamment impliqués dans les perceptions d'astringence et d'amertume et possèdent des activités antioxydantes.

Les polyphénols peuvent être classifiés en fonction du nombre de cycles phénoliques présents et par les composants structuraux qui lient ces noyaux aromatiques, différenciant les

molécules en acides phénoliques, flavonoïdes, stilbènes et lignanes, comme illustré sur la figure 9 (Kumar et al., 2019).

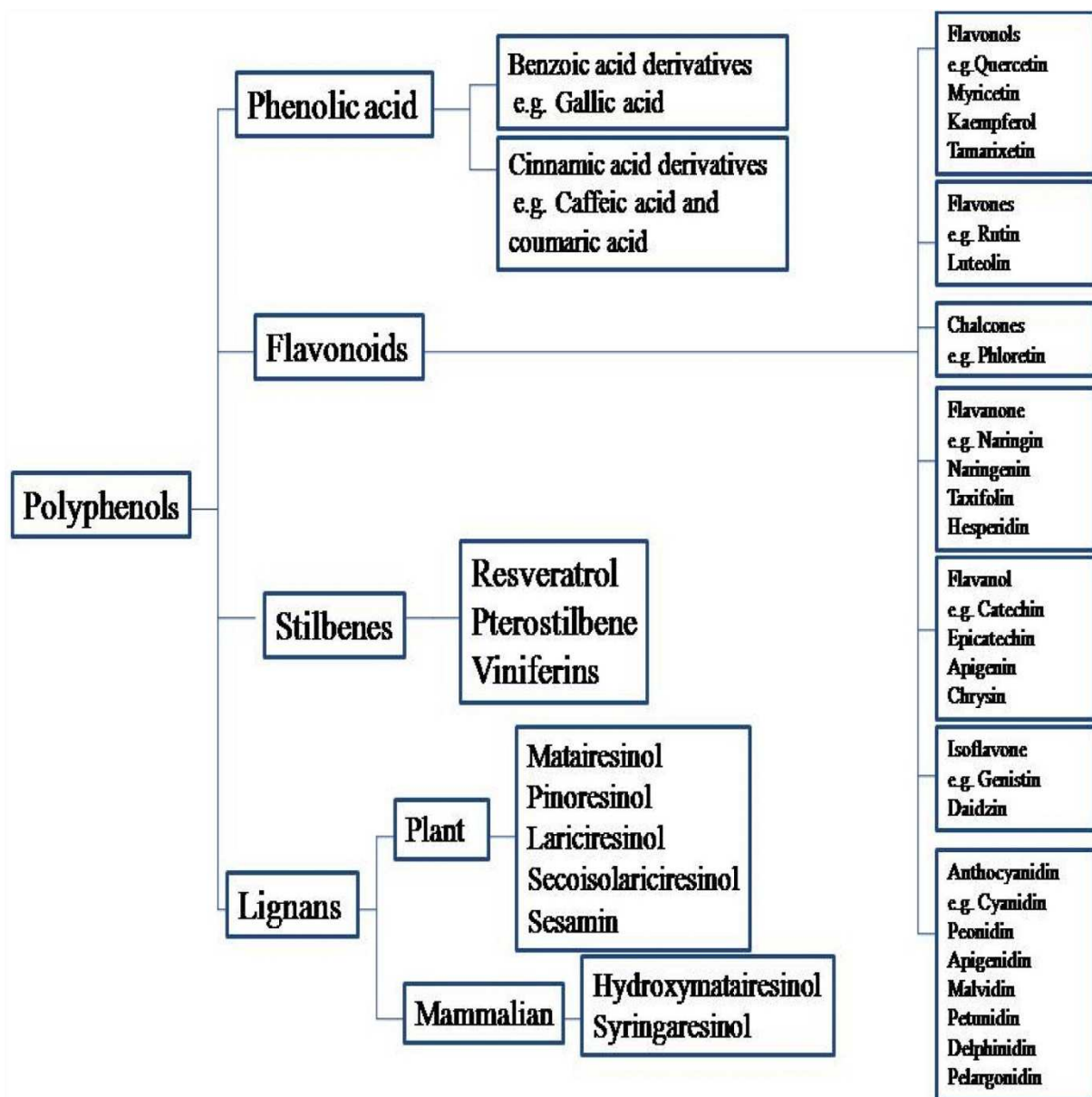


Figure 9: Schéma des composés phénoliques (Kumar et al., 2019)

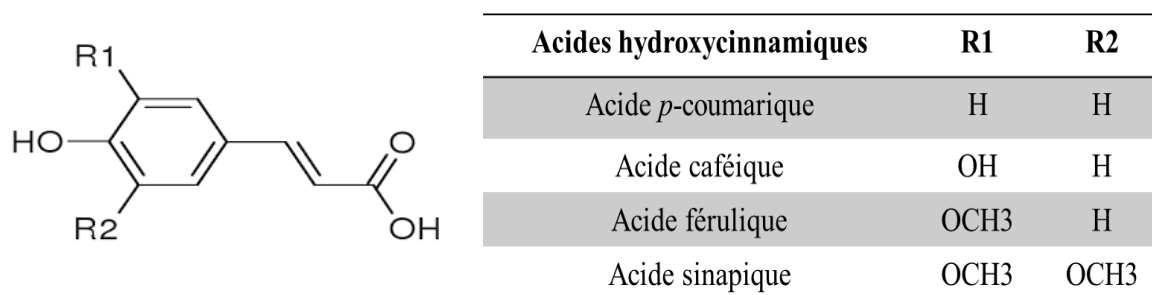
#### 4.7.1 Les acides phénoliques

Les acides phénoliques sont caractérisés par un noyau phénolique substitué en C3 par une chaîne propénoïque. Ils regroupent les acides hydroxybenzoïques caractérisés par un squelette en C6-C1 et les acides hydroxycinnamiques de structure C6-C3.

Les acides hydroxybenzoïques les plus fréquemment rencontrés et se différenciant par les substituants du cycle aromatique sont : l'acide para-hydroxybenzoïque, l'acide protocatéchique et

l'acide vanillique. Ils sont présents généralement sous forme de glycosides. Dans les fruits et légumes, ces composés sont le plus souvent présents à l'état de trace.

De la même manière que les acides hydroxybenzoïques, les acides hydroxycinnamiques se distinguent par les substituants du cycle aromatique, et les structures les plus communes sont l'acide para-coumarique, l'acide caféique, l'acide férulique et plus rarement l'acide sinapique comme le montre la figure 10. Habituellement les acides hydroxycinnamiques sont présents dans les fruits sous formes estérifiées par l'acide quinique, l'acide tartrique ou l'aide skikimique (Collin & Crouzet, 2011).



**Figure 10: Structure chimique des acides hydroxycinnamiques (Collin & Crouzet, 2011)**

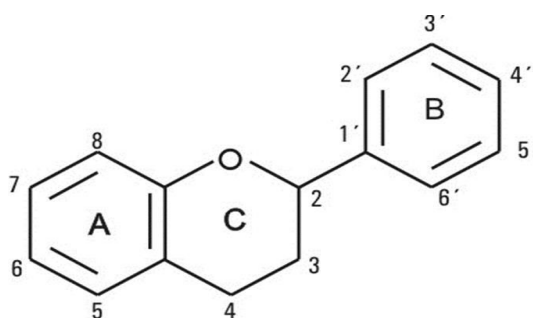
Dans la datte les acides phénoliques sont essentiellement représentés par les acides hydroxycinnamiques. Les acides caffeoylshikimique sont les acides phénoliques caractéristiques de la famille des Palmae (Harborne et al., 1974), avec la prédominance des formes 5-O-acide caffeoylshikimique (Hammouda et al., 2013) et 4-O-acide caffeoylshikimique présents chez quelques cultivars de dattes y compris 'Deglet Nour' (Hammouda et al., 2013 ; Mansouri et al., 2005). Selon l'étude de Hammouda et al., (2013), les acides hydroxycinnamiques sont localisés dans toutes les parties de la datte (peau, chair et noyau) mais principalement dans la peau avec des teneurs plus élevées (0,51 mg/fruit équivalent à 0,051 mg/g de matière fraîche). Amira et al., (2012) ont reporté des teneurs moins important des acides hydroxycinnamiques chez quelques cultivars de dattes au stade Tamr qui diminuent au cours de la maturité et qui varient entre 0,170 et 0,188 mg/g de matière fraîche.

#### 4.7.2 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont formés par un squelette à 15 carbones de structure C6-C3-C6 constitué de deux noyaux aromatiques (cycles A et B) relié par trois atomes de carbone formant un noyau pyrane (hétérocycle C) (Figure 11). En fonction du niveau d'oxydation du noyau C les flavonoïdes peuvent être séparés en sous-groupes distinctifs, comprenant les anthocyanes, les flavan-3-ols (catéchines monomères et proanthocyanidines), les flavones, les flavanones et les flavonols (Bravo



1998; Manach et al. 2004; Tsao, 2010). Selon la littérature, les flavonoïdes de dattes sont principalement des flavones, des flavonols et des flavan-3-ols (Tsao, 2010).



**Figure 11: Structure générale des flavonoïdes (Tsao, 2010)**

#### 4.7.2.1 Flavonols

Les flavonols se caractérisent par un hétérocycle oxygéné et oxydé. Ils existent principalement sous formes glycosylées avec du glucose ou du rhamnose mais d'autres sucres peuvent également être impliqués tels que le galactose, l'arabinose, le xylose et l'acide glucuronique. Les principaux aglycones de flavonols sont la quercétine, le kaempférol, l'isorhamnétine et la myricétine. Les flavonols sont accumulés généralement dans l'épiderme des fruits où leur synthèse est stimulée par la lumière (Herrmann, 1976).

Les flavonols identifiées dans les dattes sont généralement composés de glycoside de quercétine (quercetin 3'-methylether) tels que quercetin rhamnosyl-hexoside sulfate, quercetin 3-O-rutinoside (rutin), quercetin acetyl-hexoside, isorhamnetin-3-O-rutinoside, isorhamnetin hexoside, isorhamnetin acetyl-hexoside, quercetin 3-O-glucoside (isoquercitrin) (Hammouda et al., 2013 ; Mansouri et al., 2005). Hammouda et al., (2013) ont montré que les teneurs de flavonols les plus élevées sont localisées dans la peau des dattes (0,67 mg/fruit équivalent à 0,067 mg/g de matière fraîche) avec une teneur globale (peau et chair) de 0.079 mg/g MF.

#### 4.7.2.2 Flavones

Les flavones sont structurellement très proches des flavonols, la différence provenant de l'absence de l'hydroxyle en C3. Il existe aussi de très nombreuses substitutions des flavones, telles que l'hydroxylation, la méthylation, les O- et C- alkylation et glycosylation. Les flavones sont principalement présentes sous forme de glycosides (Bohm et al., 1998). Les flavones sont représentées majoritairement le chrysoeriol glycosides (luteolin 3'-methylether) (Mansouri et al., 2005 ; Hong et al., 2006) et sont comme les flavonols, localisés principalement au niveau de la peau

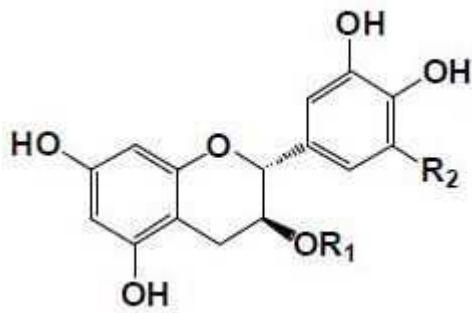
des dattes, mais avec des teneurs moins importantes (Hammouda et al., 2013). Les études détaillant les teneurs de chacun de ses composés restent limitées.

#### 4.7.2.3 Flavan-3-ols

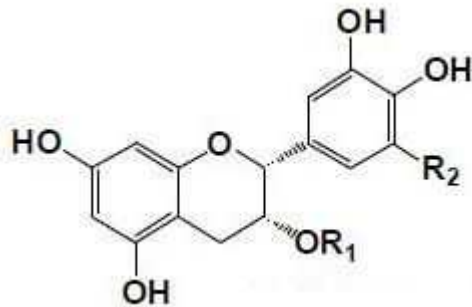
##### ✓ Les monomères

Les monomères de flavan-3-ols sont communément appelés catéchines. Ils se caractérisent par un hétérocycle central C saturé substitué en C3 par un hydroxyle, la présence de deux carbones asymétrique en C2 et en C3 ouvre la possibilité de 4 isomères. La (+)-catéchine est l'isomère de configuration trans alors que la (-)-épicatéchine est l'isomère de configuration cis (Figure 12). Les monomères de flavan-3-ols peuvent porter de groupement gallate, comme la (+)-catéchine gallate et l'(-)-épicatéchine gallate (Figure 12). La (+)-catéchine et la (-)-épicatéchine sont les deux isomères les plus répandus dans les fruits et les légumes (Tsao, 2010; Tsao et al., 2003).

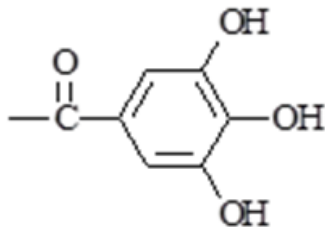
Dans la datte, les teneurs en (+)-catéchine et (-)-épicatéchine diminuent avec la maturation. Selon Hammouda et al., 2013 les monomères de catéchine dans les parties comestibles de la datte (peau+chair) passent de 2,9 mg/fruit au stade Kimri, à 1,6 mg/fruit au stade Khalal, jusqu'à 0,5 mg/fruit au stade Tamr et ne sont plus présents au dernier stade de maturité (Hammouda et al., 2013 ; Amira et al., 2012). Les teneurs de ces composés restent très limités.



Monomères de flavan-3-ols	R1	R2
(+)-catéchine	H	H
(+)-catéchine gallate	OG	H
(+)-gallocatéchine	H	OH
(+)-gallocatéchine gallate	OG	OH



Monomères de flavan-3-ols	R1	R2
(-)-épicatéchine	H	H
(-)-épicatéchine gallate	OG	H
(-)-épigallocatéchine	H	OH
(-)-épigallocatéchine gallate	OG	OH



G=gallate

Figure 12: Structures des différents monomères de flavan-3-ols (Tsao, 2010).

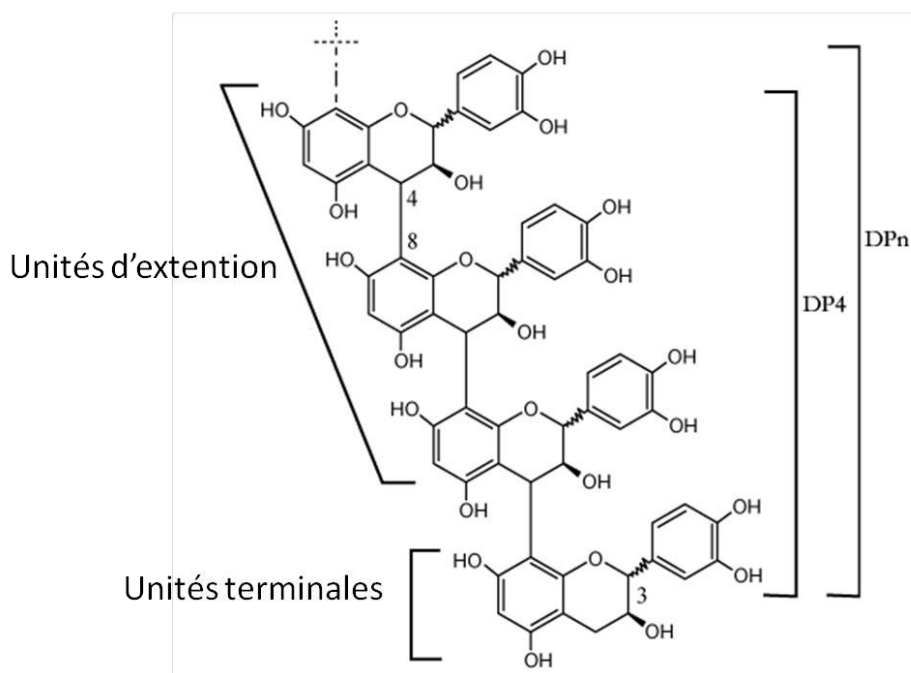
### ✓ Les proanthocyanidines

Les proanthocyanidines plus connus sous le nom de tanins condensés sont des oligomères et polymères de flavan-3-ols. Le terme tanins condensés est généralement utilisé pour les distinguer des tanins hydrolysables qui consistent en une estérification d'un polyol, généralement du glucose, par un acide gallique. Les proanthocyanidines doivent leur nom à leur capacité à libérer des anthocyanidines par rupture de la liaison interflavanique en milieu acide à chaud (Bate-Smith, 1954 ; Aron & Kennedy, 2008).

Il existe 13 catégories de proanthocyanidines en fonction du niveau d'hydroxylation des noyaux A et B d'après Aron & Kennedy (2008). Seules les procyanidines seront détaillées dans cette synthèse bibliographique car ce sont les seules proanthocyanidines présentes dans la datte (Hammouda et al., 2013 ; Mansouri et al., 2005). Les procyanidines se distinguent par :

- la nature des unités constitutives comme le montre la figure 13
- la localisation et la nature de la liaison interflavanique reliant chaque monomère

-le nombre d'unité constitutive de la molécule c'est-à-dire le degré de polymérisation (Hemingway, 1989)



**Figure 13: Structure de base des procyanidines (Guyot et al., 1998)**

Les procyanidines sont des oligomères et des polymères de catéchines et représentent jusqu'à 98 % (Hammouda et al., 2013) des polyphénols totaux selon la variété étudiée (Hammouda et al., 2013) et pour des concentrations allant jusqu'à 14 g/kg de matière fraîche comestible (peau et chair) de la datte. Les procyanidines de datte sont constituées à plus de 95% de (-)-épicatéchine localisée en unité terminale et en unité d'extension. La (+)-catéchine quant à elle est présente uniquement en unité terminale (Hammouda et al., 2013).

Deux types de procyanidines se distinguent en fonction de la localisation et de la nature de la liaison interflavonique : les procyanidines de type B et les procyanidines de type A. Les procyanidines de type B se caractérisent par une seule liaison interflavonique reliant deux unités constitutives qui peut être de type C4-C8 ou C4-C6, la liaison C4-C8 étant la plus répandue (Tsao, 2010). Les procyanidines de type A, à priori non présents dans la datte, comportent deux liaisons interflavoniques. La première relie les carbones C4-C8 ou C4-C6 et la seconde correspond à une liaison éther additionnelle reliant les carbones C2 et C7 (C2-O-C7) ou les carbones C2 et C5 (C2-O-C5). Les procyanidines de type B sont les plus détectés et par conséquent sont les plus répandus que les procyanidines de type A et ont été identifiés dans de nombreux fruits tels que la pomme (Sanoner et al., 1999 ; Guyot et al., 1998), le raisin (Rigaud et al. (1993), la pêche (Ceccarelli *et al.*, 2016) et la prune (Tomás-Barberán & Espin, 2001).

### ✓ **Degré de polymérisation des procyanidines**

Le degré de polymérisation moyen (DPn) des procyanidines est le nombre moyen d'unités de flavan-3-ols constitutives d'une molécule de procyanidine. Le degré de polymérisation peut être calculé grâce à la réalisation d'une thioacidolyse, réaction chimique spécifique aux procyanidines. Elle est basée sur le clivage des liaisons interflavoniques en milieu organique et acide sous certaines conditions de températures et en présence d'un excès de nucléophile soufré (Porter et al., 1986). Il varie en fonction de la variété, de la localisation tissulaire (peau, pulpe, graines...) et du stade de maturité et il est hautement lié aux perceptions d'astringence et d'amertume (Lea & Arnold, 1978). Dans la datte les procyanidines sont hautement polymérisées avec des DPn de l'ordre de 8,9 dans la peau, de 33,2 dans la chair et de 7,5 dans le noyau. (Hammouda et al., 2013).

### ✓ **Les polyphénols dans les dattes**

Les dattes sont des fruits riches en polyphénols (Hammouda et al., 2013; Awad et al., 2011; Besbes et al., 2009; Mansouri et al., 2005; Hong et al., 2006) possédant des effets anti-inflammatoires et peuvent contribuer à des effets bénéfiques (Baliga et al., 2010). Les teneurs des polyphénols des deux cultivars 'Deglet Nour' et 'Ftimi' ont atteint une valeur moyenne de 14 mg/g de matière fraîche selon Hammouda et al., (2013). Les principaux composés phénoliques des dattes sont les acides hydroxycinnamiques et les flavonoïdes. Les teneurs en polyphénols sont essentiellement exprimés en phénols totaux avec des variations en fonction du standard utilisé, très peu d'études se sont intéressées à l'étude du profil phénolique des dattes en détails (Mansouri et al., 2005 ; Amira et al., 2012 ; Hammouda et al., 2013) par HPLC couplée à la spectrométrie de masse.

Les études visant l'évolution des composés phénoliques chez les dattes au cours du stockage sont manquantes. Selon le type de fruit étudié, les composés phénoliques peuvent être affecté par la température et la durée de conservation (Kevers et al., 2007).

Les polyphénols peuvent être affecté par un traitement thermique, ils ont diminué chez les dattes 'Deglet Nour' suite à un traitement de désinsectisation à 60 °C pendant 3 minutes. Par contre Mrabet et al., (2015) ont observé une augmentation de la teneur en polyphénols après un traitement d'hydratation des dattes sèches à 180 °C et 200 °C. Ce phénomène a été aussi identifié chez d'autres fruits, pouvant être expliqué par la libération des polyphénols après décompartmentation cellulaire dû au traitement thermique permettant d'augmenter leur extractabilité (Wen et al., 2010).

## **5 Altérations des dattes au cours de la conservation**

Au cours de la conservation, les dattes peuvent être sujettes à plusieurs formes d'altérations d'ordre pathologique, physiques et chimiques comme détaillé ci-dessous, si les conditions de stockage ne sont pas maîtrisées :

## ✓ Pathologique

-**Les levures** : *Zygosaccharomyces* peuvent se développer libérant dans ces conditions une odeur alcoolique typique de fermentation.

-**Les Moisissures** issues du développement de champignons tels que : *Aspergillus*, *Alernaria* et *Penicillium spp.* Le développement d'*Aspergillus falvus* dans les dattes au stade Khalal et Rutab peut entraîner la libération d'aflatoxines dangereuses pour la santé humaine (Warner et al., 1990).

-**Les bactéries** lactiques peuvent conduire à l'acidification des dattes par la transformation des sucres en acide lactique et citrique (Warner et al., 1990).

Les conditions favorisant le développement de ces pathogènes et les altérations qui en dérivent sont essentiellement dues à :

-L'humidité élevée (au cours du stockage (HR) ou au moment de la récolte (pluie))

-La température de stockage élevée >20°C

-La teneur en eau des dattes élevée (>30%)

## ✓ Physique

Les dégâts physiques, essentiellement dû à des manipulation et d'ordre mécanique (chocs, écrasement, séchage...) se produisent lors de la récolte et du conditionnement des dattes. Ils accélèrent le processus biologique d'altération. Par ailleurs, la peau de la datte devient sèche, ferme, fragile et peut se détacher de la chair. Ce phénomène apparait dans le cas des dattes molles suites à de fortes températures (entre 30 et 55°C) utilisées pour la maturation des dattes et une humidité élevée durant la maturation liée aux conditions climatiques et aux procédures d'irrigation (Kader & Hussein, 2009)

## ✓ Chimique

-**Le Brunissement enzymatique** se produit dès lors que l'enzyme la polyphénol oxidase (PPO) est en contact, par une blessure du fruit, avec ses deux substrats que sont l'oxygène et les composés phénoliques. Il en résulte l'apparition de produits d'oxydation. Ce brunissement apparaît suite aux manipulations post-récolte, à la conservation et aux transformations technologiques (découpage, broyage, déshydratation, congélation). La formation des pigments bruns chez quelques fruits tels que les dattes n'est pas toujours indésirable, un certain degré de brunissement pourrait être recherché lors de la maturation de fruits sec tel que les dattes ou lors des processus de transformations alimentaires (fermentation du thé, séchage du tabac...) (Jeantet et al., 2006).

-**Le Brunissement non enzymatique** regroupe l'ensemble de réactions chimiques intervenant lors de la préparation ou le stockage des produits alimentaires. Il est responsable de la formation des composés colorés bruns, de substances volatiles et sapides qui conditionnent la qualité

sensorielle des aliments. Le brunissement non enzymatique est associé à plusieurs réactions chimiques tels que la caramélisation (dégradation thermique des sucres) associée à la réaction de Maillard qui résulte des interactions de sucres et acides aminés (acides aminés, protéines, peptides). Ces phénomènes se produisent dans des conditions technologiques à hautes températures (environ 200 °C pour le saccharose) (Jeant et al., 2006). Les dattes supportent une température de 74 à 79 °C sans altération du goût et la caramélisation est obtenue à partir de 88 °C (Reed, 1924).

Les brunissements enzymatiques et non-enzymatique sont indésirables, lorsqu'ils altèrent la qualité organoleptique des fruits.

**-La cristallisation et l'accumulation des sucres sous la peau** des dattes molles est favorisé par une non maîtrise des conditions de temps et de température. Dehghan-Shoar et al., (2010) ont montré qu'une conservation des dattes 'Sayer' à -18°C ainsi qu'une conservation dans un emballage sous atmosphère modifiée (85% CO<sub>2</sub> +3% O<sub>2</sub> + 12% N<sub>2</sub>) à 30°C pendant 150 jours a permis de réduire le pourcentage de cristallisation des sucres (<5%). Selon ces auteurs, les températures élevées (<30 °C) au moment de la conservation ainsi l'augmentation du % de CO<sub>2</sub> inhibent ce phénomène, ce qui laisse suggérer qu'au cours de la conservation des dattes, comme l'eau se déplace de l'intérieur du fruit vers l'extérieur suite à la respiration et la maturation, ce mécanisme est susceptible d'être retardé dans des conditions de basses températures mettant ainsi plus de temps à solubiliser les sucres. Par conséquent, l'évaporation de l'eau à la surface du fruit pourrait former des cristaux de sucres. A l'issue de cette hypothèse, les traitements ayant pour but la retardation de la maturité des dattes pourraient être à l'origine de la réduction de la cristallisation des sucres. D'après Kader & Hussein, (2009), la cristallisation des sucres n'a pas d'influence sur le goût du fruit, par contre elle peut être considérée comme dégât physique puisqu'elle altère l'apparence et la texture des dattes.

## Problématique & Objectifs

La manutention post-récolte joue un rôle important dans le maintien de la qualité des dattes. De bonnes pratiques de manutention et de stockage de dattes avec des traitements post-récolte appropriés nécessitent une bonne connaissance des propriétés physiologiques du fruit étudié.

Malgré l'importance des dattes en Tunisie, aucune étude complète, jusqu'à ce jour, n'a été faite pour déterminer les techniques de conservation frigorifique optimales et l'influence des traitements post-récoltes sur la qualité des fruits. L'objectif général de cette thèse est d'étudier la variation de la qualité des dattes 'Deglet Nour' et communes en fonction des conditions et techniques de conservation, et des traitements post-récoltes. Pour atteindre ce but, les objectifs spécifiques suivants ont été fixés:

- 1- Etudier la variation de la qualité des dattes 'Deglet Nour' sous quatre différentes températures de conservation et durant une période allant jusqu'à 9 mois.
- 2- Etudier la variation de la qualité de quelques cultivars de dattes communes consommées au stade Khalal durant la conservation frigorifique en vue d'une meilleure valorisation.
- 3- Etudier la variation de la qualité des dattes 'Deglet Nour', et communes consommées au stade Khalal, conservées avec différents types d'emballages sous atmosphères modifiées.
- 4- Etudier l'effet du traitement d'hydratation par la vapeur d'eau, couramment appliqué dans les stations de conditionnement, sur la qualité des dattes 'Deglet Nour'.

La figure ci-dessous (Figure 1) illustre les points critiques de la chaîne d'approvisionnement des dattes dans les stations de conditionnement qui seront les sujets d'étude de ce travail de thèse :



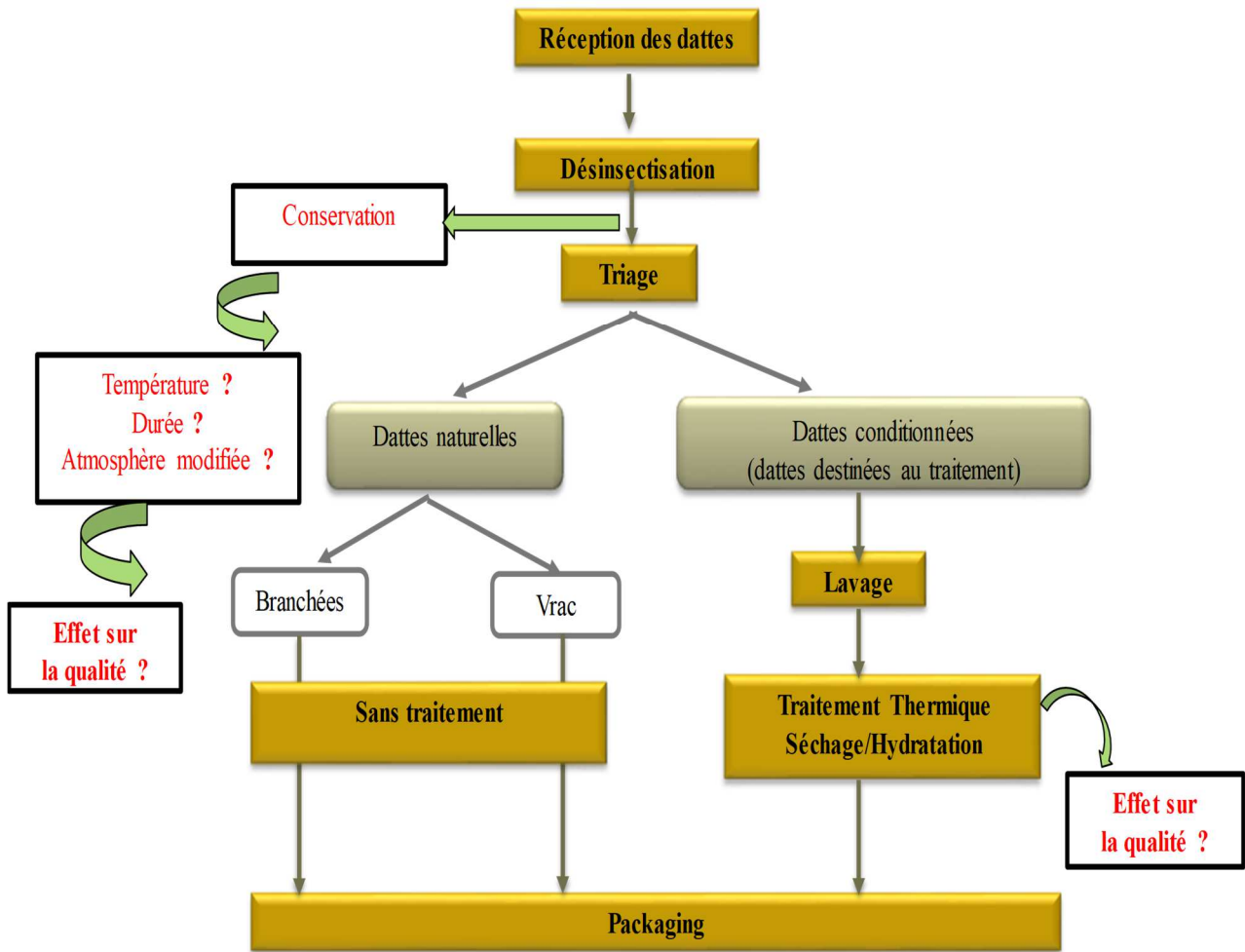


Figure 1 : Points critiques de la chaîne d’approvisionnement des dattes



## *Chapitre 1*

**Effet de la température et de la durée de conservation sur la qualité des dattes 'Deglet Nour' et des dattes communes**



# **Chapitre 1 : Effet de la température et de la durée de conservation sur la qualité des dattes ‘Deglet Nour’ et des dattes communes**

## **Introduction à l'étude**

Comme évoqué dans l'introduction générale et les problématiques et démarches, le but initial de ce travail est l'évaluation de la qualité des dattes, consommées fraîches et qui sont écoulées sur le marché tout au long de l'année après être stockées dans différentes conditions de conservation et en adoptant différentes techniques.

Le but donc, de ce premier chapitre est d'étudier dans un premier temps l'effet des conditions de conservation (températures : -18, 0, 2 et 4 °C et durées : 3, 6 et 9 mois) sur la qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes ‘Deglet Nour’ (**partie 1**) afin de déterminer la température optimale pour la conservation. Dans cette partie, il est important de noter que la différence entre les températures étudiées 0, 2 et 4 °C, qui sont les couramment utilisées dans les usines de conditionnement des dattes en Tunisie, est importante à considérer puisque la datte est considérée dans ce cadre comme un fruit frais et pas comme un fruit sec. La température -18 °C est une température de référence dans notre cas, utilisée aussi par certains industriels disposants de chambres négatives, surtout ceux travaillant les dattes biologiques.

La **2<sup>ème</sup> partie** de ce chapitre est consacrée à l'étude de l'effet des conditions de conservation (températures : 2 °C et durées : 1 et 2 mois) sur la qualité organoleptique et nutritionnelle de trois cultivars de dattes communes consommés au stade khalal.

Le but commun de ces deux parties est l'optimisation des températures et durées de conservation afin de préserver la qualité initiale des dattes.

## **Partie 1 : Effet de la température et de la durée de conservation sur la qualité des dattes ‘Deglet Nour’**

Cette partie a fait l’objet d’un article publié dans *LWT-Food Science and Technology*

- 🌿 Cherif, S., Le Bourvellec, C., Bureau, S., Benabda, J. (2021). Effect of storage conditions on ‘Deglet Nour’ date palm fruit organoleptic and nutritional quality. *LWT- Food Science and Thechnology*, 137, 110343.

## 1. Introduction

The date palm tree (*Phoenix dactylifera* L.) is cultivated as a food and cover approximately 3% of cultivated areas in the world (Dowson, 1985). Native to the Middle East region, date palm tree is grown extensively in arid and semiarid regions of the world (Ahmed et al., 1995). Date (*Phoenix dactylifera* L.) is a fruit of high economic and nutritional relevance and date palm constitutes the basis of economy for the people living in Tunisian Sahara.

Moreover, in human nutrition, date palm fruits are considered as an important part of the Mediterranean diet regardless to their high nutritional value (protein, dietary fibers, sugars, organic acids, antioxidants, vitamins, fatty acids, and minerals) (Awad et al., 2011; Al-Farsi et al., 2005b; Elleuch et al., 2008). Date palm fruits are also used in traditional medicine, and studied for their role against hypertension, cancer, infections, heart diseases, etc. (Vayalil, 2012).

In Tunisia 'Deglet Nour' date palm is the most produced cultivar, it is also the most appreciated cultivar both locally and internationally. Its production is increasing and reaches 241 321 tons from a total date palm production of 305 251 tons in 2018 harvest season (GIFruits, 2018). Moreover, 'Deglet Nour' date palm represent 16% of total agriculture product exportations. However, date palm production is accompanied by a loss in the supply chain due to reducing fruit quality that is a fundamental aspect for the consumer.

Storage at low temperature is an efficient approach to maintain quality and increase postharvest life by reducing fruit metabolic activity (Siddiq & Greiby, 2013). Optimal storage conditions for dates at Tamer stage are 0 °C for 6 to 12 months, depending on cultivar: semi-soft dates, like 'Deglet Nour' and 'Halawy', have longer storage-life than soft dates, like 'Medjool' and 'Barhee'. For extended storage, the use of temperatures below the highest freezing temperature of -15.7 °C is recommended (Kader & Hussein 2009; Jemni et al., 2019; Ismail et al., 2008). Dates fruits with 20% or lower moisture can be kept at -18 °C for more than one year, at 0 °C for one year, at 4 °C for 8 months, or at 20 °C for one month, relative humidity should be kept at 65-75% for all cases (Kader & Hussein 2009). However, in Tunisia, the storage process is not well mastered and date palm fruits are stored arbitrary between 2 and 5 °C. During storage, the ripening-related loss of firmness or softening is due to the cell wall degradation resulting in a lower quality. Fruit softening is a result of changes of the cell wall components, its involve hydrolysis of neutral sugars from pectin side chains, and depolymerisation, which are associated with cell wall degrading enzymes activities, such as polygalacturonase (PG), pectin methylesterase (PME), cellulase,  $\beta$ -galactosidase ( $\beta$ -GAL), and  $\alpha$ -arabinofuranosidase ( $\alpha$ -ARF) (Deng et al., 2005; Wei et al., 2010; Wang et al., 2018; Gwanpua et al., 2016; Chen et al., 2017a; Chen et al., 2017b; Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Hasegawa & Smolensky, 1971). In date palm fruits, the most commonly reported

modifications indicate a loss of galactose and uronic acid (Gribaa et al., 2013; Awad et al., 2011). Nutritional compositions of fruits are also modified during storage, and depend on storage conditions such as time and temperature. Total polyphenol amounts in ‘Deglet Nour’ date palm decrease slightly with storage time (Jemni et al., 2019) but increase with freezing temperatures (Allaith et al., 2012; Biglari et al., 2009; Hazbavi et al., 2015), it is probably due to a better extractability of phenolic compounds. Since quality parameters are affected by storage, it is very important to understand the effect of such storage conditions on the different characteristics and on consumers’ acceptability of the date palm fruit. Many studies are dedicated to the effect of storage on different fruit and vegetable attributes (Ismail et al., 2008; Harker et al., 2003).

Unfortunately, few studies are focused on date palm quality parameters. The ideal storage temperature and time for fresh date palm fruit consumption should be evaluated and identified in order to avoid qualitative and quantitative losses. Therefore, the aim of this work was to assess the effect of cold storage conditions, temperature and time on date palm fruit ‘Deglet Nour’ organoleptic and nutritional composition in order to define the optimum storage conditions.

## **2. Material and methods**

### **2.1 Chemical**

Polyphenol standards ((+)-catechin, (-)-epicatechin, 4-cafeoylshikimic acid, 5-cafeoylshikimic acid, rutine, isorhamnétine and chrysoeriol) were purchased from Extrasynthese (Lyon, France). Acetonitrile of HPLC grade and methanol were from Carlo Erba Reagents S.A.S (Val de Reuil, France), formic acid, was from Sigma-Aldrich (Deisenhofen, Germany). Ethanol, acetone and sulfuric acid were from Fisher Scientific (Fair Lawn, NJ, USA). Neutral sugar standards (rhamnose, fucose, arabinose, xylose, mannose, galactose, and glucose) were from Fluka (Buchs, Switzerland). N-methylimidazole and acid anhydride were from Acros Organics (Geel, Belgium). Ammonium hydroxide solution (NH<sub>4</sub>OH) (33%), Sodium borohydride (NaBH<sub>4</sub>) and acetic acid were from Merck Chimie SAS, an affiliate of Merck KGaA, Darmstadt, Germany

### **2.2 Plant material**

‘Deglet Nour’ date (*Phoenix dactylifera* L.) were hand harvested and collected from Kebeli oasis in the South of Tunisia (33° 42' 7" North and 8° 58' 25" East) at the end of October during two harvest seasons (2017 and 2018). Fruits were collected at the fully maturity stage Tamr stage which corresponds to the last physiological stage as described by Hussein & El-Zeid, (1975) and Al-Shahib & Marshall (2003) when date palm fruit colour darken with soft and semi-soft texture. Date palm spikelets (about 25 kg) were transported in plastic boxes at ambient temperature to postharvest laboratory in the Higher Agronomic Institute of Chott Mariem, Tunisia. Date palm fruits were

manually detached from the spikelets and sorted to discard infested, immature and damaged fruits in the order to have a homogenous and uniform sample. Date palm fruits were stored in small PET containers (190x 115x 58 mm) at -18 °C, 0 °C, 2 °C and 4 °C during 3, 6 and 9 months.

Thirty date palm fruits were considered for each biological replicate and for each condition (temperature/time pair), leading to 4 temperatures x 3 times x 3 replicates, i.e. 36 samples for each year (2017 and 2018).

### **2.3 Sample preparations**

After each storage time, date fruits were pitted, cut into small pieces, dropped in liquid nitrogen and stored at -20 °C until delivery to INRAE PACA, (Avignon, France). Samples were then ground in liquid nitrogen using an IKA®A11 basic analytical mill (Ika Labortechnik, Staufen, Germany) in order to obtain a fine homogeneous powder. Fresh powders used for the determination of soluble sugars and organic acids were conserved at -80 °C until analysis whereas samples used for polyphenols, cell wall isolation as Alcohol Insoluble Solides (AIS) and Mid Infrared Spectroscopy determination (MIR) were freeze-dried and finally stored at -20 °C until analysis.

### **2.4 Mid Infrared Spectroscopy**

Mid Infrared Spectra were acquired at room temperature using ATR Tensor 27 FT-IR spectrometer (Bruker Optics, Wissembourg, France) equipped with a single-reflectance horizontal diamond crystal (Golden Gate, Bruker Optics). All date fruit samples were analyzed using the dried powder of whole fruit to compare their spectral quality according to the storage conditions. Freeze-dried powder was placed on the ATR (Attenuated Total Reflection) crystal and was pressed with a system press tip flap. The spectra were acquired from 4000 to 600  $\text{cm}^{-1}$  and corrected against the background spectrum of air. Each spectrum was obtained by taking the average of 16 scans. Nine spectra were acquired on different aliquots for each sample to evaluate its heterogeneity. The crystal was cleaned between measurements with deionized water and well dried. Instrument control and spectra collection were performed using OPUS software (version 4.0, Bruker, France) supplied by the equipment manufacturer. The absorption ranged between 2400 and 2200  $\text{cm}^{-1}$ , due to carbon dioxide, was discarded prior to the calculation. Spectral pre-processing and multivariate data analysis were performed with Matlab 7.5 (Mathworks Inc. Natick, MA) software using the SAISIR package (Bertrand & Cordella, 2008). Principal Component Analysis (PCA) was applied in order to get an overview of the sample discrimination characterized by their infrared spectral data according to storage conditions.

## **2.5 Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation**

Alcohol Insoluble Solids (AIS) were prepared according to previous papers with some modifications (Renard et al., 1990; Renard 2005). Approximately 2 g of freeze-dried date palm powder were dropped in 15 mL of 96% boiling ethanol and let for 30 min. Suspension was then transferred to a 50 mL empty Sep-pack column (Interchim, Montlucon, France) equipped with a sinter of porosity 20  $\mu\text{m}$ . The suspension was washed with ethanol 70% at room temperature until the filtrate was sugar-free as shown by the negative reaction of the phenol sulphuric test (Dubois et al., 1956). Sample was then dried by solvent exchange with acetone: water (v/v 60:40, three times), acetone: water (v/v 80:20, two times) and then with acetone 100% until discolouration of the supernatant. The residue was then dried at 37 °C during 48 h and weighted. AIS yields were expressed in mg/g of Fresh Weight (FW).

## **2.6 Analysis methods**

### **2.6.1 Sugars and organic acids**

Sugars (glucose, fructose and sucrose) and organic acids (malic acid and citric acid) were quantified using colorimetric-enzymatic methods (Boehringer Mannheim Co., Mannheim, Germany) and expressed in mg/g FW. Absorbance was measured at 340 nm with a SAFAS flx-Xenius XM spectrofluorimeter (SAFAS, Monaco).

### **2.6.2 Neutral sugar analysis**

Neutral sugars from AIS samples were analysed as alditol acetates after acid prehydrolysis and hydrolysis. For the quantification of cellulosic glucose and galacturonic acid, 10 mg of AIS samples were submitted to prehydrolysis by adding 250  $\mu\text{l}$  of 72% sulphuric (1 hour at room temperature) (Saeman et al., 1954). The solution was then diluted by addition of 1 mL of water and 1 mL of inositol (internal standard). For only neutral sugar quantification no prehydrolysis was carried out, and directly 1 mL of 1M sulphuric acid and 1 mL of inositol (internal standard) were added to 10 mg of AIS samples. All Samples were hydrolysed for 3 hours in a heater block at 100°C. After hydrolysis they were derivatised to volatile alditol acetates (Englyst et al., 1982). Extracts were injected on a GC-FID Clarus 500 (PerkinElmer, Waltham, USA) with a capillary column Optima of 30 m  $\times$  0.25 mm, coated with 0.25  $\mu\text{m}$  film thickness (Marcherey-Nagel, Duren, Germany). The conditions were as follows: temperature of injection 250 °C in split mode (1:8 ratio) with injection volume of 1.5  $\mu\text{l}$  column flow 35 cm/s, oven temperature 230°C; FID detector (250°C, H<sub>2</sub> flow 45 mL/min/pressurized air). Results were expressed in mg/g AIS.



### **2.6.3 Uronic acids assay**

After acid prehydrolysis (Seaman procedure), samples were used to measure their uronic acid contents with a spectrophotometric method at 520 nm using a spectrophotometer (V-530 Jasco, Tokyo, Japan), and the m-hydroxydiphenyl (MHDP) assay as described by Blumenkrantz et al., (1973) with galacturonic acid as external standard, expressed as anhydrouronic acids (AUA). Results were expressed in mg/g AIS.

### **2.6.4 Methanol assay**

Methanol in AIS samples was determined by Headspace-GC-MS (HS-GC-MS) after saponification using CD<sub>3</sub>OH as internal standard as described by Renard & Ginies, (2009). The degree of methylation (DM) was calculated as molar ratio of methanol to uronic acid.

### **2.6.5 Lignin content**

Lignin was analyzed in AIS samples as described by Syros et al. (2004) with some modifications. Samples (10–15 mg) were digested in 1 mL 25% acetyl bromide in acetic acid containing 2.7% (v/v) perchloric acid. Then, the mixture was incubated for 30 min at 70 °C. After the mixture was cool down, 10 µl for each sample were added to 570 µl of a solution of [17.24% (v/v) 2N NaOH and 82.76% (v/v) acetic acid]. Finally, 20 µl of 7.5 M hydroxylamine hydrochloride was added to stop the reaction. The total volume was then corrected to 2 mL with acetic acid and the absorbance was read at 280 nm using a spectrophotometer V-530 (Jasco, Tokyo, Japan). The amount of lignin was calculated from a linear calibration curve created with commercial alkali lignin.

### **2.6.6 Polyphenol quantification**

Polyphenol composition was determined by HPLC-DAD with or without thioacidolysis as described by Guyot et al., (2001). Their characterization and quantification were performed using an Ultra Fast Liquid Chromatography Prominence system (Shimadzu, Kyoto, Japan) controlled by the LabSolutions software (Version 5.57, Shimadzu, Kyoto, Japan).

#### **Polyphenol identification by HPLC-ESI-MS<sup>2</sup>**

HPLC/ESI-MS<sup>2</sup> analysis was performed on an Acquity Ultra performance LC (UPLC) apparatus from Waters (Milford, MA, USA), equipped with a photodiode array detector (detection at 280, 320, 350 and 520 nm) coupled with a Bruker Daltonics (Bremen, Germany) HCT ultra ion trap mass spectrometer with an electrospray ionization source. Separations were achieved using a Kinetex 2.6 µm C18 100A LC column 100x4.6 mm (Phenomenex, Torrance, CA, USA) protected by a guard column of the same material (C18 100A LC column 100x4.6 mm (Phenomenex,

Torrence, CA, USA) operated at 30 °C. The mobile phase consisted of water/formic acid (99:1, mL/mL) (eluent A) and acetonitrile (eluent B). The flow rate was 1 mL/min. The elution program was follows: 3-9% B (0-5 min); 9-16% B (5-15 min); 16-50% B (15-45 min); 50-90% B (45-48 min); 90-90% B (48-52 min); 90-3% B (52-55 min); 3-3% B (55–60 min). Samples (crude extracts) were injected at a level of 10 µL. For polyphenol characterization, a capillary voltage of 2 kV was used in the negative ion mode. Nitrogen was used as drying and nebulizing gas with a flow rate of 12 L/min. The desolvation temperature was set at 365 °C and the nebulization pressure at 0.4 MPa. The ion trap was operated in the Ultrascan mode from m/z 100 to 1000.

### **Polyphenol quantification:**

Separations were achieved using a Kinetex 2.6 µm C18 100A LC column 100x4.6 mm (Phenomenex, Torrence, CA, USA) operated at 30 °C. The mobile phase consisted in water: formic acid (99:1, v/v) (eluent A) and acetonitrile (eluent B). The flow rate was 1 ml/min. The elution program was as follows: 3-9% B (0-5 min); 9-16% B (5-15 min); 16-50% B (15-45 min); 50-90% B (45-48 min); 90-90% B (48-52 min); 90-3% B (52-55 min); 3-3% B (55–60 min). 20 µl of samples were injected. Quantification was achieved by comparison with standard solutions of known concentrations at 280 nm for (+)-catechin, (-)-epicatechin and (-)-epicatechin benzyl thioether (quantified as (-)-epicatechin); at 320 nm for cafeoylshikimic hexoside-1, cafeoylshikimic hexoside-2, 4-cafeoylshikimic acid, 5-cafeoylshikimic acid, cafeoylsinapoyl hexoside; at 350 nm for flavonols (quercetin quantified as quercetin-3-rutinoside and isorhamnetin quantified as isorhamnetin rutinoside and isorhamnetin hexoside) and for flavones (quantified as chrysoeriol rhamnosyl hexoside and chrysoeriol hexoside sulfate).The average degree of polymerisation was calculated with the molar ratio of all flavan-3-ol units (thioether adducts plus terminal units) to (-)-epicatechin and (+)-catechin corresponding to terminal units. Results were expressed in mg/g of Fresh Weight and total polyphenol contents quantified as the sum of the individual compounds.

### **2.7 Statistical analysis**

Results are presented as mean values of triplicates for each storage temperature and time. Data are reported as the mean ±pooled standard deviation (Pooled SD). Pooled SDs were calculated for each series of replicates using the sum of individual variances weighted by individual degrees of freedom (Box et al., 1978). Statistical analysis were established using XLSTAT package of Microsoft Excel. Significant differences (p<0.05) between means were evaluated by one-way ANOVA and Tukey's multiple range test. Principal Component Analyses (PCA) was applied in

order to get an overview of the infrared spectral data discrimination according to storage conditions and to interpret variable relationships.

### **3 Results**

#### **3.1 Mid-infrared spectroscopy**

A Principal Component Analysis (PCA) was carried out using the spectral data in the range between 1500 and 900  $\text{cm}^{-1}$  in order to evaluate the possibility of using these data to discriminate date palm samples according to their storage conditions (Fig.14). The eigenvectors associated with this PCA were represented in Fig.15. The first two components (PC1 and PC2) explained more than 85% of the total variance with 66.7 % for the PC1 and 18.7% for the PC2 respectively. As regards to the years, the 2017 samples were more gathered than the 2018 ones probably in relation with a highest variability in 2018 than in 2017. The storage conditions did not involve change of date palm characteristics in 2017 whereas in 2018, samples were separated in two clusters; one of which was overlapped with 2017 samples. In 2018, the storage conditions impacted the date palm quality by separating on the left samples stored during 3 and 6 months (T3 and T6) at 2°C and 4°C from the others. This spectral region considered as the fingerprint region (1500 and 900  $\text{cm}^{-1}$ ) corresponds to the absorption of fruit major components, such as sugars, and bands are assigned to C-O, C-C, O-C-H, C-O-H stretching or bending vibrational modes (Talari et al., 2017). This spectral range contains qualitative and quantitative information about sugars, organic acids, cell walls and phenolic compounds, as demonstrated in Bureau et al. (2012) and Canteri et al., (2019). In our work, the main absorptions were observed at 983  $\text{cm}^{-1}$  characterizing the samples localized on the left of the map in opposition with a cluster of peaks around 1028  $\text{cm}^{-1}$  characterizing the samples on the right (Fig.14). This area incorporates bands typical of soluble sugars (glucose, fructose, sucrose) such as bands assigned to the C-O and C-OH stretch (1025, 1055  $\text{cm}^{-1}$ ) and of polyphenols (1200  $\text{cm}^{-1}$ ) which are the abundant chemicals in date palm fruit, bands typical of polysaccharides (cellulose and pectins) assigned to O-C-H stretch (972, 982  $\text{cm}^{-1}$ ).

#### **3.2 Cell wall yields and compositions**

The AIS content of 'Deglet Nour' date palm were 104.4 mg/g and 74.3 mg/g Fresh Weight (FW) for 2017 and 2018 respectively (Table 8). They were in the range of those found by Gribba et al., (2013) and Mrabet et al., (2012) but much lower than those reported by Benchabane et al., (2000) which are 346 mg/g and 310.4 mg/g FW of AIS content respectively in 'Deglet Nour' and 'Ghars' cultivars at Tamr stage. The difference could be due to factors affecting fruit quality such as year with specific pedoclimatic conditions or agricultural practices or the used of different analytical methods that introduce some variations in the content of extracted components (Myhara

et al., 2000; Gribba et al., 2013; Shafiei et al., 2010; Mustafa et al., 1986) Date palm fruits were richer in AIS content than other fruits like apple, i.e. 17 mg/g to 25 mg/g FW (Le Bourvellec et al., 2011), pear, i.e. 28 mg/g FW (Le Bourvellec et al., 2013) and apricot, i.e. 30.5 mg/g FW (Femenia et al., 1998a), but contained less than fig flesh cell, i.e. 110 to 160 mg/g FW (Trad et al., 2014).

The AIS compositions of whole fruit date palm were characterized by a high amount of lignin (up to 268 mg/g CWM for 2018), cellulosic glucose (up to 137 mg/g CWM for 2018) and galacturonic acid (up to 175 mg/g CWM for 2018) (Table 7). Xylose was the main non-cellulosic neutral sugar in the AIS (between 63 and 101 mg/g CWM in 2017 or 2018), followed by arabinose (22-28 mg/g CWM in 2017 and 2018) and galactose (17-22 mg/g CWM for 2017 and 2018). Non-cellulosic glucose, mannose, rhamnose and fucose were only minor components (< 10 mg /g CWM). Mrabet et al., (2012) reported also that in some date palm fruit cultivars such as the 'Deglet Nour' cultivar, lignin was the major component followed by cellulose and uronic acid which is in agreement with our observations. Gribaa et al., (2013) have shown that in date palm cell walls the major non-cellulosic polymers are pectins and not hemicelluloses. Mrabet et al., (2012) found that xylose, arabinose and galactose were the major neutral sugars present in date palm fruit. The composition of date palm cell walls indicated a prevalence of lignin, cellulose, pectins and associated material, the degree of methylation of pectins was >50%, reaching 86% in 2017. Xylose might originates from xylogalacturonans as the other diagnostic sugars for hemicelluloses i.e. non-cellulosic glucose, fucose, and mannose were present in low amounts. These sugar patterns are comparable to those reported by Mrabet et al., (2015) and Elleuch et al., (2008). In our experiment, AIS contents varied with the year and were statistically lower in 2018 than in 2017 (Table 8). However, storage time had no effect on AIS yield content meaning that cell wall contents were stable over time whatever the temperature (Table 8), in contrast to other fruits where cell walls contents change considerably during storage (Chen et al., 2015; Femenia et al., 1998b; Murayama et al., 2002; Kim et al., 1999).

The year effect was significant for all components, except methanol contents, this could be due to the pedoclimatic conditions. As function of storage time, a significant increase was observed in lignin, cellulosic glucose, fucose, rhamnose, whereas a decrease in galactose content was observed. This tendency may be related to galactose degradation by galactosidase activity, as this enzyme was identified as active enzyme during ripening (Serrano et al., 2001), which resulted to an apparent increase on lignin and other neutral sugars. Gribaa et al., (2013) also observed a loss of galactose during ripening. In the same way, in our experiments no change was observed for galacturonic acid, xylose and non-cellulosic glucose. A significant slightly increase in mannose and arabinose contents was also observed. This trend in increasing arabinose levels is contrary to other

studies showing its decrease (Ahmed & Labavitch, 1980 ; Brahem et al., 2017) or its stability (Gribaa et al., (2013) in different fruit species during ripening. This difference could be due to lower arabinose contents in other date palm fruits (Elleuch et al., 2008), and to specific enzymatic activities of date palm fruit as function of time, like galactosidase which increased with ripening (Serrano et al., 2001) and low degrading arabinofuranosidase and/or arabinanase during the fruit maturation in specific conditions (Gribaa et al., (2013).

The storage temperatures also impact the cell wall composition (Table 8) especially pectic polysaccharides. With the temperature increase, galacturonic acid, galactose and arabinose contents decreased whereas an increase in cellulosic glucose content was observed. The other neutral sugar contents were not affected by storage temperatures. Galacturonic acid and neutral sugars changes with increasing temperature could be explained by the pectin depolymerisation and hydrolysis of neutral sugars from pectin side chains (Brummell, 2004; Zhang et al., 2010) due to an increase in both polygalacturonase and  $\beta$ -galactosidase activities during storage (Serrano et al., 2001).

### **3.3 Sugars and organic acids**

Sucrose was the main sugar in 'Deglet Nour' date palm fruit, followed by both, glucose and fructose, almost in the same concentration. Sucrose contents were 268 mg/g in 2017 and 353 mg/g FW in 2018) (Table 9) followed by glucose up to 161 mg/g FW in 2017 and fructose up to 137 mg/g FW in 2017. Sucrose concentrations were in accordance with other results such as 238 mg/g FW in 'Deglet Nour' date palm (Al-Farsi & Lee, 2008) and 239.8 to 350.9 mg/g FW (Ben-Amor et al., 2016a). According to Jemni et al., (2019), glucose and fructose concentrations range from 142.8 to 235.8 mg/g FW and from 96.3 to 130.5 mg/g FW respectively, in agreement with the present data.

Malic acid was the main organic acid in 'Deglet Nour' date palm fruit, followed by citric acid. Their concentrations were 4.40 mg/g FW in 2017, 2.39 mg/g FW in 2018 for malic acid whereas for citric acid its content did not exceed 1.57 mg/g FW in 2018. This was in agreement with Ghnimi et al., (2018), who found that malic acid is predominant in some Emirati dates ranging from 0.86 to 3.43 mg/g FW, and citric acid ranging from 0.11 to 1 mg/g FW.

Characterizing date palm fruit using infrared spectral data showed that the most discriminating region was between 1500 and 900  $\text{cm}^{-1}$ . This region is well described to contain the bands of absorption of sugars, the main components of date palm fruits (Bureau et al., 2019). The observed data obtained with MIRS (Figure 14) were in accordance with the PCA performed on the sugar and organic acid contents (results not shown), which clearly separated samples according to the year but not to the storage temperature. The sugar and organic acid contents of date palm fruits varied depending on the considered year. Le Bourvellec et al., (2015) also found that year

significantly affects primary metabolite contents in tree apple cultivars. This was mainly due to different pedoclimatic conditions as function of year.

Sucrose contents were significantly affected by storage time and temperature. Generally, sucrose contents decreased with time for the different temperatures from 268 to 134 mg/g FW in 2017 and from 354 to 211 mg/g FW in 2018, except a slight increase or no changes at -18 °C in the two years. These results are in agreement with the study of Jemni et al., (2019) who found the same sucrose decrease in freezing 'Deglet Nour' date palm (0 °C, -40 °C and -80 °C) stored during 10 months. Alhamdan et al., (2018) showed also a significant decrease in sucrose content in 'Barhi' freezing date palm for 3, 6 and 9 months independently to the storing method. Glucose contents were significantly affected by temperature but not by storage time (Table 9). Glucose contents increased generally, with increasing temperature (Table 9). On the contrary, fructose contents were significantly affected by storage time but not by temperature (Table 9). Fructose contents increased with time for the different freezing temperatures and whatever the year. According to Ismail et al., (2008) and Jemni et al., (2019) respiration which could occur during storage, combined with a slowly hydrolysis of sucrose could explain the changes and variation between different sugars (glucose and fructose). An increase of total soluble sugars occurs also in strawberry fruits stored at 6 °C indicating that a new biosynthesis had taken place during storage (Cordenunsi et al., 2005).

Citric acid contents presented an opposite trend according to the year. In 2017, citric acid contents increased with storage time whereas in 2018 they decreased. Moreover, this effect was also function of the temperature, especially in 2017. While citric acid contents increased with the storage time at -18 °C, 0 °C and 2 °C, its contents were quite stable at 4 °C. These results are in agreement with those of Jemni et al., (2019) who found that the titratable acidity of 'Deglet Nour' date palm increases after storage at 0 °C from 0.18 to 2.02 g/100 g FW. Malic acid contents were highly affected by storage time. In 2017, they decreased significantly with storage time at the lowest temperatures (-18 °C and 0 °C), and were quite stable at 2 °C and 4 °C. However, in 2018 no change was observed in malic acid contents except a slight decrease at 2 °C and 4 °C after only 6 and 9 months. Other authors also shown opposite trend according to storage as function of fruit botanical origin: Remberg et al., (2010) found that titratable acidity in 'Summered' apple fruit increases after four months at low temperature (1 °C) while Dzedzic & Blaszczyk, (2019) reported that organic acids in sweet cherry cultivar 'Regina' decrease after a storage at 2°C for two weeks. The results observed could be due to difference in metabolic pathway.

So, according to malic and citric acid behaviour, we could estimate that 2 °C and 4 °C were the best temperatures for storing date palm fruits.

### 3.4 Polyphenols

Four major polyphenol groups were identified in ‘Deglet Nour’ date palm fruit including flavan-3-ols, flavonols, flavones and hydroxycinnamic acids (Table 10). A total of 11 individual compounds were identified and quantified (Table 10). These groups coincide with those found previously in Deglet Nour date palm cultivar (Hammouda et al., 2013). The content of polyphenols ranged between 13.9 (2017) and 12.1 (2018) mg/g of FW, in accordance with Hammouda et al., (2013). Among the four major groups, procyanidins were the predominant class accounting for 98% of total polyphenols, i.e. 13.5 (2017) and 11.9 (2018) mg/g of FW, close to the 12.44 mg/g FW found by Hammouda et al., (2013). (–)-Epicatechin was always the predominant constitutive unit, accounting between 97% and 98% of total constitutive units in ‘Deglet Nour’ fruit whereas (+)-catechin was only present as terminal unit and accounted from 0.1% to 0.5% of the total constitutive units. The average degree of polymerization (DP<sub>n</sub>) of procyanidins ranged between 32 (2017) and 38 (2018). This DP<sub>n</sub> varies depending on the fruit type, variety, maturation stage and fruit tissue (Hammouda et al., 2013) and is highly linked to astringency perception (Lea & Arnold, 1978). However date palm fruit at Tamr stage (full ripe) and especially ‘Deglet Nour’ are not perceived as astringent (Myhara et al., 2000) even if their DP<sub>n</sub> is high (Haslam & Lilley, 1988).

This discrepancy between analytical characterization and perception can be explained by the complexity of the date palm fruit matrix, its high sugar contents, and interactions occurring between procyanidins and cell wall polysaccharides after cellular rupture during mastication (Renard et al., 2001) which compete with formation of adducts with proteins and so with sensory perception. Concerning flavan-3-ol, any monomers were detected, specifically in the Deglet Nour fruit.

In our study, the DP<sub>n</sub> of procyanidins were affected by year, storage time and temperature. A significant increase was found after 6 and 9 months of storage at 0, 2 and 4 °C (From 32 in fresh date palm before storage to 45 after 9 months at 0 °C) (Table 10). This could be due to a preferential degradation of low molecular weight procyanidins.

Compared to procyanidins, the other polyphenol classes (i.e., hydroxycinnamic acids, flavonols and flavones) were present in very low concentrations (Table 10). Hydroxycinnamic acids accounted for less than 2% of total polyphenols in the fruits. Hammouda et al., (2013) have shown that hydroxycinnamic acids account for 0.7 % of total polyphenols in date palm fruit (‘Deglet Nour’ and ‘Ftimi’ cultivar). The main component of this class was 5-cafeoylshikimic acid followed by 4-cafeoylshikimic acid as previously reported in ‘Deglet Nour’ date palm (Hammouda et al., 2013). The other hydroxycinnamic acid compounds, i.e. the two cafeoylshikimic hexoside and cafeoylsinapoyl hexoside were present in lower amount.

Flavonols in Deglet Nour date palm fruit were mainly quercetin and isorhamnetin glycosides. Only one quercetin glycoside and two isorhamnetin glycosides were found, i.e. isorhamnetin hexoside which was in higher concentration than isorhamnetin rutinoside.

Flavones were mainly chrysoeriol (luteolin 3'-methylether) glycosides. Two chrysoeriol glycosides were found, i.e. chrysoeriol rhamnosyl hexoside and chrysoeriol hexoside sulfate present in the same contents.

All these concentrations and relative composition of each class are consistent with previous works (Hammouda et al., 2013; Mansouri et al. 2005 and Hong et al., 2006).

Polyphenol contents were significantly affected by year but not by storage time and temperature. The storage did not provide a significant loss of total polyphenol compounds. This was mainly due to the fact that procyanidins were stable during storage (Table 10). However, the other minor phenolic compounds tended to decrease with storage time and temperature probably because of their susceptibility to browning or due to their low content, their slightest variation may induce an effect. Le Bourvellec et al., (2018) also found that apricot phenolic contents were not affected by storage. Total phenolics and flavonols were also stable at low temperature (6 °C) in strawberry fruits (Cordenunsi et al., 2005).

Storing date palm at low temperatures did not affect polyphenol amounts. In contrast to many fruits that tend to lose stability over storage (Kevers et al., 2007), dates are relatively stable. Thus, based on this experiment, date palm fruits could be stored at the highest temperatures (2 or 4°C) in the aim to guarantee the maximal shelf life with minimal costs.

#### **4. Conclusion**

The use of a non-destructive and non-targeted method as infrared spectroscopy and specific chemical characterizations such as sugars, organic acids, polyphenols and cell walls allowed to evaluate the behavior of 'Deglet Nour' date palm fruits during storage at different temperatures during two years. The principal results concerned a good stability of the date palm fruits during storage. However, significant differences were highlighted between the two-harvest years for all studied parameters and spectra, which can be attributed to the effect of agronomic and climatic conditions. The main polyphenols, i.e. procyanidins, were stable with time and temperature, some losses were observed only for minor compounds. The changes of cell wall during storage were linked to the depolymerisation of pectins and the loss of their side chains, whereas the total content of cell wall was stable.

Then, in order to prolong the shelf-life of dates for a long-term period and minimize global costs, 2 °C must be considered as the optimal temperature.



**Tableau 8: AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables**

	Yields	Rha	Fuc	Ara	Xyl	Man	Gal	Glc NC	C Glc	MeOH	AUA	DM (%)	Lig
<b>Year: 2017</b>													
<b>Before storage</b>	104.4	4	3	22	63	9	19	9	115	16	102	86%	118
<b>After 3 months</b>													
<b>-18°C</b>	91.2	4	2	23	81	9	17	8	117	15	101	85%	126
<b>0°C</b>	90.2	4	2	22	63	10	18	7	131	16	116	74%	179
<b>2°C</b>	86.5	4	2	22	68	9	17	9	111	16	107	83%	99
<b>4°C</b>	91.2	4	2	22	75	8	16	7	104	17	99	94%	134
<b>After 6 months</b>													
<b>-18°C</b>	89.3	5	3	24	74	9	17	11	110	14	92	85%	177
<b>0°C</b>	91.2	4	3	24	72	9	18	4	112	14	74	103%	110
<b>2°C</b>	94.9	5	3	23	67	8	18	7	112	14	81	97%	113
<b>4°C</b>	91.5	4	3	23	67	8	17	8	108	15	87	95%	199
<b>After 9 months</b>													
<b>-18°C</b>	83.6	6	3	23	67	9	18	7	118	14	92	83%	135
<b>0°C</b>	84.8	5	5	25	77	10	19	7	119	15	114	71%	131
<b>2°C</b>	91.3	6	5	26	68	9	22	6	126	15	124	68%	99
<b>4°C</b>	92.4	6	5	23	69	9	19	7	114	15	108	78%	138
<b>Year: 2018</b>													
<b>Before storage</b>	74.3	6	8	25	74	10	21	7	134	17	175	53%	170
<b>After 3 months</b>													
<b>-18°C</b>	72.7	6	6	24	74	10	21	6	135	18	160	62%	204
<b>0°C</b>	80.3	6	5	24	87	9	20	6	125	17	158	60%	172

	2°C	83.6	5	5	23	67	9	20	6	127	16	137	64%	137
	4°C	81.8	5	6	23	71	9	19	6	124	16	125	88%	148
<b>After 6 months</b>														
	-18°C	78.3	5	3	25	101	9	19	5	127	17	171	53%	154
	0°C	83.6	5	3	23	76	9	19	6	116	14	153	51%	132
	2°C	79.5	6	3	22	84	8	17	5	117	13	147	47%	186
	4°C	83.9	5	3	23	91	8	17	7	116	13	162	44%	122
<b>After 9 months</b>														
	-18°C	76.7	6	4	28	89	10	22	6	137	14	161	48%	262
	0°C	87.2	7	4	24	81	9	19	10	121	13	156	45%	175
	2°C	90.8	7	5	25	86	10	20	8	135	12	131	50%	151
	4°C	88.8	7	3	23	76	9	18	7	119	13	141	50%	257
<b>SD Pooled</b>		3.4	0.4	0.4	0.9	5.3	0.5	0.6	0.9	5.4	0.6	6.6	0.1	13.4
<b>Year F-value</b>		64.6**	33.4**	97.6**	4.2*	24.5**	5.5*	21.4*	6.1*	24.7**	0.8	381.8**	199.2*	52.3**
<b>S.Time F-value</b>		1.0	24.5**	22.5**	8.6*	2.5	7.5*	20.8*	1.5	5.9*	42.1**	2.6	18.2**	5.5*
<b>S.Temperature F-value</b>		4.2*	1.0	0.3	3.8*	2.4	2.3	5.8*	0.3	3.7*	2.6	3.3*	2.8	13.2**
<b>Year*S.Time F-value</b>		3.7*	1.8	42.5**	2.1	4.3*	0.6	12.4*	5.9*	0.3	10.4*	20.2**	18.8**	21.7**
<b>Year*S.Temperature F-value</b>		1.2	0.3	2.1	1.7	0.2	2.7	6.7*	5.0*	2.7	12.5**	7.6*	0.0	4.1*
<b>S.Time*S.Temperature F-value</b>		0.7	0.9	1.8	0.8	1.1	0.4	2.2	3.9*	1.3	0.6	3.4*	3.8*	6.5**
<b>Year*S.Time*S.Temperature F-value</b>		0.9	0.5	2.0	1.7	3.2*	0.9	1.7	1.9	0.6	0.5	1.6	1.9	8.1**

Rha: rhamnose, Fuc: fucose, Ara: arabinose, Xyl: xylose, Man: mannose, Gal: galactose, NC Glc: Non-Cellulosic glucose determined without cellulose hydrolysis, C Glc: Cellulosic glucose, AUA: anhydrous uronic acids, MeOH: methanol, DM: degree of methylation, Lig: lignin, S.Time: Storage time, S.Temperature: Storage temperature. Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value; \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$

**Tableau 9: Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables**

	Sugars			Organic acids	
	Glucose	Fructose	Sucrose	Citric acid	Malic acid
<b>Year: 2017</b>					
Before storage	169	137	268	0.9	4.4
After 3 months					
-18°C	126	139	311	0.8	4.4
0°C	172	170	208	0.3	3.5
2°C	168	153	207	1.0	4.6
4°C	167	176	231	1.3	4.1
After 6 months					
-18°C	137	154	192	1.2	3.4
0°C	194	130	134	0.6	3.6
2°C	142	147	171	1.3	4.2
4°C	147	149	355	1.0	4.3
After 9 months					
-18°C	103	195	384	1.5	3.5
0°C	209	150	223	1.8	3.5
2°C	163	137	202	0.2	4.3
4°C	154	141	324	1.2	4.1
<b>Year: 2018</b>					
Before storage	134	87	354	1.6	2.4
After 3 months					
-18°C	138	95	333	1.7	2.5
0°C	124	110	350	0.9	2.3
2°C	135	132	326	0.3	2.4
4°C	151	136	253	0.1	2.0
After 6 months					
-18°C	100	107	373	0.0	2.2
0°C	148	14	236	0.0	2.1
2°C	135	118	252	0.0	1.7
4°C	156	78	211	0.0	1.9
After 9 months					
-18°C	107	115	340	0.0	2.1
0°C	130	128	290	0.0	2.2
2°C	142	178	272	0.0	2.1
4°C	137	166	256	0.0	1.8
SD Pooled	7.8	7.0	12.7	0.05	0.1
Year F-value	59.0**	114.1**	98.5**	436.1**	1834.4**
S.Time F-value	0.6	21.6**	29.5**	56.3**	45.1**
S.Temperature F-value	35.7**	2.1	57.4**	48.7**	17.0**
Year*S.Time F-value	0.6	11.4**	16.1**	192.1**	7.3*
Year*S.Temperature F-value	14.0**	14.9**	53.8**	36.6**	54.3**
S.Time*S.Temperature F-value	4.8*	7.6**	12.6**	44.0**	5.6*
Year*S.Time*S.Temperature F-value	3.8*	14.7**	17.8**	115.1**	5.3*

S.Time: Storage time, S.Temperature: Storage temperature

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value; \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$

**Tableau 10: Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during storage at different temperatures in the two harvest seasons (2017 and 2018). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Procyanidins					Hydroxycinnamates					Flavonols		Flavones		Total PP	
	PCA	DP	CAT %	EC %	EC <sub>ext</sub> %	CSH1	CSH2	CSA4	CSA5	CSpH	QR	IhR	IhH	ChRh		ChhS
<b>Year: 2017</b>																
<b>Before storage</b>	13.5	32	0.4	2.7	96.9	13	18	98	116	30	9	12	24	5	5	13.9
<b>After 3 months</b>																
-18°C	12.6	34	0.4	2.6	97.0	13	16	94	108	29	9	15	27	6	6	13.0
0°C	11.9	33	0.4	2.7	96.9	12	15	87	108	28	8	12	23	7	5	12.2
2°C	12.4	30	0.4	2.9	96.7	12	14	97	109	27	10	14	26	7	5	12.7
4°C	13.2	29	0.4	3.1	96.5	14	17	110	129	31	10	15	29	6	5	13.5
<b>After 6 months</b>																
-18°C	14.9	38	0.1	2.5	97.4	12	14	81	104	30	6	9	20	5	4	15.1
0°C	14.7	40	0.1	2.4	97.5	9	9	57	72	17	9	10	21	4	3	15.0
2°C	14.2	38	0.2	2.5	97.4	11	12	73	93	19	11	10	22	5	3	14.5
4°C	14.4	37	0.2	2.5	97.3	12	15	82	103	28	11	10	22	5	3	14.7
<b>After 9 months</b>																
-18°C	13.0	39	0.2	2.4	97.5	12	14	81	104	30	6	9	20	5	4	13.3
0°C	13.6	45	0.1	2.1	97.8	9	8	43	59	13	6	9	20	4	3	13.8
2°C	14.4	41	0.1	2.3	97.5	11	12	70	87	21	11	10	25	6	4	14.6
4°C	14.6	39	0.2	2.4	97.5	13	15	74	93	28	6	10	20	5	3	14.9
<b>Year: 2018</b>																
<b>Before storage</b>	11.9	38	0.4	2.2	97.3	8	9	53	82	21	5	12	17	2	4	12.1
<b>After 3 months</b>																
-18°C	13.8	35	0.5	2.3	97.2	8	12	68	110	26	6	12	21	3	5	14.1

	<b>0°C</b>	12.3	45	0.4	1.8	97.8	7	6	30	57	11	6	12	18	3	4	12.4
	<b>2°C</b>	12.4	40	0.4	2.1	97.5	6	6	41	64	14	6	12	20	3	4	12.5
	<b>4°C</b>	13.4	40	0.4	2.1	97.5	8	6	31	57	12	6	12	17	2	4	13.5
<b>After 6 months</b>																	
	<b>-18°C</b>	12.6	37	0.5	2.2	97.3	7	8	51	95	18	5	12	20	1	4	12.8
	<b>0°C</b>	11.7	46	0.5	1.7	97.8	10	7	28	49	14	3	13	15	2	3	11.8
	<b>2°C</b>	11.9	47	0.5	1.6	97.9	10	7	24	41	14	4	13	15	3	3	12.0
	<b>4°C</b>	11.0	46	0.5	1.6	97.8	10	7	26	46	14	5	12	16	3	3	11.1
<b>After 9 months</b>																	
	<b>-18°C</b>	12.7	37	0.5	2.2	97.3	7	9	58	102	19	10	12	20	2	5	12.9
	<b>0°C</b>	11.9	47	0.5	1.6	97.9	10	7	26	48	15	6	13	16	3	3	12.0
	<b>2°C</b>	12.0	48	0.5	1.6	97.9	10	8	29	46	14	5	13	15	3	3	12.1
	<b>4°C</b>	11.6	48	0.5	1.6	97.9	10	7	23	39	14	4	11	14	2	3	11.7
<b>SD Pooled</b>		0.5	1.3	0.02	0.08	0.08	0.5	0.5	2.2	3.0	1.2	0.7	0.6	1.3	0.4	0.3	0.5
<b>Year F-value</b>		56.3**	136.4	1125.8 <sup>‡</sup>	391.5**	153.7** <sup>‡</sup>	296.6**	798.6** <sup>‡</sup>	2098.3**	744.5**	343.2**	150.2**	10.7*	112.6**	314.6**	4.6*	64.7*
<b>S.Time F-value</b>		1.7	70.7*	86.9**	67.1**	91.6**	0.8	19.5**	176.5**	109.1**	15.0**	5.4*	29.5**	23.5**	17.4**	54.6**	1.4
<b>S.Temperature F-value</b>		1.7	22.9*	5.6*	17.5**	19.1**	11.4**	42.4**	147.2**	183.2**	61.9**	4.3*	0.5	3.9*	4.3*	9.3**	2.1
<b>Year*S.Time F-value</b>		25.8**	7.0*	259.4** <sup>‡</sup>	3.3*	19.7**	34.5**	26.7**	48.5**	12.0**	11.0*	18.1**	37.1**	2.2	9.1*	2.6	25.0*
<b>Year*S.Temperature F-value</b>		3.2*	22.8*	6.2	21.8**	23.8**	20.1**	23.2**	73.3**	103.5**	17.7**	22.9**	3.4*	7.3*	1.7	1.6	3.6*
<b>S.Time*S.Temperature F-value</b>		1.8	2.9*	1.5	4.0*	3.4*	3.6*	4.6	4.4*	6.4**	1.8	7.2**	1.3	1.0	0.5	0.9	1.8
<b>Year*S.Time*S.Temperature</b>		0.7	1.0	1.7	0.3	0.6	3.9*	8.7**	8.3**	6.3**	12.6**	4.6*	0.6	2.0	2.2	1.5	0.7

PCA: procyanidins, DP: average degree of polymerization of procyanidins, %CAT:percentage of (+)-catechin as terminal unit, % EC: percentage of (-)-epicatechin as terminal unit, %EC<sub>ext</sub>: percentage of (-)-epicatechin as extension unit, CSH1: Cafeoylshikimic hexoside\_1, CSH2: Cafeoylshikimic hexoside\_2, CSA4: 4-cafeoylshikimic acid, CSA5: 5-cafeoylshikimic acid, CSpH: cafeoylsinapoyl hexoside, QR: Quercetin-3-rutinoside, IhR: isorhamnetin rutinoside, IhH: isorhamnetin hexoside ChRh: chrysoeriol rhamnosyl hexoside, ChhS: chrysoeriol hexoside sulfate, Total PP: total polyphenols, S.Time: Storage time, S.Temperature: Storage temperature, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$

Figure 14: PCA results on mid-infrared spectral data between 1500 and 900 cm<sup>-1</sup> based on storage conditions of Deglet Nour'. The code corresponds to the year (17 : 2017 ; 18 : 2018), to storage time (T0 : initial time ; T3 : 3 months storage ; T6 : 6 months storage and T9 : 9 months storage) and to the temperature (18 : -18 °C ; 0 : 0 °C ; 2 : 2 °C ; 4 : 4 °C and te : control). A) as function of the year B) as function of the storage time C) as function of the storage temperature

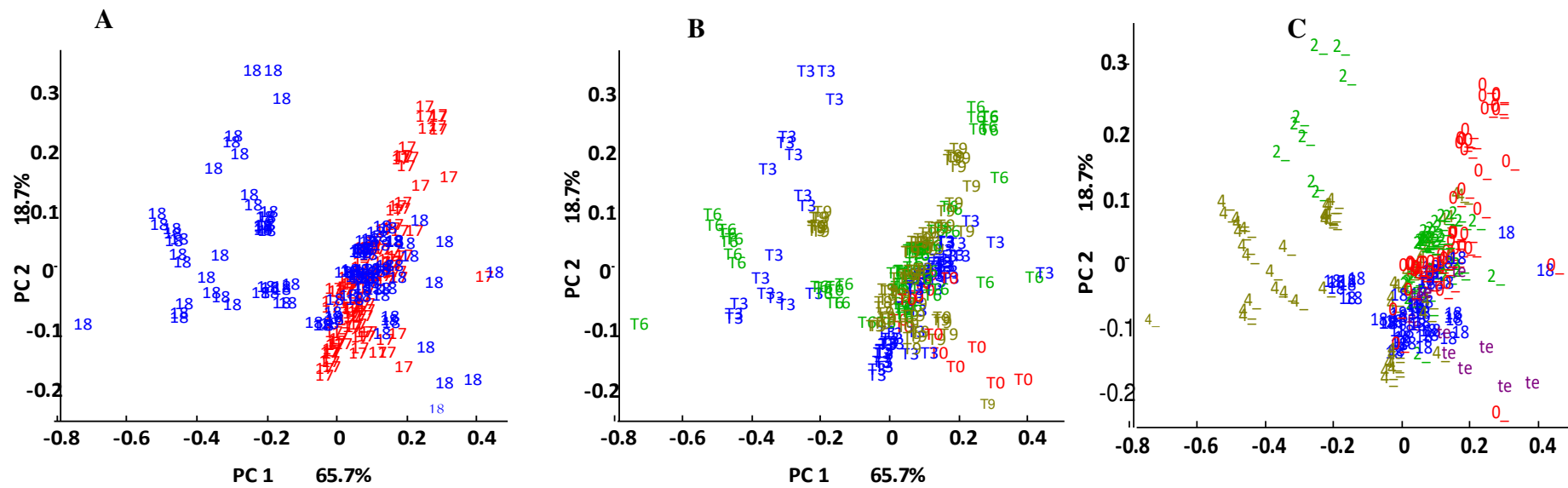
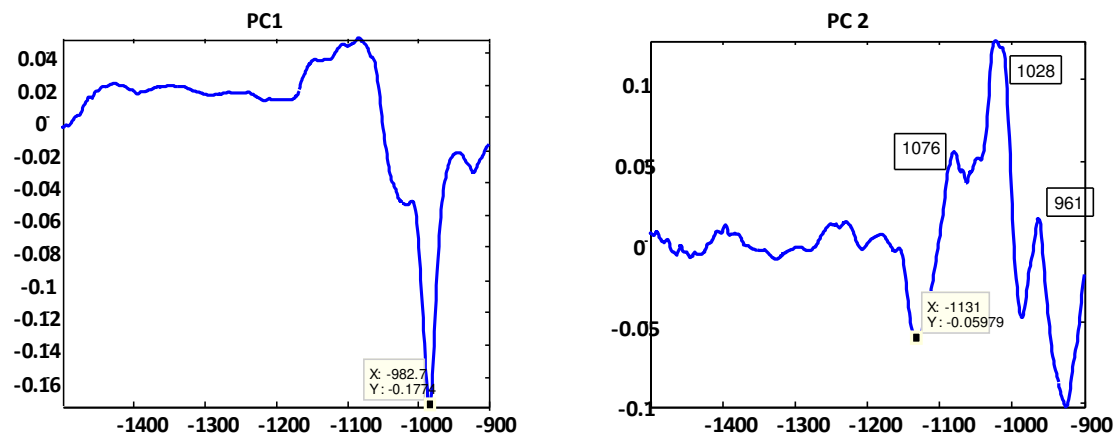


Figure 15: Eigenvectors associated to PCA results (A), (B) and (C) on FT-IR spectra (1500-900 cm<sup>-1</sup>)




## **5. Acknowledgements**

Thanks to Tunisian farmers from Kebeli oasis for providing 'Deglet Nour' date fruits. Sarra Cherif was financially supported by a mobility scholarship from the Higher Ministry of Education and Scientific research of Tunisia and from Avignon University (Perdiguier grant).

We acknowledge to UMR SQPOV, INRAE PACA, France for technical and material help.

**Partie 2: Effet de la température et de la durée de conservation sur les qualités organoleptiques et nutritionnelles de trois cultivars de dattes au stade Khalal ('Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou') en vue de leur valorisation**

Cette partie est présentée sous forme d'un projet d'article :

 **Titre:** *Effect of storage conditions on organoleptic and nutritional quality of three common date palm cultivars consumed at early maturity stage.*

 **Auteurs:** *Sarra Cherif, Jameleddine Benabda, Sylvie Bureau, Carine Le Bourvellec*



## 1. Introduction

Date palm (*Phoenix dactylifera* L.) plays a very important socio-economic role for the smallholders and people in south Tunisia. More than two-thirds of the national production of dates belongs to 'Deglet Nour' cultivar and approximately 20% (59 300 tons) to common dates (GIFruits, 2018). The most representative Tunisian common date cultivars are 'Allig', 'Kenta', 'Fermela', 'Beser', 'Kentichi', 'Bouhattam', 'Bser Hlou' and 'Arichti'. Some of these cultivars like 'Allig' and 'Kenta' can be exported, however some others like 'Arichti', 'Kentichi', 'Beser Hlou', 'Goundi', are destined only for local and familial consumption (APII, 2017). These cultivars are mostly produced in the coastline oasis of Gabes, which is the unique maritime oasis of Maghreb. It represents 13% of total Tunisian oasis and participates with about 41% of the total production of common dates in Tunisia (GIFruits, 2018)

Date palm fruits go through five stages of development known by their Arabic names: Hababouk, Kimri, Khalal, Rutab, and Tamr (Al-Shahib & Marshall, 2003; Baliga et al., 2011). Depending on cultivar, date palm fruits can be consumed at three maturity stages: Khalal, Rutab and Tamar. At the Khalal stage, fruits are physiologically mature, hard and crisp, and bright yellow or red in color (Mortazavi et al., 2007).

Khalal stage is characterized by moisture decrease, loss of fruit astringency and a slowly weight gain. The sucrose starts to be converted to glucose and fructose. In some cultivars, the latter process occurs rapidly, thus making the fruit tasty and acceptable at the Khalal stage (Al-Farsi & Lee, 2008; Barreveld, 1993). Fruit extremity start turning brown as they enter the Rutab stage of ripening, which is characterized by a decrease in weight due to moisture loss and the conversion of sucrose into invert sugar (the degree depends on the cultivar), as well as browning of the skin and softening of the tissues (Barreveld, 1993; Haider et al., 2014). In some cultivars, the latter process occurs early, making the fruit palatable at the Kimri stage.

Dates from the oasis of Gabes have a low commercial quality comparing to 'Deglet Nour' date fruits. They have a short shelf life, may be because of their high moisture content (>30%) making them more susceptible to fermentation (Glasner, 2002) at advanced maturity stage (Tamr). Thus, they are generally used in animal food at Tamr stage, which represent a real economic loss, or for a local consumption, at an early maturity stage Kahal stage (Al-Shahib & Marshall, 2003) because of their low astringency and yellowish colour (Al-Farsi & Lee, 2008; Barreveld, 1993; Hong et al., 2006).

As date fruit production is increasing every year, common dates are also subject to post-harvest losses as discussed for ‘Deglet Nour’ dates in the first chapter, which can reach 30% (Masmoudi et al., 2008).

However, only few published works provide detailed data regarding the nutritional composition of these cultivars. Moreover, when data are available it is only at Tamr stage (Chaira et al., 2009; Amira et al., 2012). The appreciated maturity stage for consumers is different depending on the cultivar, i.e ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ which are cultivars studied in this work, are consumed and appreciated at Khalal stage, contrary to ‘Deglet Nour’ where Tamr stage is the proper one for consumption. Cherif et al., (2018) have characterized physically and chemically 11 Tunisian cultivars consumed at Khalal stage and reported that 'Bser Hlou', 'Arichti', 'Hlawa Bidha' and 'Lemsi' cultivars were the most appreciated cultivars by the consumer based on their taste, i.e. astringency, sugar content and texture. Hence, these cultivars can be considered as high-energy fruits and can be valued by many technological processes in the food industry. They could be also commercialised for human consumption but should have a prolonged shelf life to conserve a good visual and nutritional quality.

Cold storage could help spread distribution over a long period and thus enhance the marketing of these dates. Mortazavi et al., (2007) and Alhamdan, (2016) have studied the effect of storage conditions on the shelf-life of ‘Barhee’ cultivar which is consumed at Khalal stage. Quick freezing allows to better preserve physicochemical (weight loss, water activity, flesh firmness, total soluble solids (TSS), water activity, acidity and appearance) qualities of date fruits stored for 9 months at -20 °C and -40 °C than conventional slow freezing. Moreover, quality changes seem to be cultivar dependent. Hence, Benjamin et al., (1985) have shown that several Iraqi cultivars at Khalal stage can be stored at -3 °C, whereas Bahrain cultivars are degraded even when stored at -10 °C. In general, works focusing on the effect of the storage conditions of date palm fruit at the Khalal stage have shown that it is difficult to maintain their qualities. The ripening process continues and the tissue softening combined with high moisture content makes them subject to microbial contamination (Benjamin et al., 1985).

Based on our knowledge, these studies remain unfortunately limited and no data are reported on the effect of storage conditions on organoleptic and nutritional quality of Tunisian date fruit consumed at Khalal stage.

Therefore, the aim of this part of the chapter was to assess the effect of cold storage on the organoleptic and nutritional composition of three main common Tunisian cultivars ‘Arichti’,

'Bouhattam', 'Bser Hlou' consumed at Khalal stage in order to investigate their shelf life and therefore the possibility to enhance their marketing either for national and international markets.

## **2. Material and methods**




### **2.1 Chemical**

Chemicals were the same used in the **first part of this chapter, section 2.1.**

### **2.2 Plant material**

Three common date (*Phoenix dactylifera* L.) palm cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' were hand harvested at the end of September at Khalal stage (3<sup>rd</sup> maturation stage) as described by Hussein et El-Zeid, (1975) and Al-Shahib et Marshall (2003) when date fruit turn to yellowish colour. These cultivars were collected from Gabes maritime oasis in the South of Tunisia (33°40'N and 10°21'E). Date spikelets (about 5 kg for each cultivar) were transported in plastic boxes at ambient temperature to postharvest laboratory in the Higher Agronomic Institute of Chott Mariem, Tunisia. Date palm fruits were manually detached from the spikelets and sorted to discard infested, immature and damaged fruits, to have a homogenous and uniform sample. Date fruits were stored in small PET containers (190x 115x 58 mm) at 2 °C during 30 and 60 days. Between 15 and 30 fruits (about 300 g) for each cultivar were considered for each biological replicate and for each storage time, leading to 3 cultivars x 2 times x 3 replicates i.e. 18 samples. The number of fruits of each cultivar depend on the fruit dimensions as shown in Table 11.

**Tableau 11: Sample schedule of three date cultivars at Khalal stage at 2 °C**

Cultivar	Time (days)	replicates	Photos
<b>Arichti</b>	0 (T0)	3 replicates	
	30	3 replicates	
	60	3 replicates	
<b>Bouhattam</b>	T0	3 replicates	
	30	3 replicates	
	60	3 replicates	
<b>Bser Hlou</b>	T0	3 replicates	
	30	3 replicates	
	60	3 replicates	

## 2.3 Sample characterization

### 2.3.1 Fruit firmness and colour

Colour and firmness were measured on the whole fruits the day after their reception for the control (T0) and after each storage time. Whole fruit firmness was determined at room temperature, as a compression force on the two flat sides of 15-20 fruits chosen as representative of the 18 samples using a Fruit Texture Analyser (GÜSS, Manufacturing (Pty) Ltd., Strand, South Africa). Firmness

was defined as the maximal force required to penetrate 3 mm in the date fruits with a 1 cm diameter probe at a descending speed of 40 mm/sec, and was expressed in Newton (N). The CIE L\*a\*b\* colour coordinates of the skin samples were measured on the two opposite sides of the 20 same fruits as the firmness test, using a CR-400 chromameter (Minolta Co. Ltd., Osaka, Japan). The CIELAB colour space (L\*: lightness; a\*: redness/greenness; b\*: yellowness/blueness) were measured using the following parameters: a D65 illuminant, 0° view angle, and an illumination area diameter of 8 mm.

### **2.3.2 Sample preparations**

After each storage time, date fruits were pitted, cut into small pieces, dropped in liquid nitrogen and stored at -20 °C until delivery to INRAE PACA (Avignon, France). Samples were then ground in liquid nitrogen using an IKA®A11 basic analytical mill (Ika Labortechnik, Staufen, Germany) in order to obtain a fine homogeneous powder. Fresh powders used for the determination of soluble sugars and organic acids were conserved at -80 °C until analysis whereas samples used for polyphenols, cell wall isolation as Alcohol Insoluble Solids (AIS) were freeze-dried and finally stored at -20 °C until analysis.

### **2.3.3 Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation**

The method used to extract cell walls was the same as the one described in chapter 1

### **2.3.4 Analysis methods**

The methods used for sugars and organic acids, neutral sugar, uronic acids, methanol, lignin and polyphenol quantification were described in Chapter 1. Part 1.

## **2.4 Sensory analysis**

An affective sensory evaluation was performed using a 9-degree hedonic scale with boundary indications: from [1] 'Very bad' to 'Excellent' [9] as described by Boussaa et al., (2018). The assessment included the following quality attributes: colour, sweet taste, astringency, texture and overall acceptability. It was conducted by a group of 8 panelists (aged between 20 and 55 years) who had no previous experience in evaluation of date palm, but were frequent consumers of date palm fruits and consisting of the staff and students of High Agronomic Institute of Chott-Mariem (Tunisia), participated in taste panels. Consumers were asked to describe their overall satisfaction degree but also that for the main sensory attributes under evaluation. Coded samples were provided to the panelists for the evaluation at plastic containers. Spring water was provided to panelists to clean their palates between samples.

## **2.5 Statistical analysis**

Results are presented as mean values for each cultivar and each storage time. Data are reported as pooled standard deviation (Pooled SD). Pooled SDs were calculated for each series of replicates using the sum of individual variances weighted by individual degrees of freedom (Box, Hunter, & Hunter, 1978). Statistical analysis were established using XLSTAT package of Microsoft Excel. Significant differences ( $p < 0.05$ ) between means and interactions between variables were evaluated by two-way ANOVA and Tukey's multiple range test.

## **3 Results and Discussion**

### **3.1 Effect of storage conditions on date physical properties and appearance**

#### **3.1.1 Firmness**

Firmness is one of the main quality parameters in date fruit consumer acceptability (Wills et al., 1989). Firmness values of fresh fruits before storage ranged between 3.7 N ('Bser Hlou') and 6.6 N ('Arichti') depending on cultivar (Table 12). These firmness ranges were comparable to those previously reported by Cherif et al., (2018) (i.e. from 5.4 N for 'Arichti' cultivar to 2.7 for 'Korkobbi' cultivar) but little lower than those reported by Al-Redhaiman, (2004) (7 N) for fresh 'Barhee' date palm at Khalal stage. The difference observed could be explained by the method used, the cultivar, to pedoclimatic conditions, to cultural practice and to the fruit physiology at harvest.

Firmness values decreased significantly with storage time for the three cultivars. The highest significant decrease was by 59% after 60 days and by 41% after 30 days for 'Bser Hlou' cultivar, which was the softest before storage (Table 11). Our results are in contradiction with those reported by Al-Eid et al., (2012). They show that cold storage (0 °C) of 'Khalas' date palm fruits at khalal stage during 27 days preserved their firmness comparing to the initial fresh fruit. This effect could be due to cultivar physiology related to its cell walls ability to degradation in the time. The decrease of firmness with storage time at refrigerated conditions could be explained by cell wall modification and enzymatic activities related to fruits softening (Serrano et al., 2001; Kader et al., 1989) which are accelerated at early maturity stage (Hasegawa & Smolensky, 1971; El-Zoghby, 1994). However, in our case firmness values were not correlated with cell wall yields, but highly correlated with uronic acid content (0.76) (data not shown), as they are the main component of pectins, polysaccharides mainly affected by depolymerization and solubilisation during fruit softening. This may explain that storage at 2 °C could be not efficient for dates at early maturity stage.

### 3.1.2 Colour

All studied cultivars present a yellowish skin color before storage (Table 12). Significant differences between cultivars were observed with the lightness degree from 61.4 to 56.5, the  $a^*$  parameter between 18 and 10.4 and the  $b^*$  parameter between 62.2 and 66.1 (Table 12). The colours here were similar to those reported by Cherif et al., (2018) but were darker and more yellow than those reported by Al-Eid et al., (2012) which could be due to date palm cultivar. In our experiment, 'Arichti' cultivar was the brightest cultivar followed by 'Bser Hlou' and 'Bouhattam' as confirmed by  $L^*$  parameter in Table 10. Therefore, the big size (Table 12), the yellow color and the consistency of 'Arichti' cultivar at Khalal stage could justify its commercial abundance in Tunisia insofar as these criteria are retained by the date palm consumer especially for these cultivars consumed at early maturity stage as demonstrated by Cherif et al, (2018).

$L^*$  and  $b^*$  parameters decreased both significantly for all cultivars (Table 12) after storage. 'Arichti' with the clearest skin colour, was the less affected cultivar by storage time as its  $L^*$  value decreased only by 12 % compared to the others which were decreased by 30% i.e 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' cultivar. As function of storage time, a significant decrease ( $p < 0.001$ ) was observed specifically for  $b^*$  parameter for all cultivars, except for 'Arichti' cultivar (ANOVA not shown). The interactions between storage time and cultivar had a high significant effect on  $L^*$  and  $b^*$  parameters. These differences could be explained by cultivar behaviour and by the fruit physiology at harvest corresponding to their proper ripening stage. The decrease of lightness could be due to ripening process as demonstrated by Serrano et al., (2001) and attributed to enzymatic browning reactions (Jemni et al., 2019) which were not stopped by cold storage at 2 °C. This browning effect could be related to the structure of fruit tissues that could be damaged at this ripening stage (Couture et al., 1993).

## 3.2 Effect of storage conditions on fruit composition

### 3.2.1 Sugars and organic acids

The individual concentration levels of glucose, fructose and sucrose in 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' date palm cultivars are shown in Table 13. Before storage, sugars contents varied significantly ( $p < 0.001$ ) among the three cultivars. 'Bser Hlou' was the richest cultivar on sucrose (337 mg/g Fresh Weight FW) and fructose (273 mg/g FW) followed by 'Bouhattam' and 'Arichti'. However, it presented the lowest glucose content (61 mg/g FW). Our results are in the range of those published by Haider et al., (2018) for some Sudanese date palm cultivars at the same maturity stage, but lower than those reported by A-Reidhaiman, (2004) for

reducing and non-reducing sugars for 'Bahree' cultivar at Khalal stage. The differences observed could be due to fruit type and cultivar, locality and pedoclimatic conditions.

A significant decrease in fructose and glucose contents was observed during storage accompanied by an increased in sucrose content for 'Arichti' and 'Bouhattam' cultivar. These results, in accordance with those reported by Mikki & Al-Taisan (1993) could be due to the use of reducing sugars as respiration substrate (Ismail et al., 2008; Jemni et al., 2019).

However, in the case of 'Bser Hlou' cultivar sucrose and fructose content decreased accompanied by glucose increased (Table 13). This phenomenon could be due to the rising activity of the invertase as result of cell membranes losing integrity during storage (Coggins & Knapp, 1969; Mustafa et al., 1986) and may be to fruit metabolism and its continuous ripening process even with low temperature.

Sugars behaviour in our experiments compared to other cultivars at the same maturity stage showed that glucose, fructose and sucrose contents variation depended mostly on the studied cultivar, especially on its origin and to pedoclimatic conditions leading to a different physiological behaviour.

Malic acid was the main organic acid in the three studied date palm cultivars (Table 13), followed by citric acid as previously reported in date palm fruit (Ghnimi et al., 2018; Youssef et al., 1992; Cherif et al., 2018; Cherif et al., 2021). Malic acid varied significantly ( $p < 0.001$ ) from 6.17 ('Bouhattam') to 3.08 mg/g FW ('Arichti'). Citric acid contents was present at lower concentration and did not exceed 0.72 mg/g FW for 'Bouhattam' cultivar. These results are in agreement with previously published data (Ghnimi et al., 2018).

Both malic and citric acids were affected by storage time but with opposite behaviours. While malic acid content decreased significantly during storage or all cultivars, an increase in citric acid was observed. The decrease of malic acid may be due to its consumption as a respiratory substrate (Jemni et al., 2019; Ismail et al., 2008). Dry matter decreased for all cultivars after storage and this decrease was pronounced for 'Bouhattam' cultivar after 60 days from 787 mg/g FW to 655 mg/g FW, which could be related to the dehydration of the fruits or to sugars content increase and acid contents behavior of this cultivar. These changes would highly influence the consumer sensory evaluation, as sugars are important components, determining the sweetness of fruits (as will be discussed below). So the storage time of these date cultivars at Khalal stage could be extended in order to estimate the maximum efficient storage period.



### 3.2.2 Cell wall yields and composition

The AIS content of fresh fruits before storage ranged between 101.4 mg/g and 65.9 mg/g Fresh Weight (FW) for 'Bouhattam' and 'Arichti' cultivar respectively (Table 14). They were in the range of those found by Cherif et al., (2021) for 'Deglet Nour' date at Tamr stage, but higher than those found by Mrabet et al., (2012) which cell wall content ranged from 47,6 mg/g MIA FW for 'Rochdi' cultivar to 72,6 mg/g MIA FW for 'Smeti' cultivar . The difference could be attributed to the cultivar genetic variability.

The AIS compositions of whole fruit of the three date palm cultivars were characterized by a high amount of uronic acid (up to 182 mg/g CWM), lignin (up to 161 mg/g CWM) and cellulosic glucose (up to 133 mg/g CWM) (Table). Xylose was the main non cellulosic neutral sugar in the AIS (up to 104 mg/g CWM), followed by arabinose (up to 39 mg/g CWM) and galactose (up to 37 mg/g CWM). Non-cellulosic glucose, fucose, mannose and rhamnose were only minor components (< 15 mg /g CWM). Pectic substances were present in high amount as shown by the high galacturonic acid content, and were highly methylated reaching 63% for 'Bser Hlou' cultivar. Xylose might originates from xylogalacturonans as non-cellulosic glucose, fucose, and mannose, diagnostic sugars for hemicelluloses, were present in low amounts. These sugar patterns are in accordance with those reported by Mustafa et al., (1986) whose found that pectin was the major component in 'Jawa' Sudanese cultivar at yellow advanced ripening stage (mid Khalal). Mrabet et al., (2012) reported that, for date palm cultivar of Gabes region at Tamr stage, i.e. a ripening stage after Khalal, lignin was the major component followed by cellulose and uronic acid. The differences observed could be explained by the maturity stage as during the ripening process enzymes activities increase (Serrano et al., 2001) and gradually break down polysaccharides leading to pectin depolymerisation and hydrolysis of neutral sugars from pectin side chains (Brummell, 2004; Zhang et al., 2010) during ripening. The composition of date palm cell walls at Khalal stage indicated a prevalence of pectins, lignin, cellulose, and associated material, the degree of methylation pectins was >50%.

AIS contents decrease significantly ( $p < 0.05$ ) after storage for the three studied cultivars which explained their firmness decreased as discussed previously as during the ripening process enzymes gradually break down polysaccharides to soluble compounds, decreasing the cell wall content (Wei et al., 2010; Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Brummell, 2006). Moreover, galactose from pectin side chains decreased with time, causing an increase of lignin, cellulosic glucose, fucose and rhamnose.

As function of storage time, a significant increase was observed in rhamnose, fucose, mannose, non-cellulosic and cellulosic glucose, and lignin contents for all studied cultivars whereas a decrease on uronic acid content was observed. This decrease could be related to a pectin depolymerisation by pectinmethylesterase (PME) during ripening (Awad & Young, 1979) leading to an apparent increase of lignin, fucose, mannose, rhamnose and glucose both non-cellulosic and cellulosic. To our knowledge no study until now has characterized the effect of cold storage time on date palm at Khalal stage on cell wall compositions, however some researchers studied cell wall degradative enzymes variation during date palm maturity stages or storage (Serrano et al., 2001; Hasegawa & Smolensky, 1971; Awad et al., 2011).

As we noticed, there is a difference between date palm cultivars at Khalal stage and 'Deglet Nour' date palm at Tamr, on cell wall composition, discussed in the first part of this chapter. In the two latter studies, minor components were on the same proportion, however the major component was uronic in Khalal stage and lignin in 'Deglet Nour' cultivar at Tamr stage. This difference could be related only to cell wall compositions evolution during maturity, as cell wall modifications during fruit ripening involve hydrolysis of neutral sugars from pectin side chains, depolymerization and increased solubilization of pectins and hemicelluloses (Fischer & Bennet, 1991).

### **3.2.3 Polyphenols**

Four major polyphenol groups were identified in the three studied date palm cultivars as already reported in the first part for 'Deglet Nour' date palm. Polyphenol classes included flavan-3-ols, flavonols, flavones and hydroxycinnamic acids (Table 15). Dates are rich in polyphenols independently of cultivar and maturity stage (Haider et al., 2018; Hammouda et al., 2013; Awad et al., 2011; Chaira et al., 2007; Mansouri et al., 2005).

Total polyphenol contents, quantified as the sum of the individual compounds after thiolysis-HPLC-DAD analysis, followed before storage the order: 'Bser Hlou' (4.6 mg/g of FW) < 'Arichti' (6.9 mg/g of FW) < 'Bouhattam' (10.7 mg/g of FW) in accordance with Hammouda et al., (2013). However, these values are much higher than those reported by Mohamed et al., (2014) for 'Barhee' (2.4 mg/g FW) and those published by Haider et al., (2018) for several Pakistanis cultivars at Khalal stage. The difference observed could be due to the phenolic method used as Mohamed et al., (2014) and Haider et al., (2018) use the colorimetric Folin-Ciocalteu method which is known to vary greatly according to the phenolic standards used and to the cultivar used. Moreover, in our study thioacidolysis was directly applied to fruit powders without prior solvent extraction followed by HPLC-DAD analysis of the reaction medium, which enabled the determination of total polyphenol

concentration including both extractable and nonextractable procyanidins which are not quantified when a colorimetric assay like Folin-Ciocalteu method is performed on a methanol extract.

Among the four major groups, procyanidins were the predominant class reaching 97% of total polyphenols, with significant difference between cultivar, i.e from 10.7 mg/g FW for 'Bouhattam' to 4.6 mg/g FW for 'Bser Hlou'. These results are in accordance with those found by Hammouda et al., (2013) who found using phloroglucinolysis prior to HPLC-DAD analysis, that total concentration of polyphenols in 'Deglet Nour' date palm at Khalal stage accounts for an average of 14 mg/g FW. (-)-Epicatechin was always the predominant procyanidin constitutive unit, representing between 92% and 97% of total constitutive units in the 3 studied cultivars, whereas (+)-catechin was only present as terminal unit and accounted from 0.4% to 1.6% of the total constitutive units as demonstrate in Hammouda et al., (2013). Before storage, the average degree of polymerization (DPn) of procyanidins was significantly affected by cultivar ranging from 23.1 for both 'Arichti' and 'Bouhattam' cultivar and 14.2 for 'Bser Hlou' cultivar. DPn is usually linked to astringency perception (Lea & Arnold, 1978). However, the cultivars studied at Khalal stage are not perceived as astringent as shown by Cherif et al., (2018) after sensorial analysis study even if their DPn are high. This point prove also the reason of their abundance in local Tunisian market as appreciated cultivar at this advanced stage. Hammouda et al., (2013) reported also high DPn values (26) in 'Deglet Nour' date at Khalal stage for all date palm tissues (seed, flesh and peel).

For minor components, five compounds were identified as hydroxycinnamic acids which was the second polyphenol group accounted from 2 to 6 % of total polyphenols in all cultivars studied. The major component of this class were 5-cafeolshikimic acid and 4-cafeolshikimic acid in the same proportion and with no significant difference between cultivars. Flavonols and flavones contents were in the same range, not exceeding 1.5 % of total polyphenols in the three date cultivars with no significant differences. Polyphenols compounds especially phenolic acids identified on date palm at Khalal stage by HPLC-DAD analysis in the study of Amira et al., (2012) were different this could be due to the difference on studied cultivars.

Total polyphenol contents decreased slightly after 60 days of cold storage for the three cultivars. This decrease could be due to polyphenol loss during storage, which could be mainly attributed to enzymatic oxidation, and then to procyanidins-cell walls interactions du to high pH values (data not shown) leading to the non-disponibility and non extractability of total procyanidins in the fruit (Le Bourvellec et al., 2013).

The total polyphenol behaviour in our study was essentially due to procyanidins variation with the same trend for all cultivar studied. DPn was also significantly affected ( $p < 0.001$ ) by storage time and follow the same trend as procyanidins. This relation could be explained by the better extractability of procyanidins of higher DPn after tissue degradation during storage knowing for their capacity to interact with cell wall polysaccharides (Le Bourvellec & Renard, 2012) or to the degradation of low molecular weight procyanidins.

Minor polyphenol components were not affected by storage time for the three cultivars except for cafeoylshikimic hexoside-1, which was probably due to its low content inducing some difficulties to evaluate their variability.

### **3.2.4 Sensory evaluation**

Figure 16 present the sensory score evolution, i.e. consumer acceptability, of the three cultivars during the cold storage time. At the end of the storage, a trend of a decrease especially in colour for 'Bouhattam' and 'Bser Hlou' cultivars was detected regarding sensory scores which agree perfectly with the higher decrease of their  $L^*$  (by 30%) and  $b^*$  values, as discussed above. However, no difference in sensory colour score was observed for 'Arichti' cultivar since its  $L^*$  value decreased only by 12% without difference on  $b^*$  values.

For 'Arichti' and 'Bser Hlou' cultivars no effect of storage time was detected on overall acceptability. This show that these two cultivars were the most appreciated after storage and even before. We can conclude that storage conditions (time and temperature) applied on the three common date cultivars kept the overall quality and could be the best conditions for only 'Arichti' and 'Bser Hlou' cultivars but need to be optimized for 'Bouhattam' cultivar.

## **4. Conclusion**

This study aimed in one part, to a global nutritional and organoleptic characterization of three common date palm cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou', consumed at Khalal stage and in the other part to the possibility to prolong their shelf life with cold storage.

The use of physical analysis, i.e. colour and firmness, and specific chemical characterizations such as sugars, organic acids, polyphenols and cell walls allowed to evaluate for the first time the behavior of three Tunisian common date palm cultivar ('Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou') consumed at Khalal stage, during 30 and 60 days storage at 2 °C. Significant organoleptic and nutritional quality changes were observed for the three studied cultivars. Cultivars have shown different behavior during storage, which can be attributed to their continued ripening during cold storage. After storage, 'Arichti' was the brightest and clearest cultivar; however, 'Bouhattam' was

the darkest cultivar. 'Bser Hlou' was the softest cultivar with modification of cell wall composition affecting its structure. It was also the most affected cultivar by total polyphenol losses. However 'Arichti' and 'Bouhattam' cultivars were the lowest affected by polyphenol contents loss.

Regarding sensory evaluation 'Bser Hlou' cultivar showed the highest consumer overall acceptability which could be due to reducing sugars increase affecting its sweet taste.

No dramatic loss on nutritional components was detected during storage, since that these cultivars had a different behavior. So, storage time could be prolonged for 'Arichti' cultivar, however, the storage temperature could be optimized for 'Bser Hlou'.

**Tableau 12: Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L\*), Redness/Greenness (a\*), Yellowish/Blueness (b\*) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivars during storage at 2 °C. Statistical results (Pooled SD, two-way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	<b>Firmness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
<b>Arichti</b>				
Before storage	6.6	61,4	8,0	63,4
After 30 days	5.9	55,8	9,9	60,4
After 60 days	3.5	54,1	9,3	60,9
<b>Bouhattam</b>				
Before storage	5.0	56,5	9,2	62,2
After 30 days	4.4	51,5	8,5	57,5
After 60 days	4.0	39,5	10,3	46,7
<b>Bser Hlou</b>				
Before storage	3.7	56,9	10,4	66,1
After 30 days	2.2	48,0	10,1	54,3
After 60 days	1.5	43,9	9,9	53,0
<b>SD Pooled</b>	0.2	0.8	0.3	1.1
<b>Storage Time F-value</b>	95.9**	113.2**	3.4*	39.1**
<b>Cultivar F-value</b>	128.9**	60.4**	6.6*	15.9**
<b>Storage Time*cultivar F-value</b>	11.5**	17.4**	10.0**	18.2**

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \*Significant at p <0.05 ; \*\* Significant at p <0.0001

**Tableau 13: Sugars and organic acids contents (mg/g FW) and dry matter (%) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivars during storage. Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Sugars			Organic acids		Dry Matter
	Glucose	Fructose	Sucrose	Citric acid	Malic acid	
<b>Arichti</b>						
Before storage	149	175	93	0.00	3.08	582
After 30 days	163	121	89	1.26	3.47	609
After 60 days	104	127	116	1.21	2.82	544
<b>Bouhattam</b>						
Before storage	174	199	156	0.72	6.17	787
After 30 days	93	58	210	1.94	3.33	669
After 60 days	90	120	235	0.48	2.59	655
<b>Bser Hlou</b>						
Before storage	61	273	337	0.28	4.14	763
After 30 days	139	130	204	1.45	3.60	686
After 60 days	142	137	102	1.17	3.47	697
SD Pooled	7.1	10.2	7.8	0.1	0.1	34.9
Storage Time F-value	6.4*	101.3**	25.5**	308.7**	98.2**	4.1*
Cultivar F-value	9.9*	22.9**	196.4**	10.4*	35.7**	14.2*
Storage Time*cultivar F-value	50.0**	8.8*	118.0**	53.4**	57.4**	1.3

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \*Significant at  $p < 0.05$ ; \*\* Significant at  $p < 0.001$ .

**Tableau 14: AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivar during storage.**

**Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables**

	AIS	Rha	Fuc	Ara	Xyl	Man	Gal	Glc NC	Glc C	MeOH	AUA	DM (%)	Lig
<b>Arichti</b>													
Before storage	65.9	9	6	40	104	15	37	6	162	22	196	62	161
After 30 days	58.3	9	10	38	92	15	40	5	173	18	189	53	190
After 60 days	62.4	9	7	42	128	15	28	6	171	19	184	57	156
<b>Bouhattam</b>													
Before storage	101.4	8	4	40	147	11	18	6	142	17	188	50	165
After 30 days	82.2	7	6	54	145	18	33	6	169	22	187	64	177
After 60 days	75.5	8	5	45	114	14	37	7	159	22	207	60	198
<b>Bser Hlou</b>													
Before storage	96.8	7	4	39	120	12	33	7	133	21	182	63	163
After 30 days	82.6	8	6	35	117	11	18	6	160	14	143	53	181
After 60 days	82.5	9	4	44	115	25	20	8	151	20	153	73	186
SD Pooled	6.0	0.4	0.4	5.5	14.6	1.2	1.2	0.7	6.6	1.2	9.7	0.1	16.4
Storage Time F-value	5.6*	4.5*	37.8**	0.4	0.1	16.3**	1.3	11.6*	8.4*	4.2*	2.0	1.4	1.3
Cultivar F-value	17.2**	9.7*	28.6**	1.5	2.7	2.3	66.9**	8.9*	7.8*	2.6	11.1*	1.0	0.4
Storage Time*cultivar F-value	0.9	2.4	1.6	1.0	1.5	17.4**	70.8**	10.7*	0.5	7.6*	2.1	2.4	0.8

Rha: rhamnose, Fuc: fucose, Ara: arabinose, Xyl: xylose, Man: mannose, Gal: galactose, NC Glc: Non-Cellulosic glucose determined without cellulose hydrolysis, C Glc: Cellulosic glucose, AUA: anhydrous uronic acids, MeOH: methanol, DM: degree of methylation, Lig: lignin Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value; \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$



**Tableau 15: : Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) of of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date cultivar during storage. Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Procyanidins					Hydroxycinnamic acids					Flavonols			Flavones		Total PP
	PCA	DP	CAT %	EC %	EC <sub>ext</sub> %	CSH1	CSH2	CSA4	CSA5	CSpH	QR	IhR	IhH	ChRh	ChhS	
<b>Arichti</b>																
Before storage	6.5	23.1	1.0	3.3	95.7	35	37	67	60	26	30	9	62	43	14	6.9
After 30 days	7.5	30.7	0.4	2.8	96.7	25	8	44	80	8	19	9	33	49	8	7.8
After 60 days	7.2	22.4	1.0	3.4	95.5	41	57	67	55	33	14	9	15	33	10	7.5
<b>Bouhattam</b>																
Before storage	10.4	23.1	1.3	3.0	92.9	8	11	79	48	6	10	12	6	51	19	10.7
After 30 days	8.4	24.2	0.9	3.3	95.9	12	38	80	83	25	14	10	3	35	12	8.7
After 60 days	8.3	23.6	1.2	3.1	95.7	11	37	79	82	30	15	11	3	33	10	8.7
<b>Bser Hlou</b>																
Before storage	4.3	14.2	1.3	5.8	95.7	41	52	58	85	29	14	12	2	34	12	4.6
After 30 days	2.9	12.6	1.4	6.5	92.1	9	10	88	52	16	2	10	2	29	8	3.1
After 60 days	3.5	14.2	1.6	5.5	92.9	6	10	76	58	16	6	11	3	34	11	3.7
SD Pooled	0.39	0.57	0.08	0.11	0.17	2.18	2.65	4.93	3.54	1.82	1.19	0.61	3.06	4.05	0.90	0.40
Storage Time F-value	3.7*	17.8**	15.2*	2.6	0.7	64.5**	33.5	1.0	4.0	23.7	28.8	2.8	22.6	4.2	31.0	3.9*
Cultivar F-value	150.4**	365.0**	36.9**	581.8**	343.6**	39.1**	10.7	12.7	3.2	1.4	99.3	10.4	118.1	4.2	10.3	144.5**
Storage Time*cultivar F-value	5.2*	25.3**	5.3*	13.7**	11.3**	52.9**	82.7	7.6	33.1	47.4	24.5	0.7	19.7	3.2	4.5	4.6*

PCA: procyanidins, DP: average degree of polymerization of procyanidins, %CAT:percentage of (+)-catechin as terminal unit, % EC: percentage of (-)-epicatechin as terminal unit, %EC<sub>ext</sub>: percentage of (-)-epicatechin as extension unit, CSH1: Cafeoylshikimic hexoside\_1, CSH2: Cafeoylshikimic hexoside\_2, CSA4: 4-cafeoylshikimic acid, CSA5: 5-cafeoylshikimic acid, CSpH: cafeoylsinapoyl hexoside, QR: Quercetin-3-rutinoside, IhR: isorhamnetin rutinoside, IhH: isorhamnetin hexoside ChRh: chrysoeriol rhamnosyl hexoside, ChhS: chrysoeriol hexoside sulfate, Total PP: total: total polyphenols, DPU: Date Processing Unit, HT: Hydration Treatment, Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher’s value; \*Significant at p <0.05 ; \*\* Significant at p <0.0001

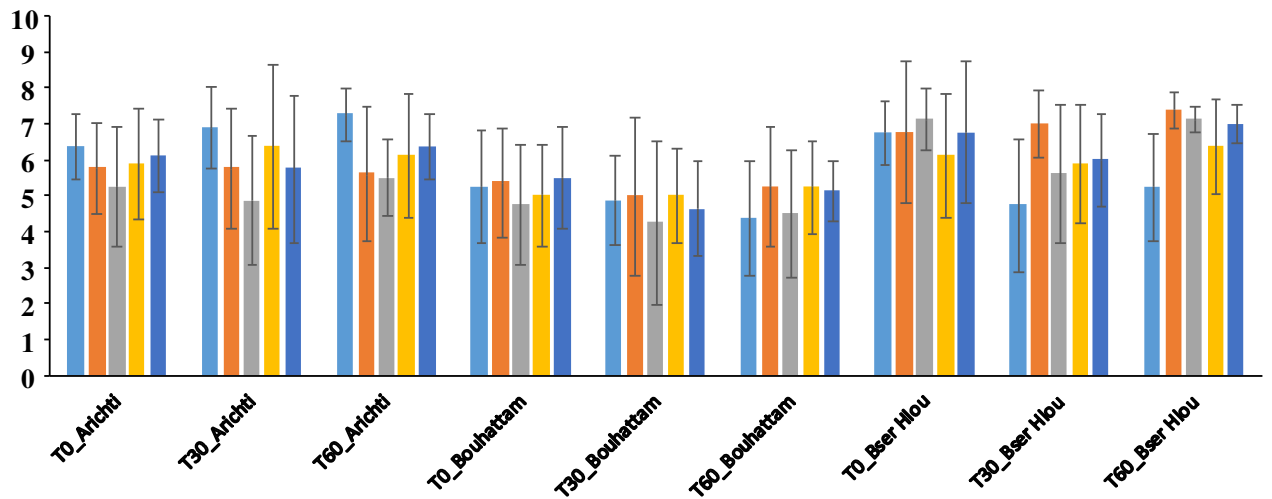


Figure 16: Effect of storage time on colour ■, sweet taste ■, astringency ■, texture ■ and overall acceptability ■ of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date palm cultivars dates after 30 and 60 days storage at 2 °C.

## **Comparaison entre le cultivar ‘Deglet Nour’ et les trois cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’**

Dans cette partie, nous voulons faire une comparaison entre les différents cultivars étudiés concernant l'évolution de leur qualité organoleptique et nutritionnelle au cours de la conservation, puisqu'il ne s'agit ni du même stade de consommation ni du même chemin de commercialisation. Le cultivar ‘Deglet Nour’ au stade Tamr ainsi que les cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’ au stade Khalal ont été conservés dans différentes conditions (temps, température), dans le but commun, de préserver leurs qualités organoleptiques et nutritionnelles jusqu'à leur arrivée chez le consommateur. Les cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’ ont une courte durée de vie qui limite leur consommation uniquement à une échelle locale et à un stade de maturité précoce, à l'opposé des dattes du cultivar ‘Deglet Nour’ qui sont des dattes exportables et consommables au dernier stade de maturité. L'objectif de l'essai réalisé sur ces 3 cultivars était d'explorer la possibilité de prolonger leur durée de vie en vue d'avoir une valeur économique ajoutée par le biais de l'exportation.

Les résultats ont montré d'une façon générale une bonne stabilité des dattes ‘Deglet Nour’ pendant la conservation alors que les cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’ ont montré une grande variabilité et un comportement différent durant la conservation, ce qui pourrait être dû à la physiologie du fruit à ce stade (Khalal) et à son aptitude à accélérer son processus de maturation dans le temps, même dans des conditions de basses températures.

Les polyphénols présentent le même profil d'évolution chez tous les cultivars de dattes étudiés et sont composés majoritairement de procyanidines. Ces composés sont stables pendant la conservation du cultivar ‘Deglet Nour’, par contre une légère perte a été identifiée chez les autres cultivars avec différentes proportions. Cette perte est peut-être expliquée par une oxydation en raison de la perte d'intégrité des cellules végétales.

Outre les polyphénols, les parois cellulaires végétales, assimilées aux fibres, sont stables dans le cas du cultivar ‘Deglet Nour’ contrairement aux autres cultivars dont le rendement en paroi ainsi que sa composition sont variables.

Grâce à ces essais, une décision sur la température optimale de conservation a été prise, à savoir 2 °C pour ‘Deglet Nour’ et qui peut être aussi appliquée pour les autres cultivars. Cependant, des essais sont nécessaires sur d'autres campagnes avec des quantités de fruits plus importantes afin de lisser la variabilité et l'hétérogénéité des lots de fruits.



## *Chapitre 2*

### **Effet de l'utilisation d'Emballage à Atmosphère Modifiée sur la qualité des dattes**



## **Chapitre 2 : Effet de l'utilisation d'Emballage à Atmosphère Modifiée sur la qualité des dattes**

### **Introduction à l'étude**

L'utilisation d'emballages à atmosphère modifiée (EAM) (Modified Atmosphere Packaging ou MAP) constitue l'une des techniques les plus répandues pour prolonger la durée de vie et maintenir la qualité pour plusieurs fruits et légumes (Belay et al., 2016 ; Artés, 2004 ; Al-Ati & Hotchkiss 2002). Cette technique est basée sur la modification de la composition normale de l'air (78,9 % N<sub>2</sub>, 21% O<sub>2</sub>, 0,03 % CO<sub>2</sub> et des traces de gaz rares) dans le but d'avoir une composition d'atmosphère optimale.

Dans une atmosphère modifiée (AM), les concentrations élevées en dioxyde carbone (CO<sub>2</sub>) et les taux réduits d'oxygène (O<sub>2</sub>) et d'éthylène (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>), peuvent être des suppléments utiles avec une température et une humidité relative optimales, au maintien de la qualité des fruits et légumes après récolte (Artés et al., 2006). Le fruit conservé sous EAM consomme de l'oxygène (O<sub>2</sub>) et expire du dioxyde carbone (CO<sub>2</sub>) et de la vapeur d'eau jusqu'à ce que l'atmosphère à l'intérieur de l'emballage atteigne un équilibre. Les concentrations des gaz à l'équilibre sont le résultat de plusieurs facteurs dont les plus importants sont l'intensité respiratoire, et la perméabilité du film et la température. Sous EAM, la respiration du végétal diminue et par conséquent la consommation des substrats de respiration comme les sucres et les acides organiques diminuent aussi (Artés et al., 2002; Mattos et al., 2013).

Nos travaux détaillés dans ce chapitre visent à étudier la variation de la qualité des dattes conservées en utilisant différents films à atmosphère modifiée pour voir l'opportunité de leur utilisation pour les dattes.

Le but donc, est de comparer la qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes avec et sans l'utilisation de l'emballage sous atmosphère modifiée sans prendre en considération l'évolution de ces paramètres au cours du temps qui est déjà discutée dans le premier chapitre.

# **Partie 1: Effet de l'utilisation d'Emballages à Atmosphère Modifiée sur les dattes**

## **'Deglet Nour'**

### **1. Material and methods**

#### **1.1 Chemicals**

Chemicals were the same used in the **chapter 1, section 2.1**.

#### **1.2 Plant material**

'Deglet Nour' date palm fruit (*Phoenix dactylifera* L.) were hand harvested and collected from Kebeli oasis in the South of Tunisia (33° 42' 7" North and 8° 58' 25" East) at the end of October during two harvest seasons (2017 and 2018). Date fruits used in this work were the same of the first part of the first chapter and were conducted at the same way. Differences existed only on storage conditions and techniques. Date palm fruits were stored in small PET containers (190x 115x 58 mm) in different MAP micro-perforated bags. Bags are manufactured from a semi permeable film that can control gas exchange. Date palm fruits were then stored at 2 °C at 65-75% relative humidity during 3, 6 and 9 months. This experiment was done two times, in 2017 and 2018 harvest year.

Thirty date palm fruits were considered for each biological replicate (in PET) and every 3 PET replicates were putted in one MAP for each time condition (no detailed informations are available for different MAP bags):

- **For 2017:**




- 3 PET replicates in one Trendlife MAP (**MAP<sub>T</sub>**) (Kırcami Mah. Yalı Cad. No: 1/7 07200 Antalya Turkey) stored at 2°C for 3, 6 and 9 months, leading to 1 MAP x 3 PET replicates x 3 times, i.e 9 samples
- 3 PET replicates in one Aypeck MAP (**MAP<sub>A</sub>**) (Sedir Cad.No15 PK16140 Bursa, Nilufer) stored at 2°C for 3, 6 and 9 months, leading to 1 MAP x 3 PET replicates x 3 times, i.e 9 samples.

- **For 2018:**

- 3 PET replicates in one ZOEPack MAP (**MAP<sub>Z</sub>**) (Patent no: 203563, Serpak Co., Antalya, Turkey) stored at 2°C for 3, 6 and 9 months, leading to 1 MAP x 3 PET replicates x 3 times, i.e 9 samples.
- 3 PET replicates in one Zoepack MAP (**MAP<sub>Z</sub> CO<sub>2</sub>**) with CO<sub>2</sub> injection at 98.5% stored at 2°C for 3, 6 and 9 months, leading to 1 MAP x 3 PET replicates x 3 times, i.e 9 samples. CO<sub>2</sub> injection aimed to modify atmosphere composition in this case since date palm fruits do not have high respiration rate, like other fruits (Kader & Hussein, 2009) as it will be demonstrated in figure 17.

Which lead to 18 samples for each year (2017 and 2018) as shown in table 16.

**Tableau 16: Storage assay of ‘Deglet Nour’ dates at 2°C using MAP**

Harvest year	MAP	Time (Months)	replicates	Photos	
2017	MAP <sub>T</sub>	3	3		
		6	3		
		9	3		
	MAP <sub>A</sub>	3	3		
		6	3		
		9	3		
2018	MAP <sub>Z</sub>	3	3		
		6	3		
		9	3		
	MAP <sub>Z CO2</sub>	3	3		
		6	3		
		9	3		

### 1.3 Gas measurement

CO<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> measurement were taken in MAP bags after every storage period using a gas analyser (Felix Instruments, Model F-920, CID Bio-Science, WA 98607 USA). Measurements were taken using the needle tubing connected to the intake of the F920 in MAP bag. A hydrophobic filter exist to the end of the tubing to prevent any moisture or debris from entering the instrument. Results are expressed in percentage (%).

### 1.4 Sample characterization

#### 1.4.1 Fruit firmness and colour

Colour and firmness were measured on the whole fruits after each storing time as described on chapter 1. Part 2. Section 2.2.1.

## 1.4.2 Sample preparations

Samples were prepared at the same way than 'Deglet Nour' fruits stored without MAP as explained in Chapter 1, part 1, section 2.3.

## 1.4.3 Samples analysis

Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation, analysis methods (Sugars and organic acids, neutral sugar analysis, uronic acids assay, methanol assay, lignin content, polyphenol quantification) were determined as described in Chapter 1. Part 1 and Part 2.

## 1.5 Statistical analysis

Results are presented as mean values for each sample with and without MAP and each storage time. Firmness and colour were performed in the range of 20 fruits. Chemical analyses were performed in triplicate. Physical and chemical samples stored at 2°C without MAP (samples of the first part in the first chapter) were reported in order to compare them with those using MAP storing conditions. Data are reported as pooled standard deviation (Pooled SD). Pooled SDs were calculated for each series of replicates using the sum of individual variances weighted by individual degrees of freedom (Box, Hunter, & Hunter, 1978). Statistical analysis were established using XLSTAT package of Microsoft Excel. Significant differences ( $p < 0.05$ ) between means and interactions between variables were evaluated by one-way ANOVA and Tukey's multiple range test.

# 2 Results and Discussion

## 2.1 Modified Atmosphere

Gas composition within packages strongly depends on respiration rate of date fruits (Marcellin, 1982; Mattos et al., 2013). In our case, slight changes were found in % O<sub>2</sub> and % CO<sub>2</sub> in MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>Zco2</sub> bags during storage at 2 °C (only 2018 assay results were shown) (Figure 17). Varoquaux & Nguyen-The, (1993), give a very simple definition of modified atmosphere which is simply a conservation atmosphere whose composition is different from that of air and can result for living tissues from a balance between respiratory exchanges of plant product and gaseous diffusion through a semipermeable membrane. In Figure 17 (a), a slight decrease was found in % O<sub>2</sub> (from 20.6 % to 18%) with a slight increase in % CO<sub>2</sub> (from 0.08 % to 1.1 %) in MAP<sub>Z</sub> during storage. These behaviors prove that date palm fruits have a low respiration rate that did not affect MAP gas proportions, taken into account that respiration rate depends on moisture content in date palm (Rygg, 1975) which was not highly affected by MAP storage in our case (Table 18). Jemni et al., (2019) reported also slight changes in O<sub>2</sub> and CO<sub>2</sub> partial pressures throughout the storage at 0 °C in passive MAP (PolyPropylene (PP) baskets thermally sealed at the top) Kader & Hussein, (2009) observed also a low respiration rate



of dates at Tamr stage < 5ml/kg.hr at 20°C without specifying cultivars or moisture, comparing to other fruits like mango (65 ml/kg.hr), apple (12 ml/kg.hr), peach (37 ml/kg.hr) at 20 °C (Biale et al., 1954).

We chose to use an active MAP assay (the same MAP bag was injected by 98.5% of CO<sub>2</sub>) (Figure 17b) in order to accelerate gas modification into the MAP, since date palm fruits have a low respiration rate as we know and to study the effect of other MAP treatments on date fruit quality parameters. The choose of this active MAP enriched with CO<sub>2</sub> gas aimed also to prevent fungal proliferation during storage like mycotoxins (which are considered as the most date palm contaminant (Azaiez et al., 2015)) as CO<sub>2</sub> is known for its fungistatic property which contributes to improve food safety and also to its potential to act as quarantine treatments for insect (Al-Eid et al. 2012; Dehghan-Shoar et al. 2010).

This active MAP bag did not keep a CO<sub>2</sub> rate stability after 9 storage months (Figure 17 b), allowing a slight increase of %O<sub>2</sub> (4.7 % after 9 months) which is mostly related to MAP film permeability characteristics more than fruit metabolism. This gas permeability could be probably optimized, however its effect on date quality parameter should be firstable studied, as it will be reported below.

## **2.2 Effect of storage conditions on date physical properties and appearance**

### **2.2.1 Firmness**

Firmness value was 11.4 N and 3.3 N before storage as shown in Table 17. These values were in the range of those published by Ben-Amor et al., (2016) and Jemni et al., (2019). Significant decrease  $p < (0.005)$  were observed after storage independently on MAP type. Date palm fruits were softer by 71% after storage time with and without MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> and only by 34% after storage with and without MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub>. The difference between the percentages of decrease in the two assays could be due to pedoclimatic conditions in the two harvest year. This decrease could be explained by cell wall modification and enzymatic activities related to fruits softening. No significant differences were detected in firmness values between MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> and between MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> (ANOVA not shown) bags in each storing time. MAP treatments did not preserved firmness during storage compared to control, however MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> seems to delay firmness loss after storage as shown in table 17. Contrary to our results, Jemni et al., (2019) showed that passive MAP storage preserved the firmness of dates stored at 20 °C and 0 °C for 30 days which could be explained by the difference on temperature used (0 °C) and gas proportion in MAP treatment.

In our study MAP<sub>Z</sub> treatment did not stopped the softening process of date palm fruits, either with CO<sub>2</sub> injection which could be due to its higher permeability, accelerating fruits respiration

process. In contrast, Kurubas & Erakan, (2017) indicated that storing cherries in micro perforated Zoepack MAP at 0 °C and 90-95% RH for 50 days lead to minimal firmness loss.

Among these MAP bags, MAP<sub>Z</sub> could be considered as the effective treatment leading to minimal losses during storage.

### 2.2.2 Colour

Lightness value (L\*) was 32.5 and 31.8 before storage in the two assays (Table 17), which are in the range of results published by Jemni et al., (2019) for 'Deglet Nour' dates (32.1). Color parameter L\*, a\* and b\* were highly affected by storage time with significant decrease (p<0.001) as shown in Table 17.

Date palm fruits became darker by 22% (25.30 vs 32.48) and 19% (26.31 vs 32.48) after a storage of 9 months using MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> respectively. Lightness decrease was less pronounced for control demonstrating that both MAP bags used in this experiment did not conserve date fruit colour. In contrast, Jemni et al., (2019) found that 'Deglet Nour' date fruits brightness did not change after storage for 30 days at 0 °C and 20 °C using passive MAP. This difference could be related to MAP type and temperature used. According to Achour & Bagga (2005), the MAP and the storage temperature affected the kinetic of color degradation of 'Deglet Nour' date during 35 days storage at 10 and 25 °C, mainly for L\* values. In our case MAP storage did not avoid colour darkening which is mainly attributed to enzymatic browning reactions. Murr & Morris, (1974) found that browning of mushrooms was increased at high CO<sub>2</sub> levels (above 5%) and it was prevented only in an O<sub>2</sub>-free atmosphere. However, in our case, CO<sub>2</sub> levels did not exceed 1.2%, which could be no sufficient to prevent colour darkening. Kurubas & Erkan, (2017) report positive effects of Zoepack MAP on '0900 Ziraat' cherries during a 50 days storage at 0 °C temperature and 90-95% RH. These authors observed a high L\* value in Zoepack MAP storage.

No significant differences were detected in L\* values in 'Deglet Nour' date palm fruits stored at MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> bags. This demonstrates that the CO<sub>2</sub> injection had no positive effects on date fruits metabolism in this bag type (Zoepack) which could be related to MAP<sub>Z</sub> high permeability to CO<sub>2</sub> gas as discussed above.

The difference in lightness parameter behavior between the two assays could be related to harvest year difference or/and to MAP type and specifically to combined effects of film characteristics and fruit metabolism.

A significant decrease ( $<0.05$ ) was also observed in  $a^*$  and  $b^*$  values during storage using MAP independently on bag type and without observing a clear trend when MAP is used. The decrease in  $a^*$  value corresponded probably to an increase in carotenoid biosynthesis as the fruit ripened, which is associated with the climacteric increase in respiration, initiated by the action of ethylene (Saltveit, 1999). No significant difference was detected between the different types of MAPs for each storage time.

Physical properties results (firmness and colour) demonstrated that all MAPs treatments used could not maintain date fruits initial characteristics during storage, however the use of MAP<sub>Z</sub> was the most promoting treatment with minimal firmness losses.

## **2.3 Effect of treatment on fruit composition**

### **2.3.1 Sugars and organic acids**

As known and reported in the first chapter, sucrose and malic acid were the predominant sugar and organic acid in 'Deglet Nour' date palm.

MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments used had a significant effects on glucose ( $p<0.05$ ), fructose ( $p<0.001$ ) and sucrose ( $p<0.001$ ) contents (Table 18). However, fructose was the only sugar affected ( $p<0.05$ ) by MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> treatments and it increased during storage compared to the control.

Glucose contents decreased with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments, however fructose and sucrose increased after 9 months storage when MAP was used (Table 18). Sugars contents changes could be related to dry matter decrease during storage (Table 18). Glucose content loss could be related to its consumption as a respiration substrate during storage (Ismail et al., 2008). For sucrose content, a significant increase was only detected during storage using MAP bags without any difference between both MAP treatments. However, 'Deglet Nour' date samples stored using MAP<sub>A</sub> were the richest fruits on fructose contents and the poorest on glucose contents. Date fruits stored using MAP<sub>Z</sub> without CO<sub>2</sub> injection presented also the higher fructose contents (141.8 mg/g FW). In contrast, Jemmi et al., (2019) showed that fructose and glucose contents decrease during passive MAP storage after 30 days at 0 °C, however no difference was observed on sucrose content. These differences could be related to storage time which could promote sugars evolution and to the MAP type used. Khali et al., (2007) demonstrated that storage time and MAP storage preserved 'Deglet Nour' total sugars contents.

These difference could be related to the storage conditions (time and temperature) and to MAP treatment used in each study.

Concerning organic acids, malic and citric acid were affected by the used of MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments during storage. Citric acid increased significantly ( $p<0.001$ ) during storage with MAP

treatments, especially with MAP<sub>A</sub> bag whereas malic acid decreased ( $p < 0.05$ ) significantly during storage using MAP<sub>A</sub> and MAP<sub>T</sub> treatments with no significant difference between MAP types. However the use of MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> treatment during storage affected only citric acid contents with significant increase ( $p < 0.001$ ) (Table 18), which could be related to the solubility of CO<sub>2</sub>, which increases the acidity of the solution and reduces the pH, with decreasing temperature (Mullan & McDowell, 2003). Jemni and al., (2019) observed a significant increase in titratable acidity in 'Deglet Nour' date fruits stored using passive MAP at 20 °C for 30 days. Kurubas & Erkan, (2017) showed that Zoepack MAP storage were efficient for kept stable titratable acidity in cherry fruits. The difference observed in organic acids behaviors between studies could be due to the temperature used as well as to the MAP type.

According to these results, it is clear that the use of MAP bags did not maintain totally sugars and organic acids initial contents, thus its use in date industry could be no promoting.

### 2.3.2 Cell wall yields and composition

The AIS content of 'Deglet Nour' date palm were 104.4 mg/g and 74.3 mg/g Fresh Weight (FW) in the two assays respectively (Table 19) in accordance with previously published works (Mrabet et al., 2012 ; Cherif et al., 2021).

The composition of date palm cell walls indicated a prevalence of lignin, cellulose, pectins and associated material, the degree of methylation of pectins was  $>50\%$ , reaching 86%. Xylose, the main non-cellulosic neutral sugar in the AIS, might originates from xylogalacturonans as the other diagnostic sugars for hemicelluloses i.e. non-cellulosic glucose, fucose, and mannose were present in low amounts ( $< 10$  mg /g CWM).

A significant change in yields and cell walls compositions was observed as function of the time as discussed in the first chapter, however, no effect of storage using MAPs treatments was detected (Table 19).

A significant increase ( $p < 0.05$ ) was detected in lignine after 3 months storage, especially at MAP<sub>A</sub> bag, which had the highest lignin content after storage. However, a significant decrease in lignine ( $p < 0.05$ ) was observed especially after 6 months storage using MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> (from 170 mg/g AIS before storage to 108 mg/g AIS). As general trend, lignin contents were slightly affected by MAP<sub>Z</sub> after 3 and 6 months storage. Arabinose, xylose and mannose increased only with MAP<sub>A</sub> treatment and showed also the highest contents.

It is clear that the effect of storage time was greater than MAP storage on cell walls, however cell walls yields and composition behaviour was different with MAPs treatments leading to a non apparent change in cell wall yields despite some neutral sugars change.

According to our knowledge, until now, no study was interested on 'Deglet Nour' date palm cell walls composition or detailed fiber contents during MAP storage. Since, changes in 'Deglet Nour' cell walls compositions are not very apparent, despite storage conditions used, as reported in the first chapter, the use of different MAPs treatments did not also show any important effect.

### 2.3.3 Polyphenols

As reported in the first chapter, four major polyphenol groups were identified in 'Deglet Nour' date palm fruit, i.e. flavan-3-ols, flavonols, flavones and hydroxycinnamic acids (Table 20). A total of 11 individual compounds were identified and quantified (Table 20). The content of polyphenols ranged between 13.9 and 12.1 mg/g of FW (Tables 20). These values are in accordance with those reported by Hammouda et al., (2013).

As function of MAP storage, procyanidins contents increased from 3 to 6 months in date fruits for MAP<sub>T</sub> and from 3 to 9 months for MAP<sub>A</sub>. It passed respectively from 12.5 mg/g to 14.7 mg/g FW and from 11.7 mg/g to 14.1 mg/g FW. This increase could be related to the modification of the tissue increasing procyanidins extractability. However, no significant differences were detected between the two MAP types for the different storage times (ANOVA data not shown). Total phenolics tended also to increase, which could be related to procyanidins increased. In contrast, Khali et al., (2007) observed a loss of total polyphenols by almost 5 times in 'Deglet Nour' date palm stored using MAP packs at 10 °C and at room temperature during 5 months. This difference observed could be related to the fruit origin and more probably to the temperature used. DPn also increased with time and with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments, due to a better extraction of highly polymerized procyanidins. In general, minor phenolic compounds tended to decrease with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments, probably because of their susceptibility to browning or due to their low content, their slightest variation may induce a high effect due to their low contents. Moreover, according to Tomás-Barberán & Espín, (2001), CO<sub>2</sub> storage can have marked effects on phenolic metabolites and quality, as it can induce browning regarding fruit type and storage conditions (refrigerated storage, time storage was not precised), however modified atmospheres can also have a positive effect on phenolic-related quality, as in the case of the prevention of browning of minimally processed.

The use of MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>Zco2</sub> treatments did not affect total polyphenol contents and all phenolic compounds in 'Deglet Nour' date fruits with no significant differences neither between the two treatments nor comparing to control. Jemni et al., (2019) observed also, a stability of total polyphenol contents with passive MAP storage after 30 days at 0°C.

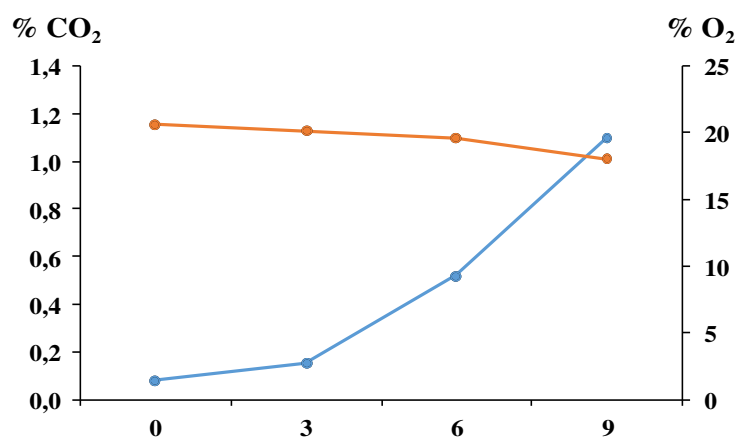
Regarding these results, we could notice that any MAPs treatments was suitable for maintaining polyphenols compounds comparing to controls.

### 3 Conclusion

In, general, all MAPs treatments affected differently all organoleptic and nutritional parameters studied. A loss of firmness was detected using MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments which was delayed but not maintained with MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub>. 'Deglet Nour' date palm fruits were darker with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub> treatments and no effect was observed with MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub>. MAPs treatments did not maintain totally sugars and organic acids initial contents with an increase in fructose and citric acid in MAP<sub>A</sub>. The use of MAP<sub>Z</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub> treatments did not affect total polyphenol contents and all phenolic compounds in 'Deglet Nour' date fruits, however an increase was detected with MAP<sub>T</sub> and MAP<sub>A</sub>. Cell walls compositions were specially affected by MAP<sub>A</sub> and MAP<sub>ZCO<sub>2</sub></sub>

Regarding to these results, we can conclude that MAP treatments had no beneficial effect on 'Deglet Nour' date fruits quality during storage in our conditions. So, their use in fresh date industry could generate more costs with no apparent effects. However, further researches will be required using other MAP film characteristics or combining other gas proportions in order to detect more interesting effects in date palm fruits organoleptic and nutritional quality.

**a**



**b**

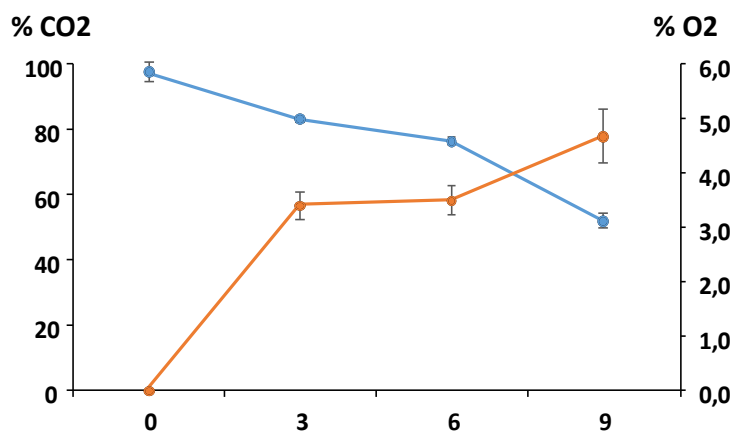


Figure 17: Changes of gaz composition — % O<sub>2</sub> and — % CO<sub>2</sub> within packages MAPz (Zoepack) (a) and MAPzco<sub>2</sub> (Zopepack with CO<sub>2</sub> injection) (b) at 2° C

**Tableau 17: Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L\*), Redness/Greenness (a\*), Yellowish/Blueness (b\*) of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP<sub>T</sub>: MAP Trendlife; MAP<sub>A</sub>: MAP Aypeck; MAP<sub>Z</sub>: MAP Zoepack; MAP<sub>ZCO2</sub>: MAP Zoepack with CO2 injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

		<b>Firmness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
Before storage		11.4	32.48	11.85	29.52
After 3 months					
	Control	3.8	28.07	9.73	24.54
	<b>MAP<sub>T</sub></b>	4.1	30.16	11.49	27.03
	<b>MAP<sub>A</sub></b>	3.9	29.90	12.04	26.52
After 6 months					
	Control	3.3	30.23	12.88	30.78
	<b>MAP<sub>T</sub></b>	3.6	30.03	11.41	28.98
	<b>MAP<sub>A</sub></b>	3.3	27.47	9.63	24.37
After 9 months					
	Control	5.2	27.38	10.54	25.17
	<b>MAP<sub>T</sub></b>	4.8	25.30	9.84	24.63
	<b>MAP<sub>A</sub></b>	3.9	26.21	11.00	26.85
SD Pooled		0.36	0.73	0.50	0.95
S.Time F-value		82.0**	20.8**	7.5**	8.2**
MAP S F-value		1.9	3.6*	4.1*	3.1*
S.Time* MAP S F-value		1.1	2.0	5.5*	7.1*
Before storage		3.3	31.81	8.03	38.97
After 3 months					
	Control	2.5	31.96	7.88	32.77
	<b>MAP<sub>Z</sub></b>	2.4	29.64	6.76	27.08
	<b>MAP<sub>Z CO2</sub></b>	2.2	30.03	6.93	29.00
After 6 months					
	Control	2.6	30.96	4.57	11.35
	<b>MAP<sub>Z</sub></b>	3.6	30.12	4.36	10.08
	<b>MAP<sub>Z CO2</sub></b>	3.6	31.23	4.29	11.48
After 9 months					
	Control	2.0	26.48	6.47	8.86
	<b>MAP<sub>Z</sub></b>	2.6	28.41	6.11	9.06
	<b>MAP<sub>Z CO2</sub></b>	2.7	28.66	5.82	6.85
SD Pooled		0.20	0.63	0.29	0.87
S.Time F-value		19.9**	16.0**	55.7**	511.6**
MAP S F-value		5.6*	0.7	4.2*	5.8*
S.Time* MAP S F-value		3.4*	3.9*	0.8	4.1*

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ; S.Time: Storage Time MAP S: Modified Atmosphere Packaging Storage



**Tableau 18: Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP<sub>T</sub>: MAP Trendlife; MAP<sub>A</sub>: MAP Aypeck; MAP<sub>Z</sub>: MAP Zoepack; MAP<sub>ZCO2</sub>: MAP Zoepack with CO2 injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Sugars			Organic acids		Dry matter
	Glucose	Fructose	Sucrose	Citric acid	Malic acid	
Before storage	169	137	268	0.9	4.4	897.7
After 3 months						
Control	168	153	207	1.0	4.6	829.6
MAP <sub>T</sub>	165	137	101	0.0	4.4	830.9
MAP <sub>A</sub>	147	153	165	1.6	4.1	814.3
After 6 months						
Control	142	147	171	1.3	4.2	851.1
MAP <sub>T</sub>	197	148	258	1.2	3.7	830.7
MAP <sub>A</sub>	158	183	217	1.4	3.7	846.9
After 9 months						
Control	163	136	202	0.2	4.3	855.5
MAP <sub>T</sub>	91	253	450	1.0	4.1	824.2
MAP <sub>A</sub>	91	255	463	1.7	4.0	824.7
SD Pooled	8.7	7.6	11.7	0.1	0.1	3.9
S.Time F-value	23.1**	40.3**	193.8**	29.7**	10.8*	48.7**
MAP S F-value	7.6*	32.3**	51.9**	140.9**	13.5*	16.2**
S.Time* MAP S F-value	15.6**	23.5**	72.9**	68.5**	1.4	6.9*
Before storage	134	87	354	1.6	2.4	810.2
After 3 months						
Control	135	132	326	0.3	2.4	797.8
MAP <sub>Z</sub>	131	141	342	1.1	2.3	808.0
MAP <sub>ZCO2</sub>	138	118	289	1.2	2.1	806.0
After 6 months						
Control	135	118	252	0.0	1.7	805.7
MAP <sub>Z</sub>	150	118	234	0.0	1.7	795.4
MAP <sub>ZCO2</sub>	146	110	248	0.0	1.7	804.1
After 9 months						
Control	142	178	272	0.0	2.0	821.3
MAP <sub>Z</sub>	142	166	282	2.1	2.0	806.3
MAP <sub>ZCO2</sub>	125	158	288	2.5	1.9	805.2
SD Pooled	5,7	5,9	11,8	0,1	0,1	3,9
S.Time F-value	1,6	63,2**	29,0**	434,9**	16,0**	3,1
MAP S F-value	0,5	5,2*	0,7	287,8**	0,9	1,3*
S.Time* MAP S F-value	2,3	1,1	2,8	116,4**	0,6	4,0*

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ; S.Time: Storage Time MAP S: Modified Atmosphere Packaging Storage

**Tableau 19: AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP<sub>T</sub>: MAP Trendlife; MAP<sub>A</sub>: MAP Aypeck; MAP<sub>Z</sub>: MAP Zoepack; MAP<sub>ZCO2</sub>: MAP Zoepack with CO<sub>2</sub> injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables**

	Yields	Rha	Fuc	Ara	Xyl	Man	Gal	Glc NC	C Glc	MeOH	AUA	DM	Lig
Before storage	104.4	4	3	22	63	9	19	9	115	16	102	86%	118
After 3 months													
Control	86.5	4	2	22	68	9	17	9	111	16	107	83%	99
MAP <sub>T</sub>	84.1	4	3	23	74	9	17	8	120	18	110	89%	131
MAP <sub>A</sub>	80.3	5	3	24	79	12	18	10	119	17	105	88%	166
After 6 months													
Control	94.9	5	3	23	67	8	18	7	112	14	81	97%	113
MAP <sub>T</sub>	91.6	5	3	26	69	9	20	7	120	14	93	85%	111
MAP <sub>A</sub>	85.8	5	3	25	71	8	20	7	116	15	103	80%	130
After 9 months													
Control	91.3	6	5	26	68	9	22	6	126	15	124	68%	99
MAP <sub>T</sub>	90.7	6	5	26	69	11	21	7	127	15	125	66%	95
MAP <sub>A</sub>	95.4	6	5	28	76	11	22	8	125	16	121	72%	83
SD Pooled	3.4	0.4	0.2	0.7	3.2	0.7	0.7	1.2	5.7	0.3	5.5	0.04	10.9
S.Time F-value	9.5*	13.2**	73.6**	8.9*	1.6	6.3*	15.5**	2.5	2.2	31.2**	16.0**	13.2**	9.0*
MAP S F-value	1.1	1.3	1.1	3.9*	4.6*	7.2*	2.0	0.5	0.9	3.2	0.9	0.4	4.1*
S.Time* MAP S F-value	1.4	0.3	0.2	0.9	0.4	2.7	1.0	0.7	0.3	3.3*	1.7	2.6	4.8*

	<b>Yields</b>	<b>Rha</b>	<b>Fuc</b>	<b>Ara</b>	<b>Xyl</b>	<b>Man</b>	<b>Gal</b>	<b>Glc NC</b>	<b>C Glc</b>	<b>MeOH</b>	<b>AUA</b>	<b>DM</b>	<b>Lig</b>
Before storage	74.3	6	8	25	74	10	21	7	134	17	175	53%	170
After 3 months													
Control	83.6	5	5	23	67	9	20	6	127	16	137	64%	137
<b>MAP<sub>Z</sub></b>	85.3	6	6	23	72	9	19	9	124	15	135	62%	151
<b>MAP<sub>Z</sub> CO<sub>2</sub></b>	84.3	6	6	24	78	9	20	7	130	17	156	59%	136
After 6 months													
Control	79.5	6	3	22	84	8	17	5	117	13	147	47%	186
<b>MAP<sub>Z</sub></b>	84.5	6	3	22	77	8	17	6	112	13	154	45%	128
<b>MAP<sub>Z</sub> CO<sub>2</sub></b>	85.6	6	3	22	81	8	17	6	118	13	125	56%	108
After 9 months													
Control	90.8	7	5	25	86	10	20	8	135	12	131	50%	151
<b>MAP<sub>Z</sub></b>	91.5	6	3	23	87	9	18	7	117	13	134	53%	146
<b>MAP<sub>Z</sub> CO<sub>2</sub></b>	95.4	6	3	24	89	9	18	7	119	11	141	44%	153
SD Pooled	2.5	0.4	0.6	0.8	5.4	0.5	0.7	0.8	5.8	0.9	6.9	0.04	10.4
S.Time F-value	12.3**	90.6**	39.0**	291.9*	75.5**	95.9*	202**	4.2	2.3	13.5**	7.8*	5.2*	0.8
MAP S F-value	1.8	0.2	0.5	1.3	0.6	0.2	1.8	0.9*	1.2	0.009	0.1	0.03	4.8*
S.Time* MAP S F-value	0.5	2.5	1.4	0.9	0.2	0.7	0.8	2.1	0.9	0.8	4.1*	1.6	5.7*

Rha: rhamnose, Fuc: fucose, Ara: arabinose, Xyl: xylose, Man: mannose, Gal: galactose, NC Glc: Non-Cellulosic glucose determined without cellulose hydrolysis, C Glc: Cellulosic glucose, AUA: anhydrous uronic acids, MeOH: methanol, DM: degree of methylation, Lig: lignin, S.Time: Storage time, S.Temperature: Storage temperature. Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ; S.Time: Storage Time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage

**Tableau 20: Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds ( $\mu\text{g/g}$  of FW) variation of ‘Deglet Nour’ date fruit during 3, 6 and 9 months at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAP<sub>T</sub>: MAP Trendlife; MAP<sub>A</sub>: MAP Aypeck; MAP<sub>Z</sub>: MAP Zoepack; MAP<sub>ZCO2</sub>: MAP Zoepack with CO2 injection). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**


	Procyanidins					Hydroxycinnamates					Flavonols			Flavones		Total
	PCA	DP	CAT %	EC %	EC <sub>ext</sub> %	CSH1	CSH2	CSA4	CSA5	CSH	QR	IhR	IhH	ChRh	ChhS	
Before storage	13.5	32	0.4	2.7	96.9	13	18	98	116	30	9	12	24	5	5	13.9
After 3 months																
Control	12.4	30	0.4	2.9	96.7	12	14	97	109	27	10	14	7	26	5	12.7
MAP <sub>T</sub>	12.5	31	0.4	2.8	96.8	12	14	95	106	27	9	14	4	27	5	12.8
MAP <sub>A</sub>	11.7	30	0.5	2.8	96.7	12	14	91	105	28	9	12	6	24	4	12.0
After 6 months																
Control	14.2	38	0.2	2.5	97.4	11	12	73	93	19	11	10	5	22	3	14.5
MAP <sub>T</sub>	14.7	39	0.1	2.4	97.4	11	11	65	82	21	8	10	7	24	4	15.0
MAP <sub>A</sub>	12.7	42	0.1	2.3	97.6	9	10	62	77	18	6	10	5	20	3	13.0
After 9 months																
Control	14.4	41	0.1	2.3	97.5	11	12	70	87	21	11	10	6	25	4	14.6
MAP <sub>T</sub>	14.0	42	0.1	2.4	100.1	10	10	59	76	17	6	10	4	19	3	14.2
MAP <sub>A</sub>	14.1	42	0.1	2.2	97.6	10	10	59	71	16	7	9	6	23	4	14.3
SD Pooled	0.4	0.7	0.02	0.06	0.07	0.5	0.7	2.5	2.6	1.8	0.8	0.5	0.5	1.5	0.3	0.4
S.Time F-value	16.2**	151.9**	153.2**	52.2**	0.9	11.1*	24.3**	103.2**	87.2**	20.2**	2.8	44.5**	1.2	4.4*	11.1*	14.7**
MAP S F-value	5.6*	4.2*	3.1	3.9*	0.5	0.5	2.0	11.4*	18.7**	0.7	18.6**	1.7	2.3	1.3	1.2	5.9*
S.Time* MAP S F-value	1.9	2.9*	3.2*	1.6	0.4	1.9	1.1	0.8	1.8	1.0	2.1	2.3	6.8*	2.7	3.1*	1.9

	Procyanidins					Hydroxycinnamates					Flavonols		Flavones		Total	
	PCA	DP	CAT	EC	EC <sub>ext</sub>	CSH1	CSH2	CSA4	CSA	CSH	QR	IhR	IhH	ChRh		ChhS
Before storage	11.9	38	0.4	2.2	97.3	8	9	53	82	21	5	12	17	2	4	12.1
After 3 months																
Control	12.4	40	0.4	2.1	97.5	6	5	41	64	14	6	12	3	20	4	12.5
MAP <sub>Z</sub>	12.2	39	0.5	2.1	97.4	6	6	38	61	12	6	12	3	18	4	12.4
MAP <sub>Z</sub> CO <sub>2</sub>	11.9	41	0.4	2.1	97.5	6	6	37	60	12	6	12	3	18	4	12.1
After 6 months																
Control	11.9	47	0.5	1.6	97.9	10	7	24	41	14	4	13	3	15	3	12.0
MAP <sub>Z</sub>	11.6	49	0.5	1.5	97.9	10	7	24	39	14	4	13	3	14	3	11.7
MAP <sub>Z</sub> CO <sub>2</sub>	11.5	49	0.5	1.6	98.0	10	8	23	40	14	5	13	3	16	3	11.7
After 9 months																
Control	12.0	48	0.5	1.6	97.9	10	8	29	46	14	5	13	3	15	3	12.1
MAP <sub>Z</sub>	11.8	50	0.5	1.6	98.0	10	7	25	38	14	5	13	3	14	3	11.9
MAP <sub>Z</sub> CO <sub>2</sub>	11.7	48	0.5	1.6	97.9	10	7	25	38	14	5	13	3	14	3	11.9
SD Pooled	0.4	1.3	0.02	0.05	0.06	0.3	0.3	2.3	2.8	1.1	0.5	0.3	0.2	1.0	0.2	0.4
S.Time F-value	0.8	38.2*	10.8*	86.8*	54.2*	114.9*	30.4**	45.7**	70.1*	13.0*	5.9*	2.3	10.5*	10.5*	21.3**	0.9
MAP S F-value	0.5	0.3	0.7	0.6	0.3	0.7	0.5	1.2	2.3	0.3	1.1	0.2	3.5*	0.8	0.9	0.5
S.Time* MAP S F-value	0.0	0.7	1.6	0.7	0.9	0.5	0.7	0.2	0.7	0.3	0.5	0.2	2.8	0.4	0.5	0.04


PCA: procyanidins, DP: average degree of polymerization of procyanidins, %CAT:percentage of (+)-catechin as terminal unit, %EC: percentage of (-)-epicatechin as terminal unit, %EC<sub>ext</sub>: percentage of (-)-epicatechin as extension unit, CSH1: Cafeoylshikimic hexoside\_1, CSH2: Cafeoylshikimic hexoside\_2, CSA4: 4-cafeoylshikimic acid, CSA5: 5-cafeoylshikimic acid, CSpH: cafeoylsinapoyl hexoside, QR: Quercetin-3-rutinoside, IhR: isorhamnetin rutinoside, IhH: isorhamnetin hexoside ChRh: chrysoeriol rhamnosyl hexoside, ChhS: chrysoeriol hexoside sulfate, Total PP: total: total polyphenols, S.Time: Storage time, S.Temperature: Storage temperature, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ; S.Time: Storage Time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage

## **Partie 2: Effet de l'utilisation d'Emballage sous Atmosphère Modifiée sur trois cultivars de dattes 'Arichti', 'Bouhattam', et 'Bser Hlou' au stade Khalal**

Cette partie est présentée sous forme d'un projet d'article :

 **Titre:** *Effect of storage conditions under Modified Atmosphere Packaging on organoleptic and nutritional quality of three common date palm cultivars consumed at Khalal stage.*



 **Auteurs:** *Sarra Cherif, Carine Le Bourvellec, Sylvie Bureau, Jameleddine Benabda*

## **1. Material and methods**

### **1.1 Chemicals**

**1.2 Chemicals were the same used in the first chapter, section 2.1.**

### **1.3 Plant material**

Three common date (*Phoenix dactylifera* L.) palm cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ were hand harvested at the end of September at Khalal stage (3<sup>rd</sup> maturation stage) as described by Hussein et El-Zeid, (1975) and Al-Shahib et Marshall (2003) when date fruit turn to yellowish colour. These cultivars were collected from Gabes maritime oasis in the South of Tunisia (33°40’N and 10°21’E). Date fruits cultivars used in this work were the same of the second part of the first chapter and were conducted in the same way. Differences existed only on storage conditions and techniques. Date palm fruits were stored in small PET containers (190x 115x 58 mm) in different commercial type of Modified Atmosphere Packaging (MAP). These micro-perforated bags are manufactured from a semi permeable film that can control gas exchange. Date palm fruits were then stored at 2 °C, at 65-75% relative humidity, during 30 and 60 days.

Between 15 and 30 fruits (about 300 g) for each cultivar were considered for each biological replicate in PET punnets. Fruits were then stored in air (Control) and in a ZOEPack MAP bag (**MAPz**) (Patent no: 203563, Serpak Co., Antalya, Turkey)

Both treatments were stored at 2°C for 30 and 60 days for each cultivar, (Table 21).

**Tableau 21: Storage assay of three date fruits cultivars at 2°C**

<b>Cultivar</b>	<b>Time (days)</b>	<b>MAP</b>	<b>replicates</b>	<b>Photos</b>
<b>Arichti</b>	T0 (control)	Without	3 replicates	
	30	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	
	60	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	
<b>Bouhattam</b>	T0 (control)	Without	3 replicates	
	30	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	
	60	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	
<b>Bser Hlou</b>	T0	Without	3 replicates	
	30	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	
	60	MAP <sub>Z</sub>	3 replicates	

#### **1.4 Sample characterization**

##### **1.4.1 Fruit firmness and colour**

Colour and firmness were measured on the whole fruits after each storing time as described on chapter 1. Part 2. Section 2.3.1.

##### **1.4.2 Sample preparations**

Samples were prepared at the same way than the same three cultivars fruits stored without MAP as explained in Chapter 1, part 2, section 2.3.2.



### **1.4.3 Samples characterization**

Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation, Analysis methods (Sugars and organic acids, Neutral sugar analysis, Uronic acids assay, Methanol assay, Lignin content, Polyphenol quantification) were determined as described in Chapter 1. Part 1 and Part 2.

### **1.5 Statistical analysis**

Results are presented as mean values for each cultivar with and without MAP using and each storage time. Firmness and colour were performed in 20 fruits. Data are reported as pooled standard deviation (Pooled SD). Pooled SDs were calculated for each series of replicates using the sum of individual variances weighted by individual degrees of freedom (Box et al., 1978). Statistical analysis were established using XLSTAT package of Microsoft Excel. Significant differences ( $p < 0.05$ ) between means and interactions between variables were evaluated by one-way ANOVA and Tukey's multiple range test.

## **2. Results and Discussion**

### **2.1 Effect of storage conditions on date physical properties and appearance**

#### **2.1.1 Firmness**

As discussed in the second part of the first chapter, firmness values were significantly ( $p < 0.001$ ) affected by cultivar and storage time. Date palm fruits were significantly softer after storage and 'Bser Hlou' cultivar was the softest cultivar before and after storage. However, no significant difference was observed on firmness values between MAPz and control (Table 22). Our results are not in accordance with those reported by Mortazavi et al., (2007). These authors observed that dates at Khalal stage stored at 4°C in a passive MAP bag had the highest firmness value (5.8 N) comparing to control (4.5 N). This difference could be due to MAP bag type and to date cultivar.

We could conclude that Zoepack MAP bag did not modify the firmness during storage of the three studied cultivars, in comparison to the control.

#### **2.1.2 Colour**

As discussed in the second part of the first chapter, colour parameters were significantly ( $p < 0.001$ ) affected by cultivar and storage time. Storage time affected only L\* and b\* parameters which decrease after storage for all cultivars.

No significant difference was detected on all colour parameters for the three studied cultivars stored with and without MAP bag (Table 22). 'Bser Hlou' remained the darkest cultivar either with MAP packaging.

So, the use of MAP<sub>Z</sub> bag during storage did not modify colour parameters of the three studied cultivars, in comparison to the control. However, Al-Eid et al., (2012) showed that MAP (10% CO<sub>2</sub>, 20% CO<sub>2</sub>, 30% CO<sub>2</sub>, 20% CO<sub>2</sub> and balance N) treated 'Khalas' dates stored at 0°C during 27 days retained their initial khalal yellow colour longer than control-packaged date fruit. These differences could be related to date cultivar and may be also to the proper physiological stage.

Regarding these results, we conclude that the use of Zoepack MAP had no significant effect on date fruit physical quality. Zoepack MAP storage maintained physical quality parameters but with no significant impact, so its use will be not economically promoting for fresh date industry.

## **2.2 Effect of treatment on fruit composition**

### **2.2.1 Sugars and organic acids**

As discussed in the first chapter, reducing sugars were dominant in 'Arichti' and 'Bouhattam' cultivar; however, 'Bser Hlou' was the cultivar with the highest sucrose content.

During storage time a significant decrease in fructose and glucose contents was observed accompanied by an increase in sucrose content for 'Arichti' and 'Bouhattam' cultivar (Table 23). However, in the case of 'Bser Hlou' cultivar sucrose and fructose content decreased accompanied by glucose increased. This trend was the same for date fruits stored using MAP<sub>Z</sub>.

As shown in Table 23, sugar contents were significantly ( $p < 0.05$  and  $p < 0.001$ ) affected by storage using MAP. The decrease of glucose contents was more pronounced in 'Arichti' cultivar stored with MAP<sub>Z</sub> bag and no difference was detected between the other cultivars. This phenomenon could be related to the use of glucose as a respiration substrate by date fruits stored in a specific modified atmosphere which could affect sugars behaviour. The cultivars ('Arichti' and 'Bouhattam') showed the highest sucrose content when they were stored using MAP<sub>Z</sub> after 30 and 60 days. MAP<sub>Z</sub> bag delayed glucose and fructose losses only for 'Bouhattam' cultivar. These differences could be explained by cultivar specificities. Al-Redhaiman, (2004) reported a decrease in reducing sugars and an increase of non-reducing sugars in 'Barhi' date at Khalal stage during 60 days using MAP storage especially at 20%, 10% and 5% CO<sub>2</sub>. Jemni et al., (2019) showed a decrease in fructose and glucose contents in 'Deglet Nour' date palm stored at 0°C for 30 days in passive MAP. This decrease was not accompanied by a sucrose contents change.

Contrary to storage time impact, no significant difference was detected in organic acids contents using MAP. Storage using MAP preserved malic and citric acid contents in the three date cultivars studied. Contrary to our results, Mortazavi et al., (2007) observed that passive MAP packaging was the most effective in maintaining the titratable acidity (1.15 mg/g FW) of 'Barhi' date at Khalal stage during 20 days at 4°C comparing to control. This difference could be explained by cultivar origin and by the difference between titratable acidity determination and specific organic acids measurement. Storage using MAP maintained only organic acid initial contents, however different behavior were detected in sugar contents among the three cultivars. These changes could highly influence the consumer sensory evaluation, as sugars are important components, determining the sweetness of fruits. So, the use of MAP<sub>z</sub> bag had no positive effects on preserving sugars contents and thus it could not be a promoting method which can be used in date industry.

### **2.2.2 Cell wall yields and composition**

As already shown 'Bouhattam' was the richest cultivar in AIS contents (101.4 mg/g FW), followed by 'Arichti' cultivar (65.9 mg/g FW).

The AIS compositions of whole fruit of the three date palm cultivars were characterized by high content of uronic acid, lignin and cellulosic glucose (Table 24). Xylose was the main non cellulosic neutral sugar in the AIS, followed by arabinose and galactose. Non-cellulosic glucose, fucose, mannose and rhamnose were only minor components (< 15 mg /g CWM). Pectic substances were present in high amount as shown by the high galacturonic acid content, and were highly methylated reaching 63% for 'Bser Hlou' cultivar. Xylose might originates from xylogalacturonans as non-cellulosic glucose, fucose, and mannose, diagnostic sugars for hemicelluloses, were present in low amounts. The composition of date palm cell walls at Khalal stage indicated a prevalence of pectins, lignin, cellulose, and associated material, the degree of methylation of pectins was >50%. AIS contents decreased significantly ( $p < 0.05$ ) after storage for the three studied cultivars which explained their decrease on firmness as discussed previously. During the ripening process enzymes gradually break down polysaccharides to soluble compounds, decreasing the cell wall contents (Wei et al., 2010; Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Brummell, 2006) and as a consequence firmness. As function of storage time, a significant increase was observed in rhamnose, fucose, mannose, rhamnose, non-cellulosic and cellulosic glucose, and lignin content for all studied cultivars whereas a decrease on uronic acid and galactose contents was observed. No significant difference was detected in AIS content when date fruits were stored using MAP. In

general, cell wall composition followed the same trend as without the use of MAP. To our knowledge no study reported the effect of MAP storage on cell wall composition in date palm fruits.

As we noticed, cell walls contents were more affected by storage time and no difference was detected with MAP storage for all cultivars studied. Thus, Zoepack MAP bag could not be used to preserve cell walls assimilated to dietary fibers.

### **2.2.3 Polyphenols**

Four major polyphenol groups were identified in the three studied date palm cultivars as already reported in the second part of the first chapter. Polyphenol classes included flavan-3-ols, flavonols, flavones and hydroxycinnamic acids (Table 25). Dates are rich in polyphenols independently of cultivar and maturity stage (Haider et al., 2018; Hammouda et al., 2013; Awad et al., 2011; Chaira et al., 2007; Mansouri et al., 2005).

As discussed in the second part of the first chapter, in general, a slight loss in polyphenol contents was observed during storage, corresponding to a decrease in some minor components. All polyphenol compounds were highly affected by cultivar

MAPz bag did not have a significant difference was observed in total polyphenol contents. Results published by Jemni et al., (2019) were in accordance with our results and these authors observed no loss on polyphenols in 'Deglet Nour' date palm stored during 30 days at 20 and 0°C using passive MAP.

Selcuk & Erkan, (2015) reported that total phenolics contents increased slightly after 120 days of storage at 6 °C or after 3 days at 20 °C, and then decreased in sour-sweet pomegranates cv. Hicaznar. The increases in total phenolics were delayed by the use of two different commercial types of MAP (X-tend1 and ZOEpac), without any significant differences between both types. These authors explained such increase by the stimulation of the activity of some enzymes involved in phenolic biosynthesis by cold storage as demonstrated by Hamazu, (2006). Phenolic compounds can be accumulated also in response to various stresses including low temperature and in regular or enriched O<sub>2</sub> atmosphere. However, high CO<sub>2</sub> storage can have marked effects on phenolic metabolites and quality (Tomás-Barberán & Espín, 2001).

In our experiments, only cafeoylshikimic hexoside<sub>2</sub>, 5-cafeoylshikimic (hydroxycinnamates) and chrysoeriol hexoside sulfate (flavones) as minor components were affected by MAPs storage with slight loss. Studies done on the effect of MAP storage on date palm fruits polyphenols are lacking, especially on date at Khalal stage.

### **3. Conclusion**

The use of Zoepack modified atmosphere packaging bags did not modified physical parameters (colour and firmness) of the three studied cultivars ('Arichti', 'Bouhattam' and 'Bser Hlou'). No changes were detected in organic acids, whereas sugars were not stable with different behaviour between cultivars. Cell wall compositions were stable with MAP storage and no loss was observed in polyphenol contents.

In general, nutritional and organoleptic quality of the three studied cultivars packed in Zoepack bag and stored during 60 days at 2°C was stable. However, in the majority of studied parameters no differences were detected between date fruits stored with and without MAP, so its use will be not economically promoting in the dte industries.

**Tableau 22: Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L\*), Redness/Greenness (a\*), Yellowish/Blueness (b\*) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

		<b>Firmness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
<b>Arichti</b>					
	Before storage	6.6	61.4	8.0	63.4
	After 30 days				
	Control	5.9	55.8	9.9	60.4
	MAP <sub>Z</sub>	5.3	55.7	9.6	61.2
	After 60 days				
	Control	3.5	54.1	9.3	60.9
	MAP <sub>Z</sub>	3.7	51.3	7.9	57.2
<b>Bouhattam</b>					
	Before storage	5.0	56.5	9.2	62.2
	After 30 days				
	Control	4.4	51.5	8.5	57.5
	MAP <sub>Z</sub>	4.4	50.9	9.5	56.1
	After 60 days				
	Control	4.0	39.5	10.3	46.7
	MAP <sub>Z</sub>	3.8	40.3	10.4	47.0
<b>Bser Hlou</b>					
	Before storage	3.7	56.9	10.4	66.1
	After 30 days				
	Control	2.2	48.0	10.1	54.3
	MAP <sub>Z</sub>	2.7	52.2	10.0	59.9
	After 60 days				
	Control	1.5	43.9	9.9	53.0
	MAP <sub>Z</sub>	1.3	44.3	9.9	55.6
	SD Pooled	0.2	1.0	0.4	1.2
	Cv F-value	211.5**	58.8**	7.9**	24.9**
	ST F-value	146.7**	127.8**	1.4	49.7**
	MAP S F-value	0.1	0.3	0.4	1.0
	Cv*ST F-value	13.0**	15.0**	9.0**	16.3**
	Cv*MAP S F-value	1.1	3.9*	3.2*	6.1*
	ST*MAP S F-value	0.1*	2.3	1.8	2.0
	Cv*ST*MAP S F-value	4.3	2.0	0.6	1.8

Cv: cultivar, S.Time: Storage Time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ;

\*\* Significant at  $p < 0.05$

**Tableau 23: Sugars and organic acids (mg/g FW) variation of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

		Sugars			Organis acids		Dry matter
		Glucose	Fructose	Sucrose	Citric acid	Malic acid	
<b>Arichti</b>							
	Before storage	149	175	93	0.0	3.1	582.5
	After 30 days						
	Control	163	121	89	1.3	3.5	608.6
	MAP <sub>Z</sub>	154	129	133	1.4	3.5	484.0
	After 60 days						
	Control	104	127	116	1.2	2.8	544.2
	MAP <sub>Z</sub>	63	93	142	0,0	2,3	552,8
<b>Bouhattam</b>							
	Before	174	199	156	0.7	6.2	787.5
	After 30 days						
	Control	93	58	210	1.9	3.3	668.6
	MAP <sub>Z</sub>	91	100	290	2.0	3.6	803.9
	After 60 days						
	Control	90	120	235	0.5	2.6	654.6
	MAP <sub>Z</sub>	89	133	276	1.1	2.1	661.0
<b>Bser Hlou</b>							
	Before storage	61	273	337	0.3	4.1	763.4
	After 30 days						
	Control	139	130	204	1.4	3.6	686.2
	MAP <sub>Z</sub>	109	110	155	1.7	4.4	648.9
	After 60 days						
	Control	142	137	102	1.2	3.5	697.2
	MAP <sub>Z</sub>	118	192	196	1.6	3.9	688.0
SD Pooled		7.5	8.8	8.3	0.1	0.1	31.7
Cv F-value		7.7*	45.4**	262.3**	79.5**	68.2**	41.8**
ST F-value		15.6**	143.5**	19.2**	250.9**	139.4**	5.0**
MAP S F-value		17.2*	4.5*	67.4**	1.2	1.5	0.04*
Cv*ST F-value		58.0**	16.5**	87.1**	27.8**	61.2**	2.7**
Cv*MAP S F-value		3.5*	5.8*	5.4*	43.8**	12.2*	4.4*
ST*MAP S F-value		0.9	0.01	8.6*	3.0	12.5*	0.1*
Cv*ST*MAP S F-value		2.0	13.4**	35.1**	44.4**	0.5	4.3*

Cv: cultivar, S.Time: Storage Time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher’s value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ;

**Tableau 24: AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars and lignin content (mg/g AIS) of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

			Yields	Rha	Fuc	Ara	Xyl	Man	Gal	Glc NC	C Glc	MeOH	AUA	DM (%)	Lig
<b>Arichti</b>	Before storage		66	9	6	40	104	15	37	6	162	22	196	62%	161
	After 30 days	Control	58	9	10	38	92	15	40	5	173	18	189	53%	190
		MAP <sub>Z</sub>	49	8	8	35	111	14	35	6	165	20	161	67%	163
	After 60 days	Control	62	9	7	42	128	15	28	6	171	19	184	57%	156
		MAP <sub>Z</sub>	78	11	6	43	117	15	30	7	180	20	207	52%	169
	<b>Bouhattam</b>	Before storage		101	8	4	40	147	11	18	0	142	17	188	50%
After 30 days		Control	82	7	6	54	145	18	33	6	169	22	187	64%	177
		MAP <sub>Z</sub>	96	7	7	37	121	12	32	6	165	19	160	60%	159
After 60 days		Control	76	8	5	45	114	14	37	7	159	22	207	60%	198
		MAP <sub>Z</sub>	73	8	5	45	115	14	38	6	159	23	202	63%	111
<b>Bser Hlou</b>		Before storage		97	7	4	39	120	12	33	7	133	21	182	63%
	After 30 days	Control	83	8	6	35	117	11	18	6	160	14	143	53%	181
		MAP <sub>Z</sub>	81	8	6	37	131	10	18	8	158	15	151	56%	153
	After 60 days	Control	83	9	4	44	115	25	20	8	151	20	153	73%	186
		MAP <sub>Z</sub>	81	8	4	43	143	11	18	10	148	19	164	65%	155
	SD Pooled		5.5	0.4	0.4	4.3	12.3	1.0	1.2	0.7	6.4	1.2	8.3	0.1	14.3
Cv F-value		28.0**	22.5**	40.3*	1.1	3.2	4.3*	119.7**	6.9*	13.6**	5.0*	16.1**	0.5	0.5	
ST F-value		6.7*	15.1**	52.6*	2.0	0.3	23.5**	0.3	3.1	8.6*	7.6*	11.8*	0.5	2.1	
MAP S F-value		0.6	0.0	4.4*	1.1	0.4	39.0*	1.0	4.8*	0.1	0.1	0.4	0.1	12.7	
Cv*ST F-value		4.9*	2.3	1.3	0.9	1.6	14.7*	72.2*	0.4	1.4	7.9*	3.0*	2.9*	0.3	
Cv*MAP S F-value		0.5	1.1	1.8	1.2	1.8	15.1*	0.4	3.6*	0.1	0.6	2.2	0.5	2.5	
ST*MAP S F-value		0.3	3.0	0.1	1.2	0.0	4.8*	2.4	0.1	0.9	0.0	7.0*	1.6	0.4	
Cv*ST*MAP S F-value		3.6*	7.0*	0.4	1.5	1.4	24.2*	3.6*	0.1	0.5	1.5	2.3	1.5	3.6*	

Rha: rhamnose, Fuc: fucose, Ara: arabinose, Xyl: xylose, Man: mannose, Gal: galactose, NC Glc: Non-Cellulosic glucose determined without cellulose hydrolysis, C Glc: Cellulosic glucose, AUA: anhydrous uronic acids, MeOH: methanol, DM: degree of methylation, Lig: lignin, Cv: cultivar, S.Time: Storage Time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage  
Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$ ;



**Tableau 25: Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) variation of ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ and ‘Bser Hlou’ date fruit cultivars during 30 and 60 days at 2 °C with and without MAP storage (Control; MAPZ: MAP Zoepack). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variable**

		Procyanidins						Hydroxycinnamates				Flavonols			Flavones		T PP	
		PCA	DP	CAT %	EC %	EC <sub>ext</sub> %	CSH1	CSH 2	CSA 4	CSA 5	CSH	QR	IhR	IhH	Ch Rh	ChhS		
<b>Arichti</b>	Before storage	6.5	23	1.0	3.3	95.7	35	37	67	60	26	30	9	62	43	14	6.9	
	After 30 days	Control	7.5	31	0.4	2.8	96.7	3	8	44	80	8	19	9	33	49	8	7.8
	MAP <sub>Z</sub>		6.0	26	0.7	3.2	96.2	4	11	49	76	16	16	7	18	31	8	6.3
	After 60 days	Control	7.2	22	1.0	3.4	95.5	41	57	67	55	33	14	9	15	33	10	7.5
	MAP <sub>Z</sub>	7,6	22	1,1	3,4	95.5	36	61	72	70	28	17	9	28	31	11	7.9	
<b>Bouhattam</b>	Before storage	10.4	23	1.3	3.0	95.7	4.3	8	11	79	48	6	10	12	6	51	10.7	
	After 30 days	Control	8.4	24	0.9	3.3	95.9	8.4	12	38	80	83	25	14	10	3	35	8.7
	MAP <sub>Z</sub>	10.5	24	0.7	3.4	95.9	10.5	14	60	104	103	29	16	13	6	41	10.9	
	After 60 days	Control	8.3	24	1.2	3.1	95.7	8.3	11	37	79	82	30	15	11	3	33	8.7
	MAP <sub>Z</sub>	8.4	23	1.3	3.2	95.6	8.4	11	43	78	84	31	13	11	2	32	8.7	
<b>Bser Hlou</b>	Before storage	4.3	14	1.3	5.8	92.9	41	52	58	85	29	14	12	2	34	12	4.6	
	After 30 days	Control	2.9	13	1.4	6.5	92.1	9	10	88	52	16	2	10	2	29	8	3.1
	MAP <sub>Z</sub>	3.1	13	1.4	6.2	92.3	8	10	87	53	15	2	10	2	26	8	3.3	
	After 60 days	Control	3.5	14	1.6	5.5	92.9	6	10	76	58	16	6	11	3	34	11	3.7
	MAP <sub>Z</sub>	3.3	13	1.3	6.2	92.5	6	10	79	64	19	7	11	4	43	15	3.5	
SD Pooled		0.5	0.5	0.1	0.1	0.2	2.3	4.1	5.8	4.8	2.5	1.1	0.6	2.7	3.8	0.9	0.5	
Cv F-value		210*	763**	34**	1211**	720**	40**	23**	20**	11*	2.2	179**	31**	192**	3.1	19**	203**	
ST F-value		2.8	36.7**	18**	1.8	3.4*	68**	19**	0.5	2.9	16**	37**	3.4*	27**	3.9*	31**	3.0	
MAP S F-value		0.4	13*	0.01	7*	3	0.04	6.0*	3.0	5.8*	1.3	0.2	0.4	0.01	0.3	6.6*	0.5	
Cv*ST F-val		5.9*	36**	6.5*	13.7**	15.2**	66**	53**	9.2**	18**	26**	32**	1.5	22**	5.5*	12**	5.7*	
Cv*MAP S I		3.7*	6.8*	1.6	0.4	0.9	0.4	3.1	0.8	0.5	0.1	0.2	2.9	0.2	3.7*	1.1	3.7*	
ST*MAP S I		0.2	0.9	0.3	3.0**	0.6	0.9	1.2	1.0	0.1	2.0	1.3	0.1	7.1*	2.5	0.6	0.2	
Cv*ST*MAI		5.1*	10.5*	1.7	10.6*	3.9*	0.6	1.6	1.7	3.7*	2.8	6.3*	4.3*	10*	2.5	3.1	5.2*	

PCA: procyanidins, DP: average degree of polymerization of procyanidins, %CAT:percentage of (+)-catechin as terminal unit, %EC: percentage of (-)-epicatechin as terminal unit, %EC<sub>ext</sub>: percentage of (-)-epicatechin as extension unit, CSH1: Cafeoylshikimic hexoside\_1, CSH2: Cafeoylshikimic hexoside\_2, CSA4: 4-cafeoylshikimic acid, CSA5: 5-cafeoylshikimic acid, CSpH: cafeoylsinapoyl hexoside, QR: Quercetin-3-rutinoside, IhR: isorhamnetin rutinoside, IhH: isorhamnetin hexoside ChRh: chrysoeriol rhamnosyl hexoside, ChhS: chrysoeriol hexoside sulfate, T PP: total: total polyphenols, Cv: cultivar, S.Time: Storage time, MAP S: Storage at Modified Atmosphere Packaging Storage, F-value: Fisher’s value, \* Significant at  $p < 0.0001$ ; \*\* Significant at  $p < 0.05$

## **Comparaison entre le cultivar ‘Deglet Nour’ et les trois cultivars ‘Arichti’, ‘Bouhattam’ et ‘Bser Hlou’**

Dans cette partie, nous voulons comparer l'évolution des qualités organoleptique et nutritionnelle au cours de la conservation des différents cultivars, car les stades de consommation et les filières de commercialisation sont différents comme a été déjà mentionné. D'une façon générale, l'utilisation d'emballages sous atmosphère modifiée de type Zopepack a permis de préserver la fermeté de tous les cultivars étudiés ('Deglet Nour', 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou'), et par conséquent de maintenir la paroi cellulaire. Cela permet également de préserver les teneurs en polyphénols au cours de la conservation. Par contre, aucun effet positif de l'utilisation de cette technique par rapport à une conservation sans atmosphère modifiée (air) n'a pu être mis en évidence. Par conséquent, il n'est pas conseillé de l'adopter dans les usines de conditionnement des dattes dans la mesure où cette utilisation n'ajoute pas de valeur supplémentaire au produit et qu'elle engendre des coûts supplémentaires.

En se basant sur cette comparaison, d'autres recherches sont nécessaires en utilisant d'autres techniques d'emballage sous atmosphère modifiée ou des méthodes d'atmosphère contrôlée en agissant sur la composition de l'atmosphère en gaz et en combinant d'autres facteurs (températures plus basses, temps plus long...), ou bien explorer d'autres techniques : traitement UV... et d'autres type de traitement post-récolte dans le but améliorer la conservation du fruit




## *Chapitre 3*

**Effet du traitement thermique (Hydratation) sur la qualité des dattes 'Deglet Nour'**



### **Chapitre 3 : Effet du traitement thermique (Hydratation) sur la qualité des dattes ‘Deglet Nour’**

Ce chapitre a fait l’objet d’un article soumis dans European Food Research and Technology

 *Cherif, S., Leca, A., Bureau, S., Benabda, J., Le Bourvellec, C. Does hydration of ‘Deglet Nour’ date palm fruits after harvest improve their organoleptic and nutritional characteristics? European Food Research and Technology (under review)*

## 1. Introduction

Date palm fruits (*Phoenix dactylifera* L.) have high nutritional values (Sawaya et al., 1983; Ahmed et al., 1995; Al-Hooti et al., 1995; Al-Shahib & Marshall, 2003; Ismail et al., 2006). They are consumed fresh or in various processed forms (Besbes et al., 2009; Jridi et al., 2015). At Tamar stage, optimum physiological stage for harvesting, date palm fruits can be soft, semi-dry or dry depending on localisation and practice (Al-Khalifah et al., 2012).

Date palm fruits, and in particular 'Deglet Nour' cultivar, do not ripen at the same time, even in the same bunch, which leads to several harvests during the harvesting season (Awad, 2007). Moreover, combined with irregular climatic conditions and no proper timing of harvest, the harvested fruits can present a poor commercial quality because of their unacceptable texture (over-dried or very soft), pest infestation and damages (Kader & Hussein, 2009). Hence, almost 30% of the date palm production is lost or wasted at some steps along the food supply chain (Masmoudi et al., 2008) because they do not meet consumers' expectations especially texture.

To valorize these secondary class dates (discarded dates with low commercial quality) and minimize wastes generated during processing, hydration treatment is commonly applied to too firm and dry fruits in order to make them softer. To be declared as good quality, 'Deglet Nour' dates must be semi-soft presenting less than 30% of moisture content (CODEX STAN 143-1985) and must be slightly to moderately elastic and chewy with smooth texture and mouth feel (Ismail et al., 2001). Different treatments are applied to dried dates in order to induce texture softening (Djerbi, 1995; Boubekri et al., 2010; Chouicha et al., 2010; Kader & Hussein, 2009; Djerbi, 1995; Yahia et al., 2014). It is therefore necessary to determine the evolution of the date palm quality according to the processing conditions. Fruit softening is always related to cell wall modification (Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Brummell, 2006), especially pectins and mediated by the action of cell wall associated enzymes (El-Zoghbi, 1994). Fruit colour is also modified after hot treatments, in particular, dates are susceptible to darken (Ben-Amor et al., 2016a) which could be explained by an oxidative browning of phenolic compounds by polyphenol oxidase (PPO) in relation with the tissue destructuration. However, Deglet Nour' sucrose, glucose and fructose concentrations are stable after soaking at 45 °C (Boubekri et al., 2010). Concerning bioactive compounds, specifically total phenolic compounds, different studies have shown that they increased with heat treatment in many fruits i.e. apricot (Le Bourvellec et al., 2018), date palm (Siddiq et al. 2013), apple, orange and grape (He et al., 2016) as cellular degradation after heat treatment make them more extractable.

No research evaluating the physical and chemical quality changes after hydration treatments currently applied in Tunisian date palm processing units is published to our knowledge. Thus, the aim of this study was to evaluate the organoleptic and nutritional quality changes of ‘Deglet Nour’ hard textured date palm after hydration treatment applied in Tunisian date palm processing units for their better valorization.

## **2. Material and methods**

### **2.1 Chemical**

Polyphenol standards ((+)-catechin, (-)-epicatechin, 4-cafeoylshikimic acid, 5-cafeoylshikimic acid, rutin, isorhamnetin and chrysoeriol) were purchased from Extrasynthese (Lyon. France). Acetonitrile of HPLC grade and methanol were from Carlo Erba Reagents S.A.S (Val de Reuil. France), formic acid was from Sigma-Aldrich (Deisenhofen. Germany). Ethanol, acetone and sulfuric acid were from Fisher Scientific (Fair Lawn. NJ. USA). Neutral sugar standards (rhamnose, fucose, arabinose, xylose, mannose, galactose, and glucose) were from Fluka (Buchs. Switzerland). N-methylimidazole and acid anhydride were from Acros Organics (Geel. Belgium). Ammonium hydroxide solution (NH<sub>4</sub>OH) (33%). Sodium borohydride (NaBH<sub>4</sub>) and acetic acid were from Merck Chimie SAS (an affiliate of Merck KGaA, Darmstadt, Germany).







### **2.2 Plant material including hydration treatment**

Date palm (*Phoenix dactylifera* L.) samples of the ‘Deglet Nour’ cultivar were from Kebeli oasis (33° 42' 7" North and 8° 58' 25" East) in the south of Tunisia. Fruits were picked at Tamar stage during the 2018 harvest season (October-December). Fruits were provided from three different date palm processing units (DPU) at Béni Khalled delegation (Tunisia), before and after treatment. The three DPUs used the same treatment devices with the same industrial parameters (time, temperature and humidity) described below. Only hard-type dates (very dry dates with wrinkled skin) were visually selected. Once dates were received at the DPU, they entered the processing chain following basic steps as described by Reynes & Themelin, (1994), Djerbi, (1995) and Yahia et al., (2014).

Firmer dates discarded after sorting in the supply chain were chosen according to their visual quality (Table 26). They were exposed per batch to saturated steam (100% humidity) at 60-62 °C during 4 hours in a 30-50 m<sup>3</sup> capacity semi-automatic hydration room (KINKAI, Model JK10RD, Guangdong, China) with 2380 x 1370 x 1690mm (LxWxH) dimension. Heating capacity was 35 kW allowing a hydration treatment of 40 L/h and about 400-500 kg per one

batch. About 40 fruits (~500 g) from the whole treated batch from each DPUs were collected at random as usually practiced, before and after hydration treatment and were further characterized, which constitute three biological replicates. 18 samples were selected from each of the 3 replicates from each DPU before and after treatment. Date palm samples were then transported immediately after treatment in small plastic boxes to the laboratory where they are kept one night at 4 °C until characterization.

**Tableau 26: ‘Deglet Nour’ dates from industrial batches before and after hydration treatment**

	Before hydration treatment	After hydration treatment
<b>Date Processing Unit 1</b>		
<b>Date Processing Unit 2</b>		
<b>Date Processing Unit 3</b>		

## **2.3 Sample characterization**

### **2.3.1 Fruit firmness and colour**

Colour and firmness were measured on the whole fruits the day after their reception. Whole fruit firmness was determined at room temperature, as a compression force on the two flat sides of 30 fruits chosen as representative samples of the 36 samples using a texturometer (Texture analyser TAplus, Ametek, Lloyd Instruments Ltd, Fareham, UK). Firmness was defined as the maximal force required to penetrate 3 mm in the date palm fruits with a 2 cm diameter probe at a descending speed of 20 mm/min, and was expressed in Newton (N). The CIE L\*a\*b\* colour coordinates of the skin samples were measured on the two opposite sides of the 30 same fruits as the firmness test, using a CR-400 chromameter (Minolta Co. Ltd., Osaka, Japan).

### **2.3.2 Samples preparation**

After colour and firmness measurement, samples were ground in liquid nitrogen using an IKA®A11 basic analytical mill (Ika Labortechnik, Staufen, Germany) in order to obtain a fine homogeneous powder. The powder was then frozen and stored at -80 °C until analysis for soluble sugars and organic acids. Samples used for polyphenols, cell walls and Mid Infrared Spectroscopy determination (MIR) were freeze-dried and stored at -20 °C until analysis.

### **2.3.3 Mid Infrared Spectroscopy**

MIR Spectra were acquired at room temperature using ATR Tensor 27 FT-IR spectrometer (Bruker Optics, Wissembourg, France) equipped with a single-reflectance horizontal diamond crystal (Golden Gate. Bruker Optics) as described by Bureau et al., (2012).

### **2.3.4 Cell walls or Alcohol Insoluble Solids (A.I.S) preparation**

Alcohol Insoluble Solids (AIS) were prepared according to previous papers (Renard et al., 1990; Renard, 2005). AIS yields were expressed in mg/g of Fresh Weight (FW).

### **2.3.5 Analysis methods**

#### **2.3.5.1 Sugars and organic acids**

Sugars (glucose, fructose and sucrose) and organic acids (malic acid and citric acid) were quantified as described in Bureau et al., (2012). Absorbance was measured at 340 nm and results were expressed in mg/g FW.



### **2.3.5.2 Neutral sugars, uronic acids and methanol of AIS**

Neutral sugars, uronic acids and methanol were analyzed as described by Renard & Ginies, (2009). Results were expressed in mg/g AIS. The degree of methylation (DM) was calculated as the molar ratio of methanol to uronic acids.

### **2.3.5.3 Lignin content**

Lignin was analyzed in AIS samples as previously described by Cherif et al., (2021).

### **2.3.5.4 Polyphenols**

Polyphenol quantification and identification was determined by HPLC-DAD and by **HPLC-ESI-MS<sup>2</sup>** with or without thioacidolysis as described by Cherif et al., (2021).

## **2.4 Statistical analysis**

Data are reported as the mean  $\pm$  pooled-standard deviation (Pooled SD). Pooled SDs were calculated for each series of replicates using the sum of individual variances weighted by individual degrees of freedom (Box et al., 1978). Statistical analyses were established using XLSTAT package of Microsoft Excel. Significant differences ( $p < 0.05$ ) between means and interactions between variables were evaluated by one-way ANOVA and Tukey's multiple range test. Principal Component Analyses (PCA) was applied in order to get an overview of the infrared spectral data discrimination according to hydration treatment and DPU and to interpret variable relationships.

## **3. Results and discussion**

### **3.1 Global Characterization of date palm by mid-infrared spectroscopy**

A Principal Component Analysis (PCA) was applied on the spectral data (2000-800  $\text{cm}^{-1}$ ) to discriminate date palm samples according to the studied factors i.e. hydration treatment and DPU (Fig. 18 A and B). PC1 and PC2 components explained more than 88% of the total variance (75.5 % for the PC1 and 13 % for the PC2). PC1 discriminated samples as regards to the date palm processing unit. Samples of DPU2 and DPU3 were grouped, indicating a weak effect of DPU without any effect of the treatment. However, for DPU1, two groups were observed with the first completely on the right corresponding to dates before treatment and the second completely on the left corresponding to dates after treatment. The eigenvectors allowed to identify the most discriminant spectral wavenumbers explaining the discrimination according to DPU and treatment (Fig 18B). The most discriminant wavenumbers explaining the discrimination of samples on PC1

were 987 cm<sup>-1</sup> and 925 cm<sup>-1</sup> for samples on the right and the minor bands at 1083, 1009 and 772 cm<sup>-1</sup> for samples on the left (Fig 18B). These wavenumbers illustrated the changes of the main components which are in dates in order of decreasing: sugars, fibers, polyphenols, organic acids, minerals, proteins and fats (Abbès et al., 2011; Al-Farsi & Lee, 2008; Al-Farsi et al., 2005b; Elleuch et al., 2008). These wavenumbers incorporates typical bands of soluble sugars such the ones assigned to the C-O and C-OH stretch (900- 1250 cm<sup>-1</sup>), and organic acids assigned to O-C-H stretch (1180-1400 cm<sup>-1</sup>) (Bureau et al., 2019). MIR global characterization showed variability of the dates due to the different DPUs, probably in link to their dry matter content. MIR highlighted an effect of hydration treatment only for dates from DPU<sub>1</sub>, probably regarding their higher dry matter content and particularly to sucrose content as chemicals analysis has revealed below.

### **3.2 Effect of treatment on date palm fruit physical properties and appearance**

#### **3.2.1 Firmness**

Firmness values of fresh fruits ranged between 16 and 36 N depending on the DPU (Table 27). These firmness ranges are comparable to those reported by Boubekri et al., (2010) for ‘Deglet Nour’ dried dates but higher than the one reported by Jemni et al., (2019) for fresh ‘Deglet Nour’ date palm. DPU<sub>3</sub> presented the firmest samples before treatment. The fruit origin significantly affected fruit firmness. These large differences could be related to specific sampling methods of each DPU, to pedoclimatic conditions, to cultural practice and to the fruit physiology at harvest.

In our experiment, as dates were hard textured type, hydration treatment affected significantly firmness values. Firmness decreased significantly after treatment for all DPUs (Table 27). The highest significant decrease was by 40% for DPU<sub>1</sub> giving the softest dates after treatment. Ben-Amor et al., (2016a) also reported a decrease in ‘Deglet Nour’ date palm firmness after hot water treatment at 50 °C for 10 min. For the hardest dates of DPU<sub>3</sub>, the firmness decrease was only 13% (Table 27). Hydration treatment used in our study (60-62 °C during 4 hours), led to soften dried dates to fit to human consumption (Table 26). However, this treatment was not effective enough for the very hard dates, which might need different temperature or more time under steam exposition. Since the relationship between date palm softening after hydration and taste acceptability by consumers are lacking and are not studied in our work, we tried to investigate sensorial analysis data from the comparative study of Ismail et al., (2013). Tunisian ‘Deglet Nour’ cultivar was the most appreciated and designed as a soft cultivar. So, based on this latter study, we could probably estimate that the hardest dates in our study (DPU<sub>3</sub>), which still have a low commercial value although the hydration treatment, might conserve an acceptable taste and could therefore be incorporated in

functional foods such as meat products, dairy products, and pastries (Martín-Sánchez et al., 2014; Trigueros & Sendra, 2014).

### 3.2.2 Colour

Fruits visual appearance plays an important role in determining consumer acceptance (Francis & Clydesdale, 1975). Before treatment, variability in date palm colour was observed as function of DPUs with the lightness degree ( $L^*$ ) between 34 and 40, the  $a^*$  parameter between 10.8 and 12.7 and the  $b^*$  between 15.2 and 20.8 (Table 27). Colours were similar to those reported by Ben-Amor et al., (2016a) for ‘Deglet Nour’ date palm fruits, but were darker and less brown than those reported by Djouab et al., (2016) and brighter with red colour tendency than those reported by Hazbavi et al., (2015). The difference observed could be due to date palm cultivars. The lightness difference between samples were slightly detected visually as shown in Table 26, where DPU<sub>2</sub> samples seems to be the darkest, may be because their wrinkled skin limiting their flat surface.  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  values of DPU<sub>3</sub> were significantly different compared to other DPUs. This difference could be due to the origin of the samples (DPU) inducing pedoclimatic conditions and usual sampling practices in each industry but also to the hardest type of DPU<sub>3</sub> fruits having a very wrinkled skin causing a different surface examination (Table 26).

After hydration treatment,  $L^*$  parameter was significantly reduced, especially in DPU<sub>1</sub> and DPU<sub>3</sub> (Table 27). Visually, date palm fruit colour changed from a light brown to a slight dark brown. Date palm samples from DPU<sub>3</sub>, with the clearest skin colour, were the most affected by hydration treatment, showing the lowest  $L^*$  value (decrease by 13%). The use of high temperatures (50-55 °C) usually increase colour darkening in date palm fruit (Kader & Hussein, 2009), probably due to the oxidative browning of phenolic compounds as a consequence of tissular and cellular disruption after thermal treatment. Ben-Amor et al., (2016a) observe a decrease in lightness degree after date palm hot water treatment at 50 °C, 55 °C and 60 °C for 3 min. In our study, a significant increase was observed in  $a^*$  value after heat treatment indicating a rise in red color as a result of darkening skin. An increase of  $a^*$  values was also reported after heating dates (İzli, 2016). No significant differences were detected in  $b^*$ . These results were not in accordance with those reported by Hazbavi et al., (2015), who shown a decrease in  $b^*$  values after heating ‘Stamaram’ dates. This variability could be due to the treatment conditions as well as the fruits and cultivars used. Ismaïl et al., (2013) demonstrated that Tunisian ‘Deglet Nour’ cultivar was the most preferred one, having an attractive colour. Thus, hydration treatment should be adapted to preserve this colour acceptability rate.

### 3.3 Effect of treatment on fruit composition

#### 3.3.1 Sugars and acids

Sucrose was the main sugar in 'Deglet Nour' date palm samples followed by fructose and glucose in the same concentration (Table 28). Sucrose contents before treatment ranged from 372 (DPU<sub>3</sub>) to 308 mg/g FW (DPU<sub>1</sub>) followed by fructose up to 135 mg/g FW and glucose up to 105 mg/g FW for DPU<sub>1</sub>. Our results are in the range of those published by Ben-Amor et al., (2016a) for fresh date palm, but higher than those reported by Al-Farsi & Lee, (2008) and lower compared to those found by Elleuch et al., (2008) and Besbes et al., (2009) for date palm by-product. The differences observed could be due to fruit type and cultivar, locality and pedoclimatic conditions. Significant differences were observed between DPUs. The date palm samples from DPU<sub>3</sub> presented the highest sucrose content and the lowest fructose and glucose contents before and after treatment (Table 28). These components participated to the already observed variability of date palm composition and appearance.

Sucrose contents were affected by both hydration treatment and DPUs. They decreased after treatment for all DPUs. The highest decrease observed for DPU<sub>1</sub> was in accordance with the discrimination of the date palm samples before and after treatment obtained from their MIR spectral data (Figure 18A). The sucrose decrease was accompanied only by glucose increase, fructose was stable, and not by both fructose and glucose as expected due to the action of invertase activity (Fayadh & Al-Showiman, 1990). This fact could probably be due to respiration which could be accelerated with heating combined with a slowly hydrolysis of sucrose, thereby explaining the variation between reducing sugars. Ismail et al., (2008) and Jemni et al., (2019) also shown the same trend on date palm fruit sugars behaviour during storage at -3°C and 0 °C during 12 and 10 months respectively. Another indirect consequence of this phenomenon could be related to the decrease of dry matter by samples hydration, which was apparent only for DPU<sub>1</sub>. Moreover, dry matter was only affected by DPUs and not by hydration treatment (Table 28). Ben-Amor et al., (2016a) also report the same trend. Boubekri et al., (2010) also found a decrease in sucrose contents in 'Deglet Nour' dates. This decrease, contrary to our results, is accompanied by an expected simultaneous increase in fructose and glucose contents. The differences could be explained by the treatment applied, by the origin of date palm samples and/or by a basic metabolism pathway stimulated by treatment conditions.

Malic acid, the main organic acid in 'Deglet Nour' date palm fruits, varied from 4.24 (DPU<sub>2</sub>) to 4.67 mg/g FW (DPU<sub>3</sub>) before treatment, whereas citric acid contents did not exceed 2.33 mg/g FW for DPU<sub>2</sub> (Table 28). The predominance of malic acid is also revealed in both Egyptian (Youssef

et al., 1992) and Emirates (Ghnimi et al., 2018) date palm cultivars but with lower contents. As the previous quality traits, significant differences were observed between DPUs for organic acid contents illustrating their variability.

Both malic and citric acids were affected by hydration treatment, but with opposite behaviours. For DPU<sub>1</sub>, malic acid content decreased significantly after treatment whereas citric acid content increased. The decrease of malic acid may be due to its consumption as a respiratory substrate. Kim et al., (1993) reported lower total acidity in heated apple slices than the non-heated fruits, caused probably by the high respiration rate induced by the heat treatment. Titratable acidity decreases also after a hot water treatment for 15 min at 35, 45 or 55 °C of strawberries (Garcia et al., 1995). Organic acids were also significantly affected by DPU after treatment which could be explained by the different responses of dates regarding their locality and pedoclimatic conditions.

### 3.3.2 Cell wall yields and composition

The AIS content (Table 29) of ‘Deglet Nour’ fresh date palm fruits ranged between 99.1 (DPU<sub>2</sub>) and 121.4 mg/g FW (DPU<sub>3</sub>) which was in the same range as recently reported by Cherif et al., 2021 (104.4 mg/g FW) for ‘Deglet Nour’ fresh dates. These results were also consistent with previously published works (Mrabet et al., 2012). The two-way ANOVAs analysis showed significant differences in AIS content between the three DPUs (DPU<sub>2</sub> < DPU<sub>1</sub> < DPU<sub>3</sub>). This difference could be due to the variability of sample quality belonging to different DPU as mentioned before for firmness and colour and also to DPUs dry matter values.

Lignin was the major component of fresh date palm AIS of the three DPUs, i.e., up to 173 mg/g AIS (DPU<sub>3</sub>), followed by galacturonic acid (up to 140 mg/g CWM for DPU<sub>2</sub>) and cellulosic glucose (up to 100 mg/g CWM for DPU<sub>3</sub>) (Table 29). The main non-cellulosic neutral sugars in the AIS were xylose, arabinose and galactose whereas the minor ones were glucose, mannose, rhamnose and fucose (< 10 mg/g CWM).

Even if DPU did not influence significantly the cell wall composition, dates from DPU<sub>3</sub> were the richest samples on AIS contents and lignin was their main component. These results might explain their highest firmness value (36 N before treatment) since lignin provides rigidity and structural support to cell wall polysaccharides (Kärkönen & Koutaniemi, 2010; Vance et al., 1980). According to Shafiei et al., (2010), lignin and galacturonic acid can be the key compounds in determining the quality of dates. High lignin and low pectin contents could indicate a low quality of date palm sorted for a use in food industrial processing (Mrabet et al., 2015). Neutral sugar patterns in our study are comparable to those reported by Mrabet et al., (2015).

No significant difference was observed in AIS contents after hydration treatment, meaning that this treatment had no effect on cell wall yields whatever the DPU. However, significant differences existed between the three DPUs, only in cell wall yield and rhamnose content, where DPU<sub>3</sub> still with the highest AIS contents after treatment in accordance with the highest firmness value (31 N) of these dates.

Moreover, after hydration treatment no significant change was observed on cell wall composition in the different DPUs. In the contrary, Mrabet et al., (2015) show significant increase in lignin and cellulose with a decrease of galacturonic acid after hydration treatments. This might be due to the hydration methods used in their experiment which leads to pectin degradation and an apparent increase in lignin and cellulose. The interaction between hydration treatment and DPU had a significant effect only on rhamnose content which was essentially due to the high effect of DPU factor.

Fruit softening is related to changes of the cell wall components (Wei et al., 2010; Awad et al., 2011; Murayama et al., 2002; Brummell, 2006;), and specifically to enzyme activities (Serrano et al., 2001; Hasegawa & Smolensky, 1971; Awad et al., 2011). In our case, hydration treatment induced firmness modification without significant change neither on cell wall content nor on their composition. These phenomena could be due to the treatment temperature which is responsible for slowing pectin methyl esterase and polygalacturonase activities.

According to our results, date palm fruit cell walls appeared to be stable after treatment.

### **3.3.3 Polyphenols**

Four major polyphenol groups were identified in 'Deglet Nour' dates including flavan-3-ols, flavonols, flavones and hydroxycinnamic acids (Table 30). Dates are rich in polyphenols independently of their type (Hammouda et al., 2013; Awad et al., 2011; Besbes et al., 2009; Wu et al., 2004; Al-Farsi et al., 2007; Mansouri et al., 2005) with content higher than 12 mg/g in the fresh edible part (flesh and peel) of the fruit. Date palm fruits are richer in polyphenols than other fruits like nectarine flesh, i.e. 0.14 to 1.02 mg/g FW, peach flesh, i.e. 0.21 to 0.61 mg/g FW (Gil et al., 2002), and dessert apple flesh, i.e. from 0.6 to 1.6 mg/g FW (Le Bourvellec et al., 2011).

Total polyphenol contents quantified as the sum of the individual compounds ranged from 12.5 (DPU<sub>2</sub>) to 15.9 mg/g FW (DPU<sub>3</sub>, Table 30). These values are much higher than those reported in the majority of studies (Al-Farsi & Lee, 2008 ; Ben-Amor et al., 2016a; Amira et al., 2012; Mansouri et al., 2005) as the total phenolic content in dates is usually estimated using the colorimetric Folin–Ciocalteu method and varies greatly according to the phenolic standards and to the cultivar used. Moreover, in our study thioacidolysis was directly applied to fruit powders without

prior solvent extraction followed by HPLC-DAD analysis of the reaction medium, which enabled the determination of total polyphenol concentration including both extractable and nonextractable procyanidins which are not quantified when a colorimetric assay is performed on a methanol extract. Using phloroglucinolysis prior to HPLC-DAD analysis, Hammouda et al., (2013) also show that total concentration of polyphenols in 'Deglet Nour' date palm accounts for an average of 14 mg/g FW.

Among the four major groups, procyanidins were the predominant class accounting for 98% of total polyphenols and the other polyphenol classes (i.e., hydroxycinnamic acids, flavonols and flavones) were present in very low amount (Table 30). (-)-Epicatechin was always the predominant procyanidin constitutive unit, representing between 97% and 98% of total constitutive units in 'Deglet Nour' fruit whereas (+)-catechin was only present as terminal unit and accounted from 0.4% to 0.8% of the total constitutive units. The average degree of polymerization (DP<sub>n</sub>) of procyanidins ranged between 31.6 and 36.1 with no significant difference between DPUs. This DP<sub>n</sub> is linked to astringency perception (Lea & Arnold, 1978), however date palm fruits at Tamar stage are not perceived as astringent (Myhara et al., 2000) even if their DP<sub>n</sub> is higher than 30. This phenomena could be linked to interactions occurring between procyanidins and cell wall polysaccharides after cellular rupture during mastication (Renard et al., 2001), inhibiting their physicochemical association to salivary proteins responsible to the astringency sensation.

Five compounds were identified as hydroxycinnamic acids which was the second polyphenol group accounted from 0.9 to 2.5% of total polyphenols in 'Deglet Nour' date fruits. Hammouda et al., (2013) quantified hydroxycinnamic acids as 0.7 % of total polyphenols in 'Deglet Nour' and 'Ftimi' cultivars. The major component of this class was 5-caffeoylshikimic acid followed by 4-caffeoylshikimic acid as previously reported in 'Deglet Nour' date palm (Hammouda et al., 2013). The other hydroxycinnamic acid compounds were present in lower amount.

In 'Deglet Nour' date palm, flavonols were mainly quercetin and isorhamnetin glycosides (quercetin 3'-methylether) and flavones were mainly chrysoeriol (luteolin 3'-methylether) glycosides in accordance with Mansouri et al., (2005) and Hammouda et al., (2013) studies. Flavonols accounted from 0.23 to 0.30 % of total polyphenols in 'Deglet Nour' date palm fruits. Flavones only accounted from 0.03 to 0.04 % of total polyphenols in 'Deglet Nour' date palm fruits. Hammouda et al., (2013) quantified flavonols as 0.6 % of total polyphenols in 'Deglet Nour' and 'Ftimi' cultivars.

Before treatment, significant differences between DPU were observed only for procyanidin contents where fruits of DPU3 presented the highest contents. This difference could be explained

by sample heterogeneity due to cultural practices and locality. It could be related also to dry matter difference after freeze drying process (Table 30). Contrary to procyanidins, no significant differences were observed for hydroxycinnamic acids, flavonols and flavones between the three DPUs, probably in relation with their low contents inducing some difficulties to evaluate their variability between DPU versus their variability between triplicates.

The average of total polyphenol contents of the three DPU increased significantly after hydration treatment, which is mainly due to the increase of procyanidin contents. Hydration treatment may promote fruit softening increasing the extraction efficiency and leading to the release of polyphenols from their intracellular compartments making them more available for quantification (Wen et al., 2010). DPn was slightly affected by DPU and heat treatment. In general, DPn increased after heat treatment independently of DPU which could be due to the matrix degradation leading to a better extractability of procyanidins of higher DPn knowing for their capacity to interact with cell wall polysaccharides (Le Bourvellec & Renard, 2012) or to the degradation of low molecular weight procyanidins. These results are in accordance with those observed by Mrabet et al., (2015). In contrary to our results, Ben-Amor et al., (2016a) reported a higher significant loss of total phenol content after hot water treatment at 60 °C for 3 minutes. This difference could be due to the origin and the physiological stage of date palm fruits.

Neither treatment nor DPU affected minor class phenolic compounds. This could be explained by their lower contents and their higher variability between samples making difficult to observed some significant variations.

No polyphenol losses were detected leading to the conclusion that softening hard-type dates with hydration treatment did not alter their nutritional quality, which is a good advantage promoting date palm marketability.

#### **4. Conclusion**

Characterizing hard-type 'Deglet Nour' dates from three different date palm processing units, before and after hydration treatment, using both, mid infrared spectroscopy as a non-targeted method, and the characterization of appearance (color, texture) and organoleptic and nutritional compositions allowed to obtain a good overview of the date palm fruit qualities as a function of location and fruit treatment. Dates from the different DPUs showed significant variability before and after treatment. These differences are an important factor to take in consideration during sampling and especially on sorting step in the date palm industry supply chain, since it could be determinant on date palm quality and on the best choice of the optimum treatment.



After hydration treatment, date palm fruits became, as expected, softer. However this treatment was not very suitable for the very hard textured dates (DPU<sub>3</sub>) since it decreased their commercial value, as they are designated for direct human consumption. Otherwise, this date palm type be used for intermediate food products (Martín-Sánchez et al., 2014) in agri-food industries as an economical source of bioactive compounds that would compensate their economic value **loss**. On the other side, sucrose was the major components discriminating samples from DPU<sub>1</sub> regarding to treatment which were in accordance with MIRS date palm spectra. Thus, infrared spectroscopy being a good evaluative method for date palm quality after treatment, we suggest that it is adopted by Tunisian DPUs as a non destructive and predictive technique.

Finally, 'Deglet Nour' date palm samples showed a good nutritional stability during treatment. No changes were detected on cell wall yields and compositions, despite the decrease in firmness, and no loss was observed on the main polyphenols, i.e. procyanidins. The current hydration treatment used in Tunisian date palm processing industries, in the same conditions, seems to be a good solution to enhance the fruits marketability by reaching an appreciated texture while preserving their initial nutritional quality. However, further work will be required to optimize hydration conditions and methods, especially for the very hard-type dates, and eventually to investigate consumers' sensory acceptance before and after treatment.

**Tableau 27: Firmness (N) and CIELAB colour parameters: Lightness (L\*), Redness/Greenness (a\*), Yellowish/Blueness (b\*) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	<b>Firmness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
<b>Before treatment</b>				
<b>DPU 1</b>	17.7	36.0	11.2	15.7
<b>DPU 2</b>	16.1	34.8	10.8	15.2
<b>DPU 3</b>	35.9	40.1	12.7	20.8
<b>After treatment</b>				
<b>DPU 1</b>	10.7	33.1	11.4	15.9
<b>DPU 2</b>	12.4	32.5	12.2	15.7
<b>DPU 3</b>	31.0	35.0	13.5	20.2
<b>Pooled SD</b>	1.7	0.7	0.4	0.8
<b>DPU F-value</b>	138.3**	16.9*	17.5*	38.7**
<b>HT F-value</b>	22.7*	34.8**	8.59*	0.02
<b>DPU*HT F-value</b>	0.8	2.1	1.6	0.4

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \*Significant at p <0.05  
 \*\* Significant at p <0.0001

**Tableau 28: Sugars, organic acids contents (mg/g FW) and dry matter (%) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Sugars			Organic acids		Dry Matter
	Glucose	Fructose	Sucrose	Citric acid	Malic acid	
<b>Before treatment</b>						
<b>DPU 1</b>	105	135	308	1.28	4.31	89.1
<b>DPU 2</b>	98	133	313	2.33	4.24	84.8
<b>DPU 3</b>	65	76	372	1.84	4.67	86.6
<b>After treatment</b>						
<b>DPU 1</b>	125	114	172	2.60	3.22	86.8
<b>DPU 2</b>	103	130	256	2.95	3.98	85.5
<b>DPU 3</b>	83	81	335	1.44	5.12	87.4
<b>Pooled SD</b>	5,4	10,0	11,55	0,15	0,11	3,23
<b>DPU F-value</b>	29,1**	16,4*	48,8**	24,5**	57,1**	38,51**
<b>HT F-value</b>	10,2*	0,6	2,2**	17,9*	11,6*	0,98
<b>DPU*HT F-value</b>	1,1	0,9	42,4*	17,1*	25,5**	15,23*

Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \*Significant at  $p < 0.05$ ; \*\* Significant at  $p < 0.000$

**Tableau 29: AIS yields (mg/g fresh weight), neutral sugars, galacturonic acids and lignin content (mg/g AIS) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction**

	Yields	Rha	Fuc	Ara	Xyl	Man	Gal	NC Glc	C Glc	MeOH	AUA	DM (%)	Lignin
<b>Before treatment</b>													
<b>DPU 1</b>	107.2	5	3	25	79	13	23	8	97	15	134	60%	159
<b>DPU 2</b>	99.1	4	3	26	96	9	19	7	94	14	140	58%	148
<b>DPU 3</b>	121.4	5	3	24	85	8	21	7	100	16	123	82%	173
<b>After treatment</b>													
<b>DPU 1</b>	104.4	6	4	25	79	9	22	9	104	15	112	78%	133
<b>DPU 2</b>	93.1	4	3	25	76	9	22	7	99	14	120	68%	161
<b>DPU 3</b>	126.5	4	3	25	85	9	21	9	86	15	102	89%	153
<b>Pooled SD</b>	3,04	0,20	0,59	0,68	5,11	1,76	1,20	0,88	3,91	0,64	19,24	0,13	8,27
<b>DPU F-value</b>	43,3**	15,6*	0,4	2,04	1,0	1,3	1,7	0,8	2,0	3,3	0,4	1,6	2,2
<b>HT F-value</b>	0,3	0,001	0,2	0,001	2,5	0,6	0,9	1,9	0,1	0,3	1,8	1,1	2,7
<b>DPU*HT F-value</b>	1,8	5,9*	0,9	0,64	2,4	1,1	1,2	1,1	4,4	0,6	0,0	0,1	3,1

Rha: rhamnose, Fuc: fucose, Ara: arabinose, Xyl: xylose, Man: mannose, Gal: galactose, NC Glc: Non-Cellulosic glucose determined without cellulose hydrolysis, C Glc: Cellulosic glucose, AUA: anhydrous uronic acids, MeOH: methanol, DM: degree of methylation, Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \* Significant at p <0.0001; \*\* Significant at p <0.05

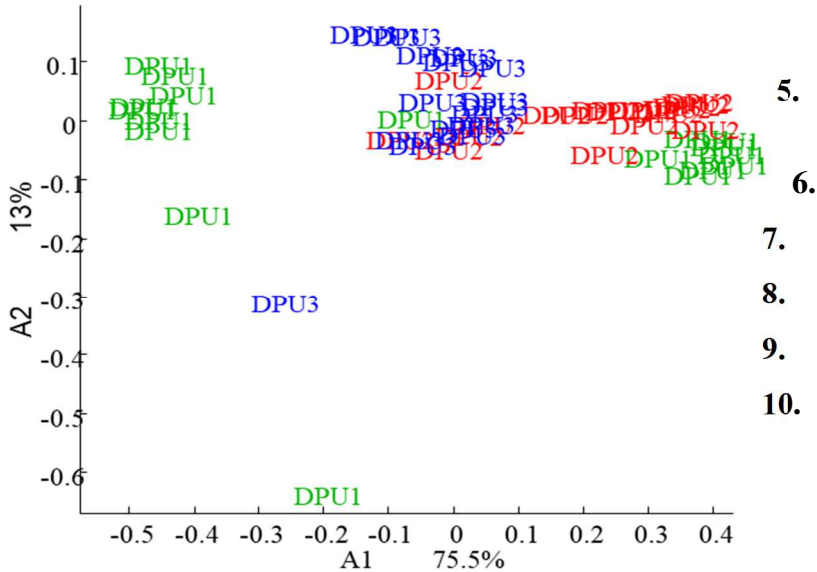
**Tableau 30: Total polyphenols, procyanidins (mg/g of FW and characterization) and minor phenolic compounds (µg/g of FW) of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU). Statistical results (Pooled SD, two way ANOVA) and interaction effects between variables.**

	Procyanidins					Hydroxycinnamic acids					Flavonols		Flavones		Total PP	
	PCA	DP	CAT %	EC %	EC <sub>ext</sub> %	CSH1	CSH2	CSA4	CSA5	CSpH	QR	IhR	IhH	ChRh		ChhS
<b>Before treatment</b>																
<b>DPU 1</b>	12.8	31.6	0.7	2.5	96.8	12	14	63	96	25	8	7	3	14	2	13.0
<b>DPU 2</b>	12.3	36.1	0.6	2.2	97.2	12	14	58	94	23	8	9	2	20	3	12.5
<b>DPU 3</b>	15.6	32.8	0.6	2.5	97.0	14	15	76	122	28	9	10	3	17	3	15.9
<b>After treatment</b>																
<b>DPU 1</b>	14.4	36.2	0.5	2.2	97.2	14	15	61	107	25	9	10	2	18	3	14.7
<b>DPU 2</b>	13.1	38.8	0.5	2.1	97.4	15	17	79	130	34	11	11	2	22	3	13.4
<b>DPU 3</b>	16.6	34.7	0.5	2.4	97.1	12	13	62	108	25	8	9	2	14	3	16.8
<b>Poole SD</b>	0,62	1,42	0,04	0,09	0,12	1,28	1,28	5,37	9,41	2,38	0,89	0,80	0,36	1,83	0,25	0.62
<b>DPU F-value</b>	16,0*	4,3*	3,5	5,2*	653,7**	0,1	0,7	1,1	1,1	1,1	0,4	1,5	2,5	5,4*	0,1	15.7*
<b>HT F-value</b>	5,1*	7,0*	11,8*	4,1	667,3**	2,6	0,3	0,1	1,9	2,2	1,7	4,4	0,3	0,5	1,6	5.2*
<b>DPU*HT F-value</b>	0,3	0,5	1,0	0,6	660,9**	1,8	2,1	5,5*	3,5	4,6	2,2	2,5	1,5	2,1	1,7	0.2

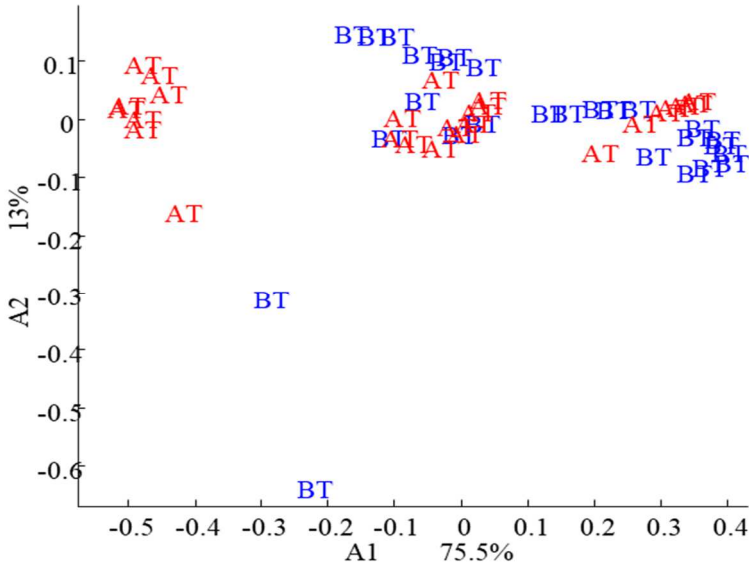
PCA: procyanidins, DP: average degree of polymerization of procyanidins, %CAT:percentage of (+)-catechin as terminal unit, % EC: percentage of (-)-epicatechin as terminal unit, %ECext: percentage of (-)-epicatechin as extension unit, CSH1: Cafeoylshikimic hexoside\_1, CSH2: Cafeoylshikimic hexoside\_2, CSA4: 4-cafeoylshikimic acid, CSA5: 5-cafeoylshikimic acid, CSpH: cafeoylsinapoyl hexoside, QR: Quercetin-3-rutinoside, IhR: isorhamnetin rutinoside, IhH: isorhamnetin hexoside, ChRh: chrysoeriol rhamnosyl hexoside, ChhS: chrysoeriol hexoside sulfate, Total PP: total: total polyphenols, DPU: Date Processing Unit, HT: Hydration Treatment. Pooled SD: pooled standard deviation, F-value: Fisher's value, \*Significant at  $p < 0.05$  ; \*\* Significant at  $p < 0.0001$

**Figure 18: PCA results on mid-infrared spectral data (2000 and 800  $\text{cm}^{-1}$ ) of of ‘Deglet Nour’ date fruits before and after hydration treatment (HT) for the three Date Processing Units (DPU).**

**A.a Sample plots identified for the DPU**

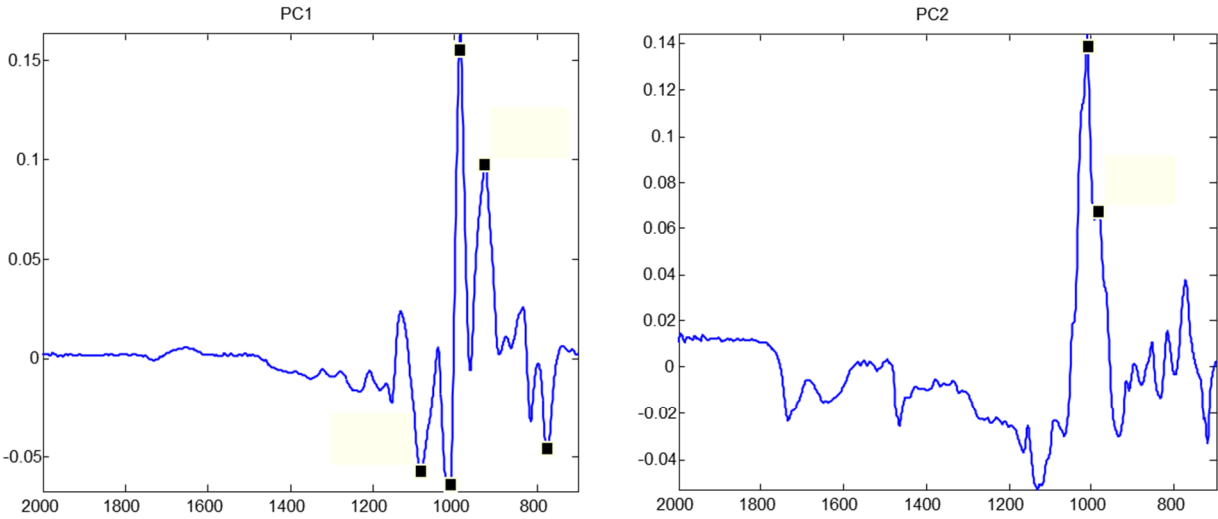


**A.b Sample plots identified for the treatment**



**B. Eigenvectors PC1 and PC2**

With codes: BT: before treatment; AT: After Treatment the 3 Date Processing Units, DPU1, DPU2, DPU



## **Acknowledgements**

We give thanks to UMR SQPOV, INRAE PACA, France for technical and material help. Sarra Cherif was financially supported by a mobility scholarship from the Higher Ministry of Education and Scientific research of Tunisia and from Avignon University (Perdiguier grant). Sarra Cherif is grateful to Caroline Garcia (UMR, SQPOV) for technical assistance.

## *Conclusion & Perspectives*











## Conclusion & Perspectives

La recherche de la qualité des dattes recouvre toutes les opérations qui commencent de la récolte jusqu'à la commercialisation ayant pour objectif la préservation des qualités de ce fruit. La manutention post-récolte joue un rôle important dans la conservation de la qualité des dattes. C'est dans ce cadre que ce travail a été mis en place. Il vise à évaluer l'évolution de la qualité des dattes tout en déterminant les meilleures pratiques de conservation et des traitements post-récolte dans la mesure où elles n'ont pas été définies dans les stations de conditionnement. Ces travaux ont été réalisés à la fois sur le cultivar 'Deglet Nour' et sur trois cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' à fort potentiel de valorisation.

Pour répondre à cet objectif il a fallu :

-  Caractériser globalement les dattes du cultivar 'Deglet Nour' au stade Tamr via l'utilisation de la spectroscopie infra-rouge et déterminer leurs paramètres physico-chimiques (sucres, acides organiques, parois cellulaires végétales, et polyphénols), avant et après conservation à -18, 0, 2 et 4 °C pendant 3, 6 et 9 mois.
-  Déterminer les paramètres physico-chimiques (fermeté, couleur, sucres, acides organiques, parois cellulaires végétales, et polyphénols) de trois cultivars de dattes 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' consommées localement au stade Khalal avant et après conservation à 2 °C pendant 30 et 60 jours.
-  Déterminer les paramètres physico-chimiques des dattes du cultivar 'Deglet Nour' (fermeté, couleur, sucres, acides organiques, parois cellulaires végétales, et polyphénols) avant et après conservation lors de l'utilisation de trois types d'emballages à Atmosphère Modifiée (Trendlife, Aypeck, Zoepack et Zoepack avec injection de 100 % de CO<sub>2</sub>) à 2 °C pendant 3, 6 et 9 mois.
-  Déterminer les paramètres physico-chimiques (fermeté, couleur, sucres, acides organiques, parois cellulaires végétales et polyphénols) des dattes de trois cultivars au stade Khalal 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou', avant et après conservation lors de l'utilisation d'emballage sous Atmosphère Modifiée de type Zoepack à 2 °C pendant 3, 6 et 9 mois.
-  Caractériser globalement des dattes du cultivar 'Deglet Nour' sèches de faible valeur commerciale, via l'utilisation de la spectroscopie infra-rouge et déterminer leurs compositions physico-chimiques (sucres, acides organiques, parois cellulaires végétales, polyphénols), avant et après traitement d'hydratation pendant 4 heures à 62-65 °C.


 Les principaux résultats du premier chapitre ont montré une stabilité générale des fruits de dattes au cours de la conservation avec cependant des différences entre les campagnes de récolte. Ainsi, une conservation des dattes à 2 °C pourrait être considérée afin de prolonger la durée de vie des dattes tout en préservant leur qualité nutritionnelle et minimiser les charges énergétiques dans les industries de conditionnement.

Dans la deuxième partie du premier chapitre, l'évaluation de l'évolution de la qualité organoleptique et nutritionnelle des dattes a montré que les trois cultivars 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' ont un comportement différent au cours de la conservation à 2 °C pendant 30 et 60 jours. Après conservation, 'Bser Hlou' est le cultivar le moins ferme avec une diminution significative de la composition de la paroi cellulaire (fibres) en oses neutres affectant par conséquent sa structure initiale. Il est le cultivar le plus affecté par une perte des polyphénols totaux. 'Bser Hlou' est cependant le cultivar de dattes le plus apprécié par les consommateurs probablement grâce à l'augmentation des sucres réducteurs durant le stockage.

Selon l'apparence, la couleur du cultivar 'Arichti' est la plus brillante et la plus claire, par contre le cultivar 'Bouhattam' a la couleur la plus sombre après la conservation. La teneur en polyphénols totaux de ces deux cultivars est mieux maintenue au cours du stockage.


Les différences observées pourraient être attribuée à la physiologie du fruit de chaque cultivar et son aptitude à développer un mécanisme de maturation accélérée même dans des conditions de basses températures.

Cette étude a permis donc d'une part, la caractérisation organoleptique et nutritionnelle de trois cultivars de dattes tunisiennes communes consommés au stade Khalal et d'autre part d'étudier les possibilités de prolonger leur durée de vie par un stockage à basse températures afin de les valoriser commercialement et créer peut-être des marchés d'exportation. Ainsi, il apparaît que le cultivar 'Arichti' pourrait être conservé à basse température (2 °C), alors qu'une optimisation des conditions de conservations sera nécessaire pour les cultivars 'Bser Hlou' et 'Bouhattam'.

 La conservation des dattes du cultivar Deglet Nour dans des emballages à atmosphère modifiée à 2°C pendant 3, 6 et 9 mois n'a pas affecté leur qualité organoleptique et nutritionnelle en comparaison avec des dattes stockées sans emballage. En revanche, l'utilisation des emballages n'a pas permis de réduire la diminution de la fermeté des dattes.

La conservation dans des emballages à atmosphère modifiée n'a donc pas d'effet positif sur la préservation de la qualité des dattes 'Deglet Nour'

Ainsi, l'utilisation des EAM dans les industries de conditionnement des dattes pourrait avoir des coûts de production élevés et être non rentable. En s'appuyant sur ces constatations, d'autres recherches seront nécessaires de manière à utiliser d'autres emballage à atmosphère modifiée caractérisé par différents équilibres gazeux (O<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub>). L'effet de de l'utilisation d'Emballage sous Atmosphère Modifiée (EAM) sur la qualité organoleptique et nutritionnelle de trois cultivars de dattes 'Arichti', 'Bouhattam' et 'Bser Hlou' consommés à un stade précoce (stade Khalal) a été également étudié. Cette étude vise à augmenter la durée de vie de ces cultivars par la conservation au froid, étant périssables à ce stade. Ainsi, la qualité organoleptique et nutritionnelle des trois cultivars de dattes stockés dans des EAM Zopepack était stable pendant 60 jours à 2°C. Par contre aucune différence n'a été identifiée entre les dattes conservées sans et avec EAM, ce qui rendrait leur utilisation non rentable à ce stade.

 Les dattes des différentes unités de conditionnement (UCD) ont montré une variabilité significative avant et après le traitement. Ces différences sont des facteurs importants à prendre en considération au cours de l'échantillonnage et surtout au cours des différentes étapes de triage dans la chaîne de conditionnement des dattes, car ils peuvent être déterminants de la qualité des dattes et du meilleur choix des paramètres du traitement d'hydratation adéquat.

Après hydratation, les dattes 'Deglet Nour' sèches deviennent plus molles comme attendu. Par contre, ce traitement thermique n'est pas approprié aux dattes de texture très sèches car il ne permet pas d'améliorer leur valeur commerciale. Ce type de dattes peut être valorisé autrement en les utilisant comme ingrédient dans l'industrie agroalimentaire (Martín-Sánchez et al., 2014) en tant que source de composés bioactifs qui pourrait leur permettre d'avoir une valeur commerciale.

La spectroscopie infrarouge a permis d'avoir une vue d'ensemble de la qualité des dattes après traitement thermique. Il est donc fortement recommandé qu'elle soit adoptée dans les industries de conditionnement des dattes en Tunisie comme technique prédictive non destructive.

De plus, une étude sur la stabilité des dattes après le traitement thermique est nécessaire, notamment le suivi de la qualité organoleptique et nutritionnelles en cas d'un stockage dans les usines de conditionnement avant la commercialisation. Dans ce cas, une étude d'optimisation des conditions de stockage afin de garder le plus longtemps possible le bénéfice de ces traitements qui est certainement coûteux, serait un atout.

Toutes les conditions et techniques de conservation ainsi que le traitement thermique mis en place au cours de ce travail de thèse, ont pour principal but, le maintien de l'effet bénéfique pour la santé des principaux éléments bioactifs de la datte, tels que les polyphénols et les fibres. Ce travail a donné une vision plus précise et détaillée de la composition chimique de ces deux principaux

éléments qui servira comme une éventuelle base pour explorer d'autres aspects et mécanismes en lien direct avec les interactions entre les procyanidines et les polyssacharides pariétaux qui ont fait l'objet de plusieurs recherches (Renard et al., 2017 ; Le Bourvellec & Renard, 2012 ; Le Bourvellec et al., 2019) concernant d'autres fruits. Ces interactions chez la pomme par exemple favorisent la formation de composés bioactifs (Le Bourvellec et al., 2019) et doivent être pris en considération dans de futures recherches sur la datte afin de mieux évaluer les effets biologiques des constituants de ce fruit.

## *Références bibliographiques*

## Références bibliographiques

- Abbès, F., Bouaziz, M. A., Blecker, C., Masmoudi, M., Attia, H., & Besbes, S. (2011). Date syrup: Effect of hydrolytic enzymes (pectinase/cellulase) on physico-chemical characteristics, sensory and functional properties. *LWT - Food Science and Technology*, 44(8), 1827–1834.
- Abdallah, B.A. (1990). La phoeniciculture. Centre de Recherche Phoenicicole. Institut National de la Recherche Agronomique de Tunisie (INRAT).
- Achour, M. & N. Bagga. (2005). Effet des conditions d'entreposage sur la dégradation de la couleur des dattes tunisiennes de type *Deglet Nour*. *Fruits*, 60 (1): 41–46.
- Achour, M., S. Ben Amara, N. Ben Salem, A. Jebalic & M. Hamdi. (2003). Effet de différents conditionnements sous vide ou sous atmosphère modifiée sur la conservation de dattes *Deglet Nour* en Tunisie. *Fruits*, 58: 205–212.
- Ahmed, I. S. A., Al-Gharibi, K. N., Daar, A. S., & Kabir, S. (1995). The composition and properties of date proteins. *Food Chemistry*, 53,441–446.
- Ahmed, E.A & Labavitch, J.M. (1980). Cell Wall Metabolism in Ripening Fruit in I. Cell wall changes in ripening 'Bartlett' pears. *Plant Physiol.* 65, 1009-1013.
- Al-Ati, T. & J.H. Hotchkiss. (2002). Application of packaging and modified atmosphere to fresh-cut fruits and vegetables. In Jemni, M. (2016). Effect of postharvest treatment on keeping overall quality of *Deglet Nour* dates during storage. Thèse de doctorat. National Agronomy Institut of Tunis, p,161.
- Al-Eid, S.M. Barber, A.R., Rettke, M., Leo, A., Alsenaien, W.A & Sallam, A.A. (2012). Utilisation of modified atmosphere packaging to extend the shelf life of Khalas fresh dates. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 1518–1525.
- Aleid, S. M., Elansari, A. M., Zhen-Xing, T., & Sallam, A. A. (2014). Effect of Cold Storage and Packing Type on Khalas and Sukkary Dates Quality. *Advance Journal of Food Science and Technology*, 6(5), 603–608.
- Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Al-Abid, M., Al-Shoaily, K., Al-Amry, M., & Al-Rawahy, F. (2007). Compositional characteristics of dates, syrups, and their by products. *Food Chemistry*, 104, 943-947.

Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M. & Shaihdi, F. (2005a). Compositional and sensory characteristics of three native sun-dried date (*Phoenix dactylifera*. L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53: 7586–7591.

Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M. & Shaihdi, F. (2005b). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sundried date (*Phoenix dactylifera*. L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 7592–7599.

Al-Farsi, M. A., & Lee, C. Y. (2008). Nutritional and Functional Properties of Dates: A Review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(10), 877–887.

Alhamdan, A. (2016). Quality changes in fresh date fruits (Barhi) during individual quick freezing and conventional slow freezing. *Pakistan journal of agricultural sciences*, 53(04), 917–924.

Alhamdan, A. M., & Al-Helal, I. M. (2008). Effect of Four Storage Systems on Physical and Mechanical Properties of Dates (Khlass variety). *Res. Bult.*, No. (165), *Food Sci. & Agric. Res. Center, King Saud Univ.*, 33, 5-35.

Alhamdan, A., Hassan, B., Alkahtani, H., Abdelkarim, D., Younis, M. (2018). Freezing of fresh Barhi dates for quality preservation during frozen storage. *Saudi Journal of Biological Sciences* 25, 1552–1561

Al-Hooti, S., Jiuan, S., & Quabazard, H. (1995). Studies on the physio-chemical characteristics of date fruits of five UAE cultivars at different stages of maturity. *Arab Gulf Journal of Scientific Research*, 13, 553-569.

Al-Khalifah, N.S., Askari, E. & Shanavaskhan, A.E. (2012). Date palm tissue culture and genetical identification of cultivars grown in Saudi Arabia. King Abdulaziz City for Science and Technology. King Fahad National Library Cataloging-in-Publication Data, 264p. Riyadh. ISBN: 978-603-8049-45-7.

Allaith, A. A., Ahmed, S. H., & Jafer, F. (2012). Effect of different thermal treatments and freezing on the antioxidant constituents and activity of two Bahraini date cultivars (*Phoenix dactylifera* L.). *International Journal of Food Science & Technology*, 47(4), 783–792.

Al-Redhaiman, K.N. (2004). Chemical Changes during Storage of “Barhi” Dates under Controlled Atmosphere Conditions. *HortSci*, 40, 1413–1415.

Al-Shahib, W., & Marshall, R. J. (2003). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 54(4), 247-259.

Amira, El Arem, Behija, Saafi Emna, Beligh, Mechri, Lamia, Lahouar, Mamel, Issaoui, Mohamed, Hammami & Lotfi, Achour. (2012). Effects of the Ripening Stage on Phenolic Profile, Phytochemical Composition and Antioxidant Activity of Date Palm Fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 60, n° 44, pp. 10896-10902.

Amira, El Arem, Guido, Flamini, Behija, Saafi Emna, Manel, Issaoui, Nesrine, Zayene, Ali, Ferchichi, Mohamed, Hammami, Noureddine, Helal Ahmed & Lotfi, Achour. (2011). Chemical and aroma volatile compositions of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) fruits at three maturation stages. *Food Chemistry*. Vol. 127, n° 4, pp. 1744-1754.

APII (Agence de Promotion de l'Industrie et de l'Innovation). (2017). Analyse de la filière des dattes. Centre d'Etudes et de Prospective Industrielles, p 41.

Aron, P. M., & Kennedy, J. A. (2008). Flavan-3-ols: Nature, occurrence and biological activity. *Molecular Nutrition & Food Research*, 52(1), 79-104.

Artés, F. (2004). Refrigeration for preserving the quality and enhancing the safety of plant foods. *Bull. Int. Institute Refrigeration*. LXXXIV, 1: 5-25

Artés, F., V.H. Escalona and F. Artés-Hernández. (2002). Quality and physiological changes of fennel under controlled atmosphere storage. *Eur. Food Res. Technol.* 214: 216-220.

Artés, F., Gómez, P.A., & Artés-Hernández, F. (2006). Modified atmosphere packaging of fruits and vegetables. *Stewart Postharvest Review*, 5:2

Artés-Hernández, F., P.A. Robles, P.A. Gómez, A. Tomás-Callejas and F. Artés. (2010). Low UV-C illumination for keeping overall quality of fresh-cut watermelon. *Postharvest Biol. Technol.* 55: 114–120.

Awad, M.A. (2007). Increasing the rate of ripening of date palm fruit (*Phoenix dactylifera* L.) cv. Helali by preharvest and postharvest treatments. *Postharvest Biology and Technology*. 43 (1), 121–127.

Awad, M. A., Al-Qurashi, A. D., & Mohamed, S. A. (2011). Biochemical Changes in Fruit of an Early and a Late Date Palm Cultivar During Development and Ripening. *International Journal of Fruit Science*, 11(2), 167–183.



- Awad, M., & Young, R.E. (1979). Post harvest variation in cellulase, polygalacturonase and pectin methylesterase in avocado (*Persea americana* Mill cv Fuerte) fruits in relation to respiration and ethylene production. *Plant Physiology*, 64, 306-308
- Azaiez, I., Font, G., Mañes, J., & Fernández-Franzón, M. (2015). Survey of mycotoxins in dates and dried fruits from Tunisian and Spanish markets, *Food Control*, 51, 340-346.
- Bal, E. (2016). Combined Treatment of Modified Atmosphere Packaging and Salicylic Acid Improves Postharvest Quality of Nectarine (*Prunus persica* L.) Fruit. *J. Agr. Sci. Tech.*, 18: 1345-1354
- Baliga, M.S., Baliga, B. R. V., Kandathil, S.M., Bhat, H. P., & Vayalil, P. K. (2011). A review of the chemistry and pharmacology of the date fruits (*Phoenix dactylifera* L.). *Food Research International*. Vol. 44, n° 7, pp. 1812-1822.
- Baron-Epel, O., Gharyal, P. K., & Schindler, M. (1988). Pectins as mediators of wall porosity in soybean cells. *Planta*, 175(3), 389-395.
- Barreveld, W.H. (1993). Date palm products. Agricultural services bulletin no. 101. Rome, Italy: FAO.
- Barrow, S.C. (1998). A monograph of *Phoenix* L. (Palmae: Coryphoideae). *Kew Bulletin* 53, 513e575
- Bartley, I. M., & Knee, M. (1982). The chemistry of textural changes in fruit during storage. *Food Chemistry*, 9(1), 47-58.
- Bate-Smith, E. C. (1954). Flavonoid Compounds in Foods. In E.M. Mrak and G.F. Stewart (Éd.), *Advances in Food Research* (Vol. Volume 5, p. 261-300). Academic Press.
- Belay, Z.A., Calebb, O.J., & Opara, U.L. (2016). Modelling approaches for designing and evaluating the performance of modified atmosphere packaging (MAP) systems for fresh produce: A review. *Food Packaging and Shelf Life*, 10, 1-15.
- Ben-Amor, R., Dhouibi, M. H., & Aguayo, E. (2016a). Hot water treatments combined with cold storage as a tool for *Ectomyelois ceratoniae* mortality and maintenance of Deglet Noor palm date quality. *Postharvest Biology and Technology*, 112, 247–255.

- Ben-Amor, R., Miguel-Gomez, M.D., Martínez-Sanchez, A. & Aguayo., E. (2016b). Effect of hot air on Deglet Noor palm date quality parameters and on *Ectomyelois ceratoniae*. *J. Stored Prod. Res.* 68:1-8.
- Benchabane, A. (2007). Composition chimique de la datte (Deglet Noor), évolution en fonction de la maturation et formation de la couleur et des arômes. Thèse de doctorat. Institut National Agronomique El-Harrach (Alger), 123p.
- Benchabane, A., Kechida, F., & Bellal, M.M. (2000). Caractérisation des substances pectiques et évaluation des autres composés pariétaux au cours de la maturation de deux variétés de dattes d'Algérie. *Annales de l'Institut National Agronomique - El-Harrach*, Vol. 21 W 1 812.
- Benjamin, N.D.; Al-Khalidi, M.S., Shabana, H.R. & Marouki, A.S. (1985). Effect of cold storage on the quality characteristics of date palm fruits of six cultivars at the Rutab stage. *Journal of Date Palm*, 4(1), 1-17.
- Ben Salah, M., & Hellali, R. (1995). Evolution de la composition chimique des dattes de trois variétés Tunisiennes de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). *INAT*, 10, 119–127.
- Bertrand, D., & Cordella, C. (2008). SAISIR package. Free toolbox for chemometrics in the Matlab, 586 Octave or Scilab environments
- Besbes, S., Drira, L., Blecker, C., Deroanne, C., & Attia, H. (2009). Adding value to hard date (*Phoenix dactylifera* L.): Compositional, functional and sensory characteristics of date jam. *Food Chemistry*, 112, 406-411.
- Bhatia, K, Asrey, R., & Varghese, E. (2015). Correct packaging retained phytochemical, antioxidant properties and increases shelf life of minimally processed pomegranate (*Punica granatum* L.) arils Cv. Mridula. 74, 5.
- Biale, B.B., Young, R.E., & Olmstead, A.J. (1954). Fruit Respiration and Ethylene Production. *Plant Physiol.* 29(2), 168-174.
- Biglari, F., AlKarkhi, A. F. M., & Easa, A. M. (2009). Cluster analysis of antioxidant compounds in dates (*Phoenix dactylifera*): Effect of long-term cold storage. *Food Chemistry*, 112(4), 998–1001.
- Blumenkrantz, N., & Asboe-Hansen, G. (1973). New method for quantitative determination of uronic acids. *Analytical Biochemistry*, 54(2), 484–489.

Boerjan, W., Ralph, J., & Baucher, M. (2003). Lignin biosynthesis. *Annual Review of Plant Biology*, 54(1), 519-546.

Bohm, H., Boeing, H., & Hempel, J. (1998). Flavonols, flavone and anthocyanins as natural antioxidants of food and their possible role in the prevention of chronic diseases. *Z Ernährungswiss* 37(2): 147-63

Borchani, C., Besbes, S., Blecker, C., Masmoudi, M., Baati, R., & Attia, H. (2010). Chemical properties of 11 date cultivars and their corresponding fiber extracts. *African Journal of Biotechnology* Vol. 9 (26): 4096-4105.

Boubekri, A., Benmoussa, H., Courtois, F., & Bonazzi, C. (2010). Softening of Overdried 'Deglet Nour' Dates to Obtain High-Standard Fruits: Impact of Rehydration and Drying Processes on Quality Criteria. *Drying Technology* 28:222–231.

Boussaa, F., Zaouay, F., Hernandez, F., Noguera-Artiaga, L., Carbonell-Barrachina, A., Melgarejo, P., Mars, M. (2018). Cropping system contributes largely to fruit composition and sensory properties of pomegranate (*Punica granatum* L. var. Gabsi). *South African Journal of Botany*, 115, 170–178.

Box, G. E., Hunter, W. G., & Hunter, J. S. (1978). *Statistics for experimenters, an introduction to design, data analysis and model building*. New York: Wiley and Sons, p. 352

Brahem, M., Renard, C. M. G. C., Eder, S., Loonis, M., Ouni, R., Mars, M., & Le Bourvellec, C. (2017). Characterization and quantification of fruit phenolic compounds of European and Tunisian pear cultivars. *Food Research International*, 95, 125–133.

Bravo, L. (1998) *Nutr. Rev.* 56: 317-3

Brummell, D. A. (2004). Cell wall metabolism during the development of chilling injury in cold-stored peach fruit: association of mealiness with arrested disassembly of cell wall pectins. *Journal of Experimental Botany*, 55(405), 2041–2052.

Brummell, D. A. (2006). Cell wall disassembly in ripening fruit. *Functional Plant Biology*, 33(2), 103-119.

Bureau, S., Cozzolino, D., & Clark, C. J. (2019). Contributions of Fourier-transform mid infrared (FT-MIR) spectroscopy to the study of fruit and vegetables: A review. *Postharvest Biology and Technology*, 148, 1–14.

- Bureau, S., Ścibisz, I., Le Bourvellec, C., & Renard, C. M. (2012). Effect of sample preparation on the measurement of sugars, organic acids, and polyphenols in apple fruit by mid-infrared spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(14), 3551-3563.
- Caffall, K.H, & Mohnen D. (2009). The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydr. Res.* 344:1879– 1900.
- Canteri, M. H., Renard, C. M., Le Bourvellec, C., & Bureau, S. (2019). ATR-FTIR spectroscopy to 600 determine cell wall composition: Application on a large diversity of fruits and vegetables. 601 *Carbohydrate Polymers*, 212, 186-196.
- Carpita, N. C., & Gibeaut, D. M. (1993). Structural models of primary cell walls in flowering plants: consistency of molecular structure with the physical properties of the walls during growth. *The Plant Journal*, 3(1), 1-30.
- Ceccarelli, D., Simeone, A. M., Nota, P., Piazza, M. G., Fideghelli, C., & Caboni, E. (2016). Phenolic compounds (hydroxycinnamic acids, flavan-3-ols, flavonols) profile in fruit of Italian peach varieties. *Plant Biosystems-An International Journal Dealing with all Aspects of Plant Biology*, 1-6
- CEE-ONU (2010). Norme CEE-ONU DDP-08 concernant la commercialisation et le contrôle de la qualité commerciale des dattes entières. Commission économique pour l'Europe des Nations unies CEE-ONU. En ligne : <https://www.unece.org>
- Chaira, N., Ferchichi, A., Mrabet, A., & Sghairoun, M. (2007). Chemical Composition of the Flesh and the Pits of Date Palm Fruit and Radical Scavenging Activity of their Extracts. *Pakistan Journal of Biological Sciences*. 10 (13): 2202-2207.
- Chaira, N., Mrabet, A., & Ferchichi, A. (2009). Evaluation of Antioxidant Activity, Phenolics, Sugar and Mineral Contents in Date Palm Fruits. *Journal of Food Biochemistry*. 3(33), 390-403.
- Chassagne-Berces, S., Fonseca, F., & Marin., M. (2013). Congélation de produits végétaux - maîtriser la qualité des fruits congelés. *Techniques de l'Ingenieur*, F6 277, 2013.
- Chen, H., Cao, S., Fang, X., Mu, H., Yang, H., Wang, X., Xu, Q., & Gao, H. (2015). Changes in fruit firmness, cell wall composition and cell wall degrading enzymes in postharvest blueberries during storage. *Scientia Horticulturae*, 188, 44–48.

- Chen, Y., Hung, Y.-C., Chen, M., & Lin, H. (2017a). Effects of acidic electrolyzed oxidizing water on retarding cell wall degradation and delaying softening of blueberries during postharvest storage. *LWT*, 84, 650–657.
- Chen, Y., Sun, J., Lin, H., Hung, Y.-C., Zhang, S., Lin, Y., & Lin, T. (2017b). Paper-based 1-MCP treatment suppresses cell wall metabolism and delays softening of Huanghua pears during storage. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 97(8), 2547–2552.
- Cherif, S., Jemni, M., & Ben Abda, J. (2018). Characterization and sensory analysis of some Tunisian date cultivars consumed at early maturity stage. II International Symposium on Date Palm. *Acta Horticulturae ISHS* (In Press)
- Cherif, S., Le Bourvellec, C., Bureau, S., Benabda, J. (2021). Effect of storage conditions on ‘Deglet Nour’ date palm fruit organoleptic and nutritional quality. *LWT- Food Science and Thechnology*, 137, 110343.
- Cho S., Devries J. W. & Prosky L. (1997). *Dietary fiber analysis and applications*; AOAC International: Gaithersburg.
- Chouicha, S., Boubekri, A., Bouguettaia H., & Mennouche, D. (2010). Séchage et qualité des dattes Deglet-Nour réhumidifiées par utilisation d’un séchoir solaire hybride. *Annales des Sciences et Technologie*, 2(1), 37.
- Coggins, C. W., Jr., & Knapp, J. C. F. (1969). *Date Grow. Inst., Rep.* 46, 11.
- Collin, S., & Crouzet, J. (2011). *Polyphénols et procédés: transformation des polyphénols au travers des procédés appliqués à l'agro-alimentaire*. Paris: Éd. Tec & Doc. 337pp.
- Cordenunsi, B. R., Genovese, M. I., Oliveira do Nascimento, J. R., Aymoto Hassimotto, N. M., José dos Santos, R., & Lajolo, F. M. (2005). Effects of temperature on the chemical composition and antioxidant activity of three strawberry cultivars. *Food Chemistry*, 91(1), 113–121.
- Couture, R., Cantwell, M. I., Ke, D., Saltveit, M. E. (1993). Physiological attributes related to quality attributes and storage life of minimally processed lettuce. *Hort Sci.* 28, 723-725.
- Darvill, A. G., McNeil, M., & Albersheim, P. (1978). Structure of Plant Cell Walls VIII. A New Pectic Polysaccharide. *Plant Physiology*, 62(3), 418-422.

Darvill, J. E., McNeil, M., Darvill, A. G., & Albersheim, P. (1980). Structure of Plant Cell Walls XI. Glucuronoarabinoxylan, a second hemicellulose in the primary cell walls of suspension-cultured sycamore cells. *Plant Physiology*, 66(6), 1135-1139.

Deng, Y., Wu, Y., & Li, Y. (2005). Effects of high O<sub>2</sub> levels on post-harvest quality and shelf life of table grapes during long-term storage. *European Food Research and Technology*, 221(3), 392–397.

Dehghan-Shoar, Z., Hamidi-Esfahani & S. Abbasi. (2010). Effect of temperature and modified atmosphere on quality preservation of Sayer date fruits (*Phoenix dactylifera* L.). *J. Food Process. Preserv.* 34 (2): 323–334.

Devlieghere F, Visent M, & Debevere J. (1999). Dissolved carbon dioxide as a parameter for the effectiveness of modified atmosphere packed foods. In: Predictive microbiology applied to chilled food preservation. Proc. IIR Conf. Quimper. 1997; 90-96. In Artés, F. Le rôle du froid dans le maintien de la qualité et l'amélioration de la sécurité des produits alimentaires d'origine végétale. Bulletin de l'IIF - n°2004-1.

Dey, P. M., & Brinson, K. (1984). Plant Cell-Walls. In R. Stuart Tipson and Derek Horton (Éd.), *Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry*. Academic Press, 42, 265-382.

Djerbi, M. (1994). Précis de la phoeniciculture. Rome, Italie: FAO, 200 p.

Djouab, A., Benamara, S., Gougam, H., Amellal, H., & Hidous, K. (2016). Physical and antioxidant properties of two Algerian date fruit species (*Phoenix dactylifera* L. and *Phoenix canariensis* L.). *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 28(9), 601-608.

Dhouibi, M. B. (1991). Les principaux ravageurs du palmier dattier et de la datte en Tunisie; document Institut National Agronomique de Tunisie et Groupement Interprofessionnel de la datte, 64 pages.

Dowson, V. H. W. (1985). Date Production and Protection (Plant Production and Protection Paper No. 35). FAO Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, Italy.

Dowson, V.H.M. & Aten, A. (1965). Récolte et Conditionnement des Dattes. Collection. F.A.O. Rome, Cahier n°72, 397 p.

Dubois, Michel., Gilles, K. A., Hamilton, J. K., Rebers, P. A., & Smith, Fred. (1956). Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. *Analytical Chemistry*, 28(3), 350–356.

Dziedzic, E., & Blaszczyk, J. (2019). Evaluation of sweet cherry fruit quality after short-term storage in relation to the rootstock. *Horticulture Environment and Biotechnology*, 60(6), 925–934.

Elleuch, M., Besbes, S., Roiseux, O., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N., & Attia, H. (2008). Date flesh Chemical composition and characteristics. *Food Chemistry*. 111: 676–682.

El-Zoghbi, M. (1994). Biochemical changes in some tropical fruits during ripening. *Food Chemistry*, 49(1), 33–37.

Englyst, H., Wiggins, H.S., Cummings, J.H., (1982). Determination of the non-starch polysaccharides in plant foods by gas-liquid chromatography of constituent sugars as alditol acetates. *Analyst* 107, 307–318

Espirad, E. (2002). Introduction à la transformation industrielle des fruits. Ed. TECH & DOC. Lavoisier, pp 147-155

Estanove, P. (1990). Note technique : Valorisation de la datte. Institut de Recherches sur les Fruits et Agrumes, IRFA - CIRAD (France).

FAO [Food and Agriculture Organization of the United Nations]. (2000). Etude des principaux marchés européens de la datte et du potentiel commercial des variétés non traditionnelles. Brochure technique.

FAO [Food and Agriculture Organization of the United Nations]. (2011). Surveillance et perspectives des marchés des produits. Les dattes. Brochure technique.

FAO / OMS (1985). Norme codex pour les dattes, Codex Stan 143-1985. D'après le site officiel de la FAO. En ligne : [www.fao.org](http://www.fao.org)

FAOSTAT [Food and Agriculture Organization of the United Nations Statistics Division]. (2019). Disponible sur <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>> consulté décembre 2019.

Fayadh, J. M., & Al-showiman, S. S. (1990). Chemical composition of date palm (*Phoenix dactylifera* L.). *Journal of the Chemical Society of Pakistan*. 12: 84–103.

Femenia, A., Sánchez, E. S., Simal, S., & Rosselló, C. (1998a). Developmental and Ripening-Related Effects on the Cell Wall of Apricot (*Prunus armeniaca*) Fruit. *Journal of Science Food Agriculture*, 77, 487-493.

Femenia, A., Sánchez, E. S., Simal, S., & Rosselló, C. (1998b). Modification of Cell Wall Composition of Apricots (*Prunus armeniaca*) during Drying and Storage under Modified Atmospheres. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(12), 5248–5253.

Fischer, R L & Bennett, A B. (1991). Role of Cell Wall Hydrolases in Fruit Ripening. *Annual Review of Plant Physiology and Plant Molecular Biology*. 1991. Vol. 42, n° 1, pp. 675-703.

Francis, F. J. & F. M. Clydesdale. (1975). *Food Colorimetry: Theory and Applications*, AVI Publishing Company, Inc., Westport, CT, USA.

Fry, S. C. (1988). *The growing plant cell wall: chemical and metabolic analysis*. New York: Longman Group Limited. 333pp.

Fry, S. C. (2018). Cell Wall Polysaccharide Composition and Covalent Crosslinking. In *Annual Plant Reviews online* (pp. 1–42). American Cancer Society.

Garcia, J.M., Aguilera, C., & Albi, M.A. (1995). Postharvest heat treatment on Spanish strawberry (*Fragaria X ananassa* cv Tudla). *J. Agric. Food Chem.* 43, 1489–1492.

Gellerstedt, G., & Henriksson, G. (2008). Lignins: major sources, structure and properties. In Mohamed Naceur Belgacem, Alessandro Gandini (Eds.), *Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*, Elsevier, Amsterdam, pp. 201-224.

Gendre, L., Le Gal, P.-Y., & Rhouma, A. (2007). *Organisation de la chaîne d’approvisionnement de la datte tunisienne*. Cirad-Sirma-Crrao, Montpellier, France, 50 p.

Ghnimi, S., Al-Shibli, M., Al-Yammahi, H. R., Al-Dhaheri, A., Al-Jaberi, F., Jobe, B., & Kamal-Eldin, A. (2018). Reducing sugars, organic acids, size, color, and texture of 21 Emirati date fruit varieties (*Phoenix dactylifera*, L.). *NFS Journal*, 12, 1–10.

GIFruits, (2018). <http://gifruits.com/?p=3048&lang=fr> (08/10/2019)

GIFruits, (2019). <http://gifruits.com/?p=3048&lang=fr> (08/12/2019)



Gil, M. I., Tomás-Barberán, F. A., Hess-Pierce, B., & Kader, A. A. (2002). Antioxidant Capacities, Phenolic Compounds, Carotenoids, and Vitamin C Contents of Nectarine, Peach, and Plum Cultivars from California. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(17), 4976-4982.

Glasner, B., Botes, A., Zaid, A., & Emmens, J. (1999). Chapter IX Date Harvesting, Packaging house management and Marketing aspects. *FAO Plant Production and Protection*, 175–205

Glasner, B., Botes, A., Zaid, A. & Emmens, J. (2002). Date harvesting, packinghouse management and marketing aspects. In Zaid A., Arias-Jimenez, E. J. *Date palm cultivation Food and Agriculture Organization Plant Production and Protection paper no. 156*. Food and Agriculture Organization of the United Nations Rome, Italy

Goulao, L., & Oliveira, C. (2008). Cell wall modifications during fruit ripening: when a fruit is not the fruit. *Trends in Food Science & Technology*, 19(1), 4-25.

Greiner, D. (1994). *Les pays méditerranéens et les échanges internationaux de dattes*. Estacion Phoenix, Elche, Espagne. CIHEAM - Options Méditerranéennes.

Gribaa, A., Dardelle, F., Lehner, A., Rihouey, C., Burel, C., Ferchichi, A., Driouich, A., & Mollet, J.-C. (2013). Effect of water deficit on the cell wall of the date palm ( *Phoenix dactylifera* ‘Deglet nour’, Arecales) fruit during development: Water deficit and date palm fruit cell wall. *Plant, Cell & Environment*, 36(5), 1056–1070.

Guyot, S., Marnet, N., Laraba, D., Sanoner, P., & Drilleau, J.F. (1998). Reversed-Phase HPLC following Thiolyis for Quantitative Estimation and Characterization of the Four Main Classes of Phenolic Compounds in Different Tissue Zones of a French Cider Apple Variety (*Malus domestica* Var. Kermerrien). *J. Agric. Food Chem.* 46, 1698–1705.

Guyot, S., Marnet, N., Sanoner, P., & Drilleau, J.F. (2001). Direct thiolyis on crude apple materials for high-performance liquid chromatography characterization and quantification of polyphenols in cider apple tissues and juices. In L. Packer (Ed.). *Methods in Enzymology ? Flavonoïds and other polyphenols* (pp.57-70). Academic Press.

Gwanpua, S. G., Mellidou, I., Boeckx, J., Kyomugasho, C., Bessemans, N., Verlinden, B. E., Hertog, M. L. A. T. M., Hendrickx, M., Nicolai, B. M., & Geeraerd, A. H. (2016). Expression analysis of candidate cell wall-related genes associated with changes in pectin biochemistry during postharvest apple softening. *Postharvest Biology and Technology*, 112, 176–185.

- Haider, M., Khan, I., Jaskani, M., Naqvi, S., & Khan, M. (2014). Biochemical attributes of dates at three maturation stages. *Emirates Journal of Food and Agriculture*. Vol. 26, n° 11, pp. 953.
- Haider, M.S., Khan, I.A., Jaskani, M.J., Naqvi, S.A., Mateen, S., Shahzad, U., & Abbas, H. (2018). Pomological and biochemical profiling of date fruits (*Phoenix dactylifera* L.) during different fruit maturation phases. *Pak. J. Bot.*, 50(3): 1069-1076.
- Hamazu, Y. (2006). Role and evolution of fruit phenolic compounds during ripening and storage. *Stewart Postharvest Review*, 2(2), 1-7.
- Hammouda, H., Chérif, J. K., Trabelsi-Ayadi, M., Baron, A., & Guyot, S. (2013). Detailed Polyphenol and Tannin Composition and Its Variability in Tunisian Dates (*Phoenix dactylifera* L.) at Different Maturity Stages. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(13), 3252–3263.
- Harborne, J. B., Williams, C. A., Greenham, J., & Moyna, P. (1974). Distribution of charged flavones and caffeoylshikimic acid in *Palmae*. *Phytochemistry*, 13, 1557.
- Harholt, J., Suttangkakul, A., & Vibe Scheller, H. (2010). Biosynthesis of Pectin. *Plant Physiology*, 153(2), 384–395.
- Harker, F. R., Gunson, F. A., & Jaeger, S. R. (2003). The case for fruit quality: an interpretive review of consumer attitudes, and preferences for apples. *Postharvest Biology and Technology*, 28(3), 333–347.
- Harrak, H., Reynes, M., Lebrun, M., Hamouda, A. & Brat, P. (2005). Identification et comparaison des composés volatiles des fruits de huit variétés de dattes marocaines. *Fruits*, 60: 267–278. IFST.
- Hasegawa, S., & Smolensky, D. C. (1971). A Research Note. Cellulase in dates and its role in fruit softening. *Journal of Food Science*, 36(6), 966–967.
- Haslam, E.; Lilley, T. H. (1988). Natural astringency in foodstuffs-a molecular interpretation. *Crit. Rev. Food. Sci. Nutr.* 27, 1-40.
- Hazbavi I, Khoshtaghaza MH, Mostaan A, & Banakar A (2015) Effect of postharvest hot-water and heat treatment on quality of date palm (cv. Stamaran). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 14:153–159.

He, Z., Tao, Y., Zeng, M., Zhang, S., Tao, G., Qin, F., & Chen, J. (2016). High pressure homogenization processing, thermal treatment and milk matrix affect in vitro bioaccessibility of phenolics in apple, grape and orange juice to different extents. *Food Chemistry*, 200, 107–116.

Hemingway, R. W. (1989). Structural variations in proanthocyanidins and their derivatives. *Chemistry and significance of condensed tannins*, pp. 83-107. New York: Springer USA.

Henrik Vibe Scheller & Peter Ulvskov. (2010). Hemicelluloses. *Annual Review of Plant Biology*. Vol. 61:263-289

Herrmann, K. (1976). Flavonols and flavones in food plants. *International Journal of Food Science & Technology*, 11(5), 433-448.

Hertog M.G.L., Feskens, E.J.M., Kromhout, D., et al., (1993) Dietary antioxidant flavonoids and risk of coronary heart disease: the Zutphen Elderly Study. *The Lancet* 342:1007–1011. Hong, Y. J.; Tomas-Barberan, F. A., Kader, A. A., & Mitchell, A. E. The flavonoid glycosides and procyanidin composition of Deglet Noor dates (*Phoenix dactylifera*). *J. Agric. Food Chem.* 54, 2405-2411.

Hong, Y. J.; Tomas-Barberan, F. A.; Kader, A. A.; Mitchell, A. E. (2006). The flavonoid glycosides and procyanidin composition of Deglet Noor dates (*Phoenix dactylifera*). *J. Agric. Food Chem.* 2006, 54, 2405-2411.

Hussein, Z., Caleb, O.J., Jacobs, K., Manley, M., & Opara, U.L. (2015a). Effect of perforation-mediated modified atmosphere packaging and storage duration on physicochemical properties and microbial quality of fresh minimally processed ‘Acco’ pomegranate arils. *LWT - Food Science and Technology*, 64, 911-918.

Hussein, Z., Caleb, O.J., & Opara, U.L. (2015b). Perforation-mediated modified atmosphere packaging of fresh and minimally processed produce—A review. *Food Packaging and Shelf Life*, 6, 7–20.

Hussein, F., & El-Zeid, A.A. (1975). Chemical composition of ‘Khalas’ dates grown in Saudi Arabia. *Egyptian Journal of Horticulture*. 2209.

- Ismail, H. B., Djendoubi, N., Kodia, A., Hassine, D. B., & Slama, M. B. (2013). Physicochemical characterization and sensory profile of 7 principal Tunisian date cultivars. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 331–341.
- Ismail, B., Haffar, I., Baalbaki, R., & Henry, J. (2001). Development of a total quality scoring system based on consumer preference weightings and sensory profiles: application to fruit dates (Tamr). *Food Qual. Preference* 12, 499–506.
- Ismail, B., Haffar, I., Baalbaki, R., & Henry, J. (2008). Physico-chemical characteristics and sensory quality of two date varieties under commercial and industrial storage conditions. *LWT-Food Science and Technology*, 41(5), 896–904.
- Ismail, B., Haffar, I., Baalbaki, R., Mechref, Y. & Henry, J. (2006). Physico-chemical characteristics and total quality of five date varieties grown in the United Arab Emirates. *International Journal of Food Science and Technology*. 41: 919–926
- İzli, G. (2016). Total phenolics, antioxidant capacity, colour and drying characteristics of date fruit dried with different methods. *Food Science and Technology*, 37(1), 139–147.
- Jeantet, R., Croguennec, T., Schuck, P., & Brulé, G. (2006). *Science des aliments: biochimie - microbiologie - procédés - produits*. Volume 1: Stabilisation biologique et physico-chimique. Editions Tec & Doc. Londres-Paris-NewYork. ISBN 2743008334
- Jemni, M. (2016). Effect of postharvest treatment on keeping overall quality of Deglet Nour dates during storage. Thèse de doctorat. Spécialité : Food Science and Technologies. National Agronomy Institut of Tunis, p,161.
- Jemni, M., Otón, M., Ramirez, J.G., Artés-Hernández, F., Chaira, N., Ferchichi A. & Artés., F. (2014). Conventional and emergent sanitizers decreased *Ectomyelois ceratoniae* infestation and maintained quality of date palm after shelf-life. *Postharvest Biol. Technol.* 87, 33-41.
- Jemni, M., Ramirez, J. G., Oton, M., Artés-Hernandez, F., Harbaoui, K., Namsi, A., & Ferchichi, A. (2019). Chilling and Freezing Storage for Keeping Overall Quality of “Deglet Nour” Dates. *Journal of Agriculture Science and Technology*, Vol. 21:63-76.
- Jridi, M., Souissi, N., Salem, M.B., Ayadi, M.A., Nasri, M., & Azabou, S. (2015). Tunisian date (*Phoenix dactylifera* L.) by-products: Characterization and potential effects on sensory, textural and antioxidant properties of dairy desserts. *Food Chemistry*, 188, 8-15.

- Kader, A.A., & Hussein, A. (2009). Harvesting and postharvest handling of dates. ICARDA, Aleppo, Syria. iv + 15 pp. ISBN: 92-9127-213-6
- Kader, A.A., Zagory, D. & Kerbel, E.L. (1989). Modified atmosphere packaging of fruits and vegetables, in *CRC Critical Reviews of Food Science and Nutrition*, 28(1), 1–30.
- Kärkönen, A., & Koutaniemi, S. (2010). Lignin Biosynthesis Studies in Plant Tissue Cultures. *Journal of Integrative Plant Biology*, 52(2), 176–185.
- Kearney, T. H. (1906). Date varieties and date culture in Tunisia. USDA Bureau of Plant Industry Bulletin, n°92, Washington. 112 pp
- Kevers, C., Falkowski, M., Tabart, J., Defraigne, J.-O., Dommès, J., & Pincemail, J. (2007). Evolution of Antioxidant Capacity during Storage of Selected Fruits and Vegetables. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(21), 8596–8603.
- Khali, M., Selselet-Attou, G., Guetarni, D. (2007). Influence of heat treatment and modified atmospheres packaging on the chemical composition of date deglet nour during storage in cold Sciences & Technologie. C, *Biotechnologies*, (26), 9-16.
- Kim, J., Solomos, T., & Gross, K. C. (1999). Changes in cell wall galactosyl and soluble galactose content in tomato fruit stored in low oxygen atmospheres. *Postharvest Biology and Technology*, 17(1), 33–38.
- Kim, D.M., Smith, N.L., & Lee, C.Y. (1993). Apple Cultivar Variations in Response to Heat Treatment and Minimal Processing. *Journal of Food Science* 58 (5): 1111-1114.
- Klein, J.D. & Lurie, S. (1992). Heat treatments for improved postharvest quality of horticultural crops. *HortTechnology*, 2, 316-320.
- Knekt, P., Jarvinen, R., Reunanen, A., & Maatela, J. (1996). Flavonoid intake and coronary mortality in Finland: a cohort study. *BMJ*, 312(7029), 478-481.
- Kroon-Batenburg, L., & Kroon, J. (1997). The crystal and molecular structures of cellulose I and II. *Glycoconjugate Journal*, 14(5), 677-690.
- Kumar, V., Sharma, A., Kohli, S. K., Bali, S., Sharma, M., Kumar, R., Bhardwaj, R., & Thukral, A. K. (2019). Differential distribution of polyphenols in plants using multivariate techniques. *Biotechnology Research and Innovation*, 3(1), 1–21.

Kurubas, M.S & Erakan, M. (2017). Prolonging storage life of '0900 Ziraat' Cherries By use of Modified Atmosphere Packaging (MAP). VII International Scientific Agriculture Symposium "AGROSYM 2016", 1049-1055.

Le Bourvellec, C., Bouzerzour, K., Ginies, C., Regis, S., Plé, Y., & Renard, C. M. G. C. (2011). Phenolic and polysaccharidic composition of applesauce is close to that of apple flesh. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24(4), 537-547.

Le Bourvellec, C., Bagano Vilas Boas, P., Lepercq, P., Comtet-Marre, S., Auffret, P., Ruiz, P., Bott, R., M. G. C. Renard, C., Dufour, C., Chatel, J.M and Mosoni, P. (2019). Procyanidin—Cell Wall Interactions within Apple Matrices Decrease the Metabolization of Procyanidins by the Human Gut Microbiota and the Anti-Inflammatory Effect of the Resulting Microbial Metabolome In Vitro. *Nutrients*, 11, 664.

Le Bourvellec, C., Bureau, S., Renard, C. M. G. C., Plenet, D., Gautier, H., Touloumet, L., Girard, T., & Simon, S. (2015). Cultivar and Year Rather than Agricultural Practices Affect Primary and Secondary Metabolites in Apple Fruit. *PLoS one*, 10(11), e0141916.

Le Bourvellec, C., Gouble, B., Bureau, S., Loonis, M., Plé, Y., & Renard, C. M. G. C. (2013). Pink Discoloration of Canned Pears: Role of Procyanidin Chemical Depolymerization and Procyanidin/Cell Wall Interactions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(27), 6679-6692.

Le Bourvellec, C., Gouble, B., Bureau, S., Reling, P., Romain, B., Ribas-Agusti, A., Audergon, J.M., Renard, C. M.G.C. (2018). Impact of canning and storage on apricot carotenoids and polyphenols. *Food Chemistry*, 240, 615-25

Le Bourvellec & C.M.G.C. Renard (2012) Interactions between Polyphenols and Macromolecules: Quantification Methods and Mechanisms, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 52:3, 213-248.

Lau JM, McNeil M, Darvill AG, Albersheim P (1985) Structure of the backbone of rhamnogalacturonan I, a pectic polysaccharide in the primary cell walls of plants. *Carbohydr Res* 137: 111-125

Lea, A. G., & Arnold, G. M. (1978). The phenolics of ciders: bitterness and astringency. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 29(5), 478-483.

- Liners, F., Letesson, J.-J., Didembourg, C., & Cutsem, P. V. (1989). Monoclonal Antibodies against Pectin Recognition of a Conformation Induced by Calcium. *Plant Physiology*, 91(4), 1419-1424.
- Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., & Kefalas, P. (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chem.* 89, 411–420.
- Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2004). Polyphenols: food sources and bioavailability. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 79(5), 727-747.
- Marcellin, P. (1982) La respiration des fruits après récolte: la crise climactérique, *Bulletin de la Société Botanique de France. Actualités Botaniques*, 129:2, 107-121.
- Martín-Sánchez, A. M., Cherif, S., Vilella-Esplá, J., Ben-Abda, J., Kuri, V., Pérez-Álvarez, J. Á., & Sayas-Barberá, E. (2014). Characterization of novel intermediate food products from Spanish date palm (*Phoenix dactylifera* L., cv. Confitera) co-products for industrial use. *Food Chemistry*, 154, 269–275.
- Masmoudi, M., Besbes, S., Chaabouni, M., Robert, C., Paquot, M., Blecker, C., & Attia, H. (2008). Optimization of pectin extraction from lemon by-product with acidified date juice using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 74(2), 185-192.
- Mattos, L.M., Moretti, C.L., & Silva, E.Y.Y. (2013). Effects of modified atmosphere packaging on quality attributes and physiological responses of fresh-cut crisphead lettuce. *CyTA - Journal of Food* 11, 392–397.
- McNeil M., Darvill A.G., Fry S.C. & Albersheim P. (1984). Structure and function of the primary cell walls of plants. *Ann.Rev. Biochem.*, 53, 625-663.
- Mikki, M.S., & Al-Taisan, S.M. (1993). Physico-chemical changes associated with freezing storage of date cultivars at their rutab stage of maturity, pp.253-266. *Proc. Third Symposium on the Date Palm in Saudi Arabia*; 17-20. King Faisal University, Al-Hassa, Saudi Arabia (In Arabic).
- Missang, C.E., Maingonnat, J.F., Renard, C.M.G.C., Audergon, J.M. (2012). Apricot cell wall composition: Relation with the intra-fruit texture heterogeneity and impact of cooking. *Food Chemistry* 133, 45–54
- Mohamed, S.A., Awad, M.A., & Al-Qurashi, A.D. (2014). Antioxidant activity, antioxidant compounds, antioxidant and hydrolytic enzymes activities of 'Barhee' dates at harvest and during

storage as affected by pre-harvest spray of some growth regulators. *Scientia Horticulturae* 167, 91–99.

Mortazavi, S.M.H., Arzani, K. & Barzegar, M. (2007). Effect of vacuum and modified atmosphere packaging on the postharvest quality and shelf life of date fruits in Khalal stage. III International Date Palm Conference. *ISHS Acta Horticulturae* N° 736, pp. 471-477

Murr, D.P. & Morris, L.L. (1974). Influence of O<sub>2</sub> and CO<sub>2</sub> on o-diphenol oxidase activity in mushrooms. *Journal of the American Society for Horticultural Sciences*, 99, 155–158.

Mrabet, A., Rodríguez-Arcos, R., Guillén-Bejarano, R., Chaira, N., Ferchichi, A., & Jiménez-Araujo, A. (2012). Dietary Fiber from Tunisian Common Date Cultivars (*Phoenix dactylifera* L.): Chemical Composition, Functional Properties, and Antioxidant Capacity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(14), 3658–3664.

Mrabet A, Rodríguez-Gutiérrez G, Guillén-Bejarano R, et al., (2015) Valorization of Tunisian secondary date varieties (*Phoenix dactylifera* L.) by hydrothermal treatments: New fiber concentrates with antioxidant properties. *LWT - Food Science and Technology* 60:518–524.

Mullan, M., & McDowell, D. (2003). Modified atmosphere packaging. *Food Packag. Technol.* 303–339.

Munier, P. (1961). Note sur le séchage et le conditionnement des dates communes *Fruits*, 9(16), 415-417 pp.

Munier, P. (1973). *Le palmier dattier*. Paris: Maisonneuve & Larose. 141–221 pp

Murayama, H., Katsumata, T., Horiuchi, O., & Fukushima, T. (2002). Relationship between fruit softening and cell wall polysaccharides in pears after different storage periods. *Postharvest Biology and Technology*, 26(1), 15–21.

Mustafa, A., Harper, D. & Johnston, D. (1986). Biochemical changes during ripening of some Sudanese date varieties. *J. Sci. Food Agric.*, 37, 43

Myhara, R. M., Al-Alawi, A., Karkalas, J., & Taylor, M. S. (2000). Sensory and textural changes in maturing Omani dates. *J Sci Food Agric*, 5.



- Oliveira, M., Abadias, M., Usall, J., Torres, R., Teixido, N., & Vinas, I. (2015). Application of modified atmosphere packaging as a safety approach to fresh-cut fruits and vegetables- A review. *Trends in Food Science & Technology*, 46, 13-26.
- ONAGRI [Observatoire National de l'Agriculture]. (2014). Palmier dattier. <http://www.onagri.nat.tn/articles?id=5> (15/09/2019)
- Perez, S., Rodríguez-Carvajal, M.A., & Doco, T. (2003). A complex plant cell wall polysaccharide: rhamnogalacturonan II. A structure in quest of a function. *Biochimie* Vol. 85, n° 1-2, pp. 109-121.
- Peyron, G. (2000). Cultiver le palmier dattier, G.R.I.D.A.O., Montpellier, p109-129.
- Porter, L., Hrstich, L., & Chan, B. (1986). The Conversion of Procyanidins and Prodelphinidins to Cyanidin and Delphinidin. *Phytochemistry*, 25(1), 223-230.
- Pretel, M. T., García-Legaz, M. F., López-Gómez, E., Sánchez-Bel, P., Egea, I., & Martínez-Madrid, M. C. (2015). Ripening and storage of the wild Apple *Malus Segurensis* D. Rivera et al. (*Malus Sylvestris* (L) Mill. Aggregate). *Acta Horticulturae*, 1079, 651–657.
- Rahman, M.S., & Al-Farsi SA. (2005). Instrumental texture profile analysis (TPA) of date flesh as a function of moisture content. *J Food Eng* 66: 505–11.
- Reed, R. (1924). Growing and marketing dates with low overhead cost. *Annu. Rep. Date Grow. Inst.*, 1: 9-10.
- Remberg, S. F., Hagen, S. F., Borge, G. I. A., Sandberg, E., Jeksrud, W. K., & Haffner, K. (2010). Phenolic compounds, antioxidant activity and other quality related criteria of “summerred” apples as influenced by postharvest storage conditions. *Acta Horticulturae*, (875), 169–176.
- Renard, C. (2005). Variability in cell wall preparations: quantification and comparison of common methods. *Carbohydrate Polymers*, 60(4), 515–522.
- Renard, C. M. G. C., & Ginies, C. (2009). Comparison of the cell wall composition for flesh and skin from five different plums. *Food Chemistry*, 114(3), 1042–1049.
- Renard, C. M., Baron, A., Guyot, S., & Drilleau, J. F. (2001). Interactions between apple cell walls and native apple polyphenols: quantification and some consequences. *International Journal of Biological Macromolecules*, 29(2), 115–125.

- Renard, C. M. G. C., Voragen, A. G. J., Thibault, J. F., & Pilnik, W. (1990). Studies on apple protopectin: I. Extraction of insoluble pectin by chemical means. *Carbohydrate Polymers*, 12(1), 9–25.
- Renard, C.M.G.C., Watrelot, A.A., Le Bourvellec, C. (2017). Interactions between polyphenols and polysaccharides: Mechanisms and consequences in food processing and digestion. *Trends in Food Science & Technology* 60, 43-51
- Reynes, M. (1997). Influence d'une technique de desinfestation par micro-ondes sur les critères de qualité physico-chimiques et biochimique de la datte. Thèse de doctorat. Spécialité : Biotechnologies et Industries Alimentaires. Institut National Polytechnique de Lorraine, p,163.
- Reynes, M., Bouabidi, H., Piombo, G., & Risterucci, A.M. (1994). Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie. *Fruits*, vol. 49, n°4, p. 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.
- Rhouma, A. (1994). Le palmier dattier en Tunisie: Le patrimoine génétique. Vol.1. Arabesques. Edition et Création, Tunisie. (Edité grâce au concours financier de l'Institut National de la Recherche Agronomique de Tunisie (INRAT), du Projet de Coopération Technique francotunisienne sur la Recherche Agronomique pour le Développement de l'agriculture d'Oasis en Tunisie, et du Projet de Lutte contre le Bayoud du Plamier Dattier.
- Rhouma A. (2005). Le palmier-dattier en Tunisie : 1. Le patrimoine génétique. IPGRI/PNUD/GEF/INRAT, vol. 2., 255 p.
- Ridley, B. L., O'Neill, M. A., & Mohnen, D. (2001). Pectins: structure, biosynthesis, and oligogalacturonide-related signaling. *Phytochemistry*, 57(6), 929-967.
- Rigaud, J.; Escribano-Bailon, M. T.; Prieur, C.; Souquet, J. M., Cheynier, V. (1993). Normal-phase high performance liquid chromatographic separation of procyanidins from cacao beans and grape seeds. *J. Chromatogr. A*, 654, 255-260
- Rygg, G.L. (1975). Date development, handling and packing in the U.S. USDA Agric. Handbook. 482: 56 pp

- Rytioja, J., Hildén, K., Yuzon, J., Hatakka, A., Vries, R. P., & Mäkelä, M. (2014). Plant-Polysaccharide-Degrading Enzymes from Basidiomycetes. *Microbiology and Molecular Biology Reviews* : MMBR, 78, 614–649.
- Saeman, J.F., Moore, W.E., Mitchell, R.L., Millett, M.A., (1954). Techniques for the determination of flesh constituents by quantitative paper chromatography. *Tappi J. Tech. Assoc. Pulp Paper Ind.* 37, 336–343.
- Saltveit, M.E. (1999). Effect of ethylene on quality of fresh fruits and vegetables. *Postharvest Biol. Technol.* 15, 279–292.
- Sanoner, P., Guyot, S., Marnet, N., Molle, D., & Drilleau, J.-F. (1999). Polyphenol profiles of French cider apple varieties (*Malus domestica* sp.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(12), 4847-4853.
- 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 Saudi Arabia: I. Morphological measurements, proximate and mineral analyses. *Date Palm Journal.* 2 : 1–25.
- Scheller, H. V., & Ulvskov, P. (2010). Hemicelluloses. *Plant Biology*, 61(1), 263
- Schiller, F.H., Maier, V.P. (1959). Research on dates and date products. *Date Growers' Institute*, Vol. 36.
- Serrano, M., Pretel, M.T., Botella, M.A. & Amorós, A. (2001). Physicochemical Changes during Date Ripening Related to Ethylene Production. *Food Sci Tech Int* 2001; 7(1):31–36.
- Shafiei, M., Karimi, K., & Taherzadeh, M. J. (2010). Palm Date Fibers: Analysis and Enzymatic Hydrolysis. *International Journal of Molecular Sciences*, 11(11), 4285–4296.
- Shellie, K.C., Mangan, R.L. (1994). Disinfestation: effect of non-chemical treatments on market quality of fruit. In: Champ, B.R. (Ed.), *Postharvest Handling of Tropical Fruits*. ACIAR Proceedings, pp. 304–310.
- Siddiq, M., & Greiby, I. (2013). Overview of Date Fruit Production, Postharvest handling, Processing, and Nutrition. In M. Siddiq, S. M. Aleid, & A. A. Kader (Eds.), *Dates* (pp. 1–28). John Wiley & Sons Ltd.

- Sivertsik, M., Rosnes, J. T. & Bergslein, H. (2002). Modified atmosphere packaging. In : Minimal Processing Technologies in the Food Industries [en ligne]. Woodhead Publishing. pp. 61-86. Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. [Consulté le 21 mai 2020]. ISBN 978-1-85573-547-7. Disponible à l'adresse : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781855735477500098>
- Sjöström E. (1993). Wood chemistry: fundamentals and applications. Second edition. Academic Press, San Diego, CA, 277p.
- Somerville C (2006). Cellulose synthesis in higher plants. *Annu Rev Cell Dev Biol* 22: 53–78.
- Suty, L. (2014). Les végétaux: Les végétaux Les végétaux Évolution, développement et reproduction. Editions Quae.
- Syros, T., Yupsanis, T., Zafiriadis, H., & Economou, A. (2004). Activity and isoforms of peroxidases, lignin and anatomy, during adventitious rooting in cuttings of *Ebenus cretica* L. *Journal of Plant Physiology*, 161(1), 69–77.
- Talari, A. C. S., Martinez, M. A. G., Movasaghi, Z., Rehman, S., & Rehman, I. U. (2017). Advances in Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of biological tissues. *Applied Spectroscopy Reviews*, 52(5), 456–506.
- Taylor, Neil G., (2008). Cellulose biosynthesis and deposition in higher plants. *New Phytologist* Vol. 178, n° 2, pp. 239-252.
- Thakur, B. R., Singh, R. K., Handa, A. K., & Rao, M. (1997). Chemistry and uses of pectin a review. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 37(1), 47-73.
- Thibault, J.-F., Renard, C. M., Axelos, M. A., Roger, P., & Crépeau, M.-J. (1993). Studies of the length of homogalacturonic regions in pectins by acid hydrolysis. *Carbohydrate Research*, 238, 271-286.
- Tomás-Barberán, F.A., & Espín. J.C. (2001). Phenolic compounds and related enzymes as determinants of quality in fruits and vegetables. *J. Sci. Food Agric.*, 81, 853-876
- Trad, M., Ginies, C., Gaaliche, B., Renard, C. M. G. C., & Mars, M. (2014). Relationship between pollination and cell wall properties in common fig fruit. *Phytochemistry*, 98, 78–84.

- Trigueros, L., & Sendra, E. (2014). Nutritional and Antioxidant Properties of Date Pastes and Blanching Water Obtained from by-Products of Medjoul and Confitera Cultivars. *Food Science and Technology*, 2(3), 34-40.
- Tsao, R. (2010). Chemistry and biochemistry of dietary polyphenols. *Nutrients*, 2(12), 1231-1246.
- Tsao, R., Yang, R., Young, J. C., & Zhu, H. (2003). Polyphenolic profiles in eight apple cultivars using high-performance liquid chromatography (HPLC). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(21), 6347-6353.
- Vance, C.P., Kirk, T.K., & Sherwood, R.T. (1980) Lignification as a Mechanism of Disease Resistance. *Annual Review of Phytopathology*, 18, 259-288.
- Varoquaux P. & Nguyen-The C. (1993). Les atmosphères modifiées de la quatrième gamme : technologie alimentaire, les hautes pressions. Ed IFN Dossier. 90.
- Vayalil, P. K. (2012). Antioxidant and Antimutagenic Properties of Aqueous Extract of Date Fruit (*Phoenix dactylifera* L. *Arecaceae*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(3), 610–617.
- Vilella-Esplá, J. M. (2004). Aspectos tecnológicos para el aprovechamiento agroindustrial del dátil de tipo blando. Elche (Alicante): Universidad Miguel Hernández.
- Wang, D., Yeats, T. H., Uluisik, S., Rose, J. K. C., & Seymour, G. B. (2018). Fruit Softening: Revisiting the Role of Pectin. *Trends in Plant Science*, 23(4), 302–310.
- Warner, R.L. M.M. Barnes & E.F. Laird. (1990). Chemical control of a carob moth *Ectomyelois ceratoniae* (Lepidoptera: Pyralidae), and various Nitidulid beetles (Coleoptera) on 'Deglet Noor' dates in California. *J. Econ. Entomol.* 83: 2357-2361
- Wei, J., Ma, F., Shi, S., Qi, X., Zhu, X., & Yuan, J. (2010). Changes and postharvest regulation of activity and gene expression of enzymes related to cell wall degradation in ripening apple fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 56(2), 147–154.
- Wen, T. N., Prasad, K. N., Yang, B., & Ismail, A. (2010). Bioactive substance contents and antioxidant capacity of raw and blanched vegetables. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11, 464–469.

Wills, R.B., Lee, T.H., Graham, D., McGalsson, W.B., & Hall, E.G. (1989). *Postharvest. An Introduction to the Physiology and Handling of Fruits and Vegetables*. N. S. W. University Press, Australia.

Wu, X., Beecher, G. R., Holden, J. M., Haytowitz, D. B., Gebhardt, S. E., & Prior, R. L. (2004). Lipophilic and Hydrophilic Antioxidant Capacities of Common Foods in the United States. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(12), 4026–4037.

Yahia EM. (2004). Date. In: Gross KC, Wang CY, Saltveit M, editors. *The Commercial Storage of Fruits Vegetables and Florist and Nursery Stocks*. Agriculture Handbook # 66. Beltsville, Maryland: USDA. 672p.

Yahia, E.M., M.G. Lobo & A.A. Kader. (2014). *Harvesting and Postharvest Technology of Dates*. In: Jemni, M. *Effect of postharvest treatment on keeping overall quality of Deglet Nour dates during storage*. Thèse de doctorat. National Agronomy Institut of Tunis, p,161.

Yapo, B.M. (2011). Pectic substances: From simple pectic polysaccharides to complex pectins – A new hypothetical model *Carbohydrate Polymers*, 86 (2011), pp. 373-385.

Yeap Foo, L., & Lu, Y. (1999). Isolation and identification of procyanidins in apple pomace. *Food Chemistry*, 64(4), 511-518.

Youssef, M. K. E., El-Geddawy, M.A. H., El-Rify, M. N., & Ramadan, B. R. (1992). Study of amino acid, organic acid, and free sugar composition of new valley dates and certain date products. *Acta alimentaria (Budapest)*, 2(3-4), 325-335.

Zhang, L., Chen, F., Yang, H., Sun, X., Liu, H., Gong, X., Jiang, C., & Ding, C. (2010). Changes in firmness, pectin content and nanostructure of two crisp peach cultivars after storage. *LWT - Food Science and Technology*, 43(1), 26–32.