

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSIT DJILALI BOUNAAMA KHEMIS MILIANA**

**FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE ET  
SCIENCES DE LA TERRE**



**Contribution à l'étude de l'effet de produit de conservation sur la  
pomme – étude comparative pomme locale et pomme  
d'importation**

**Mémoire de fin d'étude**

**EN vue de l'obtention du diplôme de Master**

**Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie**

**Filière : Département d'Agronomie**

**Spécialité : Production végétale**

**Présentée Par :**

**KHEDDACHE Zohra**

**Dirigées par :**

**Mme CHOUCANE Karima**

**MCB**

**Promotrice**

**M KASSOUL Karim**

**Doctorant**

**Co-promoteur**

**Année Universitaire : 2019/2020**

## *Remerciement*

**Je remercie d'abord Allah qui m'a donné la volonté pour réaliser ce travail et le courage pour surmonter les difficultés rencontrées.**

**J'exprime mon estime et mes remerciements aux membres de jury.**

**Ma profonde expression de reconnaissance est destinée à ma promotrice Mme K.CHouchane et mon Co-promoteur Mr K.Kassoul Pour leur aide, ses Orientations et pour l'élaboration de ce travail.**



## *Dédicaces*

**Je dédie ce travail à :**

**Mes chers parents pour leurs sacrifices et leurs patiences que dieu  
les garde**

**A mon cher fiancé**

**A mes deux chères sœurs Zina et Nosra**

**A tous les membres de ma grande Famille**

**Je n'oublie bien évidemment pas mes amies et mes collègues**

**A tous mes enseignants, je leurs exprime ma profonde gratitude**

**Zohra**



## **Résumé :**

La pomme est l'un des éléments nutritionnels les plus importants pour les sociétés mondiales en général et pour la société algérienne en particulier, car elles sont considérées comme l'un des fruits les plus consommés dans le monde à un taux de près de 70%, et par conséquent elles sont considérées comme d'une grande importance économique et à partir des matériaux produits et même importés en Algérie.

Comme tous les arbres fruitiers, des quantités considérables d'engrais et de conservateurs sont utilisées pour aider à maintenir la qualité et à prévenir les ravageurs qui affectent les pommiers, mais en même temps, l'utilisation irréfléchie et les quantités imprévisibles de ces matériaux ou engrais peuvent nuire au consommateur par la maladie. Alopecie cancérigène grave si les restes d'engrais et de conservateurs dans les pommes sont élevés

Les analyses ont montré que 62 % des échantillons local de pommes contenaient au moins un résidu de pesticide et 12 % contenaient plusieurs résidus de pesticide. En ce qui concerne les pommes d'importation, des études ont montré qu'une grande partie d'entre elles restent dans la membrane externe, ce qui peut provoquer des maladies chez les consommateurs

Le but de ce travail est de connaître l'effet des pesticides et des conservateurs sur les pommes. Cette recherche comprend l'étude des propriétés physico-chimiques des pommes d'un part, et sur l'effet des conservateurs sur les pommes importées d'autre part

**Mots clés :** pomme, résidus de pesticides, produits de conservation. Maladies cancérigènes

## ملخص:

يعتبر التفاح واحد من اهم العناصر الغذائية للمجتمعات العالمية بصفة عامة و للمجتمع الجزائري بصفة خاصة حيث تعتبر من الفواكه الاكثر استهلاكاً عبر العالم بنسبة تقارب 70% و لذلك يعتبر ذو اهمية اقتصادية كبيرة و من المواد المنتجة و حتى المستوردة في الجزائر

ككل الاشجار الفاكهة تستعمل كميات معتبرة من الازمدة و المواد الحافظة التي تساعد على الحفاظ على النوعية و ايضا الوقاية من الآفات التي تصيب اشجار التفاح لكن في الوقت ذاته الاستعمال الغير مدروس و بكميات غير معتبرة لهذه المواد او الازمدة قد يؤثر سلباً على المستهلك من خلال اصابته بأمراض سرطانية خطيرة خاصة اذا ما كانت بقايا الازمدة و المواد الحافظة في التفاح بنسبة عالية

أظهرت التحاليل أن 62% من عينات التفاح المحلي تحتوي على بقايا مبيد واحد على الأقل، وأن 12% تحتوي على بقايا مبيدات متعددة. أما بالنسبة للتفاح المستورد فان الدراسات اثبتت ان نسبة كبيرة منها تبقى في الغشاء الخارجي ما فقد يتسبب في امراض للمستهلك

الهدف من هذا العمل هو معرفة تأثير المبيدات و مواد الحفظ على التفاح، يشمل هذا البحث دراسة الخصائص الفيزيوكيميائية للتفاح، من جانب آخر عن تأثير مواد الحفظ على التفاح المستورد.

**الكلمات المفتاحية:** التفاح بقايا المبيدات ، أسمدة ، المواد الحافظة ، أمراض سرطانية

## **Abstract :**

The apple is one of the most important nutritional elements for world societies in general and for Algerian society in particular, as they are considered to be one of the most consumed fruits in the world at a rate of almost 70% , and therefore they are considered one of great economic importance , produced and even imported in Algeria.

Like all fruit trees, considerable amounts of fertilizers and preservatives are used to help maintain quality and prevent pests that affect apple trees, but at the same time the thoughtless use and unpredictable amounts of these fertilizers and preservatives can harm the consumer through disease. Severe carcinogenic alopecia if the leftover fertilizers and preservatives in apples were high

Analyzes showed that 62% of local apple samples contained at least one pesticide residue and 12% contained multiple pesticide residues. Regarding imported apples, studies have shown that a large portion of them remain in the outer membrane, which can cause illness in consumers.

The aim of this work is to know the effect of pesticides and preservatives on apples. This research includes studying the physico-chemical properties of apples at the first part, and the effect of preservatives on imported apples on the other part.

**Keywords :** Apple, Pesticide Residues, Preservatives. Carcinogenic diseases

## Sommaire

### Liste des abréviations

### Liste des figures

### Liste des tableaux

### Introduction

## Chapitre 01 : Aperçu bibliographique

I. L'origine de pommier.....	01
II. Classification botanique .....	01
III. Les stades phénologiques de pommier.....	01
IV. Les caractéristiques morphologiques et biochimiques de pomme	
A. Les caractéristiques morphologiques de pomme.....	05
B. Les caractéristiques biochimiques de pomme.....	07
V. Les variétés de la pomme.....	08
A. Dans le monde.....	08
B. En Algérie.....	10
VI. Les exigences des cultures	
Les exigences pédologiques.....	11
A. Les exigences climatique.....	11
B. Les exigences hydriques.....	11
VII. Les produits utilisés dans la production des pommes.....	11
A. Les engrais.....	11
B. Les produits phytosanitaires.....	13
VIII. Les techniques de conservation de pomme.....	16
A. La technique de de conservation en atmosphère contrôlé.....	16
B. La technique de l'enrobage.....	16
IX. Importance économique de la pomme.....	18
A. Dans le monde.....	18
B. En Algérie.....	19

## Chapitre 02 : Etude des caractéristiques physico-chimiques de la pomme locale

I. Matériels et méthodes.....	21
1) Matériel végétal.....	21
2) Méthodes d'analyses.....	21
A. Caractérisation morphologique des pommes.....	22
B. Les caractéristiques chimiques des pomme.....	22
a) L'eau.....	22
b) Le Ph.....	23

c) Le résidu sec soluble (brix).....	23
d) Les sucres totaux.....	25
e) Les sucres réducteurs.....	25
f) Le saccharose.....	26
g) Les protéines.....	26
h) Les cendre.....	27
i) Les éléments minéraux.....	27
j) Les polyphénols totaux.....	27
k) Les flavonoïdes .....	28
II. Résultats et discussion.....	28
1) Les caractéristiques morphologiques des pommes.....	28
2) Les caractéristiques chimiques des pommes.....	29

### **Chapitre 03 : Recherche des résidus des pesticides dans la pomme**

I. Synthèse de la littérature sur les procédures analytiques appliquées à la détermination des molécules de l'étude.....	31
A. Préparation de l'échantillon .....	31
B. Détermination des pesticides.....	32
II. Procédures analytiques.....	33
A. Collecte des échantillons des pommes.....	33
B. Réactifs et solvants utilisés.....	33
C. Préparation des échantillons (Extraction et purification des fruits).....	33
D. Instrument d'analyse.....	34
E. Contrôle de la qualité et validation de la méthode.....	34
III. Résultats et discussion.....	36

### **Chapitre 04 : Etude des produits de conservation de pomme d'importation**

I. Introduction.....	38
II. l'usage de la SMARTFRESH PROTABS pour la conservation de pommier.....	38
III. Synthèse de l'évolution .....	39
IV. Considérant l'identité de la préparation .....	39
V. Considèrent les propriétés physicochimiques et les méthodes d'analyse.....	39
1. Spécifications.....	39
2. Propriétés physico-chimiques.....	39
3. Méthodes d'analyse.....	40
VI. Considérant les propriétés toxicologiques.....	41
VII. Interprétation Général.....	41

**Comparaison entre les données et interprétation.....42**

**Conclusion et recommandation.....43**

**Liste des références bibliographiques.....45**

**Liste des annexes.....51**



## Liste des abréviations

<b>Abréviations</b>	<b>Signification</b>
<b>D.S.A</b>	Direction des Services Agricoles
<b>F.A.O</b>	Food Agriculteur Organisation
<b>pH</b>	Potentiel d'hydrogène
<b>°C</b>	Degrés Celsius
<b>Mm</b>	Millimètre
<b>Fe</b>	Fer
<b>B</b>	Bore
<b>Kg/ha</b>	Kilogramme par hectare
<b>P</b>	Phosphore
<b>K</b>	Potassium
<b>Zn</b>	Zinc
<b>Km</b>	Kilomètre
<b>Qx/ha</b>	Quintaux par hectare
<b>%</b>	Pourcentage
<b>T/ha</b>	Tonnes par hectare
<b>Rdt</b>	Rendement

## Liste des figures

<b>Figure n°</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure n°01</b>	Fleur du pommier coupe verticale	<b>05</b>
<b>Figure n°02</b>	Diagramme floral	<b>06</b>
<b>Figure n°03</b>	Coupe longitudinale d'une pomme arrivée à maturité	<b>06</b>
<b>Figure n°04</b>	Evolution de la production de pomme en Algérie (2010/2015)	<b>20</b>
<b>Figure n°05</b>	La pomme Golden Delicious entière et en coupe	<b>21</b>
<b>Figure n°06</b>	Fréquence de la présence de résidus et des multi- résidus de pesticides dans les échantillons analysés	<b>36</b>

## Liste de tableaux

<b>Tableau n°</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Tableau n°01</b>	Classification botanique de pommier	<b>01</b>
<b>Tableau n°02</b>	Les stades phénologiques de pommier	<b>02</b>
<b>Tableau n°03</b>	Composition moyenne d'une pomme	<b>08</b>
<b>Tableau n°04</b>	Principales variétés du pommier et groupe du pommier	<b>08</b>
<b>Tableau n°05</b>	Principales variétés de pommier cultivées en Algérie	<b>10</b>
<b>Tableau n°06</b>	Fumure azotée d'entretien et de production d'un hectare de pommier selon les exportations de fruits (kg/ha)	<b>12</b>
<b>Tableau n°07</b>	Evolution des quantités de P et K nécessaires à la construction d'un hectare de pommier (kg/ha)	<b>12</b>
<b>Tableau n°08</b>	Les produits utilisés pour le traitement contre les maladies de pommier	<b>13</b>
<b>Tableau n°09</b>	Les produits utilisés pour le traitement contre les ravageurs de pommier	<b>14</b>
<b>Tableau n°10</b>	Importance de la culture de pommier par zone de production	<b>18</b>
<b>Tableau n°11</b>	La culture de pommier en Algérie (2010-2015)	<b>19</b>
<b>Tableau n°12</b>	Caractéristiques morphologiques de la pomme Golden Delicious	<b>28</b>
<b>Tableau n°13</b>	Caractéristiques chimiques de la pomme Golden Delicious	<b>29</b>
<b>Tableau n°14</b>	Taux de recouvrement, limites de détection et de quantification pour chaque molécule étudiée sur la pomme	<b>35</b>

# Introduction

Le pommier cultivé a été longtemps, il craint les climats trop chauds. Peu exigeant, il préfère les sols consistants, profonds et riches, bien drainés. Naturellement, le pommier forme un arbre à cime arrondie s'étalant un peu avec l'âge, et peut atteindre plus de 10m.

Le pommier constitue dans la plupart des pays de monde la principale essence fruitière après les agrumes et les bananes, tant par le nombre d'arbres cultivés que par l'importance sociale et économique de sa culture avec 70 million de tonnes chaque année dans la production mondiale.

Les pays les plus producteurs de pommes sont la Chine avec un potentiel supérieur à 30 million de tonnes et les pays Européens avec environ 9 à 10 million de tonnes (**FAO ,2007**).

L'Algérie, comme les autres pays des mondes, sa part des pommiers avec une superficie importante, et un rendement totale d'environ 74.4 qtx / ha (**FAO ,2001**). Il est présent un peu partout dans le territoire national.

Dans les vergers du monde entier, des années de croisement et de sélection ont permis d'obtenir des variétés de pommes à haut rendement, calibrées pour le marché. La plupart des pommes modernes sont très sensibles aux champignons et bactéries, de véritables fléaux qui obligent à l'utilisation de nombreux traitements pesticides (**Peix., 2005**).

Les arbres fruitiers forment comme toute espèce végétale un milieu favorable à la propagation des ravageurs et maladies infectieuses (**Belhassaine., 2014**). Aussi, le pommier est sujet à de nombreux ravageurs notamment les insectes.

Cette lutte contre les ravageurs présente un tel risque pour l'être si l'usage de produits de protection et sévèrement intense sur la culture la présence études consiste à étudier deux variétés de pommes ; celle de production local ou le fruit est traité par l'usage des produits phytosanitaire et celle de l'importation ou les produits de conservation consiste importance numéro un dans cette culture tel que la SMARTFRESH.

**Chapitre 01 :**  
**Aperçu bibliographique**

## I. L'origine de pommier

Le pommier est l'arbre fruitier le plus anciennement cultivé en Europe et dans le monde en zones tempérées (**Bretonneau, 1978 ; Chouinard et al. 2000**).

Les espèces du genre *Malus* se rencontrent des Balkans en Europe, à la Chine et au Japon, en Asie, en passant par le Caucase, le Turkestan, les montagnes de l'Altai et la Sibérie. Aussi quelques espèces sont originaires du continent nord-américain (**Lespinasse, 1992**).

## II. Classification botanique

Pendant longtemps, les botanistes ont considéré que le pommier constituait le sous genre *Malus* au sein du genre *Pyrus*. L'appellation du pommier était alors *Pyrus malus*. Le pommier est actuellement classé dans le genre *Malus* qui selon **CHEVREAU et MORISOT (1985)** distinct du genre *Pyrus*. D'après **REDHER (1956)**, le genre *Malus* comprend 25 à 30 espèces et plusieurs sous-espèces.

Selon **LAFAYON et al. (1996)** ; le pommier est classé comme suite :






**Tableau 1 : Classification botanique du pommier LAFAYON et al (1956)**







Embranchement	Spermaphytes
Sous Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous Classe	Dialypétales
Famille	Rosacées
Sous Famille	Maloïdeae
Genre	<i>Malus</i>
Espèce	<i>Malus domestica</i> (BORKH) <i>Malus pumila</i> (LAMARCH) <i>Malus communis</i> (MILLIS)

## III. Les stades phonologiques de pommier








Le pommier passe par cinq stades principaux, divisé en stades secondaires présente dans les tableaux suivants :

**Tableau 2 : Les stades phénologiques de pommier (B.Bloesch ,2013)**

Code BBCH	Code Baggiolini	Pommier Stade repère (Galla)	Description
0 = Repos hivernal			
00	A		<b>Bourgeon d'hiver (Dormance)</b> Les bourgeons sont fermés et recouverts de leurs écailles protectrices
5 = Apparition de l'inflorescence			
51	B		<b>Gonflement des bourgeons</b> Premier gonflement visible de bourgeon florale ; les écailles ont des taches claires et s'allongent
53	C		<b>Eclatement des bourgeons</b> Les extrémités des feuilles entourant les fleurs sont visibles
54	C3		<b>Oreille de souris</b> Les extrémités des feuilles dépassent les écailles de 10mm, les premières feuilles se séparent
56	D		<b>Bouton vert</b> Les fleurs fermées commencent à se séparer

5 = Apparition de l'inflorescence			
57	E		<b>Bouton rose</b> Les sépales s'ouvrent légèrement, les pétales s'allongent et deviennent visibles
59	E2		<b>Ballonnants</b> La plupart des fleurs forment avec leurs pétales un ballon creux
6 = Floraison			
61	F		<b>Début floraisons</b> Environ 10% des fleurs sont ouverts
65	F2		<b>Pleine floraisons</b> Plus de 50% des fleurs sont ouvertes, les premiers pétales tombent
67	G		<b>Floraisons déclinantes</b> La plupart des pétales sont tombés
69	H		<b>Fin floraison</b> Tous les pétales sont tombés



7 = Développement des fruits			
71	I		<b>Nouaison</b> Diamètre des fruits jusqu'à 10mm, chute physiologique des jaunes fruits
72	J		<b>Taille noisette</b> Diamètre des jusqu'à 20mm
74			<b>Stade T</b> Fruits dressés, la base du fruit et sa tige forment un T, diamètre de fruit jusqu'à 40mm
77			<b>Croissance des fruits</b> Les fruits ont atteint 70% de leur taille finale
8 =Maturation des fruits			
81			<b>Début maturation</b> Les fruits ont atteint leur taille finale, la couleur spécifique de la variété apparait
85			<b>Maturité avancée</b> Intensification de la coloration spécifique de la variété
87-89			<b>Récolte, plein maturité gustative</b> Gout et consistance des fruits typiques de la variété

#### IV. Les caractéristiques morphologiques et biochimiques de pommier

##### A. Les caractéristiques morphologiques de pomme :

###### ➤ L'arbre :

Le pommier est un arbre buissonnant de vigueur moyenne, à port arrondi, il atteint 6 à 8 mètres et même 10 mètres d'hauteur avec des branches divergentes, retombantes avec l'âge (BRETAUDEAU, 1978).

###### ➤ Rameaux :

Les rameaux du pommier sont à écorce lisse, brune, à lenticelles plus ou moins nombreuses suivant les variétés, devenant rugueuses sur le vieux bois. Ils portent des bourgeons qui peuvent être végétatifs ou inflorescentiels (BRETAUDEAU, 1978).

###### ➤ Feuille :

Les feuilles sont caduques, alternes, simples, entières et dentées sur les bords, velues dans leurs jeunesse, à pétiole plus court et accompagné à sa base de deux stipules foliacées (BRETAUDEAU, 1975 ; MASSONNET, 2004).

###### ➤ Fleurs :

Les fleurs sont regroupées en corymbes de 8 à 11 fleurs portées à l'extrémité de rameaux courtes, nommées brindilles couronnées, ou directement sur les brindilles au niveau des boutons axillaires (COUTANCEAU, 1962). Elles sont hermaphrodites et la reproduction de l'espèce est assurée avec une allogamie prédominante (BORE et FLECKINGER, 1997).

La floraison est préférentiellement croisée (GAUTIER, 1993 ; GALLAIS et BANNEROT, 1995). Le principal agent pollinisateur est l'abeille domestique (MASSONNET, 2004). L'ovaire de la fleur et les tissus soudés qui l'environnent (bases de filets, des pétales et des sépales) se développent pour former un fruit charnu complexe, de couleur et de goût variable selon les variétés (MASSONNET, 2004).

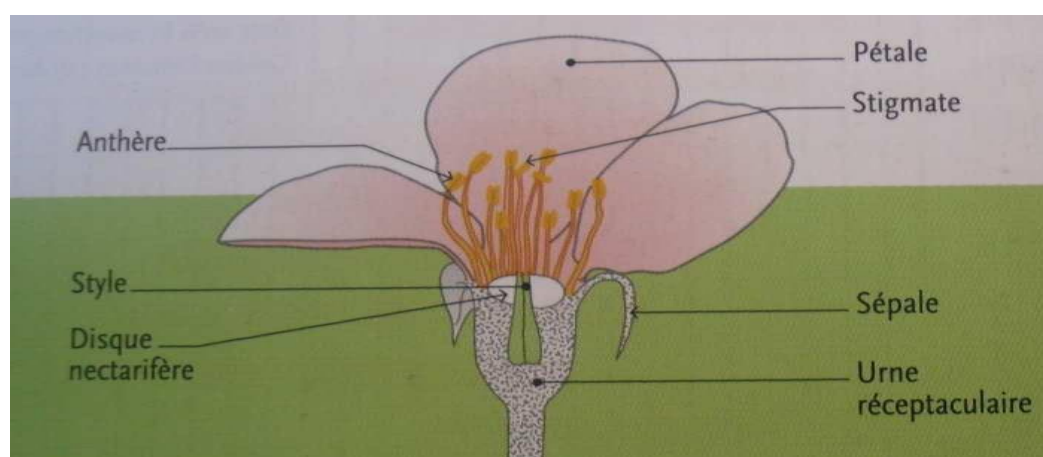


Figure 1 : Fleur du pommier coupe verticale (Trillot et al, 2002)

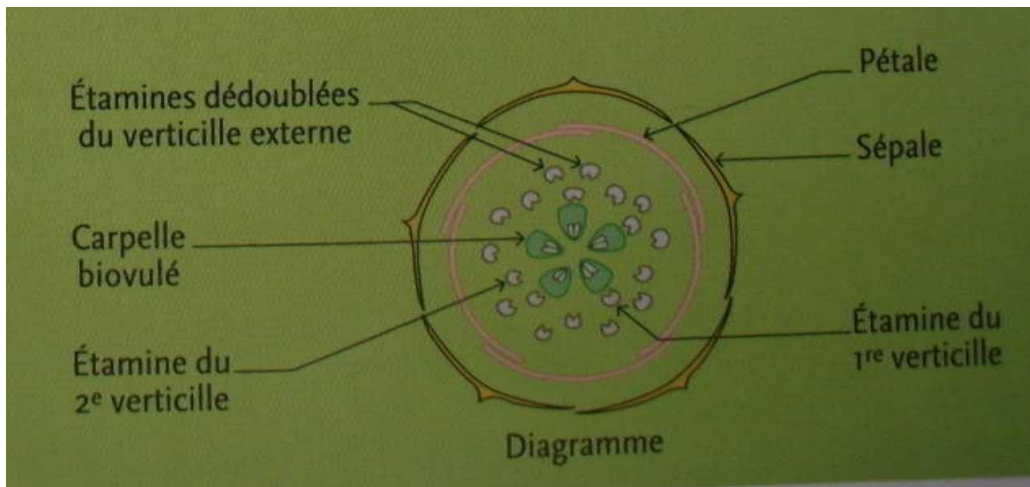


Figure 2 : Diagramme floral (Trillot et al, 2002)

➤ **Fruit :**

Le fruit est une drupe, à mésocarpe charnu entourant 5 loges cartilagineuses et a chair croquante de teinte blanchâtre, jaune ou rose, les loges contenant le pépin (**BRETAUDEAU, 1978**).

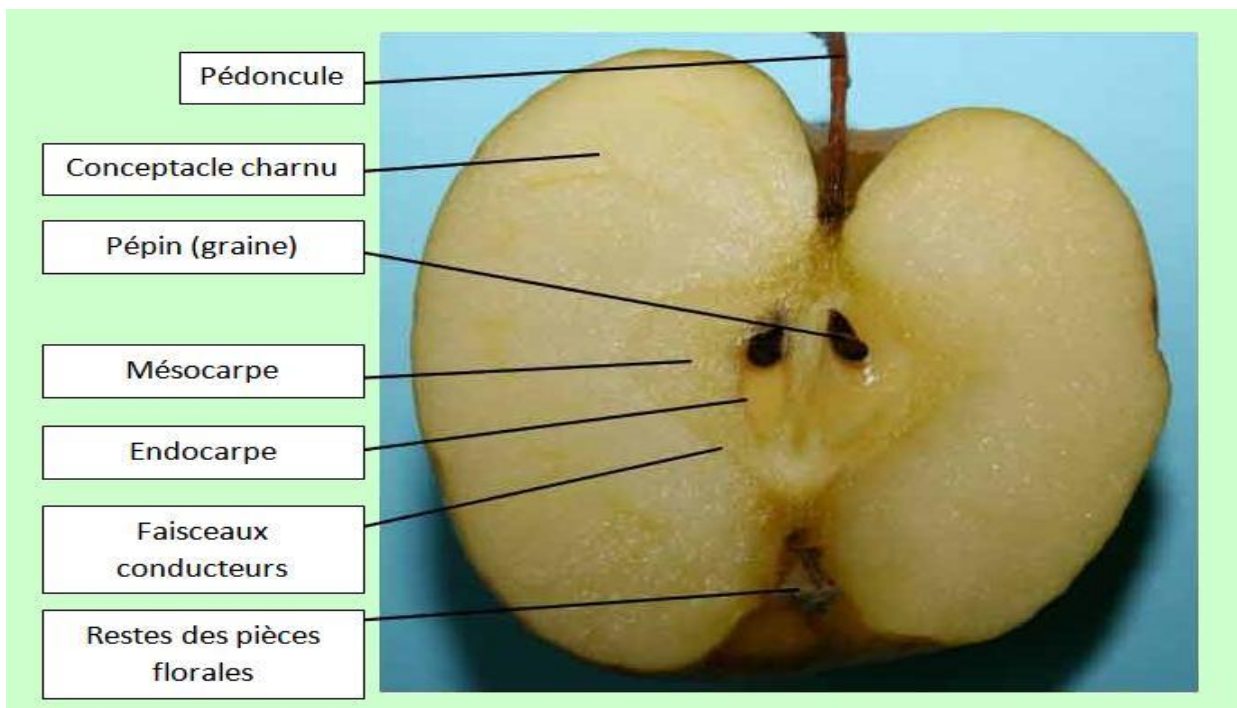


Figure 3 : Coupe longitudinale d'une pomme arrivée à maturité (les CE2-CM1 de l'école élémentaire de Damvillers, 2014)

### ➤ Graine :

Les graines ou pépins sont lisses, luisantes, leur teinte brune caractérise le fruit mûr **(S.Ziadi, 2001)**. Dans chaque graine se trouve un embryon, plante en miniature dotée de réserves qui serviront à sa germination **(T.Delahaye et al, 1997)**.

### **B. Les caractéristiques biochimiques de pomme :**

La pomme est un fruit de composition variée et équilibrée Elle est notamment particulièrement riche en fibres alimentaires (de 2 à 3 g/100g sans ou avec la peau). Cette teneur la positionne devant la banane (2,0 g/100g) et l'orange (1,8 g/100g), les deux autres fruits les plus consommés en France. Une pomme (180 g en moyenne) apporte 5 g de fibres, soit l'équivalent de 200 g de légumes frais ou 150 g de pain blanc. Cet apport est loin de celui fourni par les fruits secs (5 à 10 g/100g) ou le coing (plus de 6 g/100g) mais la forte consommation de pommes en France en font une importante source de fibres **(Aprifel, 2008)**.

Ces fibres sont notamment à l'origine des effets bénéfiques de la consommation de pomme sur le taux de cholestérol. Selon une étude récente menée au CHU d'Angers, la consommation régulière de pommes (2 à 3 par jour) peut en effet diminuer de 5 à 15 % le taux de cholestérol et améliorer le part de « bon cholestérol » (High Density Lipoprotein, HDL) par rapport au « mauvais cholestérol » (Low Density lipoprotein, LDL) (étude réalisée pendant 2 mois sur 235 personnes atteintes de cholestérolémie élevée) **(Aprifel, 2008)**.

Cette richesse en fibres s'accompagne par ailleurs d'une teneur intéressante en polyphénols : en moyenne 180 mg en équivalent acide gallique pour 100g de fruit frais. Dans l'étude de Brat et al. (2006) sur 25 fruits consommés couramment, cette teneur moyenne place la pomme en cinquième position. Cependant, l'importance de sa consommation en fait le premier fruit source de composés phénoliques, avec en moyenne 100 mg d'équivalent acide gallique fourni par jour et par personne. D'après les travaux d'Eberhardt et al. (2000) les polyphénols de la pomme sont la principale source du fort potentiel antioxydant de ce fruit. La composition variée et équilibrée de la pomme, sa richesse en fibres et en composés phénoliques et son apport pauvre en calories en font donc un modèle de fruit à valeur santé. **(C-H Muriel, 2008)**.

**Tableau03 : Composition moyenne d'une pomme (Aprifel, 2008)**

Composition moyenne pour 100g de produit frais							
Composants (g)		Minéraux (mg)		Vitamines (mg)		Apports énergétiques	
Glucides	<b>12.6</b>	Potassium	<b>145.0</b>	Vitamine C	<b>5.0</b>	Calories	<b>54.0</b>
Protides	<b>0.3</b>	Phosphore	<b>9.0</b>	Provitamine A	<b>7,0 x 10<sup>-2</sup></b>	KJoules	<b>226.0</b>
Lipides	<b>0.3</b>	Calcium	<b>4.0</b>	Vitamine B1	<b>3,0 x 10<sup>-2</sup></b>		
Acides organiques	<b>0.6</b>	Magnésium	<b>4.0</b>	<b>Vitamine B2</b>	<b>2,0 x 10<sup>-2</sup></b>		
Fibres alimentaires	<b>2.1</b>	Sodium	<b>3.0</b>	Vitamine B3	<b>0.3</b>		
Eau	<b>84.3</b>	<b>Fer</b>	<b>0.2</b>	Vitamine B5	<b>0.1</b>		
		Cuivre	<b>4,0 x 10<sup>-2</sup></b>	Vitamine B6	<b>5,0 x 10<sup>-2</sup></b>		
		Zinc	<b>9,0 x 10<sup>-2</sup></b>	Vitamine B9	<b>1,2 x 10<sup>-2</sup></b>		
		Manganèse	<b>3,0 x 10<sup>-2</sup></b>	Vitamine E	<b>0.5</b>		


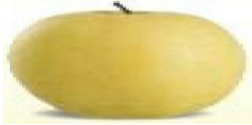

## V. Les variétés de la pomme









### A. Dans le monde :

Il existe une gamme assez large de variétés susceptibles de convenir à des plantations commerciales (**Gautier, 2001**).





Les principales variétés du pommier sont représentées dans le tableau n° :04

**Tableau 4 : Principales variétés du pommier et groupe du pommier (Gautier, 2001).**

Type	Variété	Origine	Couleur	Forme
<b>Les variétés précoces</b>	Anna	Palestine	Rouge 	Hétérogène, Allongée
	Dorset golden	Amérique Latine	Jaune 	Arrondie
	Akane	Japon	Rouge 	/
	Reine des reinettes	France ou Hollande	Bicolore	Ronde aplatie

				
	Delbarestivale	France	Bicolore 	Tronconique et régulière
<b>Les variétés de saison</b>	Elstar	Pays-Bas	Rougeorangé à rouge vif foncé 	Aplatie à demi élevée, tronconique et régulière
	Gala +	Nouvelle Zélande	Rouge orangé 	Tronconique Très régulières
	Red delicious	USA	Rouge moyen à très foncé 	Tronconique et très côtelée
	Golden D+elicious	USA	Vert à jaune doré 	Arrondie à tronconique
	Reinette blanche de Canada	France	Jaune vert 	Souvent asymétrique et aplatie
<b>Les variétés demies tardives</b>	Idared	USA	Bicolore 	Ronde
	Cox's orange Pippin	Angleterre	Bicolore rouge clair lavé ou strie	Sphérique, régulière et



				légèrement aplatie
	Braeburn	Nouvelle Zélande	Bicolore 	Elevée et irrégulière
<b>Les variétés tardives</b>	Garny Smith	Australie	Vert vif 	Arrondie et tronconique
	Fuji	Japon	Bicolore 	Arrondie à cylindrique

## B. En Algérie :

Les principales variétés de pommiers existants en Algérie se classent en trois groupes représentées dans le tableau n° :05

**Tableau 5 : Principales variétés de pommier cultivées en Algérie (Chaouia et al. 2003)**

Groupe	variété
<b>Groupe 1</b> : besoin en froid (400 à 600 heures de froid)	Liorca Anna Dorset golden
<b>Groupe 2</b> : besoin moyen en froid (600 à 800 heures de froid)	Golden Reine des reinettes
<b>Groupe 3</b> : besoin en froid élevé (>800 heures)	Star krimson

## **VI. Les exigences de culture**

### **A. Les exigences pédologiques :**

Le pommier est capable de croître et produire des fruits dans une gamme de sols aux caractéristiques physiques et chimiques très variables. Il apparaît comme une espèce particulièrement plastique vis-à-vis des conditions du milieu. Le pommier préfère tout fois les sols de limon profond, fertiles et suffisamment bien drainés. Les sols argilo limoneux et argilo-sableux lui conviennent également des lors que le drainage est suffisant. Implanté dans des zones insuffisamment drainées, il peut être sujet à des mortalités lors d'années très pluvieuses. Notons que certaine port greffe sont plus sensibles que d'autres à l'asphyxie des racines. Le pommier est assez tolérant aux pH élevé (8,8.5) et au calcaire actif, pour vu qu'il ne soit pas en situation d'asphyxie. Sous notre climat, il est sensible au manque d'eau pendant l'été.

L'irrigation est pratiquement indispensable si l'on veut obtenir des récoltes satisfaisantes en quantité et en qualité. En effet, l'enracinement faible des porte-greffes actuels ne permet pas aux arbres d'utiliser une forte réserve utile dans les sols ou' celle -ci pourrait exister (**Trillot et al, 2001**).

### **B. Les exigences climatiques :**

Le pommier est une espèce des zones tempérées, il nécessite une longue période de repos végétatif pour satisfaire ses besoins en froid qui sont de l'ordre de 800 à 1600 heures inférieures à 7,2°C. les zones les plus favorables à la culture sont celles qui présentent des hivers froids et des étés modérément chauds et relativement humides. Des températures de 21 à 26°C sont les plus favorables à l'activité des abeilles au cours de la pollinisation. Des nuits fraîches et une luminosité intense durant la maturité sont très favorables à la bonne coloration des fruits par contre, des journées brumeuses accompagnées de précipitations ou de rosées matinales déprécient la couleur des fruits (**Trillot et al, 2001**).

### **C. Les exigences hydriques :**

La quantité d'eau nécessaire au pommier pour sa croissance et sa production varie de 700 à 900 mm/an. Les besoins en eau du pommier en période de végétation (Mars à Septembre) seraient de 600 mm. Les besoins les plus forts se manifestent en Juillet-Août (**Trillot et al, 2001**).

## **VII. Les produits utilisés dans la production de pommes**

### **A. Les engrais :**

Les sols pauvres ne permettent pas l'obtention de rendements optimums sans fertilisation. Les sols fertiles produisent toujours mieux et au moindre coût. Des apports sous forme de fumier riche en nutriments, comme le fumier de volaille, nécessite un suivi de près, vu que des apports excessifs en fertilisants peuvent causer des dommages sur les racines de l'arbre, surtout après une forte pluie. De même, il est déconseillé que les racines des plants de pommier entrent en contact direct avec le fumier ou les fertilisants azotés pour éviter des brûlures sur les racines (**A. Si-Bennasseur, 2005**).



➤ **L'élément d'azote :**

Les quantités d'azote nécessaires à la construction des arbres de pommier par hectare, ainsi que les quantités d'azote indispensables pour supporter la production sont indiquées dans le tableau ci-dessous (A. Si-Bennasseur, 2005) :

**Tableau 6 : Fumure azotée d'entretien et de production d'un hectare de pommier selon les exportations de fruits (kg/ha). (A. Si-Bennasseur, 2005).**

1ère Année	2ème Année	3ème Année	4ème Année	5ème Année
20	40	60	80	80
/	/	Selon les prévisions de production +0,6 kg/tonnes de fruits		

➤ **Les éléments de phosphore et potassium :**

Les besoins d'un verger de pommier en éléments nutritifs varient selon la variété, la fertilité du sol, la vigueur, et l'âge de plantation (A. Si-Bennasseur, 2005).

**Tableau 7 : Evolution des quantités de P et K nécessaires à la construction d'un hectare de pommier (kg/ha) (A. Si-Bennasseur, 2005).**

Elément	Floraison	Débourrement	Récolte	Chute des feuilles	Total Kg/An
P2O5	30	-	-	-	30
K2O	-	60	60	-	120

Le K2O doit être apporté avant la récolte, le P2O5 avant débourrement pour servir en floraison (A. Si-Bennasseur, 2005).

➤ **L'élément de Fer (Fe) :**

Les carences en fer sont fréquentes en terrains calcaires et en sols humides et mal drainés. Elles se manifestent généralement 2 à 3 mois après le débourrement et se traduisent par une décoloration des jeunes feuilles. Le limbe devient vert pale, puis jaunâtre, et enfin blanc si la chlorose est forte. (A. Si-Bennasseur, 2005).

➤ **L'élément de Bore (B) :**

Les carences en cet élément sont fréquentes (sols calcaires) indépendamment du type de sol. La carence en bore peut mener à l'annulation des bourgeons, brunissement et dessèchement des bouquets floraux, chlorose et nécrose des jeunes feuilles, déformation et dessèchement des pousses. On peut corriger ces carences en hiver par l'application de sels boratés au sol, ou par des applications foliaires de sels boratés autour de la floraison (**A. Si-Bennasseur, 2005**).

➤ **L'élément de Zinc (Zn) :**

La carence en zinc se manifeste par des feuilles petites, étroites, pointues, avec des pétioles très courts. On observe également un raccourcissement des entre-nœuds. Les apports de fumier, des résidus végétaux, ou des applications foliaires à base de sulfate ou d'oxyde de zinc, permettent de corriger les carences en zinc. L'application des fongicides contenant du zinc peut parfois suffire à prévenir cette carence (**A. Si-Bennasseur, 2005**).

**B. Les produits phytosanitaires (les pesticides) :**

➤ **Les produits utilisés pour le traitement contre les maladies de pommier :**

**Tableau 8 : Les produits utilisés pour le traitement contre les maladies de pommier**

**(P.H. Dubuis, et al ,2018)**

Maladies	Matières actives
Tavelure et oïdium	soufre (12) captane + ISS (7), ISS (7) Anilinopyrimidine + Captane ou Dithianon (4) Krésoxym-méthyl + Captane ou Dithianon (5) Trifloxystrobine + Captane ou Dithianon (5) SDHI + Captane ou dithianon (9)
Tavelure	Cuivre (11) Dithianon (10) Dodine (10) Captane (1), Folpet (1) Anilinopyrimidine + Captane ou Dithianon (4) ISS + captane ou dithianon (7) Calcium polysulfide
Oïdium	Bupirimate (10), Cyflufenamid (10), ISS (7), SDHI (9) Soufre (12)

Moniliose	Captane ou Dithianon + ISS (7) Anilinopyrimidine + Captane ou Dithianon (4) Benzimidazoles (8), Dicarboximides (3)
Pourriture de la mouche	Anilinopyrimidine + Captane ou Dithianon (4) Benzimidazoles (8)
Tavelure tardive, maladies de conservation	Captane, Folpet (1), SDHI (9) + Captane Trifloxystrobine + Captane ou Folpet (5)
Feu bactérien	Argile sulfurée, Bacillus subtilis (13) Aureobasidium pullulans (13) Prohexadione calcium Acibenzolan - S – méthyle

➤ **Les produits utilisés pour le traitement contre les ravageurs de pommier :**

**Tableau 9 : Les produits utilisés pour le traitement contre les ravageurs de pommier**

**(Ch. Linder, et al ,2018)**

Ravageurs	Matières actives
Carpocapse	confusion (31) virus de la granulose (34) RCI (37), émamectine benzoate (33), Indoxacarbe (38), Spinosad (33), Spinétorame (33) Thiaclopride (41), Esters phosphoriques (42)
Petite tordeuse des fruits ou Carpocapse et petite tordeuse	confusion (31) émamectine benzoate (33), Indoxacarbe (38), Spinosad (33) Chlorpyrifos-méthyl (42)
Capua	Virus de la granulose (34) Méthoxyfénozide, Tébufénozide (37), émamectine benzoate (33), Indoxacarbe (38), Spinosad (33), Spinétorame (33) Chlorpyrifos-méthyl (42)
Carpocapse et Capua	Confusion (31) Méthoxyfénozide, tébufénozide (37) Indoxacarbe (38), Spinosad (33), Spinétorame (33)

	Chlorpyrifos-méthyl (42)
Cheimatobies	Bacillus thuringiensis (23) émamectine benzoate (33), Spinosad (33), Spinétorame (33)
Cheimatobies, Noctuelles	RCI (37), indoxacarbe (38), spinétorame (33)
Vers des jeunes fruits	Chlorpyrifos-méthyl (42)
Anthonome	Spinosad (33) Thiaclopride, Acétamipride (41) Chlorpyrifos-méthyl (42)
Hoplocampe	Quassia (35) Néonicotinoïdes (41) chlorpyrifos-méthyl (42)
Pucerons divers	Pirimicarbe (40), Néonicotinoïdes (41) Spirotéramate (43)
Pucerons divers sans puceron vert migrant	Azadirachtine (35)
Puceron lanigère	Spirotéramate (43) Pirimicarbe (40)
Cochenilles diaspines, pou de San José	huile de paraffine (50) Spirotéramate (43)
Pou de San José	Chlorpyrifos-méthyl (42)
Cochenille virgule	Spirotéramate (43)
Cochenilles lécanines	Huiles diverses (50)
Bostryche	piégeage intensif (30)
Acariens	Typhlodromes
Acarien rouge	Huile de paraffine (50) Clofentézine (55) Héxythiazox (55)

Acarien jaune	Clofentézine, Héxythiazox (55) étoazole, Spirodiclofène (55) Acéquinocyl, METI (55)
Eriophyides	soufre (56) Spirodiclofène (37) Fenpyroximate (37)

## VIII. Les techniques de conservation de pomme

### A. La technique de conservation en atmosphère contrôlée :

Le procédé consiste à envelopper les denrées alimentaires avec un mélange gazeux présentant certaines propriétés protectrices et réactives susceptible de modifier son métabolisme, et à maintenir ce mélange gazeux grâce à un emballage de type film, plus ou moins perméable (CRCI., 2003) :

- Film étirables en PVC, films PE basse densité, films PP orienté ou complexes de type PS/EVOH/PS ou PS/EVOH/PE
- Films micro-perforés (par aiguilles froides ou chaudes, laser, décharges électrostatiques,...), films sélectifs, ou films hydrophiles (bio-films, films polymères)
- La base de l'emballage est constituée d'une barquette (thermoformable ou préformée) sauf dans le cas des sachets souples, dits flow pack.

L'atmosphère modifiée repose donc sur un équilibre subtil entre :

- L'intensité respiratoire et la quantité conditionnée produit frais
- La perméabilité et la surface d'échange du film
- La température ambiante

En conséquence l'allongement de la durée de vie d'un végétal par cette technique n'est possible que par une bonne adéquation produit-film pour une température donnée :

- Des concentrations trop fortes en CO<sub>2</sub>, ou trop faibles en oxygène, peuvent entraîner une respiration de type fermentaire (métabolisme anaérobie), susceptible d'altérer le goût du produit
- Un film insuffisamment perméable, ou une température non adaptée peuvent bloquer de manière irréversible le processus de maturation (CRCI., 2003).

### B. La technique de l'enrobage :

Deux grandes catégories d'enrobages (CRCI., 2003) :

## 1-Les cires traditionnelles :

Qui donnent un brillant au fruit, voire une couleur, mais n'ont pas d'effet physiologique important, et sont actuellement en perte de vitesse :

- De sources végétales avec les cires de carnauba, de candelilla, de son de riz, ou les huiles végétales.
- De sources animales avec les laques en écailles ou la cire d'abeilles.
- Enfin dérivées du pétrole avec la paraffine.

Couramment utilisés sur les pommes, ces produits ont soit un effet lustrant, soit un effet cirant (brillance plus durable que l'effet lustrant) (CRCL, 2003).

## 2-Des compositions actives :

Plus sophistiquées, qui vont permettre une perméabilité contrôlée, et donc de ralentir les métabolismes du produit : métabolisme respiratoire, et les différentes réactions biochimiques qui interviennent au cours du processus de mûrissement (CRCL, 2003).

- On va donc pouvoir retarder le mûrissement des fruits climactériques, ainsi que le changement de couleur et de pourrissement fruits et légumes non climactériques, réduire les pertes en eau – donc la perte en poids ! - des fruits ou légumes enrobés, ou bien encore atténuer les blessures dues au froid ou aux manipulations.
- Enfin il devient possible d'ajouter aux enrobages des produits antimicrobiens, des additifs de couleur ou d'arôme, des antioxydants, ou des produits spécifiques contre le mûrissement.

### ➤ Compositions :

Les enrobages alimentaires deviennent donc des produits composites, formant un film, auquel on rajoute des molécules ou des compléments alimentaires (E 432, E436...) qui servent de plastifiants conférant ainsi une grande souplesse au produit et lui évitant de craqueler (CRCL, 2003).

A la base on trouvera généralement des mélanges de différents éléments tels que des lipides (cires décrites plus haut), des résines, des polysaccharides ou des protéines.

**- Les lipides** : constituent d'excellentes barrières à l'eau, mais sont relativement perméables au gaz, donc peu utiles pour lutter contre le mûrissement.

**-Les résines** : forment de bonnes barrières contre la vapeur d'eau et donnent un aspect brillant, mais elles sont également peu perméables au gaz, et on les utilise seulement dans les produits pharmaceutiques.

**-Les protéines** : utilisées proviennent du soja, du maïs, de la caséine du petit lait, du gluten de blé ou de l'arachide. Les protéines ont la même perméabilité à l'eau et aux gaz que les polysaccharides.

## Technique d'application :

Les enrobages sont en général appliqués par trempage, enduction à l'aide de brosses, et surtout aujourd'hui de plus en plus par vaporisation (CRCI, 2003).

- XEDA Int, fait ici la promotion d'une technique particulière, la thermo nébulisation :

- à partir d'un produit aérosol, une température élevée permet de créer un brouillard très fin, pulvérisé sous l'effet d'un flux d'air à plus ou moins grande vitesse.

## IX. L'importance économique de la pomme

### A. Dans le monde :

Le pommier est une espèce fruitière cultivée dans le Monde entier. Elle est l'une des quatre plus grandes cultures fruitières avec la banane, le raisin et les agrumes (FAO, 2008).

Selon les estimations de la F.A.O (2013), la production mondiale de la pomme est en accroissement (Tableau10).

La Chine est devenue le premier producteur de pommes avec environ 37 millions de tonnes exportées (F.A.O, 2013).

**Tableau 10 : Importance de la culture de pommier par zone de production (F.A.O, 2013)**

Zone de production		Superficie (ha)	Production (T)	Rendement (T/ha)
Afrique	Algérie	40,858.00	397,529.00	97,295.27
	Maroc	31,651.00	485,642.00	153,436.54
	Egypte	21,145.00	541,239.00	255,965.48
Asie	Chine	2,060.000	37,000.000	179,611.65
	Japon	37,400.00	793,800.00	212,245.99
	Inde	321,900.00	2,203.400	68,449.83
Europe	Pologne	194,680.00	2,877.336	147,798.23
	France	41,051.00	1,382.901	336,873.89
	Italie	54,684.00	1,991.312	364,148.93
Amérique	Canada	15,489.00	269,837.00	174,212.02
	Chili	3,500.00	1,625.000	445,265.26

## B. En Algérie :

L'Algérie c'est le troisième producteur de pommier en Afrique après l'Egypte et le Maroc avec un rendement de 97,295.27 T /ha, selon le tableau n° : 01. Si la culture de la pomme et de la poire, sont prédominantes dans les pays à climat tempéré, l'Algérie et depuis l'indépendance déploie de grands efforts pour mettre fin à l'importation de ces deux fruits par la bonne conduite du verger, l'amélioration de la production et l'élévation des rendements (SOLTANI, 1998).

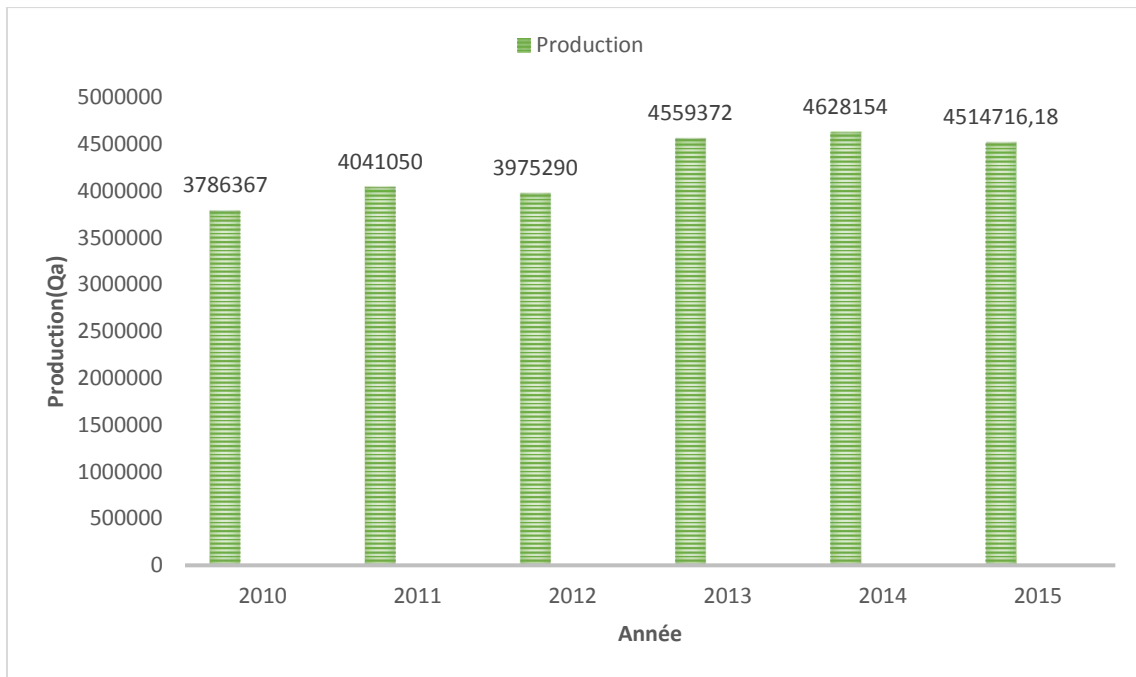
En 2007, les vergers de pommier couvraient 21 200 ha (F.A.O, 2009), ces vergers sont essentiellement localisés à Médéa, Ain Defla, Batna, Tiaret, Blida et Khenchela.

**Tableau 11 : La culture de pommier en Algérie (2010-2015) (D.S.A, 2017)**

Année	Superficie (ha)		Production	Rdt
	Complantée	En rapport	(Qx)	Qx/Ha
2010	52419	39852	3786367	95.010715
2011	51080	40978	4041050	98.615111
2012	48828	40858	3975290	97.295267
2013	48064	41030	4559372	111.12289
2014	46830	40418	4628154	114.50725
2015	47360.03	41011.46	4514716.18	110.08427

La figure ci – dessous illustre l'évolution de la production de pomme enregistrée au niveau de l'Algérie au cours de la période allant de 2010 à 2015.





**Figure 4 : Evolution de la production de pomme en Algérie (2010/2015) (D.S.A, 2017)**

**Chapitre 02 :**  
**Etude des caractéristiques physico-  
chimiques de pomme locale**

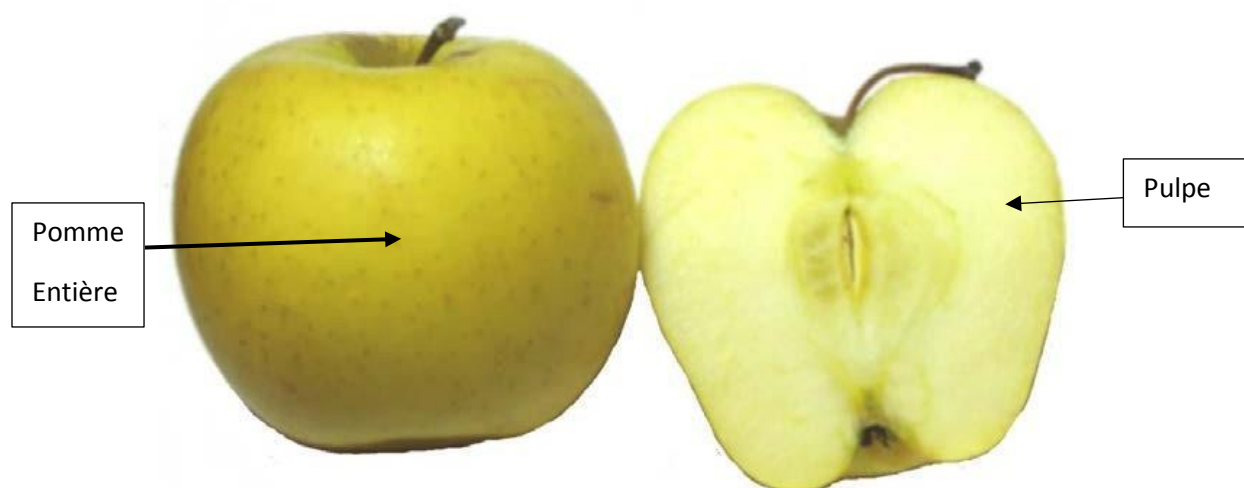
## I. Matériels et méthodes :

### 1) Matériel végétale :

La méthode d'échantillonnage suivie est celle préconisée par : **Tama et Acourene (1997)**. Nous avons subdivisé le verger en différentes parcelles. Dans chaque parcelle, la récolte est réalisée sur quatre à cinq arbres homogènes. Les fruits sont prélevés au hasard sur plusieurs régimes ou rameaux, à diverses hauteurs et orientations. Ils sont récoltés à pleine maturité et conservés à 4 °C.

#### • La pomme :

La variété de pomme utilisée est très répandue dans le monde, il s'agit de la variété Golden-Delicious, elle est de forme sphérique et d'une couleur verte-jaune (figure 5). Cette variété provient de la région d'Arris, Batna (date de récolte : Octobre 2012).



**Figure 5 : La pomme Golden Delicious entière et en coupe (Y.Noui ,2012)**

### 2) Méthodes d'analyse :

Pour réaliser cette partie, nous avons utilisé le matériel suivant :

- Appareil kjeldahl, type Gerhardt.
- Balance analytique, type OHAUS, modèle Adventurer Pro AV 264.
- Chromamètre, type CR 10.
- Étuve, type memmert.
- pH mètre, type HANNA HI 2210.

- Réfractomètre digital, type Reichert AR 200.
- Évaporateur rotatif, type Heidolph.
- Spectrophotomètre UV, type Shimadzu 102-01.
- Spectrophotomètre d'absorption atomique type Perkin Elmer A Analyst 100.
- Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif), type iCAP Q thermo scientific.

### **A. Caractérisation morphologique :**

Les caractéristiques morphologiques des fruits (pomme) sont réalisées sur 20 fruits prélevés au hasard, sur lesquels sont déterminés :

- Les dimensions du fruit entier et de son noyau (longueur et largeur) au moyen d'un pied à coulisse digital.
- Le poids du fruit entier, de la pulpe, ainsi que le noyau au moyen d'une balance analytique à la précision de  $\pm 0,0001$  g.

### **B. Les caractéristiques chimiques des pommes :**

#### **a) L'eau :**

##### **▪ Principe :**

La dessiccation du produit est obtenue à la température de  $70 \pm 2^\circ\text{C}$  dans une étuve ventilée, à la pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'une masse d'échantillon constante. La teneur en eau est égale à la perte de masse subie dans les conditions de la mesure (**Reynes et al, 1994**).

##### **▪ Mode opératoire :**

- Sécher une capsule vide dans l'étuve durant 15 min à  $100 \pm 2^\circ\text{C}$ .
- Tarer la capsule après refroidissement dans un dessiccateur.
- Peser 5 à 10 g de l'échantillon dans la même capsule et porter à l'étuve, réglée à  $70 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 22 heures.
- Retirer la capsule de l'étuve et la placer dans le dessiccateur, après refroidissement, elle est pesée et remise à l'étuve pendant 1 heure.
- L'opération est répétée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit nulle.

##### **▪ Expression des résultats :**

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100 \dots \dots (1)$$

Soit :

H% : teneur en eau ou l'humidité.

M1 : masse initiale « capsule + matière fraîche », en g.

M2 : masse finale « capsule + matière sèche », en g.

P : masse de la prise d'essai en g.

La teneur en matière sèche est calculée par la formule suivante :

$$\text{Matière sèche} = 100 - \text{Humidité}(\%) \dots \dots \dots (2)$$

### **b) Le pH (AFNOR NF V 50-108) :**

#### **▪ Principe :**

Détermination en unité de pH de la différence de potentiel existant entre deux électrodes en verre prolongées dans une solution aqueuse de l'échantillon.

#### **▪ Mode opératoire :**

#### **Cas des produits épais et liquides :**

-Broyer, si nécessaire, une partie de l'échantillon dans un homogénéisateur ou un mortier, mélanger et procéder à la détermination.

#### **Cas des produits secs :**

- Eliminer les noyaux et les loges carpellaires de l'échantillon.
- Couper l'échantillon en petit morceaux.
- Placer le produit dans un bécher et y ajouter au moins deux ou trois fois son volume d'eau distillée.
- Chauffer au bain-marie pendant 30 min en remuant de temps en temps avec une baguette de verre.
- Broyer ensuite le mélange obtenu dans un homogénéisateur.
- Introduire ensuite l'électrode du pH mètre dans un volume suffisant de l'échantillon à analyser.
- Dès que le pH mètre se stabilise, lire la valeur du pH.

### **c) Le résidu sec soluble (AFNOR NF V 05-109) :**

#### **▪ Principe :**

Nous mesurons à la température de 20 °C, de l'indice de réfraction de l'échantillon préparé et conversion de cet indice en résidu sec soluble (AFNOR, 1982).

▪ **Mode opératoire :**

**Cas des produits secs ou produits contenant des fruits entiers ou en morceaux :**

- Couper en petits morceaux une partie de l'échantillon pour laboratoire, éliminer les noyaux et les loges carpellaires, mélangé soigneusement.

- Peser, à 0,01g près, 10 à 20 g du produit dans un bécher de 250 ml, préalablement taré.

Ajouter une quantité d'eau distillée égale ou supérieure à cinq fois la masse de produit. Chauffer au bain marie pendant 30 minutes en remuant de temps en temps avec une baguette de verre.

- Après refroidissement, ajouter de l'eau distillée jusqu'à ce que la totalité du contenu du bécher soit approximativement de 250 ml (selon l'importance de la prise d'essai), et peser à 0,01g près.

- Mélanger avec soin. Après une attente de 20 minutes, passer une partie de l'échantillon au travers d'un gaz sec plié en quatre et, après avoir écarté les premières gouttes du filtrat, faire la détermination sur le produit passé.

▪ **Expression des résultats :**

La teneur en résidu sec soluble, exprimé conventionnellement en grammes de résidu sec pour cent grammes de produit. Dans notre cas, la mesure est faite sur une solution diluée, lire sur le tableau 1 (annexe 2), la masse équivalente de saccharose en grammes pour 100 g de produit correspondant à l'indice de réfraction obtenu.

Nous utilisons la formule suivante pour le calcul du degré brix :

$$\text{Teneur en résidu sec soluble (\%)} = M \times M1/E \dots \dots (3)$$

Où :

M : masse en grammes, de résidu sec soluble pour 100 g de produit, lue sur le tableau 1 (voir annexe 2).

M1 : masse totale en grammes, de la solution pesée.

E : masse en grammes, de produit utilisé pour la détermination.

**Cas des produits mi- épais :**

- Broyer et mélanger l'échantillon avec soin

- Passer une partie de l'échantillon au travers d'une gaze sèche pliée en quatre et, après avoir écarté les premières gouttes du filtrat, faire la détermination sur le produit passé.

#### **d) Les sucres totaux (Méthode de phénol : Dubois) :**

##### **▪ Principe :**

La méthode de phénol permet de doser les oses en utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré. En présence de ces deux réactifs, les oses donnent une couleur jaune orangé, dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des sucres totaux. La densité optique est déterminée à 490 nm (**Linden, 1984**).

##### **▪ Mode opératoire :**

La gamme étalon est préparée à partir d'une solution de glucose à 0,1 % et les données sont résumées en annexe 1 (tableau 1 et figure 1).

Pour doser les sucres totaux :

- Introduire dans des tubes à essai 0,5 ml d'échantillon à doser.
- Ajouter successivement 0,5ml d'une solution de phénol à 5 % et 3 ml d'acide sulfurique concentré.
- Mélanger légèrement le contenu des tubes.
- Placer la série des tubes dans un bain marie à 100 °C pendant 15 min (la réaction donne une couleur jaune orangé), ensuite refroidir les tubes pour stopper la réaction.
- La lecture se fait dans un spectrophotomètre à une longueur d'onde égale à 490 nm.

#### **e) Les sucres réducteurs (Miller, 1959) :**

##### **▪ Principe :**

Les sucres réducteurs sont déterminés par colorimétrie selon la méthode de **Miller (1956)**, en utilisant le réactif DNS, qui donne une coloration orangée en présence des sucres réducteurs. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration des sucres.

##### **▪ Mode opératoire :**

- Pour réaliser le dosage, mettre dans un tube à essai ; 1 ml de réactif de DNS et 1 ml d'échantillon à analyser.
- Après homogénéisation, porter le mélange à 100 °C pendant 10 minutes.
- A la sortie du bain-marie, refroidir immédiatement les tubes à essais dans un bain de glace pour arrêter la réaction.
- Ajouter 10 ml d'eau distillée pour chaque tube et homogénéiser le contenu des tubes.
- La lecture de l'absorbance se fait à 540 nm.

La teneur en sucres réducteurs est déduite en se référant à la gamme d'étalonnage mentionnée en annexe 1 (figure 2).

### f) Le saccharose :

La teneur en saccharose est obtenue par la différence entre la teneur en sucres totaux et les sucres réducteurs présents dans l'échantillon (**Besbes et al. 2009**).

$$\text{Saccharose \%} = \text{Sucres totaux \%} - \text{Sucres réducteurs \%} \dots \dots \dots (4)$$

### g) Les protéines (AOAC 1995, No. 920.152) :

La teneur en protéines est déterminée par la méthode de Kjeldahl en utilisant un facteur de conversion de 6,25. Les protéines sont déterminées comme suit :

- Peser 5 g d'échantillon avec précision ( $\pm 0,001$ g) sur papier filtre Whatman no 41 (papier filtre exempt d'azote).
- Le papier filtre est plié et transféré dans un matras de digestion, avec deux pincées de Catalyseur (contenant chacun 3,5 g de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et 0,175 g de HgO).
- Ajouter 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré au moyen d'un distributeur automatique. Utiliser d'abord un chauffage progressif (attaque à froid pendant 15 min) puis le chauffage est rendu plus énergique, jusqu'à ce que le mélange soit limpide.
- Laisser refroidir, ajouter 200 mL d'eau distillée au matras, les matras sont ensuite transférés à une unité de distillation type Gerhardt.
- Un volume de 75 mL de NaOH concentré (45 %) est ajouté dans les matras.
- La distillation se fait dans un distillateur automatique, le dégagement d'ammoniac est récupéré dans une solution d'acide borique (50 mL) contenant l'indicateur coloré (mélange de bleu de méthylène et rouge de méthyl).
- L'excès d'ammoniac est alors dosé par l'acide chlorhydrique (0,1N).

**NB** : Un témoin est réalisé dans les mêmes conditions sans échantillon.

La formule suivante est utilisée pour le calcul de la teneur en protéines (azote total) :

$$N\% = \frac{1,4007 \times (V_1 - V_2) \times N}{p} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

N : normalité de l'acide sulfurique.

V<sub>1</sub> : volume de l'acide chlorhydrique en mL, versé au cours du dosage de l'échantillon.

V<sub>2</sub> : volume de l'acide chlorhydrique en mL, versé au cours du dosage de l'essai à blanc.

P : poids de la prise d'essai, en grammes.



### **h) Les cendres (AFNOR NF V 05-113) :**

#### **▪ Principe :**

L'échantillon à analyser est calcinée à 550 °C dans un four à moufle jusqu'à obtention d'une cendre blanchâtre.

#### **▪ Mode opératoire :**

- Dans des capsules en porcelaine, peser 2 g de l'échantillon ;
- Placer les capsules dans un four à moufle réglé à  $550 \pm 15$  °C pendant 5 heures jusqu'à obtention d'une cendre blanchâtre.
- Retirer les capsules du four et les mettre à refroidir dans le dessiccateur, puis les peser

#### **▪ Expression des résultats :**

$$Mo\% = \frac{M1-M2}{P} \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

Soit :

MO % : matière organique.

M1 : masse des capsules + prise d'essai

M2 : masse des capsules + cendres.

P : masse de la prise d'essai.

La teneur en cendres est calculée comme suit :

$$\text{Cendre\%} = 100 - Mo\% \dots \dots \dots (7)$$

### **i) Les éléments minéraux (AOAC, 1995 : No. 985.35) :**

Après digestion acide des cendres par l'acide nitrique (HNO<sub>3</sub> : 1M) et dilution appropriée, les éléments minéraux suivants : le potassium, le calcium, le magnésium, le sodium et le cuivre sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique.

### **j) Les polyphénols totaux :**

L'extraction des substances phénoliques est réalisée sur 1 g d'échantillon broyé et macéré dans 40 mL de méthanol sous agitation continue pendant 24 heures. Le mélange est filtré à travers un papier filtre standard, ensuite le filtrat est évaporé pour éliminer le méthanol au moyen d'un évaporateur, type : Heidolph.

Les polyphénols totaux sont déterminés selon la méthode décrite par **Juntachote et al. (2007)** : 500 µl de l'extrait végétal est additionné à 5 mL d'eau distillée et 0,5 mL du réactif Folin-Ciocalteu. Le mélange est agité pendant 3 à 5 min, puis neutralisé avec 0,5 mL de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (7,5 %). La lecture des absorbances est effectuée à 760 nm après incubation pendant 1 heure à température ambiante et à l'abri de la lumière. La teneur en composés phénoliques

est exprimée en mg d'équivalent d'acide gallique (EAG) par 100g de poids frais pour l'ensemble des échantillons analysés.

La teneur en polyphénols totaux est calculée en se référant à la gamme étalon signalée en annexe 1 (figure 3).

### **k) Les flavonoïdes :**

#### **▪ Principe :**

L'estimation de la teneur en flavonoïdes totaux contenus dans les extraits végétaux est réalisée par la méthode décrite par **Gursoy et al. (2009)**.

Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

#### **▪ Mode opératoire :**

- Mètre 1 mL d'extrait végétal dans un tube à essai.
- Ajouter 1 mL de chlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>), à 2 %.
- Après 10 minutes d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est lue à 415 nm.
- Le témoin est préparé par le mélange de 1 mL de chlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>) et 1 mL de méthanol, sans extrait végétal. La concentration des flavonoïdes est calculée en se référant à la courbe d'étalonnage mentionnée en annexe 1 (figure 4), obtenue en utilisant la quercitrine comme standard.

## **II. Résultats et discussion :**

### **1) Les caractéristiques morphologiques des pommes :**

Les caractéristiques morphologiques de la variété de pomme Golden Delicious sont signalées dans le tableau 12 (**Y.Noui ,2012**) :

**Tableau 12 : Caractéristiques morphologiques de la pomme Golden Delicious (Y.Noui ,2012)**

Paramètres	Valeur moyenne
Poids entier (g)	203,49 ± 19,90
Longueur du fruit (mm)	73,49 ± 3,16
Largeur du fruit (mm)	76.45 ± 2,62

Les résultats obtenus montrent que le poids moyen de la pomme entière est de 203,49 g, il est supérieur à celui donné dans la littérature. Pour la même variété (**Jackson ,2003**) donne

une valeur de 145g (**Iacopini et al, 2010**) signalent un poids de 116,60 g. Cette différence s'explique par les conditions agroclimatiques et édaphiques.

## 2) Les caractéristiques chimiques des pommes :

La composition biochimique de la pomme est rapportée dans le tableau 13

La composition biochimique de la pomme est rapportée dans le tableau 37.

L'eau est le composant majeur de la pomme, elle en contient avec une teneur de 83,76 %.

Cette valeur concorde avec celle citée par **Chassagne-Berces et al, (2013)** qui est de 84,90 %. Le brix de la pomme est de 13,70 %, il est comparable à celui indiqué par **Wu et al. (2007)** ; **Iacopini et al. (2010)**, qui donnent respectivement des valeurs de 13,4 et 13,60 % pour la même variété.

Le pH est de 3,62, cette valeur est en accord avec celle citée par **Iacopini et al, (2010)** qui est de 3,60 pour la même variété. Le taux des sucres totaux est de 12,16 % de poids frais, dont 4,41 % de sucres réducteurs.

Les teneurs en sucres sont similaires à celles trouvées par **Vieira et al, (2009)** qui sont de 11,54-14,78 % (MF), pour les 6 variétés brésiliennes étudiées. Concernant les sucres réducteurs, nos résultats sont comparables à ceux cités par **Kalkisim et al, (2015)** qui sont de 4,20 et 4,64 % (MF) respectivement pour les deux variétés Brid Apple et Mahsusa, cultivés en Turquie.

**Tableau 13 : Caractéristiques chimiques de la pomme Golden Delicious  
(Y.Noui ,2016)**

Paramètres	Valeur moyenne
Eau (%) 1	83,76 ± 0,73
Matière sèche (%) 1	16,24 ± 0,73
pH	3,62 ± 0,02
Brix(%) 1	13,70 ± 0,10
Sucres totaux (%) 1	12,16 ± 1,41
Sucres réducteurs (%) 1	4,41 ± 0,56
Saccharose (%) 1	7,75 ± 1,04
Protéines (%) 2	0,23 ± 0,09

Cendres(%) 2	01,31 ± 0,03
K (mg/100g) 2	412,31 ± 0,02
Ca (mg/100g) 2	27,32 ± 0,02
Mg (mg/100g) 2	20,28 ± 0,03
Na (mg/100g) 2	19,88 ± 0,03
Cu (mg/100g) 2	0,23 ± 0,02
Polyphénols totaux (mg EAG/100g) 1	41,03 ± 1,82
Flavonoïdes (mg EQ/100g) 1	13,40 ± 0,00

1 : poids frais.

2 : poids sec

La pomme renferme une teneur en protéines de 0,23g/100g de poids sec, correspondant à un taux de 0,19 % (MF). Cette valeur est inférieure à celle signalée par **CIQUAL, (2008)** qui est de 0,26 à 0,30 % (MF) pour les pommes fraîches.

Le taux des cendres est de 1,31 %, cette valeur se situe dans l'intervalle donné par **Kalkisim et al, (2015)** qui est de 0,60 à 1,53 % du poids sec pour les seize variétés de pomme étudiées et cultivées en Turquie. Pour les teneurs en éléments minéraux, la teneur en potassium est de 412,31 mg/100g (MS), elle est inférieure à celle obtenue par **Manzoor et al, (2012)** qui est de 790,1 mg/100g (MS) pour la même variété, toutefois elle est comparable aux valeurs obtenues pour les deux autres variétés étudiées Sky Spur et Kashmir Amri, cultivées au Pakistan et qui renferment respectivement des teneurs de 443,6 et 490,1 mg/100g de poids sec. Le résultat trouvé pour le sodium est similaire à celui cité par **Boudabous et al, (2013)** qui donne une valeur de 18,46 mg/100g (MS) pour la variété tunisienne Douce de Djerba. Les teneurs obtenus pour le reste des minéraux rejoignent celles mentionnées par **Kalkisim et al, (2015)**, qui donnent des limites en mg/100g de poids sec pour les éléments suivants : Mg (14,1-61,00), Ca (13,50-70) et Cu (0,13-1,94).

La teneur en polyphénols totaux de la pomme est de 41,03 mg EAG/100g de poids frais. Cette valeur est presque identique à celles trouvées par **Tsao et al, (2003)** et Colin-Henrion (2008) qui signalent respectivement des valeurs de 37,03 et 40,61 mg EAG/100g (MF). Cependant, ce résultat se situe dans l'intervalle des teneurs trouvées par **Jakobek et al (2016)** qui sont rangées entre 18,18 et 137,57 mg EAG/100g (MF) pour l'ensemble des variétés de pommes analysées.

**Chapitre 03 :**  
**Recherche des résidus des pesticides**  
**dans la pomme**

## **I. Synthèse de la littérature sur les procédures analytiques appliquées à la détermination des molécules de l'étude**

### **A. Préparation de l'échantillon :**

L'analyse des résidus de pesticides dans le domaine alimentaire consiste en une préparation d'échantillon et une détermination instrumentale. Malgré que les instruments analytiques aient été développés depuis longtemps, les bruits de fonds des détecteurs, les limites de détections et la quantification finale sont souvent influencés par les interférences de la matrice (**Hajslova et Zrostlíkova., 2003 ; Zollner et al ., 2003**). Ainsi la préparation de l'échantillon est l'étape critique pour une analyse efficace et précise des traces de résidus de pesticides (**Ferrer et al ., 2005**). Le but de la préparation de l'échantillon est d'isoler des quantités infimes de l'analyte à partir d'une large quantité de matrices complexes et d'éliminer les interférences de la matrice alimentaire dans la mesure du possible.

Le processus de la préparation de l'échantillon inclut typiquement l'échantillonnage/homogénéisation, l'extraction, la purification. Les méthodes d'extraction traditionnelles, spécialement l'extraction liquide a été largement utilisée dans l'analyse des résidus de pesticides ; toutefois, ces méthodes sont laborieuses, et consomment beaucoup de temps, de solvants et sont sujettes à des pertes d'analytes. Ainsi de nouvelles méthodes d'extraction et de purification sont introduites dans le domaine d'analyses des résidus de pesticides dans les aliments (**Zhang et al ., 2012**). Il s'agit de l'extraction par les fluides supercritiques (SFE), l'extraction en solvant chaud pressurisé(PLE), l'extraction assistée par micro-onde (MAE), l'extraction assistée par ultrason (UAE), l'extraction en phase solide (SPE), la microextraction en phase solide (SPME), la microextraction en phase liquide (LPME) et la QuEChERS,....etc.

Pour la préparation et l'extraction des échantillons de fruits, nous avons opté pour la méthode QuEChERS qui offre plusieurs avantages tels que l'efficacité, la fiabilité, la facilité, la simplicité, sans oublié son avantage économique.

La méthode QuEChERS (acronyme : Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) est devenue la technique la plus utilisée dans le domaine de l'extraction des résidus de pesticide dans les fruits. Cette méthode a été développée en 2003 par Anastassiades et al, et sa mise en œuvre simple se fait en deux courtes étapes d'extraction et de purification. Elle a comme principaux avantages de simplifier sensiblement le travail de préparation des échantillons au laboratoire et de diminuer l'utilisation de solvants et de verrerie. Son coût est faible et elle génère de faibles quantités de déchets contrairement aux autres techniques classiques. De plus, elle se prête au dosage multi-résidus. Toutes ces considérations ont été à la base du choix de la méthode QuEChERS pour l'extraction des pesticides au cours de ce travail. Cette méthode comporte quelques étapes :

- Une extraction solide/liquide par l'utilisation d'acétonitrile (ACN) et une agitation manuelle durant 1 minute. L'acétonitrile permet d'extraire une large gamme de pesticides et il est miscible avec l'eau (La teneur en eau de la plupart des fruits est dans la plage de 80 à 95%) ce

qui donne une bonne pénétration dans la fraction aqueuse d'échantillons, permettant également une séparation relativement facile dans les étapes ultérieures.

- Un ajout de sels pour favoriser la séparation des phases et le transfert des pesticides vers la phase organique, les sels utilisés dans la version originale de la méthode QuEChERS sont le NaCl et MgSO<sub>4</sub> anhydre. D'autres sels sont utilisés dans les versions modifiées il s'agit principalement de citrate di sodique et tri sodique dans la version citrate tamponnée (méthode standardisée CENEN 15662, développée par **Anastassiades et al, CEN., 2008**) et acétate de sodium dans la version acétate tamponnée (Méthode 2007.01 développée par **Lehotay en 2007**).

- Une purification sur phase solide dispersée. Dans le cas des pesticides dans les végétaux, elle est composée d'un mélange de plusieurs phases : support silice greffée d'octadécyl (C18) et d'un mélange d'amines primaires et secondaires (PSA).

Il faut signaler que la méthode QuEChERS a été développée la première fois pour la recherche des résidus de pesticides dans les fruits et légumes (**Anastassiades et al ., 2003**).

## **B. Détermination des pesticides :**

Une fois le processus d'extraction terminé, l'étape suivante est celle de l'analyse consistant à séparer, à identifier et à doser les substances isolées. Selon la nature des pesticides étudiés, deux techniques analytiques de séparation sont généralement employées pour leur identification et leur quantification : la chromatographie en phase gazeuse (GC) et la chromatographie en phase liquide. Ces techniques peuvent être couplées à des détecteurs spécifiques ou universels.

La spectrométrie de masse (MS) a été couplée à la GC dans les instruments commerciaux au cours des années 1980, et ils ont été initialement utilisés pour des fins de confirmation qualitative dans les analyses de pesticides. Dans les années 1990, les caractéristiques de performance des instruments se sont améliorées au point que les limites de détection étaient suffisamment faibles pour que la GC-MS puisse être utilisée pour remplacer les détecteurs sélectifs de GC pour une analyse quantitative et qualitative et réduire le besoin d'injections multiples dans la GC. À la fin des années 1990, la GC-MS était devenue courante dans les laboratoires de surveillance, en particulier dans les pays développés (**Gamon et al ., 2001**) ; (**Nguyen et al., 2008**) ; (**Latif et al.,2011**).

La méthode QuEChERS a été conçue pour être utilisée avec la chromatographie en phase gazeuse ou en phase liquide couplée à une spectrométrie de masse : GC-MS ou LC-MS (**Lehotay., 2011**). Dans le cadre de notre travail, et vue les moyens disponibles au laboratoire, nous avons utilisé une GC couplée à une spectrométrie de masse.

Le principe de fonctionnement du spectromètre de masse repose sur l'action d'un champ électromagnétique sur les molécules sortants de la colonne de la GC, le spectromètre de masse brise chaque molécule en fragments ionisés et détecte ces fragments en fonction de leur rapport masse sur charge (m/z)

## **II. Procédures analytiques :**

### **A. Collecte des échantillons des pommes :**

Les échantillons de fruits analysés sont prélevés directement à partir des marchés et hypermarchés situés à Alger, Blida et Boumerdès durant les années 2013 et 2014.

Une quantité de 1kg des parties comestibles de chaque échantillon est homogénéisée et broyée avec un mixeur de marque Robot coupe (Ridgeland, USA). Puis un sous échantillon de 200 g est conservé à froid jusqu'à l'analyse.

### **B. Réactifs et solvants utilisés :**

Les standards de pesticides de grande pureté ont été obtenus par : Dr Efenstorfer GmbH (Augsburg, Allemagne), ChemService (West Chester, USA) et Riedel de Haen (Seelze, Allemagne). Les standards de pesticides utilisés dans cette étude sont la deltaméthrine, la lambda-cyhalothrine, la cyperméthrine, le chlopyrifos, le métalaxyl, le benalaxyl, la simazine, la metribuzine, la tétraméthrine, l'oxyfluorène et le pyrimiphos méthyl (utilisé comme standard interne pour l'analyse des résidus dans les fruits).

Les solvants utilisés sont de grande pureté (Acétonitrile et méthanol grade HPLC), les réactifs utilisés sont le MgSO<sub>4</sub> anhydre et le NaCl de marque Sigma Aldrich (St. Louis, Etats-Unis). Pour la purification des SPE (solide phase extraction) dispersive ont été utilisés : des tubes de centrifugation en polypropylène de 12 ml contenant 1200 mg de MgSO<sub>4</sub> anhydre et 150 mg de PSA pour la purification des fruits, de marque Supelco (Bellefonte, Etats-Unis).

Des solutions stock de pesticides (1000ng µl<sup>-1</sup>) ont été préparées dans le méthanol ou dans de l'acétonitrile et stockées à -20 ° C. Une solution de travail contenant le mélange des standards a été préparée (20 ng µl<sup>-1</sup>) dans de l'acétonitrile.

### **C. Préparation des échantillons (Extraction et purification des fruits)**

Pour l'extraction et la purification, la méthode QuEChERS (**Anastassiades et al ., (2003)**) est également utilisée. Une quantité de 10g ± 0,01 g de l'échantillon broyé et homogénéisé est pesée dans des tubes de centrifugation en polypropylène de 50ml puis un volume de 10 ml de MeCN est ajouté. Le tube bien fermé est alors agité vigoureusement, et manuellement pendant 1 min. On ajoute ensuite le mélange de sels composé de 4 g de sulfate de magnésium anhydre et 1 g de chlorure de sodium. Le tube bien vissé est agité vigoureusement une deuxième fois pendant 1 min à l'aide d'un agitateur vortex puis centrifugé à 2000 g pendant 6 min.

Pour la purification, un volume de 4 ml de la couche supérieure est transféré dans des tubes de centrifugation de 12 ml contenant 150 mg de sorbant PSA et 900 mg de MgSO<sub>4</sub> anhydre. Après vortexage pendant 1 min et centrifugation pendant 6 min à 2000 g, 1,5 ml de l'extrait purifié sont prélevés et mis sous un courant doux d'azote gazeux jusqu'à obtenir un volume de 0,5 ml .



## **D. Instrument d'analyse :**

L'analyse des échantillons est réalisée avec un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse de marque SHIMADZU GC-MS QP 5050A (Kyoto, Japan) piloté par ordinateur équipé d'un logiciel, GCMS Solution, permettant l'acquisition et l'exploitation des données.

La colonne utilisée est une colonne capillaire SE30 (50 m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m) ; Le gaz vecteur utilisé est hélium à un débit de 1 ml/min. la température d'injection est de 250°C, le volume injecté est de 1 $\mu$ l en mode Splitless.

Le programme thermique utilisé est le suivant : la température de départ est de 70°C maintenue pendant 3min ; puis augmentée à raison de 20°C/min jusqu'à 220°C ; cette température a été maintenue pendant 11min puis encore augmentée à raison de 8°C/min jusqu'à 282°C, pour être maintenue pendant 10 min. La période de Splitless est de 2min.

Le spectromètre de masse est utilisé en mode impact électronique (EI) où l'ionisation est provoquée par des collisions avec des électrons à 70 eV ; l'intensité du filament est de 80 $\mu$ A. La ligne de transfert et la chambre d'ionisation sont maintenues à 250°C et la fenêtre de balayage de masse (m/z) est comprise entre 48 et 550.

## **E. Contrôle de la qualité et validation de la méthode :**

Le contrôle de la qualité de la méthode d'analyse est effectué pour les paramètres suivants : le taux récupération, la précision, la linéarité, la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ).

L'évaluation du taux de recouvrement (ou récupération) est effectuée en utilisant un mélange de pesticides à des niveaux de fortification de 0,1 et 2,0 mg kg<sup>-1</sup>, avec cinq répétitions par niveau, dans une matrice sans pesticides.

La précision est calculée en termes de répétabilité, exprimée par le calcul de l'écart-type moyen (RSD) des cinq répétitions des deux niveaux de fortification. La linéarité est évaluée par l'établissement des courbes de calibration avec utilisation des extraits des matrices fortifiées avec des solutions multistandards de 0,01, 0,05, 0,25, 1,0 et 2,0 mg kg<sup>-1</sup> et analysées en triplicat à chaque concentration.. Des équations de type  $y = ax + b$  où y est l'aire du pic de chaque étalon à une concentration donnée, x est la concentration de l'étalon testé. Le R<sup>2</sup> est déterminé.

La limite de détection (LOD) se définit comme la plus petite quantité d'analyte pouvant être détectée. La LOD d'un appareil analytique correspond à un rapport signal sur bruit de fond  $S/N = 3$  alors que la limite de quantification (LOQ) se définit comme la plus petite quantité d'analyte pouvant être déterminée quantitativement. La LOQ d'un appareil analytique correspond à un rapport signal sur bruit  $S/N = 10$  (**Diop, 2013**). Pour faciliter l'interprétation des résultats, elle est assimilée, dans ce paragraphe, au point de gamme de concentration la plus basse pour lequel l'analyte a pu être quantifié ( $S/N \geq 10$ ).

Un témoin réactif est fréquemment injecté avec les séries des échantillons pour vérifier toute interférence due à une éventuelle contamination de l'appareil, des solvants ou des produits chimiques utilisés.

Pour la quantification, une courbe d'étalonnage matrice est utilisée pour tous les échantillons des pommes, de laitue, afin de balayer les problèmes liés à l'effet matrice. Pour les autres échantillons une courbe d'étalonnage solvant est utilisée. Les valeurs trouvées entre LOD et LOQ sont fixées à une valeur égale à  $LOQ / 2$  alors que les valeurs inférieures à la LOD sont fixées à 0,00 mg Kg<sup>-1</sup>. La qualité des résultats est vérifiée dans chaque série d'expérience de deux façons. L'un consistait à utiliser un extrait vierge pour éliminer toute contamination pouvant résulter de l'extraction, de la purification, des instruments ou des produits chimiques et le second était de vérifier l'efficacité de l'extraction en mesurant le taux de récupération à 0,1 mg kg<sup>-1</sup> pour des témoins fortifiés.

Une étape de validation de la méthode était nécessaire, les performances en termes de taux récupération, de précision, de linéarité, de limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) ont été définies. Pour la majorité des pesticides étudiés au départ, les taux de récupération se situaient entre 80% et 110%, avec des valeurs d'écart type moyen inférieures à 11% concernant la matrice céréale, et entre 76 et 105% avec des valeurs d'écart type moyen inférieures à 10% concernant la matrice fruits. Les limites de quantification sont comprises entre 0,005 et 0,05 mg kg<sup>-1</sup>. Une bonne linéarité est obtenue dans la plage de concentration de 0,01 à 2,0 mg kg<sup>-1</sup> avec des coefficients de corrélation (R<sup>2</sup>) supérieurs à 0,985 (Tableau 14). Durant cette étape une molécule est retirée de la liste des pesticides recherchés, il s'agit du tebuconazole à cause de son taux de récupération très variable.

**Tableau 14 : Taux de recouvrement, limites de détection et de quantification pour chaque molécule étudiée sur la pomme (S. MEBDOUA., 2017)**

Pesticide	Matrice	Limite de détection (mg kg <sup>1</sup> )	Limite de quantification (mg kg <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	Recouvrement(%) (RSD %)
Benalaxyl	Pomme	0.006	0.02	0.9951	90.4 (5.12)
Chlorpyriphos	Pomme	0.004	0,015	0.9993	100.1 (8.11)
Cypermethrine	Pomme	0.008	0.02	0.9911	94.0 (4.44)
Deltamethrine	Pomme	0.004	0.01	0.9901	88.1 (8.13)
Lambda-cyhalothrine	Pomme	0.0008	0.005	0.9981	102.0 (3.14)
Metalaxyl	Pomme	0.003	0.01	0.9976	99.4 (5.53)

Metribuzine	Pomme	0.01	0.03	0.9910	90.5 (3.11)
Oxyfluorfene	Pomme	0.01	0.03	0.9907	90.0 (9.13)
Simazine	Pomme	0.008	0.025	0.9934	87.2 (6.66)
Tetramethrine	Pomme	0.0025	0.01	0.9966	104.1 (2.23)

### III. Résultats et discussion :

Les résultats d'analyse montrent que 62 % des échantillons contiennent au moins un résidu de pesticide et 12% contiennent des multi résidus. L'utilisation de pesticides dans à l'échelle mondiale est relativement élevée.

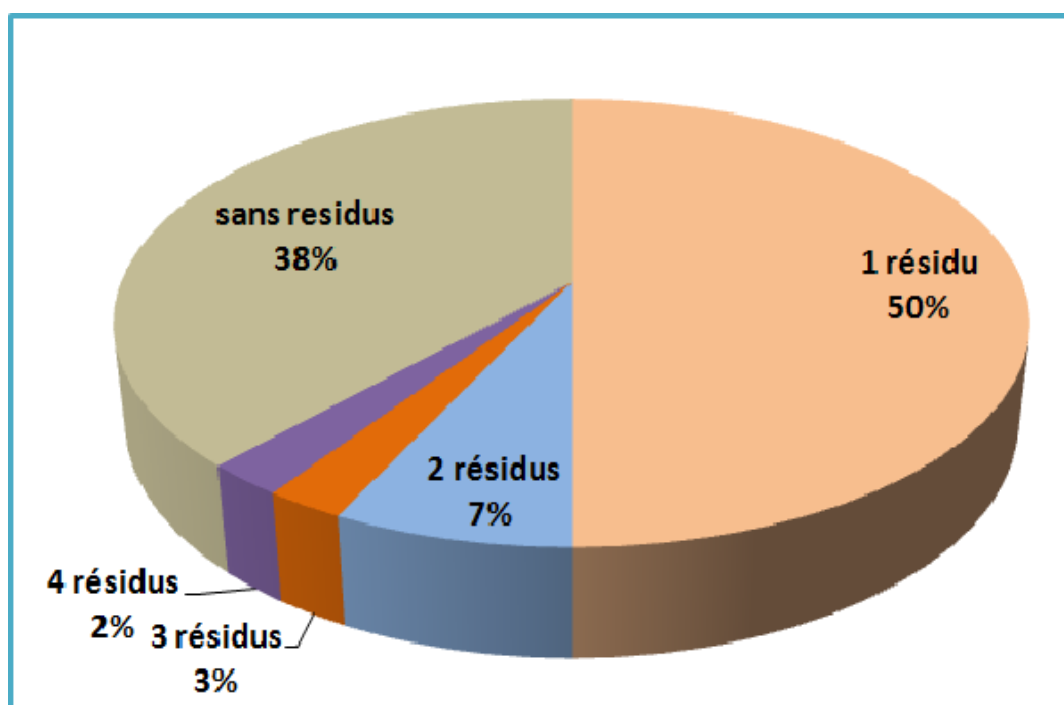


Figure 6 : Fréquence de la présence de résidus et des multi- résidus de pesticides dans les échantillons analysés (S. MEBDOUA., 2017)

La recherche des résidus de pesticides a concerné 50 échantillons de pommes. Les résultats montrent que la majorité des échantillons (57,5%) sont contaminés avec un résidu de pesticides (25,0% des échantillons) ou par plusieurs résidus de pesticides à la fois (2 résidus : 23,1% des échantillons, ≥ 3 résidus : 9,45% des échantillons)

Les résidus de pesticides détectés sont les suivants : lambda-cyhalothrine dans 20 échantillons, le métalaxyl dans 5 échantillons, le chlorpyrifos dans 7 échantillons, la deltaméthrine dans 10 échantillons, le benalaxyl dans 2 échantillons, la cyperméthrine dans 4 échantillons, la tétraméthrine dans 2 échantillons et l'oxyfluorène dans 1 échantillon (**S. MEBDOUA., 2017**).

La fréquence de résidus de pesticide selon l'origine de l'échantillon est comparable dans le cas du chlorpyrifos (locale 21,7%, importée 22,5%), de lambda-cyhalothrine (locale 35,8%, importée 35,0%) et du benalaxyl (locale 6,7%, importée 7,5%). Cette fréquence est plus importante dans les échantillons importés dans le cas de deltaméthrine (locale 6,7%, importés 10%) et de cyperméthrine (locale 1,7%, importée 5%), et elle est plus importante dans les échantillons locaux dans le cas du métalaxyl (locale 25,0%, importée 17,5%). Les résidus de tétraméthrine et d'oxyfluorène n'ont pas été détectés dans les échantillons locaux (**S. MEBDOUA., 2017**).

L'évaluation de risque lié à l'exposition chronique aux résidus de pesticides à travers la consommation de pommes est effectuée. L'apport journalier le plus élevé est observé dans le cas du Chlorpyrifos (AJM : 42%; AJE : 2%) suivi de lambda-cyhalothrine (AJM : 3%, AJE : 0,5%). Pour les autres pesticides, l'exposition aux pesticides est inférieure à 1% de la DJA. Ces résultats montrent un risque faible pour la santé associé à l'exposition chronique aux résidus par la consommation de pommes.

En fin, cette étude est limitée à seulement 50 échantillons de pommes ce qui est insuffisant pour évaluer une exposition totale aux pesticides. Par conséquent, la surveillance de plus de résidus de pesticides dans une plus grande variété de pommes devrait être développée afin de garantir l'apport alimentaire selon les normes internationales de sécurité sanitaire des aliments (**S. MEBDOUA., 2017**).

**Chapitre 04 :**  
**Etude des produits de conservation  
de pomme d'importation**

## **I. Introduction :**

Les fruits et légumes produisent naturellement de l'éthylène qui déclenche le processus de maturation puis du vieillissement. Ce processus s'accélère avec la récolte, durant le stockage, le transport et l'exposition chez le commerçant. Pour ralentir le vieillissement, les fruits sont conservés dans des chambres froides dont l'atmosphère contrôlée est pauvre en oxygène et riche en gaz carbonique. Si cette technique s'est beaucoup améliorée depuis un siècle permettant de distribuer des fruits après la récolte durant plusieurs mois, elle n'assure pas toujours une protection suffisante contre les effets néfastes de l'éthylène. Des chercheurs de l'Université de Caroline du Nord ont découvert dans les années 1990 une substance très similaire à l'éthylène, le 1-méthylcyclopropène (1-MCP) vendu sous le nom de SmartFresh. Cette molécule simple est capable de bloquer les récepteurs de l'éthylène présents dans le fruit et de limiter ainsi le dépérissement de ce dernier. Le procédé est réversible si le fruit est sorti du frigo. De nouveaux récepteurs d'éthylène se forment alors et le fruit continue de vieillir. Une cuillère à soupe suffit à protéger 2 millions de pommes contre les effets néfastes de l'éthylène. Les doses de SmartFresh sont donc infimes constituées d'une préparation contenant le principe actif unique, l'1-MCP. La préparation dissoute dans environ 10 litres d'eau libère une quantité infinitésimale du principe actif dans la chambre froide accueillant les fruits fraîchement récoltés. Le stockage des fruits se poursuit ensuite normalement en atmosphère contrôlée.

## **II. Etudes sur l'usage de la SMARTFRESH PROTABS pour la conservation de pommier**

Le présent avis porte sur la préparation SMARTFRESH PROTABS à base de 1-méthylcyclopropène (1-MCP), destinée au traitement des produits récoltés (pommier) (**Anses ., 2015**).

Dans le cadre de la procédure d'évaluation zonale, cette demande a été examinée par les autorités britanniques [Etat Membre Rapporteur Inter zonal (EMRiz)], pour l'ensemble des états membres. Le projet de rapport d'évaluation rédigé par l'EMRiz a fait l'objet de commentaires par la France. La préparation SMARTFRESH PROTABS a été autorisée (MAPP number : 16546) et le rapport d'évaluation finalisé a été transmis par les autorités britanniques. Cet avis est fondé sur l'examen par l'Agence du dossier déposé pour cette préparation et du rapport d'évaluation rédigé par les autorités britanniques, conformément aux dispositions des articles 40,41 et 42 du règlement (CE) n o 1 107/2009 applicable depuis le 14 juin 2011 (**Anses ., 2015**).

## **III. Synthèse de l'évolution :**

Les données prises en compte sont celles qui ont été jugées valides, soit au niveau communautaire, soit par l'Anses. L'avis présente une synthèse des éléments scientifiques essentiels qui conduisent aux recommandations émises par l'Agence et n'a pas pour objet de retracer de façon exhaustive les travaux d'évaluation menés par l'Agence (**Anses ., 2015**).

Les conclusions relatives à l'acceptabilité du risque dans cet avis se réfèrent aux critères indiqués dans le règlement (UE) n 0 546/201 1. Elles sont formulées en termes d' "acceptable" ou "inacceptable" en référence à ces critères. Après consultation du Comité d'experts spécialisé "Produits phytopharmaceutiques" : substances et préparations chimiques", réuni le 23 septembre 2014, l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail émet l'avis suivant (**Anses ., 2015**).

#### **IV. Considérant l'identité de la préparation :**

La préparation SMARTFRESH PROTABS se présente sous la forme :

-d'une tablette jaune ou rose (SmartFresh Pro Tabs jaune ou rose), contenant la substance active 1-méthylcyclopropène (1-MCP) d'un kit d'activation, composé de d'une tablette blanche d'activation (SmartFresh Pro Activators) et d'une solution de diffusion (SmartFresh ProPack).

-Lorsque les tablettes et le kit d'activation sont mélangés, le mélange forme la solution Spent ProPack Solution qui dégage le gaz 1-MCP (**Anses ., 2015**).

-Le 1-méthylcyclopropène (1-MCP) est une substance active approuvée<sup>2</sup> au titre du règlement (CE) n 01 107/2009.

#### **V. Considèrent les propriétés physicochimiques et les méthodes d'analyse :**

##### **1. Spécifications :**

Les spécifications de la substance active entrant dans la composition de la préparation permettent de caractériser cette substance active et sont conformes aux exigences réglementaires (**Anses ., 2015**).

##### **2. Propriétés physico-chimiques :**

La préparation SMARTFRESH PROTABS n'est ni hautement inflammable (point éclair > 105 0 C pour SmartFresh ProPack, non inflammable pour les tablettes SmartFresh Pro Tabs jaune/rose et SmartFresh Pro Activators, >105 0C pour Spent ProPack Solution), ni autoinflammable (température d'auto-inflammation >221 0 C pour SmartFresh Pro Tabs jaune/rose, >4000 C pour Smartfresh Pro Activators, SmartFresh ProPack et Spent ProPack Solution) (**Anses ., 2015**).

La préparation SMARTFRESH PROTABS (SmartFresh Pro Tabs rose/jaune, SmartFresh Pro Activators, SmartFresh ProPack et Spent ProPack Solution) n'est pas considérée comme ayant des propriétés explosives et comburantes. (**Anses ., 2015**).

Le pH d'une dilution à 1 % dans l'eau est de 8,4 à 22 0C pour les tablettes SmartFresh Pro Tabs (rose/jaune), de 8,3 à 25 0C pour la tablette SmartFresh Pro Activators et de 2,8 à 20 0C pour la solution SmartFresh ProPack. Le pH d'une dilution à 1 % dans l'eau du mélange Spent ProPack Solution est de 5,5 à 23 0C. (**Anses ., 2015**).

L'étude de stabilité au stockage à 54 oc pendant 14 jours de la tablette SmartFresh ProTabs (rose/jaune) a montré une diminution entre 5 et 10 % de la teneur en substance active initiale. En conséquence, il conviendra de fournir une justification de la diminution de la

teneur en 1MCP lors du stockage de la préparation dans ces conditions. Suite au stockage des tablettes (540C, 14 jours), le taux de relargage en substance active 1-MCP du mélange Spent ProPack Solution a été déterminé après 3 heures. Celui-ci était de 93,9 % avec une tablette jaune et de 97,8 % avec une tablette rose avant stockage et respectivement de 86 % et 85,8 % après stockage (**Anses ., 2015**).

Aucune étude de stabilité après stockage accéléré (540C, 14 jours) n'a été fournie pour les tablettes SmartFresh ProActivators ainsi que pour la solution de diffusion SmartFresh ProPack. En conséquence, il conviendra de fournir une étude de stabilité au stockage accéléré pour l'ensemble du kit d'activation. De plus, il conviendra de déterminer après stockage accéléré, le temps de désintégration, la résistance à l'usure et l'intégrité des tablettes SmartFresh ProActivators ainsi que le pH et l'acidité (si  $\text{pH} < 4$ ) de la solution de diffusion SmartFresh ProPack. (**Anses ., 2015**).

De plus, les propriétés physico-chimiques n'ayant pas été testées après stockage long terme, il conviendra de fournir les résultats de l'étude de stabilité au stockage pendant 2 ans à température ambiante dans l'emballage commercial des tablettes SmartFresh ProTabs jaune/rose, SmartFresh ProActivators et de la solution SmartFresh ProPack. Il conviendra également de fournir les résultats suivants.

- le pourcentage de relargage en substance active pour chaque tablette aux concentrations d'usage maximum et minimum après mélange avec le kit d'activation (SmartFresh Pro Activators et SmartFresh ProPack) après 20 min et 3 h avant et après stockage accéléré, La persistance de la mousse à la concentration maximale d'utilisation avant stockage de chaque élément de la préparation. (**Anses ., 2015**).

Les tablettes SmartFresh Pro Tabs et SmartFresh Pro Activators sont résistantes à l'usure. Les caractéristiques techniques de la préparation permettent de s'assurer de la sécurité de son utilisation dans les conditions d'emploi préconisées (concentrations de 720 à 1000 ppb) (**Anses ., 2015**).

### **3. Méthodes d'analyse :**

Les méthodes de détermination de la substance active 1-MCP et des impuretés (y compris les impuretés pertinentes 1-chloro-2-méthylpropène et 3-chloro-2-méthylpropène) dans la substance active technique ainsi que la méthode d'analyse de la substance active et des impuretés pertinentes dans les tablettes SmartFresh ProTabs (jaune/rose) sont conformes aux exigences réglementaires (**Anses ., 2015**).

Les méthodes d'analyse pour la détermination des résidus de la substance active 1-MCP dans les plantes et dans l'air soumises au niveau européen sont conformes aux exigences réglementaires.

Compte tenu de la nature de la substance active (substance gazeuse) et des usages revendiqués en milieu clos.



## **VI. Considérant les propriétés toxicologiques :**

La dose journalière admissible (DJA) du 1-MCP, fixée dans le cadre de son approbation, est de 0,0009 mg/kg p.c. 5/j. Elle a été déterminée en appliquant un facteur de sécurité de 10000 à la dose sans effet néfaste observé obtenue dans une étude de toxicité par inhalation de 90 jours chez le rat. (Anses ., 2015).

La dose de référence aiguë<sup>34</sup> (ARfD) du 1-MCP, fixée dans le cadre de l'approbation est de 0,07 mg/kg p.c. /j. Elle a été déterminée en appliquant un facteur de sécurité de 1000 à la dose sans effet néfaste observé obtenue dans une étude de toxicité par inhalation de 3 semaines chez le rat.

La classification de la préparation, déterminée au regard de ces résultats expérimentaux, de la classification de la substance active et des formulants ainsi que de leur teneur dans la préparation, figure à la fin de l'avis. (Anses ., 2015).

## **VII. Interprétation Général :**

L'efficacité de la préparation SMARTFRESH PROTABS contre l'échaudure et la perte de fermeté des pommes au cours du stockage a été évaluée sur la base de 16 essais réalisés entre 2000 et 2010 sur 10 variétés de pommes (Pink Lady, Golden Delicious, Granny Smith, Oregon Rouge, Gala Brookfield, Bramley, Fuji, Elstar, Jonagold et Red Delicious) en Europe (France, Royaume-Uni, Allemagne, Italie) et en Argentine. Ces essais ont permis de comparer différentes conditions et durées de stockage des pommes et de mesurer l'impact d'une simple ou multiple application (jusqu'à 4 applications) de la préparation SMARTFRESH PROTABS à différentes doses sur la qualité des fruits (perte de fermeté, brûlure superficielle, teneur en sucre, rugosité...) (Anses ., 2015).

L'ensemble des essais présentés confirme l'intérêt de la préparation pour contrôler le développement de l'échaudure et la perte de fermeté des pommes au cours du stockage. En effet, ces essais ont démontré que la dose de 0,1 12 g/m<sup>3</sup> (1000 ppb) permet un meilleur contrôle de la qualité des pommes que la dose de 0,07 g/m<sup>3</sup> (625 ppb) et apparaît notamment nécessaire pour compenser le délai récolte-traitement, pour s'adapter aux conditions de stockage et à la durée de stockage souhaitée. De plus, ces essais mettent en évidence qu'une augmentation du nombre d'application de la préparation SMARTFRESH PROTABS à 0,1 12 g/m permet d'améliorer la qualité des fruits récoltés (d'environ 20 % sur la fermeté) lors de stockage fractionné dans des locaux de grande capacité pouvant contenir l'équivalent de plusieurs journées de récolte . (Anses ., 2015).

Ces données montrent également que la dose et le nombre d'application maximum doivent être déterminés en fonction de la taille du local de stockage, du délai récolte-traitement, des conditions de stockage, de la maturité des pommes à la récolte et de la variété de pomme (Anses ., 2015).

# Comparaison entre les données et interprétation

Cette partie consiste à une comparaison entre l'usage des produits phytosanitaire et les produits de conservation. Il a permis d'avoir un aperçu clair sur le degré de contamination de notre alimentation et le risque d'exposition associé pour la population générale des consommateurs.

Les niveaux de résidus de pesticides détectés sur la pomme sont sujets à une réduction avant la consommation essentiellement surtout en cas transformation en jus ou en effet, dans le cas par exemple de pyrimiphos methyl, la mouture diminue sa concentration jusqu'à un cinquième (**Fleurat-Lessard et al, 2007**).

Il est donc nécessaire de limiter l'utilisation de cet insecticide sur quelques la culture de pommier seulement et pour certains usages garantissant un long délai avant récolte (traitement du sol, traitement pendant la dormance végétative, traitement avant la floraison).

En ce qui concerne la SmartFresh, ce produit a fait l'objet de nombreux contrôles sans lesquels il n'aurait jamais obtenu une homologation de l'ANSES. Ces études ont conduit à ce que le SmartFresh soit exempt de toute classification toxicologique, sanitaire ou environnementale, rejoignant l'avis de tous les experts officiels compétents en charge de la santé publique des autres pays dont l'Union Européenne qui ont accepté la commercialisation de ce produit. Son utilisation ne présente donc aucun danger ni pour l'opérateur ni pour le consommateur.

Toutefois ils est remarqué a certains études que la SMARTFRESH présente un danger si les protocoles d'usage ne sont pas respectées, et aussi la durées de la conservation ce qui ne doit pas dépassées les 6 mois, toutefois il est très important demandé au producteur ainsi que de l'importateurs de présenté un détails sur la durée de conservation , la nature et la dose optimal utilisée avant d'avoir accepté une livraison au vendeurs et au consommateurs .

# Conclusion et recommandation

On rappelle que l'objectif de notre étude est d'étudier l'effet des produits de conservation sur la culture de pommier pour une variété locale et autre d'importation.

Notre prospection de la culture de pommier et leurs méthodes de conservation, nous a permis de conclure que cette culture présente une importance économique et nutritive pour les algériennes, elle est aussi très susceptible d'être attaquée par des différents agents ravageurs ce qui nécessite une conservation pour une meilleure qualité.

L'étude confirme que les consommateurs peuvent être exposés à plus d'un pesticide ou de produit de conservation en consommant un ou plusieurs aliments. Par conséquent, il serait important, dans la continuité de ces travaux, de pouvoir évaluer le risque lié aux expositions combinées à l'ensemble des pesticides auxquels la population générale est susceptible d'être exposée.

En perspectives, il serait intéressant de compléter l'étude quantitative et qualitative de ces cultures et d'autres aliments dans le but d'évaluer le risque d'exposition à ces différents types de produits de conservation ainsi que sensibiliser les utilisateurs à faire leur très bon usage pour protéger l'environnement et la santé humaine.

# Listes des références bibliographiques

## (A)

\* **Afnor., (1982)** : Produits dérivés des fruits et légumes-jus de fruits. Détermination de pH, Association française de normalisation. Ed. AFNOR, Paris, p 325.

\* **AOAC., (1995)**: Official Methods of Analysis. Ed. Association of analytical Chemist. Arlington, V.A.

\* **Anastassiades M., Lehotay S.J., Štajnbaher D., Schenck F.J., (2003)**: Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispersive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce. J of AOAC Int. 86: 412–431.

\* **Anses ., (2015)** : Anses — dossier 0 2013-0791 —SMARTFRESH PROTABS (l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail relatif à une demande d'autorisation de mise sur le marché de la préparation SMARTFRESH) p :1-8.

\* **APRIFEL., (2008)** : Site internet de l'agence des fruits et des légumes frais. Fiches nutritionnelles par produits : la pomme. <http://www.aprifel.com/fiches,produits>.

## (B)

\* **Belhsaine M., (2014)** : étude des portes greffes de quelques rosacées a pépinière d'état de Tlemcen. P: 52.

\* **Besbes S., Drira L., Blecker C., Deroanne C. et Attia H., (2009)**: Adding value to hard date (Phoenix dactylifera): Composition, functional and sensory characteristics of date jam. Food chemistry, 112, 406-411.

\* **BLOESCH B., (2013)** : Revue suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture | Vol. 45 (2) : P 128–131.

\* **BORE J.M. et FLECKINGER J., (1997)** : Pommier à cidre. Variétés de France. Ed. INRA, P : 771.

\***Boudabous M., Ben Marzouk I., Marzougui N., Lechiheb B, Ben Yahia L. et Ferchichi A., (2013)**: Physicochemical Characterization of the Local Apple Cultivar ‘Douce de Djerba’ Compared with Introduced Cultivars in Tunisia. *Acta Horticultura*, 997, 117-128

\* **Boudabous M., Ben Marzouk I., Lechiheb B, Ben Yahia L. et Ferchichi A., (2015)**: Phenolic compounds and antioxidant activity of the Douce de Djerba apple compared to introduced cultivars grown in Tunisia. *Journal of New science*, 24(2), 1091-1097.

\* **BRETAUDEAU J., (1975)** : Atlas d’arboriculture fruitière. Vol 1. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, P 245.

\***BRETAUDEAU J., (1978)** : Atlas d'arboriculture fruitière. Volume 02. Ed. J.B. Baillièrre et Fils. Paris, P : 173.

### (C)

\* **CHAOUIA CH., MIMOUNI N., TRABELSI S., BENREBIHA F.Z., BOUTEKRABT T.F et BOUCHENAK F., (2003)** : Evaluation des besoins en matière de renforcement des capacités nécessaires à la conservation et l'utilisation durable de la biodiversité importante pour l'agriculture en Algérie. Alger : les espèces fruitières, viticoles et phoenicicoles. Recueil des communications atelier n°3 «Biodiversité importante pour l'agriculture» MATE- GEF / PNUD. Propjet ALG/ 97/ G 31 : P : 19- 28.

\***Chassagne Berces S., Fonseca F. et Marin M., (2013)** : Congélation de produits végétaux Maitriser la qualité des fruits congelés. *Technique de l’ingénieur*, 2-28

\* **CHEVREAU E. et MORISOT D., (1985)** : Variabilité génétique d'une collection d'espèces des genres *Malus* et *Pyrus*, Analyse botanique et enzymatique. D.E.A. INRA. Station d'arboriculture fruitière 1- 8.

\* **CHOUNARD G., FIRLE J. A., VANOOSTHUYSE F et. VINCENT C., (2000)** : Guide d’identification des ravageurs des pommiers et leurs ennemis naturels. Ed. IRDA et SaintLaurent. Québec, P : 69.

\* **CIQUAL, (2008)** : Centre d’information sur la qualité des aliments. Table de composition des aliments. <https://pro.anses.fr/tableciqual>.

\* **Colin-Henrion., (2008)** : De la pomme à la pomme transformée : impact du procédé sur deux composés d’intérêt nutritionnel. Thèse de Doctorat, université d'Angers, France, 274p.

\* **COUTANCEAU M., (1962)** : Arboriculture fruitière. Technique et économie des Cultures de rosacées fruitières ligneuses. Ed. Baillèrre et fils, Paris, P : 46-47.

\***Chambre Régionale de Commerce et d'Industrie., (Décembre2003)** :Version1.Nouvelles techniques de conservation des fruits et légumes, P : 6 et P : 10.

**(D)**

\* **DELAHAYE T. et VIN P., (1997)** : Le pommier. 1er Edition ACTES SUD. Paris. P : 88.

\* **Diop A., (2013)** : Diagnostic des pratiques d'utilisation et quantification des pesticides dans la zone des Niayes de Dakar (Sénégal). Thèse de doctorat, Sénégal : Université du Littoral Côte d'Opale, 190p.

\* **Direction des Statistiques Agricoles (D.S.A.), (2017)** : Le pommier, wilaya d'Ain-defla.

\* **DUBUIS P-H. et NAEF A., (2018)** : Revue suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture | Vol. 50 (1), P : 26.

**(F)**

\***F.A.O., (2001)** : Journal international des arbres fruitiers. Edition 4. P : 28.

\* **F.A.O., (2007)** : Journal international des arbres fruitiers. Edition 10. P : 45.

\***F. A. O. (2008)** : Production agricole, cultures primaires, Banque de données statistiques F.A.O. Stat (Site Internet : [http : // www. FAO- org. Com](http://www.FAO-org.Com)).

\***FAO, (2009)** : Agriculture indices (FAOSTAT). <http://faostat.fao>.

\* **F.A.O., (2012)** : Productions agricoles, cultures primaires. Banques de données statistiques, FAO. STAT. [Http:// www.Fao.org.com](Http://www.Fao.org.com).

\***F.A.O., (2013)** : Importance de la culture du pommier par zone de production.

\***FAO :( Food and Agriculture Organization of the United Nations) (2008)**: FAOSTAT home page (online). Available: <http://apps.fao.org/>.

\* **Ferrer C., Jose Gómez M., García-Reyes J.F., Ferrer I., Thurman E.M., Fernández-Alba A.R., (2005)**: Determination of pesticide residues in olives and olive oil by matrix solid-phase dispersion followed by gas chromatography/mass spectrometry and liquid chromatography /tandem mass spectrometry. Journal of Chromatography, A 1069:183 – 194.

\* **Fleurat-Lessard F., Chaurand M., Marchegay G., Abecassis J., 2007**. Effects of processing on the distribution of pirimiphos-methyl residues in milling fractions of durum wheat. Journal of Stored Products Research 43 (303): 384–395

**(G)**

\* **GALLAIS A. et BANNEROT H., (1995)** : Amélioration des espèces végétales cultivées : Objectifs et critères de sélection. Ed. INRA, France, P : 578-594.

\* **Gamon M., Leo C., Ten A., (2001)**: Multiresidue determination of pesticides in fruit and vegetables by gas chromatography/tandem-mass spectrometry. Journal of AOAC international, 84(4): 1209-1216

\***GAUTIER M., (1993)** : Arbre fruitier. Vol 1.2eme édition .Ed.j.B. BAILLIERE. P : 594.

\***GAUTIER M., (2001)** : La culture fruitière. Les productions fruitières. Vol 2. Ed. Tec et Doc, Paris, P : 665.

\* **Gursoy N., Sarikurkcü C., Mustafa C. et Halil Solak M., (2009)**: Antioxidant activities, metal contents, total phenolics and flavonoids of seven Morchella species. Journal of food and chemical toxicology, 47, 2381-2387.

### (I)

\***Iacopini P., Camangi F., Stefani A. et Sebastiani L., (2010)**: Antiradical potential of ancient Italian apple varieties of Malus x domestica Borkh. In a peroxy-nitrite-induced oxidative process. Journal of Food Composition and Analysis, 23, 518–524.

### (J)

\***Jackson J.E., (2003)**: Biology of horticultural crops. Biology of apples and pears. Cambridge University Press. P 488.

\* **Jakobek L. et Andrew R.B., (2016)**: Ancient apple varieties from Croatia as a source of bioactive polyphenolic compounds. Journal of Food Composition and Analysis, 45, 9-15.

\* **Juntachote T., Berghofer E., Siebenhandl S. & Bauer F., (2007)**: Antioxidative effect of added dried Holy basil and its ethanolic extracts on susceptibility of cooked ground pork to lipid oxidation, Food Chemistry, 100(1): 129-135.

### (H)

\***Hajslova J., Zrostlíková J., (2003)**: Matrix effects in (ultra)trace analysis of pesticide residues in food and biotic matrices. Journal of Chromatography A, 1000: 181-187.

### (K)

\***Kalkisim O., Ozdes D., Okcu Z., Karabulut B. and Senturk H.B., (2015)**: Determination of Pomological and Morphological Characteristics and Chemical Compositions of Local Apple Varieties Grown in Gumushane, Turkey. Journal of Erwerbs Obstbau, 1-8.

### (L)

\***LAFAYON J. P., THARAUD- PAYER C. et LEVY G., (1996)** : Biologie des plantes cultivées-2eme édition. Tome I- organisation / physiologie de la nutrition. Ed. Lavoisier, Paris, P : 227.

\* **Latif Y., S. Sherazi T.H., and Bhanger M.I., (2011)**: Assessment of pesticide residues in commonly used vegetables in Hyderabad, Pakistan. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 74: 2299-2303.

\* **Lehotay S.J., (2007)**: Determination of pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate: collaborative study, *Journal of AOAC International*. 90: 485–520.

\* **Lehotay S.J., (2011)**: QuEChERS Sample Preparation Approach for MassSpectrometric Analysis of Pesticide Residues in Foods .In: Jerry Zweigenbaum (ed.), *Mass Spectrometry in Food Safety: Methods and Protocols*. Springer, p: 65-91.

\* **Linden G., (1984)** : Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. Principes des techniques d'analyses. Tome 2. Ed. Tec et doc, 548 p.

\***LINDER Ch., KEHRLI P., et KUSKE S., (2018)** : Revue suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture | Vol. 50 (1), P : 33.

\* **LESPINASSE Y., (1992)** : Amélioration des espèces cultivées, objectifs et critères de sélection. Ed. Gallais et Bannerot. Paris, P: 594.

## (M)

\***Manzoor, M., Anwar, F., Saari, N. et Ashraf M., (2012)**: Variations of antioxidants characteristics and mineral contents in pulp and peel of different apple (*Malus domestica* Borkh.) cultivars from Pakistan. *Molecules*, 17, 390-407.

\* **MASSONNET C., (2004)** : Variabilité architecturale et fonctionnelle du système aérien chez le pommier (*Malus domestica* Borkh.) : Comparaison de quatre cultivars par une approche de modélisation structure – fonction .Thèse Doctorat. Développement et Adaptation des Plantes .Ecole nationale supérieure agronomique de Montpellier. France, P : 184.

\* **MEBDOUA S ., (2017)** : Recherche des résidus de pesticides dans quelques cultures stratégiques en Algérie. Thèse Doctorat, École Nationale Supérieure Agronomique, P: 54.

\* **Miller, G.L., (1959)**: Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. *Analytical Chemistry*, 31, 426-428.



\* **MURIEL C-H., (2008)** : De la pomme à la pomme transformée : impact du procédé sur deux composés d'intérêt nutritionnel caractérisation physique et sensorielle des produits transformés .Thèse de doctorat. École doctorale d'Angers, P: 12, P: 13.

(N)

\* **Nguyen T.D., Yu J.E., Lee D.M., Lee G.H., (2008)**: A multiresidue method for the determination of 107 pesticides in cabbage and radish using QuEChERS sample preparation method and gas chromatography mass spectrometry. Food Chemistry, 110: 207-213.

\* **NOUI Y., (2012)** : Fabrication et caractérisation des produits alimentaires élaborés à base de dattes (Phoenix dactylifera L). Thèse Doctorat, Université Batna 1-Hadj Lakhdar. P : 43.

\* **NOUI Y., (2016)** : Fabrication et caractérisation des produits alimentaires élaborés à base de dattes (Phoenix dactylifera L). Thèse Doctorat, Université Batna 1-Hadj Lakhdar. P : 65-67.

(P)

\***Peix .,(2005)** : impact des ravageurs de pommier sur la qualité et le rendement dans un verger ouvert .cas de miraston .

(R)

\***REHDER A., (1956)**: Manual of cultivated trees and shrubs; Rehder edition- 2nd, ed. New-York, the Macmillan Company, P: 996.

\***Reynes, M., Bouabidi, H., Piombo, G. et Risterucci, A.M., (1994)** : Caractérisation des principales variétés de dattes cultivées dans la région du Djérid en Tunisie. Fruit, 49 (4), 289-298.

\* **Ribéreau-Gayon, P., 1968.** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod, Paris, p : 254.

(S)

\***SI-BENNASSEUR.A., (May 2005)** : Référentiel pour la Conduite Technique du pommier (Malus domestica L.Borkh), P : 116-117.

(T)

\* **Tama, M et Acourene, S ., (1997)** : Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de datte de la région de Ziban. Revue Recherche Agronomique, Ed. INRAA, 1, 59-66.

\* **Tsao, R., Yang, R., Christopher, Young J. and Zhu, H., (2003)**: Polyphenolic profiles in eight apple cultivars using High-Performance Liquid Chromatography (HPLC). Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51, 6347-6353.

\* **TRILLOT M ; MASSERON A., MATHIEU V., BERGOUGNOUX Y., HUTIN C., lespinasse Y ; (2001)** : le pommier CTIFEL, P : 283.

\* **TRILLOT M., MASSERON A., MATHIEU V., BERGOUGNAUX F., HUTIN C et YVES L., (2002)** : Le pommier. Centre technique interprofessionnelle des fruits et légumes. (Ctifl).Edition Lavoisier. Paris, P : 287.

#### (V)

\* **Vieira, F.G.K., Campelo Borges, G.D.S., Copetti, C., Castanho Amboni, R.D.D.M., Denardi, F. and Fett, R., (2009)**: Scientia Horticultura, 122, 421-425.

#### (W)

\* **Wu, J., Gao, H., Zhao, L., Liao, X., Chen, F., Wang, Z. and Hu, X., (2007)**: Chemical compositional characterization of some apple cultivars. Food Chemistry, 103, 88-93.

#### (Z)

\* **Zhang L., Liu S., Cui X., Pan C., Zhang A., Chen F., (2012)**: A review of sample preparation methods for the pesticide residue analysis in foods. Central European Journal of Chemistry 10(3): 900-925.

\* **ZIADI S., (2001)** : Les génies PR -10 du pommier (*Malus domestica*) .Identification caractérisation et analyse de l'expression spatio-temporelle en réponse à une induction par l'acibenzolar S-methyl (ASM), un analogue fonctionnel de l'acide salicyclique. Thèse de Doctorat. Université Rennes1, P : 182.

\* **Zollner P., Leitner A., Berner D., Kleinova M., Jodlbauer J., Mayer B.X., and Lindner W., (2003)**: Improving LC–MS/MS Analyses in Complex Food Matrices, Part I: Sample Preparation and Chromatography. LC-GC Europe, 16: 163 -168.

# Liste des annexes

## Annexe 01 :

### I. Dosage des sucres totaux :

- Préparation de la gamme étalon :

- Les réactifs :

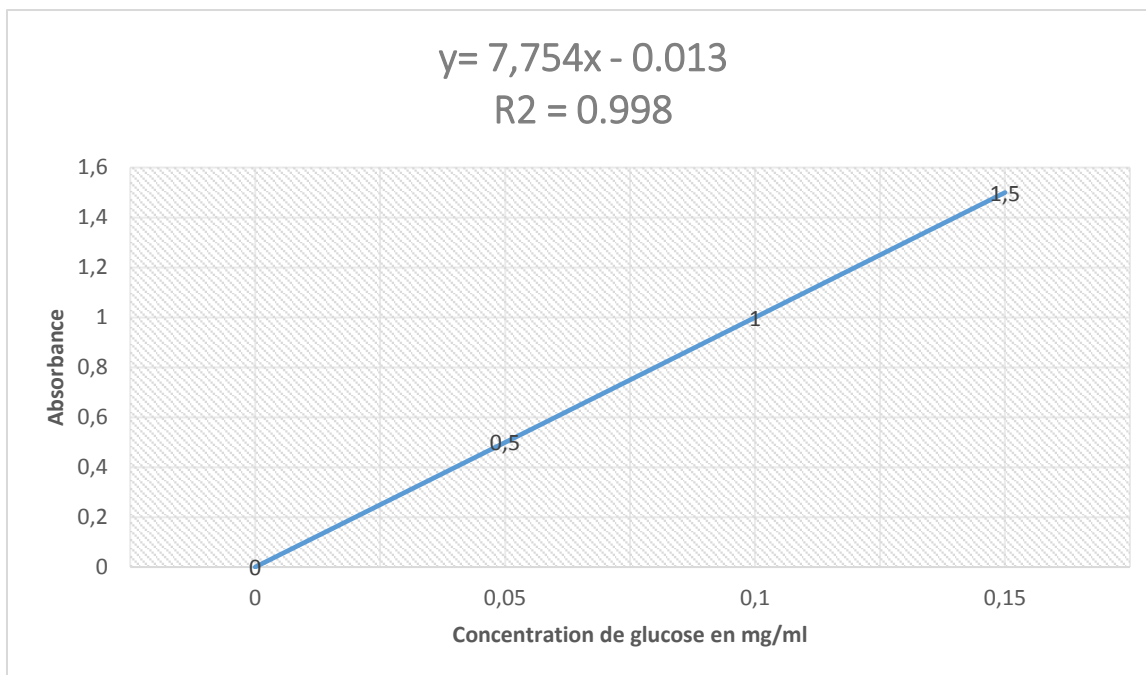
- Solution mère de glucose : une concentration de 1 mg/mL ;
- Solution de phénol, à 5 ;
- Acide sulfurique concentré : 95-98%.

- La gamme étalon :

À partir de la solution mère, préparer la gamme d'étalonnage comme il est indiqué dans le tableau 1.

**Tableau 01 : Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres totaux**

Solution mère de glucose (mL)	0,00	0,05	1,00	1,50
Eau distillée (mL)	10,00	9,50	9,00	8,50
Phénol à 5 % (mL)	0,50	0,50	0,50	0,50
Volume à prélever (mL)	0,50	0,50	0,50	0,50
Acide sulfurique à 95 % (mL)	3,00	3,00	3,00	3,00
Concentration de sucres (mg/mL)	0,00	0,05	0,10	0,15



**Figure 01 : Gamme étalon de glucose**

## II. Dosage des sucres réducteurs :

- **Préparation de la gamme étalon :**

- **Les réactifs :**

- Solution du glucose : une concentration de 10 mg/mL ;

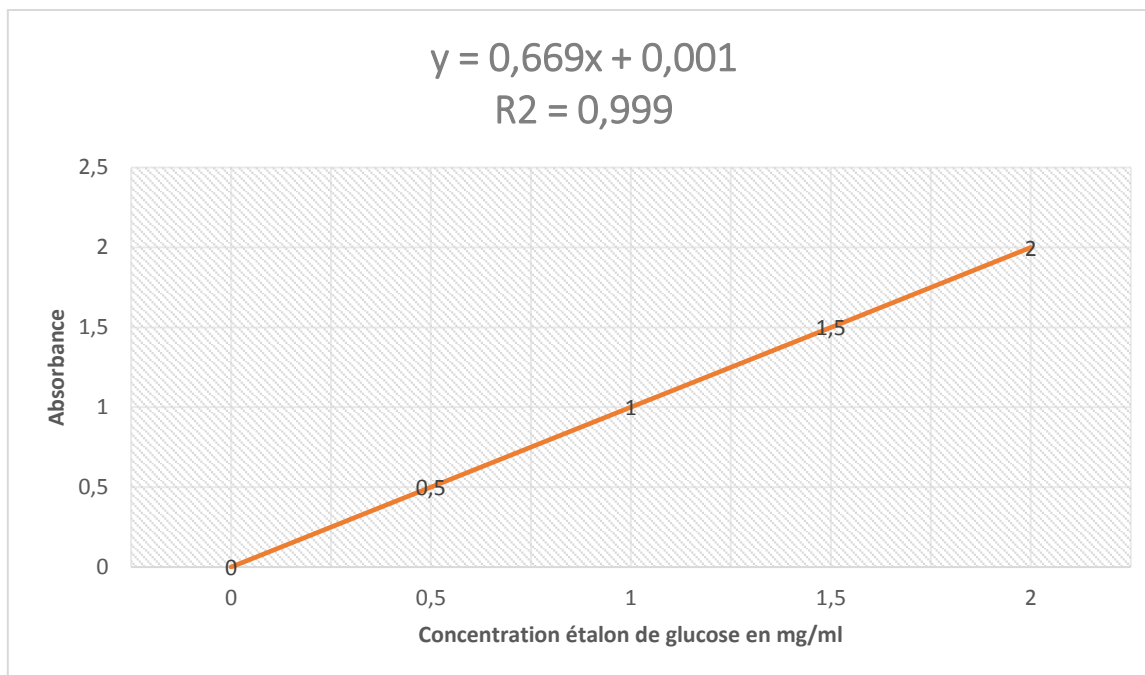
- Réactif de DNS (Acide di-nitro-3,5 salicylique) : 8 g de soude, 1 g d'acide di-nitro-3,5 salicylique et 30 g de tartrate double de sodium et de potassium, sont dissouts dans un peu d'eau distillée, puis compléter le mélange à 100 mL). Le réactif de DNS doit se conservé à l'abri de la lumière.

- **La gamme étalon :**

À partir de la solution mère, préparer la gamme d'étalonnage comme il est montré dans le tableau 2.

**Tableau 02 : Gamme étalon de glucose pour le dosage des sucres réducteurs**

Solution mère de glucose (mL)	0,00	0,50	1,00	1,50	2,00
Eau distillée (mL)	10,00	9,50	9,00	8,50	8,00
Volume à prélever (mL)	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Réactif de DNS (mL)	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Concentration de sucres (en mg/mL)	0,00	0,50	1,00	1,50	2,00



**Figure 02 : Gamme étalon de glucose**

### III. Dosage des polyphénols totaux :

- **Préparation de la gamme étalon :**

- **Les réactifs :**

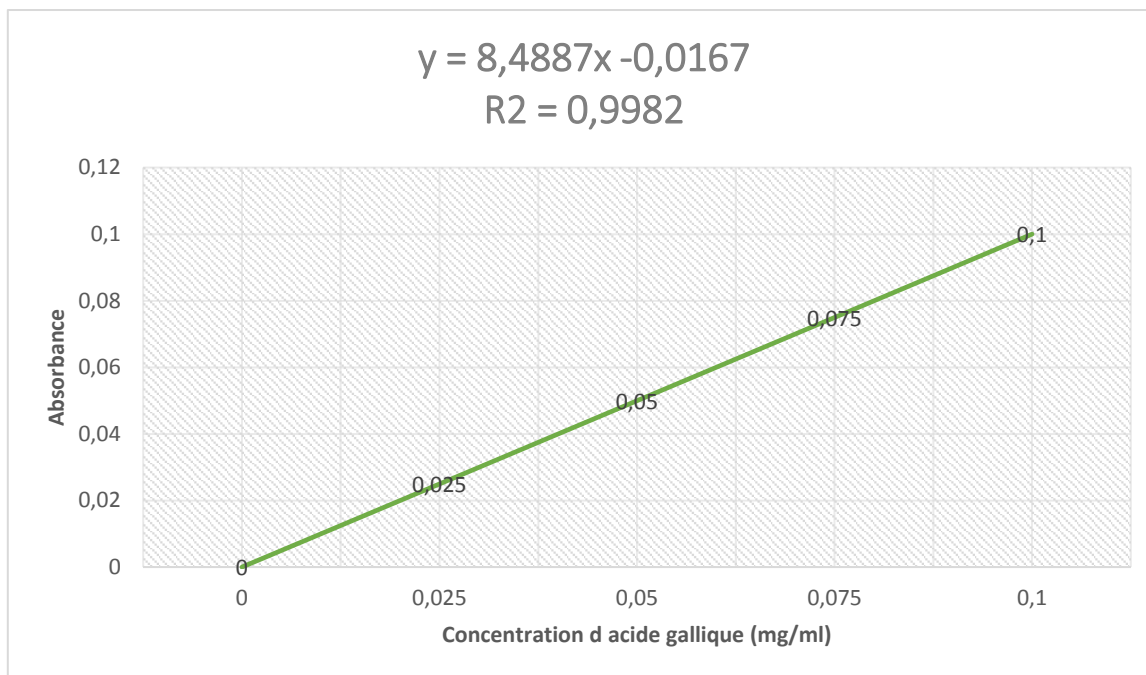
- Solution mère d'acide gallique avec une concentration de 1mg/mL ;
- Réactif de Folin-Ciocalteu's ;
- Solution de carbonate de sodium à 7,5 %.

- **La gamme étalon :**

À partir de la solution mère, préparer la gamme d'étalonnage comme le montre le tableau 3.

**Tableau 03 : Gamme étalon de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux**

Solution mère d'acide gallique (mL)	0	0,025	0,05	0,075	0,1
Méthanol (mL)	0,50	0,475	0,45	0,425	0,40
Concentration (mg/mL)	0,00	0,025	0,05	0,075	0,10
Volume à prélever (mL)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Eau distillée (mL)	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Réactif de Folin-Ciocalteu (mL)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Carbonate de sodium à 7,5 % (mL)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50



**Figure 03 : Gamme étalon de l'acide gallique**

#### **IV. Dosage des flavonoïdes :**

- **Préparation de la gamme étalon :**

- **Les réactifs :**

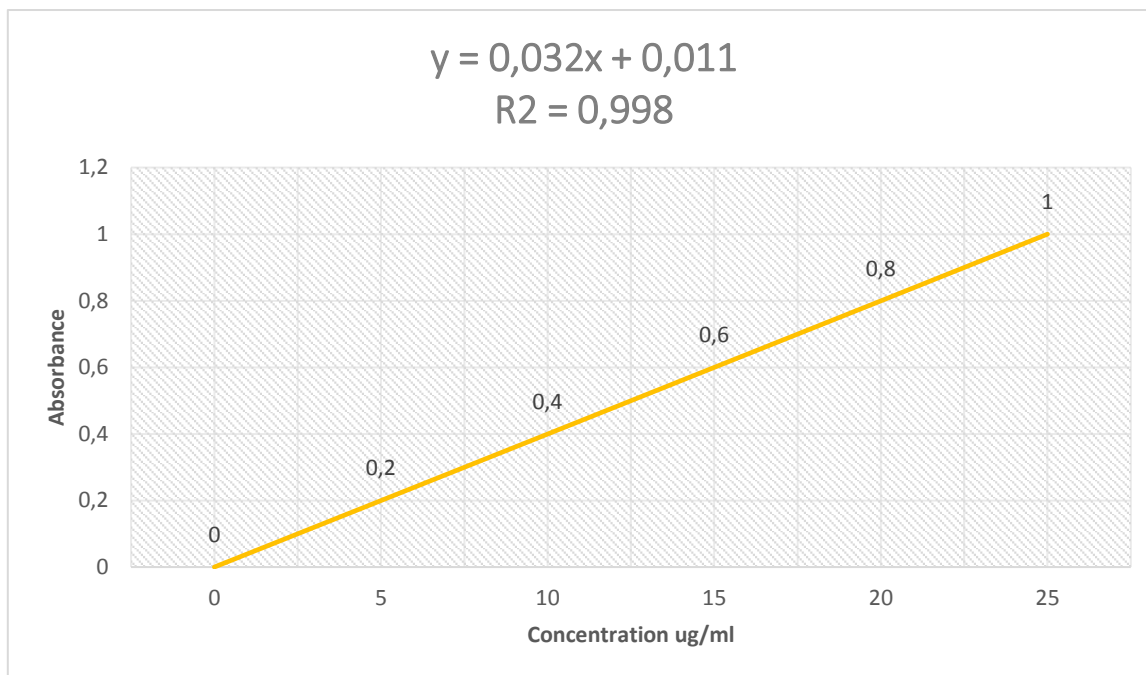
- Solution de quercétine (25 µg/mL) ;
- Méthanol pur ;
- Solution de chlorure de fer (FeCl<sub>3</sub>), à 2 %.

- **La gamme étalon :**

À partir de la solution mère, préparer la gamme d'étalonnage comme il est mentionné dans le tableau 4.

**Tableau 04 : Gamme étalon de la quercétine pour le dosage des flavonoïdes**

Solution mère de quercétine (mL)	0,00	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Volume de méthanol (mL)	1,00	0,80	0,60	0,40	0,20	0,00
Concentration (µg/mL)	0,00	5,00	10,00	15,00	20,00	25,00
Solution de chlorure de fer (mL)	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00



**Figure 04 : Gamme étalon de la quercétine**

**Annexe 02 :**

**Tableau 01 : Correspondance entre les indices de réfractons et la masse équivalente de saccharose, en % (AFNOR, 1984)**

Indice de réfraction (n D20)	Saccharose (%)	Indice de réfraction (n D20)	Saccharose (%)
1,33299	0	1,4056	43
1,33443	1	1,4076	44
1,33588	2	1,4096	45
1,33733	3	1,4117	46
1,33880	4	1,4137	47
1,34027	5	1,4158	48
1,34176	6	1,4179	49
1,34326	7	1,42008	50
1,34477	8	1,42219	51
1,34629	9	1,42432	52
1,34783	10	1,42646	53
1,34937	11	1,42862	54
1,35093	12	1,43080	55
1,35250	13	1,43299	56

1,35408	14	1,43520	57
1,35567	15	1,43742	58
1,35728	16	1,43966	59
1,35890	17	1,44192	60
1,36053	18	1,44420	61
1,36218	19	1,44649	62
1,36384	20	1,44879	63
1,36551	21	1,45112	64
1,36719	22	1,45346	65
1,36888	23	1,45581	66
1,37059	24	1,45819	67
1,3723	25	1,46058	68
1,3740	26	1,46299	69
1,3758	27	1,46541	70
1,3775	28	1,46786	71
1,3793	29	1,47032	72
1,3811	30	1,47279	73
1,3829	31	1,47529	74
1,3847	32	1,47780	75
1,3865	33	1,48033	76
1,3883	34	1,48288	77
1,3902	35	1,48544	78
1,3920	36	1,48803	79
1,3939	37	1,49063	80
1,3958	38	1,49325	81
1,3978	39	1,49589	82
1,3979	40	1,49854	83
1,4016	41	1,50121	84
1,4036	42	1,50391	85