

UNIVERSITE DES ANTILLES ET DE LA GUYANE

ÉCOLE DOCTORALE PLURIDISCIPLINAIRE
SANTÉ, ENVIRONNEMENT ET SOCIÉTÉS DANS LES AMÉRIQUES

Thèse de Doctorat

Discipline

Sciences de la vie

Spécialité

Sciences agronomiques, biotechnologies agro - alimentaires

**COMPOSITION DU FRUIT À PAIN RÉCOLTÉ SUR UN TERRITOIRE CONTRASTÉ
STRUCTURE, PROPRIÉTÉS ET APTITUDES TECHNOLOGIQUES DE SON AMIDON**

Présentée par

Joselle NACITAS

Soutenue le 25 juin 2012, devant le jury composé de

Présidente du jury/Rapporteur	Mme Catherine RENARD , Directeur de recherche • INRA, Avignon
Rapporteur	Mme Josette TRAVERT , Professeur des Universités • IUT de Caen
Examineurs	Mme Guylène AURORE , Maître de conférences • U.A.G., INRA, Pointe-à-Pitre
	Mme Sylvie BERCION , Maître de conférences HDR • U.A.G., INRA, Pointe-à-Pitre
	Mr Alain BULEON , Directeur de recherche • INRA, Nantes
	Mr Louis FAHRASMANE , Ingénieur de Recherche HDR • INRA, Petit-Bourg
Invitée	Mme Katia ROCHEFORT , Directrice • Pôle Agroalimentaire Régional de Martinique, Le Lamentin

Directeurs de thèse : Mr Alain BULEON, UR BIA à l'INRA de Nantes

Mr Louis FAHRASMANE, UMR Qualitrop à l'INRA de Petit-Bourg

A ma grand-mère, Hélène Rosa, et mon grand-père, Louis Passionis Labat

REMERCIEMENTS

Mes remerciements se tournent tout d'abord aux membres du jury qui m'ont accordés leur expertise pour ce projet.

Mme Rochefort a été pour moi une personne d'attention, d'écoute et de fermeté, un savant dosage pour l'aboutissement de ce projet.

Mes reconnaissances à Sandra Adenet sans qui je n'aurais pas vécu cette aventure.

Je souhaite adresser mes profondes salutations à toute l'équipe du PARM pour leur gentillesse, et tout simplement leur présence : Corinne Bo., Patricia L., Nadine, Vanessa, Rosalie, Laureen, Mme Régina, Sonia, Patricia M-M-R, Corinne Bi., Mme Maunier, Mr Gabriel-Calixte, sans oublier ma soupape : Charles-Ely. Et les nouvelles arrivées : Saïda-Elodie et Ketty ainsi que celles qui y ont fait un passage : Karine, Délhia, Christelle P., Mme Carolé, Marvey et Mylène.

Je tiens également à remercier tous les stagiaires, avec un « plis fos » pour ceux qui ont mis leur pierre à l'édifice : Laurianne, Mélissa, Lionel, Christelle L., et Alicia.

Un clin d'œil à Armelle. Bon courage future docteure ! Tchimbé rèd !

J'ai une pensée pour Mr Valminos ; il a été un rire, un sourire, un soupir quand il le fallait.

Un grand merci à tous les agriculteurs, aux professionnels, aux particuliers qui m'ont fourni en fruits à pain.

J'ai trouvé à l'unité Qualitrop de l'INRA de Petit-Bourg un bouquet de personnes formidables de joie, d'aide, et de serviabilité. Merci à Marie-Jo, Sarah, Rosan, Philippe, Colette, Marie-Laure et Dominique. Sans oublier Bernard et Mme Bercion, directrice de l'unité.

Merci à tous, particulièrement à Mr Fahrasmane qui m'a humblement transmis un peu de son savoir, et à Mme Aurore que j'ai retrouvé avec joie, toujours aussi passionnée par son travail et qui m'a été forte de conseils constants.

Mr Buléon m'aura fait comprendre l'amidon, apprécier la voile et la Bretagne, tout ça en un coup de cuillère à pot ! Un grand merci.

L'unité BIA de l'INRA de Nantes fourmille de personnes intéressantes les unes comme les autres. Feue l'équipe PME : Benoît, Agnès, Sophie et Emilie. L'équipe MC2 : Mr Della Valle, Mr Chiron, Roselyne, Bruno, Marion, Denis, Laurent, Anne-Laure, Sofiane. L'équipe Nano, je ne vous oublie pas. Les doctorants dans la même galère que moi : Georges, Magali, Carole, Arnaud, Cyril, Romain, Lotfi, Amir et Christophe.

Jane et Christine qui tiennent la baraque de mains de maîtresses !

Je veux tirer un grand chapeau à ma mère. Elle est là quand j'ai les bras tombants, là quand j'ai les bras levés. Elle m'a osé, merci.

Je remercie également mon père qui a été un soutien à sa manière.

Mes sœurs, mon frère, Mitch, vous m'avez été d'un grand réconfort.

Mes proches de l'U.C. et associés, mille fois merci.

Alors quand je regarde tous ces cœurs qui ont participé pour cette réussite, toutes les embûches surmontées, je ne peux que rendre toute la gloire à Dieu.

Avant Propos

Ce projet a été initié et financé par le Pôle Agroalimentaire Régional de Martinique (PARM). Il s'inscrit dans le cadre d'une volonté du PARM d'accompagner techniquement l'industrie et l'artisanat antillo – guyanais. Cette thèse ouvre les champs de la mise en place de cette expertise en devançant les contraintes technologiques alimentaires rencontrées, en faisant reculer les limites à l'amélioration et à l'innovation pour rendre les produits conformes aux attentes des consommateurs.

Ce travail a été réalisé avec la collaboration de :

1. L'Unité Mixte de Recherches 1270, « Qualité et valorisation des produits végétaux Tropicaux » (UMR QUALITROP), associant l'Université des Antilles et de la Guyane (UAG) et le Centre INRA de Petit-Bourg. Elle a été mon laboratoire d'accueil.
2. L'Unité de Recherches 1268, Biopolymères, Interactions, Assemblages (UR BIA), à l'INRA de Nantes avec les équipes « Matériaux, Création et Comportement » (MC2) et « Phénotypage, M Enzymes » (PME)
3. Le PARM

Le travail de recherche a concerné les points suivants :

- L'étude physico-chimique du fruit à pain mature,
- L'étude du développement du fruit,
- L'étude de la diversité génétique en Martinique,
- L'optimisation de l'extraction de l'amidon,
- L'étude des principales caractéristiques et propriétés de l'amidon du fruit à pain,
- La réalisation des tests d'aptitude à des transformations (panification, extrusion,...)

Le conseil régional de la Martinique, partenaire financier, a octroyé, sur des fonds du FSE, une bourse de formation doctorale durant les mois d'octobre 2007 à septembre 2010 pour la préparation de cette thèse.

Sommaire

I.	INTRODUCTION	1
II.	CONTEXTE DE L'ETUDE.....	4
II.1	La naturalisation du fruit à pain dans les Caraïbes	4
II.2	Données chiffrées sur le fruit à pain	5
II.2.1	Dans le monde.....	5
II.2.2	En Martinique.....	7
II.3	Utilisations traditionnelles du fruit à pain	8
II.3.1	Utilisations alimentaires.....	8
II.3.2	Utilisations non alimentaires	9
III.	TRAVAUX ANTERIEURS.....	10
III.1	Le Fruit à pain	10
III.1.1	Botanique	10
III.1.2	Complexe « botanique » du fruit à pain.....	11
III.1.3	Taxonomie.....	12
III.1.4	Diversité génétique	12
III.1.5	Comparaison des valeurs nutritionnelles du fruit à pain avec d'autres amylacées tropicales	14
III.1.6	Développement du fruit de l'arbre à pain.....	15
III.1.7	Modes de conservation.....	17
III.1.8	Etudes antérieures de quelques applications alimentaires	18
III.2	L'amidon.....	19
III.2.1	Etat des lieux sur l'amidon	19
III.2.2	Production et utilisations	19
III.2.3	Structure moléculaire.....	20
III.2.3.1	L'amylose	20
III.2.3.2	L'amylopectine	21
III.2.3.3	Le matériel intermédiaire	23
III.2.3.4	Les constituants mineurs des granules d'amidon.....	24
III.2.4	Hydrolyses des grains d'amidon.....	25
III.2.4.1	Hydrolyse acide.....	25
III.2.4.2	Hydrolyse enzymatique	25
III.2.5	Architecture granulaire	28
III.2.5.1	Structure cristalline de l'amidon.....	29

III.2.5.2	Ultra-structure du grain d'amidon.....	33
III.2.6	Traitements hydro-thermiques.....	36
III.2.6.1	Mécanismes de gélatinisation et fusion. Traitements hydrothermiques avec destruction de l'architecture granulaire	36
III.2.6.2	Changement phénoménologiques de la gélatinisation, l'empesage, et la fusion	38
III.2.6.3	Rétrogradation de l'amidon.....	40
III.2.7	Amidon des amylacées tropicales	41
III.2.7.1	Morphologie granulaire et structure moléculaire des amylacées tropicales	41
III.2.7.2	Propriétés fonctionnelles des amylacées tropicales.....	42
III.2.7.3	Particularités de l'amidon du fruit à pain	43
IV.	TRAVAUX REALISES.....	45
IV.1	Etude physico-chimique du fruit à pain	46
IV.1.1	MATERIELS & METHODES	46
IV.1.1.1	Matériel végétal.....	46
IV.1.1.2	Produits chimiques	47
IV.1.1.3	Méthodes d'analyses.....	47
IV.1.1.4	Méthodes physiques.....	48
IV.1.1.5	Méthodes physico-chimiques.....	50
IV.1.1.6	Tests statistiques	55
IV.1.2	RESULTATS ET DISCUSSION	59
IV.1.2.1	Influence de la zone géographique de récolte	60
IV.1.2.2	Influence de la saison	68
IV.1.2.3	Caractéristiques physiques et compositions moyennes.....	79
IV.1.3	CONCLUSION	80
IV.2	Etude du développement du fruit à pain	81
IV.2.1	MATERIELS & METHODES	82
IV.2.1.1	Suivi et prélèvement du matériel végétal.....	82
IV.2.1.2	Méthodes d'analyses.....	83
IV.2.2	RESULTATS ET DISCUSSIONS	85
IV.2.2.1	Evolution de la composition nutritionnelle	85
IV.2.2.2	Evolution du calibre	87
IV.2.3	CONCLUSION	91
IV.3	Etude de la variabilité génétique de l'arbre à pain.....	92
IV.3.1	MATERIELS & METHODES	93
IV.3.1.1	Matériel végétal.....	93
IV.3.1.2	Réactifs chimiques et biologiques	93

IV.3.1.3	Extraction de l'ADN génomique.....	94
IV.3.1.4	Technique AFLP	94
IV.3.1.5	Analyses statistiques.....	99
IV.3.2	RESULTATS ET DISCUSSIONS	100
IV.3.3	CONCLUSION	101
IV.4	Etude de l'amidon du fruit à pain	102
IV.4.1	MATERIELS & METHODES	102
IV.4.1.1	Optimisation de l'extraction de l'amidon du fruit à pain	102
IV.4.1.2	Morphologie et observation de la structure granulaire	104
IV.4.1.3	Analyses de la structure cristalline	105
IV.4.1.4	Détermination des sucres totaux	108
IV.4.1.5	Analyses de la structure moléculaire.....	109
IV.4.1.6	Analyses des propriétés fonctionnelles	113
IV.4.2	RESULTATS ET DISCUSSIONS	118
IV.4.2.1	Comparaison des méthodes d'extraction.....	118
IV.4.2.2	Production d'amidon selon les zones de prélèvement des fruits à pain	119
IV.4.2.3	Contenu en amidon selon les phases de croissance.....	120
IV.4.2.4	Morphologie et structure granulaire	121
IV.4.2.5	Structure cristalline.....	122
IV.4.2.6	Structure moléculaire	126
IV.4.2.7	Propriétés fonctionnelles.....	136
IV.4.2.8	Susceptibilité à l'hydrolyse	138
IV.4.3	CONCLUSION	144
IV.5	Quelques essais d'applications alimentaires.....	145
IV.5.1	MATERIELS & METHODES	145
IV.5.1.1	Méthodes expérimentales.....	145
IV.5.1.2	Méthodes d'analyses	150
IV.5.2	RESULTATS ET DISCUSSIONS	153
IV.5.2.1	Extrusion	153
IV.5.2.2	Produits expansés.....	154
IV.5.2.3	Produits de panification.....	157
IV.5.3	CONCLUSION	170
V.	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	171
	BIBLIOGRAPHIE	175

Table des illustrations

Figures

Figure 1 : Publications sur les propriétés des amidons.....	6
Figure 2 : Production mondiale de végétaux 2010 (Tonnes)	6
Figure 3 : Publications sur le fruit à pain	7
Figure 4 : Présentations – A) l'arbre à pain – B) le fruit à pain	9
Figure 5 : Illustration de la feuille et des inflorescences.....	9
Figure 6 : Coupe longitudinale d'un fruit à pain.....	11
Figure 7 : Suivis de la croissance	15
Figure 8 : Taille des segments polygonaux de la peau des fruits tout au long du développement - Mesures du diamètre moyen des polygones et le nombre de polygones par cm^2 – moyenne de 6 fruits	16
Figure 9 : Topographie de pelure de fruits à pain	16
Figure 10 : Représentation schématique de la structure de l'amylose.....	20
Figure 11 : Représentation schématique de la structure de l'amylopectine	21
Figure 12 : Modèles de structure en grappe de l'amylopectine proposés par a) French (1972), b) Robin et al. (1975), c) Hizukuri (1986), d) Bertoft (2004)	22
Figure 13 : Organisation moléculaire de l'amylopectine.....	23
Figure 14 : Photographies de grains d'amidons.....	28
Figure 15 : Grain d'amidon de bananes vertes (sans coloration).....	29
Figure 16 : Grains d'amidon natifs vus au microscope électronique à balayage et au microscope optique en lumière polarisée.....	29
Figure 17 : Diagrammes de diffraction des rayons X des amidons de type A, B et C	30
Figure 18 : Diagrammes de diffraction des rayons X des amidons de type A, B et Vh	31
Figure 19 : Modèle de la double hélice d'amylose	31
Figure 20 : Arrangement cristallin des types A et B	32
Figure 21 : Propositions de structure en super hélice de l'amylopectine	34
Figure 22 : Proposition de structure en « Blocklet ».....	34
Figure 23 : Thermogrammes obtenus par AED pour l'amidon de pomme de terre avec différentes fractions d'eau	36
Figure 24 : Schéma des différentes phases de l'évolution hydrothermique de l'amidon	37
Figure 25 : Transition de phase d'un polymère semi-cristallin, structure en « Fringe micelles »	39
Figure 26 : Photographies de grains d'amidons de fruits à pain.....	43
Figure 27 : Cartographie d'échantillonnage des fruits à pain	46
Figure 28 : Mesures des circonférences (cm)	48
Figure 29 : Mesures de l'épaisseur de la pulpe et du diamètre du cœur (cm).....	48
Figure 30 : Mesure de la fermeté de la peau (N).....	49

Figure 31 : Mesure de la couleur de la peau et de la pulpe (L*a*b).....	50
Figure 32 : Lecture de la boîte à moustaches.....	56
Figure 33 : Lecture du dendogramme	58
Figure 34 : Boîte à moustaches représentant le pourcentage de glucides contenus dans les fruits à pain selon les zones	62
Figure 35 : Boîte à moustaches représentant le taux d'amidon contenu dans les fruits à pain selon les zones ...	62
Figure 36 : Boîte à moustaches représentant le calibre des fruits à pain selon les zones	63
Figure 37 : Boîte à moustaches représentant la palatabilité des fruits à pain selon les zones	64
Figure 38 : Classification Ascendante Hiérarchique de l'effet zone de récolte.....	66
Figure 39 : Boîte à moustaches représentant le pourcentage de glucides contenus dans les fruits à pain aux 2 saisons.....	71
Figure 40 : Boîte à moustaches représentant le taux d'amidon contenu dans les fruits à pain aux 2 saisons.....	71
Figure 41 : Boîte à moustaches représentant le calibre des fruits à pain aux 2 saisons	72
Figure 42 : Boîte à moustaches représentant la palatabilité des fruits à pain aux 2 saisons.....	72
Figure 43 : Classification Ascendante Hiérarchique de l'effet saison	74
Figure 44 : Classification Ascendante Hiérarchique de l'effet saison sur tout le territoire.....	77
Figure 45 : Période de suivi du développement du fruit à pain	82
Figure 46 : Liste des mesures analytiques en fonction du temps	82
Figure 47 : Evolution de la palatabilité et de la production d'amidon durant le développement des fruits à pain	85
Figure 48 : Evolution des sucres solubles durant le développement des fruits à pain.....	86
Figure 49 : Modèle de croissance en comparaison à l'évolution du poids	87
Figure 50 : Evolution de la densité des polygones et de la couleur de la peau (*b) durant le développement du fruit à pain.....	88
Figure 51 : Modèles de croissance des fruits à pain de Martinique	90
Figure 52 : Méthode AFLP	26
Figure 53 : Fruits à pain de Martinique correspondants aux échantillons de feuilles prélevées	93
Figure 54 : Classification génétique des 37 différents échantillons récoltés en Martinique et en Guadeloupe ..	100
Figure 55 : Schéma d'obtention des matières premières pour l'extraction de l'amidon.....	102
Figure 56 : Amidon dans le culot du tube après la 1 ^{ère} centrifugation	103
Figure 57 : Thermogramme type d'un endotherme d'amidon	105
Figure 58 : Résistivité d'une solution d'amylose pure en fonction de l'ajout d'iodate de potassium	110
Figure 59 : Amylogramme d'un amidon de pomme de terre	114
Figure 60 : Rendement d'extraction (%) selon le solvant	118
Figure 61 : Rendement d'extraction (%) selon le procédé de traitement pour stabiliser l'extrait.....	119
Figure 62 : Production d'amidon selon les zones de prélèvement	119
Figure 63 : Production d'amidon au cours du développement.....	120
Figure 64 : Observation de grains d'amidon de fruit à pain (sans coloration, X 40)	122

<i>Figure 65 : Thermogrammes AED des amidons NA, P10, AF3 et S.....</i>	<i>123</i>
<i>Figure 66 : Diagrammes de diffraction des échantillons d'amidon.....</i>	<i>124</i>
<i>Figure 67 : Diagrammes d'éluion en HPSEC de l'amidon NA</i>	<i>128</i>
<i>Figure 68 : Chromatogrammes obtenus en HPSEC des amidons NA, P18, AF3, AF2.....</i>	<i>129</i>
<i>Figure 69 : Distribution de masses molaires</i>	<i>132</i>
<i>Figure 70 : Densités apparentes selon les masses molaires.....</i>	<i>134</i>
<i>Figure 71 : Diagrammes de consistance des amidons.....</i>	<i>137</i>
<i>Figure 72 : Cinétiques de digestion enzymatique des amidons en 48 heures</i>	<i>138</i>
<i>Figure 73 : Cinétiques d'hydrolyse des amidons en 35 jours.....</i>	<i>140</i>
<i>Figure 74 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon NA.....</i>	<i>141</i>
<i>Figure 75 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon C</i>	<i>142</i>
<i>Figure 76 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon AF1</i>	<i>142</i>
<i>Figure 77 : Diagramme des opérations unitaires d'obtention de produits expansés.....</i>	<i>146</i>
<i>Figure 78 : Four à sol utilisé pour les essais de panification (Bongard, France).....</i>	<i>148</i>
<i>Figure 79 : Détermination de la masse volumique du pain.....</i>	<i>148</i>
<i>Figure 80 : Une opération de morphologie mathématique.....</i>	<i>150</i>
<i>Figure 81 : Illustration des traitements d'érosion et de dilation appliqués sur l'image d'une tranche de pain ..</i>	<i>151</i>
<i>Figure 82 : Diagrammes de diffraction des produits extrudés</i>	<i>154</i>
<i>Figure 83 : Expansion au four à micro-onde (800 W).....</i>	<i>154</i>
<i>Figure 84 : Expansion au four traditionnel.....</i>	<i>155</i>
<i>Figure 85 : Expansion en friture en bain d'huile.....</i>	<i>155</i>
<i>Figure 86 : Effet du tamisage de la farine sur le lissage de la pâte</i>	<i>160</i>
<i>Figure 87 : Pains au format baguettes.....</i>	<i>161</i>
<i>Figure 88 : Pains au format « court ».....</i>	<i>161</i>
<i>Figure 89 : Pains au beurre</i>	<i>162</i>
<i>Figure 90 : Imagerie des pains traditionnels retenus</i>	<i>163</i>
<i>Figure 91 : Imagerie des pains au beurre retenus</i>	<i>164</i>
<i>Figure 92 : Courbes moyennes de texture granulométrique en niveaux de gris</i>	<i>165</i>
<i>Figure 93 : Carte de ressemblance des pains retenus</i>	<i>166</i>
<i>Figure 94 : Profils des vecteurs propres de la carte de ressemblance</i>	<i>166</i>
<i>Figure 95 : Diagrammes de diffraction des rayons X pour un pain traditionnel</i>	<i>168</i>
<i>Figure 96 : Diagrammes de diffraction des rayons X pour un pain au beurre.....</i>	<i>169</i>

Tableaux

Tableau 1 : Production mondiale de 2010, en tonnes de céréales d'amylacées	2
Tableau 2 : Composition nutritionnelle de différentes ressources amylacées tropicales (unité / 100 g de masse fraîche)	14
Tableau 3 : Pourcentages en constituants mineurs des amidons classiques	24
Tableau 4 : Caractéristiques connues des amidons classiques.....	28
Tableau 5 : Caractéristiques des grains d'amidon de quelques plantes amylacées tropicales	14
Tableau 6 : Propriétés de l'amidon de quelques plantes amylacées tropicales	14
Tableau 7 : Caractéristiques et propriétés connues de l'amidon du fruit à pain.....	41
Tableau 8 : Répartition par zone des fruits à pain récoltés en vue de la caractérisation physico-chimique intrinsèque du fruit.....	60
Tableau 9 : Caractéristiques physiques des fruits à pain prélevés selon les zones.....	60
Tableau 10 : Caractéristiques de couleurs des fruits à pain prélevés selon les zones	61
Tableau 11 : Caractéristiques chimiques des fruits à pain prélevés selon les zones	61
Tableau 12 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact de la zone	65
Tableau 13 : Répartition des fruits à pain récoltés en vue de la caractérisation intrinsèque du fruit en fonction de la saison	69
Tableau 14 : Caractéristiques physiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes	69
Tableau 15 : Caractéristiques de couleurs comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes.....	69
Tableau 16 : Caractéristiques chimiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes	70
Tableau 17 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact des saisons dans le Nord Atlantique	73
Tableau 18 : Caractéristiques physiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire	75
Tableau 19 : Caractéristiques de couleurs comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire	75
Tableau 20 : Caractéristiques chimiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire	75
Tableau 21 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact des saisons sur tout le territoire	76
Tableau 22 : Caractéristiques physiques de tous les fruits à pain étudiés	79
Tableau 23 : Comparaison de nos résultats de valeurs nutritives à celles d'autres études	79
Tableau 24 : Concentrations des solutions étalons en sucres solubles pour le dosage en HPLC.....	84
Tableau 25 : Evolution des caractéristiques physiques des fruits au cours de leur développement	89
Tableau 26 : Composition du Mix de restriction.....	95
Tableau 27 : Composition du Mix de ligation.....	96
Tableau 28 : Amorces de pré-amplification	96

Tableau 29 : Composition du Mix PCR de pré-amplification	96
Tableau 30 : Couples d'amorces.....	98
Tableau 31 : Composition du Mix PCR d'amplification sélective.....	98
Tableau 32 : Matières premières pour les analyses des grains d'amidon.....	104
Tableau 33 : Diamètres moyens des grains d'amidon obtenus par granulométrie laser.....	121
Tableau 34 : Caractéristiques mesurées en AED des amidons	123
Tableau 35 : Degrés de cristallinité des amidons et farines déterminés par diffraction des rayons X.....	125
Tableau 36 : Teneurs en amylose déterminées par CLI et λ_{max}	126
Tableau 37 : Performances de l'analyse HPSEC – MALLS.....	127
Tableau 38 : Masses molaires de l'amidon et de l'amylose de fruit à pain.....	131
Tableau 39 : Caractéristiques moléculaires de l'amylopectine mesurées en HPSEC-MALLS.....	133
Tableau 40 : Caractéristiques de solubilité-gonflement des amidons mesurées à 30 °C	136
Tableau 41 : Caractéristiques mesurées par RVA des amidons de fruits à pain.....	136
Tableau 42 : Paramètres d'hydrolyse enzymatique en 48 heures.....	139
Tableau 43 : Paramètres d'hydrolyse acide en 35 jours.....	140
Tableau 44 : Caractéristiques mesurées en HPAEC – PAD des résidus d'hydrolyse des amidons	143
Tableau 45 : Formulations testées pour la réalisation des pains traditionnels.....	149
Tableau 46 : Formulations testées pour la réalisation des pains au beurre.....	149
Tableau 47 : Caractéristiques mesurées en AED des farines et des produits extrudés	153
Tableau 48 : Taux d'expansion des crackers	156
Tableau 49 : Fermeté des crackers.....	156
Tableau 50 : Formulations retenues des pains traditionnels	159
Tableau 51 : Différences mesurées entre les pains traditionnels à différentes teneurs de farine de fruit à pain	159
Tableau 52 : Formulations retenues des pains au beurre	161
Tableau 53 : Différences mesurées entre les pains au beurre.....	162

Annexes

<i>ANNEXE 2 : Noms vernaculaires d'Artocarpus atilis.....</i>	<i>195</i>
<i>ANNEXE 3 : Liste des collections des fruits à pain Ex situ</i>	<i>196</i>
<i>ANNEXE 4 : Recommandations pour maintenir la qualité après récolte.....</i>	<i>198</i>
<i>ANNEXE 5 : Répertoire des amylacées tropicales en Martinique et Guadeloupe</i>	<i>200</i>

Abréviations utilisées

ACP : Analyse en Composantes Principales

ADN : Acide désoxyribonucléique

AED : Analyse Enthalpique Différentielle, ou *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*

AFLP: Amplified Fragment Length Polymorphism

AFM : Microscopie de Force Atomique

AGS : Amyloglucosidase

AR : Amidon Résistant, ou *Resistant Starch (RS)*

CAH : Classification Ascendante Hiérarchique

CLI : Capacité de Liaison à l'Iode

CTAB : Bromure d'hexadécyltriméthylammonium

dGapp : Densité apparente (en HPSEC)

DMSO : Dimethylsulfoxyde

DP : Degré de Polymérisation

DTz : coefficient de diffusion

EDTA : Acide Ethylène diamine tétracétique

ESS : Extrait Sec Soluble

FAO : Food and Agricultural Organisation

FAOSTAT : Statistique de la FAO

G6P-DH : Glucose-6-phosphate déshydrogénase

GMS : Grandes et Moyennes Surfaces

HK : Hexokinase

HPAEC-PAD : High Performance Anion Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection

HPLC : High Performance Liquid Chromatography

HPSEC-MALLS : High Pressure Size Exclusion Chromatography – Multi Angle Laser Light Scattering, ou *Chromatographie d'exclusion stérique – Diffusion de lumière multi angles*

HR : Humidité Relative

MEB : Microscope Electronique à Balayage, ou *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

MET : Microscope Electronique à Transmission

MF : Masse fraîche

ν G : coefficient hydrodynamique (en HPSEC)

MS : Matière Sèche

Mn : Masse molaire en nombre de l'amylopectine (en HPSEC)

Mp : Masse molaire en poids de l'amylopectine (en HPSEC)

NA : Nord Atlantique

NADP⁺ ; NADPH, H⁺ : Nicotinamide Adénine Dinucléotide Phosphate

NC : Nord Caraïbe

NTBG : National Tropical Botanical Garden

NUS : Neglected Underutilised crop Species

PCR : Polymerase Chain Reaction

PNNS : Plan National Nutrition Santé

PPA : Pancreatic porcine α – amylase

ppm : partie par millions

ppp : pixels par pouce, ou *dots per inch (dpi)*

PVPP: Polyvinylpyrrolidone

Rg : Rayon de giration (en HPSEC)

RGB :Red green blue

rpm : rotation par minute

RVA : Rapid Visco Analyser

RVU : Rapid Visco analyser Unit

Tc : Température de cristallisation

TEA : Tampon triéthanolamine

Tf : Température de fusion, ou *melting temperature (Tm)*

Tg : Température de transition vitreuse

T_{max} : Température de gélatinisation

UB : Unité de Brabender, *Brabender Unit (BU)*

UPGMA : Unweight Pair Group Method with Arithmetic mean

UWI : Université des West Indies

VE : Valeur Energétique

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

La Martinique fait partie des RUP, Régions Ultra – Périphériques, des pays inscrits dans l'UE, Union Européenne, tels que l'Espagne avec l'archipel des Canaries, le Portugal avec les archipels des Açores et de Madère, et la France avec ses 5 DOM, Département d'Outre-mer : Martinique, Guadeloupe, Guyane, Réunion et Mayotte. Les RUP bénéficient des mêmes droits communautaires que les autres pays, néanmoins, ils jouissent de dérogations au cas par cas en fonction de leurs handicaps structurels en matière d'aides d'Etat, d'agriculture, de pêche ou de fiscalité. Cette distinction dénote bien que l'insularité et l'éloignement géographique du territoire, auquel le RUP est rattaché, amènent à répondre à des besoins spécifiques.

En matière d'agriculture, en Martinique, la banane a longtemps été plébiscitée, et auparavant la canne à sucre. Ces cultures ont été motivées, depuis les temps de l'esclavage à nos jours, aux grés des besoins des populations métropolitaines. Actuellement, ces cultures subissent une désaffection des consommateurs métropolitains face à la concurrence des productions extérieures pour la banane, ou à cause de nouvelles propositions pour le sucre (de betterave, édulcorants, stevia...). L'économie locale s'étant majoritairement structurée autour de ces cultures, et les consommateurs locaux ne pouvant pas absorber toute cette production, aujourd'hui, ce système économique se retrouve à l'agonie. Les surfaces agricoles diminuent au profit de l'urbanisation, ou pour de nouvelles tendances, telles que les technologies à énergie propre : éoliennes, panneaux photovoltaïques.

La monoculture montrant des signes d'essoufflement, l'orientation vers le développement de cultures jusqu'alors de proximité est un moyen de répondre au désarroi des agriculteurs. La culture du fruit à pain est l'une d'entre elles, qui pourra permettre aux agriculteurs de rebondir.

L'accroissement des connaissances relatives à la qualité des amidons des productions agricoles amylicées constitue un enjeu pour leur valorisation. En effet, des axes d'innovation pourraient être envisagés, soutenant alors, ici et là, la diversification de l'agriculture et la création de nouveaux marchés. En France, le Plan National Nutrition Santé (PNNS 2), reconduit sur la période 2006 – 2010, recommande fortement la diversification de l'offre alimentaire pour un bénéfice santé du consommateur, avec des fibres, des amidons résistants, des composés antioxydants...

Il existe de nombreux travaux sur les amidons de céréales. A l'inverse, les amylicées tropicales ont jusqu'à présent été l'objet de bien moins de travaux. Des connaissances physico-chimiques et biochimiques sont indispensables pour dynamiser la diversification de l'agriculture, favoriser la pérennisation et la valorisation d'une ressource naturalisée, à dimension patrimoniale, tel que le fruit à pain. De plus la mise en lumière de cette ressource amylicée est une ouverture comme moyen de substitution des amidons importés. Aussi, ce projet permettra aux acteurs

locaux de s'inscrire dans le développement durable, tout en initiant une culture mieux managée du fruit à pain.

Les propriétés nutritionnelles et fonctionnelles des amidons constituent un domaine d'étude, pouvant apporter à terme des solutions aux consommateurs face à leurs besoins en matière d'hygiène alimentaire, grâce à la consommation de ressources végétales locales pourvues de propriétés d'intérêt santé.

Les amyloacées les plus cultivées et les plus étudiées sont des graines céréalières tels que le blé, le riz ou le maïs et un tubercule la pomme de terre. Les plus importantes amyloacées tropicales sont généralement des racines (manioc), des tubercules (patate douce, ignames) et de rares fruits (banane dessert verte et banane plantain).

Dans ce contexte, l'opportunité de développer des aliments sources d'amidon (remplacement des sucres simples) et de fibres (augmentation de la consommation de fibres) à partir du fruit à pain, *Artocarpus altilis*, répandu sous les tropiques et singulièrement apprécié en Martinique, est un axe à explorer pour contribuer à une meilleure valorisation des amyloacées tropicales.

Il est évident que pour proposer des produits alimentaires répondant aux attentes des consommateurs, il convient de disposer de variétés adaptées et de produits transformés correspondant à certaines formes d'appropriation des ressources végétales par les consommateurs (prêt à l'emploi, 4^{ème} gamme...).

Les principaux objectifs de cette thèse, dont l'objet d'étude est le fruit de l'arbre à pain, *Artocarpus altilis* var. *non seminifera*, sont :

- La caractérisation qualitative de la ressource fruit à pain, étudiée à partir d'échantillons prélevés sur le territoire de la Martinique divisé en quatre zones,
- L'élaboration de connaissances relatives à des fonctionnalités nutritionnelles, santé et texturantes de l'amidon du fruit à pain,
- La maîtrise de modalités de transformation du fruit à pain,
- Le développement de produits innovants favorables à la création de nouveaux marchés.

Des ressources et productions végétales souffrent d'une disponibilité commerciale généralement limitée à des formes fraîches, éloignées des standards des circuits modernes de distribution : prêt à l'emploi, farine, fécule, formes congelées, instantanées,...., c'est le cas du fruit à pain.

Des amyloacées tropicales, tels que le fruit à pain, la patate douce,... sont souvent associées, en Martinique, à l'alimentation du temps de « l'amiral Robert », temps de la seconde guerre mondiale, où la pénurie était répandue dans la majorité de la population qui cherchait essentiellement à calmer sa faim. Actuellement, des ressources amyloacées ont été délaissées par les consommateurs pour des féculents, mieux connus et disponibles sous des formes qui correspondent aux modèles de consommation moderne : pâtes, purées....

Notre étude sur le fruit à pain se veut aussi la continuation d'un processus de réhabilitation sur des bases objectives et socio-économiques. Il faut donc pour cela caractériser cette ressource pour se la réappropriier sur des bases objectives. C'est un des objectifs de ce travail. Il vise précisément une meilleure connaissance des caractéristiques physico-chimiques, physiologiques et biochimiques du fruit à pain, ainsi que les caractéristiques structurales, comportementales de son amidon, pour en dégager des aptitudes technologiques intéressantes en productions alimentaires.

CONTEXTE DE L'ETUDE

II. CONTEXTE DE L'ETUDE

II.1 La naturalisation du fruit à pain dans les Caraïbes

Le fruit à pain a été domestiqué pour la 1^{ère} fois dans la zone du Pacifique Ouest, et puis disséminé vers l'Est par les populations Lapita il y a 3000 ans (Zerega, Ragone et Motley, 2006). A la fin de l'ère médiévale, les premiers voyageurs européens arrivés dans l'Océanie lui ont reconnu un fort potentiel alimentaire. Au XVIII^e siècle, en Europe, les récits des explorateurs ont été à la base de projets portés par des naturalistes et des hommes de pouvoir, envisageant le fruit à pain comme une alternative au blé, cela dans un contexte de crise alimentaire qui sévissait en Europe (Spary, 2000). Il a aussi été retenu comme ressource alimentaire facilement produite et pas chère pour nourrir les esclaves d'origine africaine des plantations d'Amérique. Mais suite à sa naturalisation dans les plantations d'Amérique, le fruit à pain a été rejeté par les esclaves et leurs descendants.

André Thouin, responsable du Jardin des plantes de Paris diligenta en 1791 une expédition afin d'introduire le fruit à pain en France et dans ses colonies. De Lahaye, choisi par Thouin, comme le jardinier de l'expédition D'Entrecasteaux, ramena au port de Rochefort (France) en 1797, des îles Tonga (l'île Tongatapu), 8 caisses de plantes et arbustes dont des plants d'arbre à pain. Ces derniers, après être passés par le Jardin des Plantes furent l'année suivante réexpédiés en Guyane, sur la Décade, navire qui transportait des exilés, les « Fructidorisés » (Durnerin, 2008). En 1792, G.A. Olivier rapporte des observations sur la culture de l'arbre à pain en Guyane Française. Il s'agit en fait d'une variété à graines (châtaignes) (var. *seminifera*), ramenée du Pacifique, déposée au jardin de Pamplemousse, à l'île de France (île Maurice) et transportée ensuite à Cayenne, diffusée à Saint-Domingue et à la Martinique (publié par Journal d'Histoire Naturelle, Vol 2, 1794, pp 72 – 80). Ainsi, souvent dans la littérature, il y a conflit de date entre des récits relatant l'introduction du fruit à pain aux Antilles, du fait de la ressemblance morphologique entre les arbres des deux variétés de la même espèce : l'arbre à pain (var. non *seminifera*) et le châtaignier-pays (var. *seminifera*).

Ce n'est qu'en 1798 que la France introduisit l'arbre à pain dans ses colonies d'Amérique tropicale, à partir d'une seule variété de fruit à pain sans graines, appelée *kélé-kélé*, ramenée par Delahaye, et amenée en Guyane par J. Martin, jardinier royal, puis disséminée dans ses colonies des Caraïbes, Martinique et Guadeloupe (Leakey 1977 ; Rouillard et Gueho, 1985). Le fruit à pain sans graines a été introduit, à partir de Cayenne, en 1811, au Brésil (Jarrett 1959), bien que les Portugais y aient fait une introduction directe à partir d'autres sources, probablement des Maldives (Leakey 1977).

Dans les Caraïbes, historiquement, seules six variétés sans graines ont été introduites par les gouvernements colonisateurs, Anglais et Français :

Tableau 1 : Production mondiale de 2010, en tonnes de céréales d'amylacées
Les éléments chiffrés proviennent de la base statistique de la FAO (FAOSTAT)

Rang global	Ressource	Nom latin	Production (T)	Rendement (T.Ha ⁻¹)	Surface (ha) cultivée	Organe végétal riche en amidon
2	Maïs ¹	<i>Zea mays</i>	844 358 253	5,2	161 821 251	Graine
3	Riz ²	<i>Oryza spp.</i>	672 021 180	4,4	153 650 582	Graine
4	Blé ¹	<i>Triticum</i>	651 397 902	3,0	216 775 462	Graine
5	Pomme de terre ¹	<i>Solanum tuberosum</i>	324 271 626	17,4	18 601 994	Tubercule
7	Manioc¹	<i>Manihot esculenta</i>	228 548 696	12,4	18 419 102	Tubercule
11	Orge ²	<i>Hordeum spp.</i>	123 695 392	2,6	47 536 419	Graine
12	Patates douces²	<i>Ipomea batatas</i>	106 579 909	13,2	8 099 083	Tubercule
13	Bananes³	<i>Musa spp.</i>	102 114 819	21,3	4 801 991	Fruit
24	Sorgho²	<i>Sorghum spp.</i>	55 646 992	1,4	40 508 600	Graine
25	Ignames³	<i>Dioscorea spp.</i>	48 701 460	10,2	4 776 268	Tubercule
29	Banane plantain³	<i>Musa</i>	36 561 851	6,8	5 395 408	Fruit
32	Mils ²	<i>Penisetum; Setaria; Panicum</i>	29 171 819	0,8	35 127 976	Graine
42	Avoine ²	<i>Avena</i>	19 600 935	2,2	9 054 772	Graine
50	Triticale	<i>Triticum x Secale</i>	13 168 220	3,4	3 926 078	Graine
51	Seigle	<i>Secale cereale</i>	12 328 178	2,3	5 327 467	Graine
57	Taro (Cocoyam)	<i>Colocasia esculenta</i>	8 991 704	7,2	1 257 059	Bulbe
85	Châtaigne	<i>Castanea spp.</i>	1 958 547	3,7	525 711	Noix
91	Sarrasin, blé noir	<i>Fagopyrum spp.</i>	1 517 661	0,8	1 882 328	Graine
	Fruit à pain	<i>Artocarpus altilis</i>	1 - 2 000 000⁵	16 - 32⁶		Fruit
112	Fonio	<i>Digitaria exilis</i>	531 574	0,9	601 635	Graine
118	Yautia, chou caraïbe (cocoyam)	<i>Xanthosoma sagittifolium</i>	333 161	7,8	42 866	Bulbe
136	Quinoa ⁴	<i>Chenopodium quinoa</i>	71 419	0,8	86 303	Graine
	Achira (balisier rouge) ⁴	<i>Canna edulis</i>				Rhizome
	Ahipa ⁴	<i>Pachyrhizus ahipa</i>				Racine
	Arracacha ⁴	<i>Arracacia xanthoriza</i>				Racine
	Maca ⁴	<i>Lepidium meyenii</i>				Hypocotyle
	Mashua ⁴	<i>Tropaeolum tuberosum</i>				Tubercule
	Mauka ⁴	<i>Mirabilis expansa</i>				Racine
	Oca ⁴	<i>Oxalis tuberosa</i>				Tubercule
	Ulluco ⁴	<i>Ullucus tuberosus</i>				Tubercule
	Amaranth	<i>Amaranthus spp</i>				Graine
	Ensete	<i>Ensete ventricosa</i>	1 000 000 ⁵			Pseudo tige
	Sago (Pandanus) ²	<i>Metroxylon spp.</i>	1-2 000 000 ⁵			Tige
	Elephant yam	<i>Amorphophallus spp.</i>				Bulbe
	Arrowroot ²	<i>Marantha arundinacea</i>				Rhizome
	Lotus	<i>Nelumbo spp.</i>				Rhizome
	Céréales		2 469 926 838	4,5	422 279 927	
	Racines et tubercules		405 169 150	9,5	25 619 670	

Les productions essentiellement à exclusivement tropicales sont en caractères gras.

¹ Matière première majeure pour l'industrie de l'amidon,

² Matière première pour des productions régionales, à base d'amidon

³ Sources potentielles d'amidon, dont les utilisations en transformation sont limitées,

⁴ Récoltes de la région des Andes,

⁵ Estimations (FAO 2004),

⁶ Données extraites de Morton, J. F. (1987).

- En effet, les Britanniques avaient, avant les Français, introduit cinq variétés amenées par le capitaine William Bligh en décembre 1792 à Saint-Vincent, puis en février 1793 à la Jamaïque : 4 originaires de Tahiti et une de Timor (Ragone, 1997)
- La variété, *kélé-kélé*, amenée par la France en 1797, venant des îles Tonga, l'île Tongatapu, via Cayenne (Leakey, 1977 ; Rouillard et Gueho, 1985).

De ce fait, la diversité variétale rencontrée aux Antilles Françaises serait faible, avec une variété dominante, le *kélé-kélé*, *Artocarpus altilis* var non *seminifera*. Cependant, la Martinique a été administrée par les Anglais de 1794 à 1802, ce qui laisse supposer qu'il y aurait probablement eu introduction d'autres variétés provenant de l'expédition anglaise du Capitaine Bligh.

De nos jours, en Martinique, on observe des différences morphologiques entre les fruits à pain, bien qu'elles ne soient pas considérées comme des critères phénotypiques de variétés : certains fruits à pain sont de petites tailles, appelés fruits à pain « cafés » ; d'autres présentent des variations de couleur de leur pulpe (blanche ou jaune).

II.2 Données chiffrées sur le fruit à pain

II.2.1 Dans le monde

La FAO (Food and Agricultural Organisation) répertorie dans ses bases de données chiffrées FAOSTAT 142 espèces alimentaires produites dans le monde en 2010. Le tableau 1 reporte les principales productions d'espèces végétales (en tonnes), de céréales et de fruits et légumes amyliacés tropicaux. Quatre céréales (maïs, riz, blé et orge) contribuent à un tonnage plus important dans l'alimentation humaine mondiale que les 26 autres récoltes suivantes combinées. Huit céréales (blé, maïs, riz, orge, sorgho, avoine, seigle, et millet) fournissent 56 % de l'énergie alimentaire et 50 % des protéines consommées dans le monde. Trois céréales, maïs, blé et riz, constituent au moins 75 % de la production mondiale céréalière (Cordain, 1999).

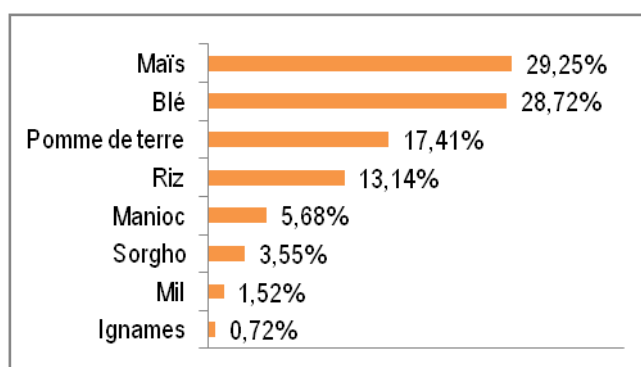
Les amyliacés (maïs, riz, blé, pomme de terre...) représentent une part relativement importante de la production agricole mondiale ainsi que de l'alimentation humaine et animale.

Afin de resituer dans le contexte régional l'objet de la thèse, nous avons fait le choix de considérer les chiffres des amyliacés tropicaux produits dans la Caraïbe.

La pomme de terre (originale des Andes) et le maïs (originale du Mexique) sont des amyliacés d'origine tropicale, mais cultivés majoritairement hors des tropiques. Ils dominent le marché de l'amidon avec le blé et le riz. Ils bénéficient déjà de connaissances scientifiques approfondies.

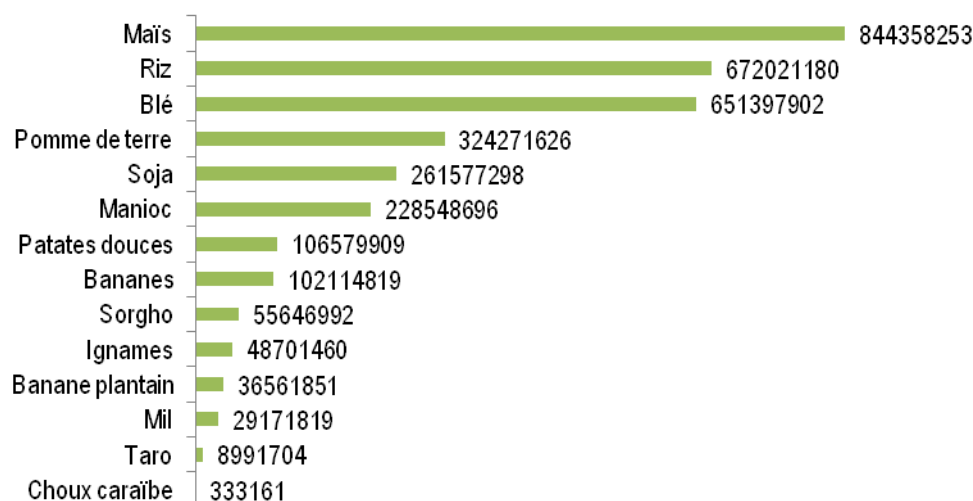
Au niveau international, la FAO n'a pas de chiffre de production de fruit à pain. Néanmoins il y a une estimation de 2 millions de tonnes en production totale en 2004, ce qui le placerait au 98^{ème}

rang mondial des ressources cultivées. Le fruit à pain est cité dans la liste des aliments sous utilisés (Knudsen et al. 2008) dits N.U.S. (Neglected Underutilised crop Species). Cependant, il demeure l'aliment de base dans la nourriture traditionnelle de certaines îles du Pacifique d'où il est originaire.



**Figure 1 : Publications sur les propriétés des amidons
FAO, 1998**

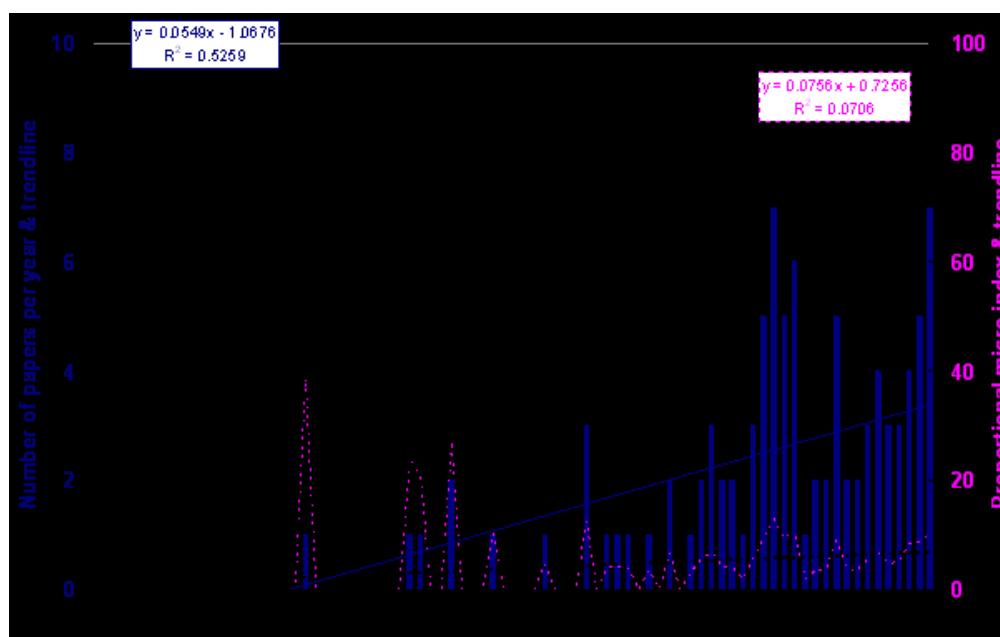
Un article paru en 1998 dans Focus, « Le marché boude les amidons tropicaux » (FAO) met en lumière le défaut d'intérêt relatif des scientifiques sur la recherche des caractéristiques fonctionnelles des amidons tropicaux (Figure 1). Nous pouvons observer que les profils, par espèce, du nombre de publications et du tonnage de la production mondiale (Figure 2) sont comparables. Cette observation laisse supposer que les connaissances physico-chimiques amènent à accroître la consommation et la transformation des espèces étudiées, et qu'elles suscitent à terme un intérêt économique pour les acteurs de l'agroalimentaire et de l'agro-industrie.



**Figure 2 : Production mondiale de végétaux 2010 (Tonnes)
FAOSTAT**

Cependant depuis les années 1990, une augmentation brutale du nombre des études scientifiques sur le fruit à pain est observée (Figure 3). Aussi, il y a eu en 2007 l'organisation du

1er symposium ISHS (International Society for Horticultural Science) on Breadfruit Research and Development, aux îles Fidji.



**Figure 3 : Publications sur le fruit à pain
Australian New Crops, 2008**

II.2.2 En Martinique

Les marchés de gros et de détail alimentent pour 80 % la distribution des fruits et légumes de Martinique. Les 20 % restants proviennent des coopératives et des groupements, selon les données de la Chambre d'agriculture de la Martinique.

Depuis 2002, une unité de fabrication industrialisée transforme le fruit à pain en surgelé prêt à l'emploi. En 2006, 114 tonnes de fruit à pain y ont été traitées. Dans le même temps, plus de 50 tonnes ont été vendues en frais dans les grandes et moyennes surfaces (GMS) de distribution et les collectivités de restauration. Il est à noter que les arbres à pain, présents de manière éparse dans les zones anthropisées, se répartissent majoritairement dans le Nord Atlantique des communes du Robert au Lorrain en passant par le Gros-Morne, qui sont des zones pluvieuses et de moyenne altitude réunissant les conditions idéales de croissance. Néanmoins, les arbres à pain sont retrouvés sur quasiment tout le territoire. Le constat d'absence de culture dédiée entraîne une commercialisation inconstante, aggravée par une forte périssabilité (3 jours maximum de stockage maximum à température ambiante (environ 25 °C)), excluant son exportation. La consommation de fruits produits par des arbres ici et là, sans passer par les circuits formels ou informels de commercialisation, est très probablement bien supérieure aux 114 tonnes de fruits passés par les circuits de distribution en 2006. Il faut en être conscient pour se faire une idée de la place du fruit à pain dans la consommation réelle locale et des attentes potentielles des consommateurs locaux vis-à-vis de ce fruit.

II.3 Utilisations traditionnelles du fruit à pain

II.3.1 Utilisations alimentaires

Les utilisations traditionnelles décrites sont mises en œuvre essentiellement dans la zone d'origine du fruit à pain, le Pacifique. C'est un fruit sphérique à ovoïde, amylicé, pesant 2 à 4 kg. Après pelage et enlèvement du cœur, la pulpe (70 % du fruit) est comestible, pour les variétés sans graines. De nombreuses préparations culinaires du fruit à pain ont été décrites (Ouensanga, 1983 ; Commisiong, 1993 ; Mc Intoch et Manchew, 1993 ; Ragone, 1997 ; Fournet, 2002 ; Dongar-Julienne, 2006 ; Le Bellec, 2007), faisant du fruit à pain un fruit à usages multiples. Il peut être consommé mûr ou immature, bouilli, cuit à la vapeur ou au four, rôti ou frit comme accompagnement, lactofermenté (Atchley et Cox, 1985), confit... Il peut être également transformé en farine utilisée en complément de la farine de blé en boulangerie, ou comme gélifiant dans la préparation de crème pour le petit-déjeuner (Roberts-Nkrumah et Badrie, 2005). Les fruits mûrs sont mous et sucrés et sont utilisés dans la fabrication de gâteaux, de cookies et de flans. Le fruit à pain peut aussi être conservé par séchage ou par lactofermentation (Beyer, 2007).

Dans la Caraïbe, le fruit à pain servait exclusivement à l'alimentation animale, 50 ans après son introduction (Howard, 1953). Avec le temps, le fruit à pain a graduellement été accepté comme aliment de base, en particulier dans les zones rurales. Durant les années 1960, Roberts-Nkrumah (1993) a estimé la consommation par personne à 34,5 kg / an, dans certaines îles anglophones des Caraïbes. Des variations sont relevées d'une île à l'autre (Powell, 1977 ; Barnes, 1993 ; Marte, 1986). En saison de production, on trouve du fruit à pain frais sur tous les marchés locaux. De petites quantités sont transformées en produits congelés, déshydratés, en conserve, en farines, chips, et les fleurs mâles sont confites (Roberts-Nkrumah, 1993 ; Worrell, 1994 ; Roberts-Nkrumah et Badrie, 2005).

Aux Antilles françaises, le fruit à pain est plus généralement consommé, à maturité, comme légume. C'est l'aliment amylicé de base quotidien, en milieu rural en particulier.

Les préparations typiques sont :

- le migan à la Martinique, qui est un mélange de fruit à pain, de giraumon (*Cucurbita maxima* Duschene) et de viande de porc salé mijotés,
- le velouté de fruit à pain
- le bébé à Marie-Galante, qui est une soupe, de fruit à pain, de carottes, de bananes vertes, de pâtes fraîches (roulée en boulettes), de tripes et de poitrine de porc salé

Les produits transformés commercialisés en Martinique sont la farine, et des surgelés de morceaux de pulpe de fruit à pain. L'inflorescence mâle, dite « tototte » est confite (Fournet, 2002).



A - L'arbre à pain
(Crédit photo Joselle Nacitas)



B - Fruits à différents stades de développement
(Crédit photo Louis Fahrasmane)

***Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg (1941)**

Synonymes : Parkinson (1773), *Radermachia incisa* Thunb., *Artocarpus incisa* (Thunb.) L.f., *Artocarpus communis* J. R. & G. Forster, *Artocarpus incisa* (Thunb.) L.f. var. *non seminifera* Duss (1897).

Noms vernaculaires (Annexe 1) : Arbre à pain, Fruit à pain, Fouyapen, Friyapen.

Breadfruit, Arbol de pan, Palo de pan, Pan, Pana, Pana foresta, Fruto de pan, Mazapan, Lavapén, Panapén, Mapén, Bwapen, Penbwa, Véritable, Uru, Ulu...

Figure 4 : Présentations – A) l'arbre à pain – B) le fruit à pain

II.3.2 Utilisations non alimentaires

Les utilisations non alimentaires du fruit à pain sont presque essentiellement « médicinales ». Toutes les parties de l'arbre sont utilisées (Figures 4, 5 et 6).

Les **feuilles** sont utilisées en cataplasme pour soigner certaines maladies de la peau (furoncles). En décoction, elles stabilisent la glycémie si elle est due à une insuffisance d'insuline. L'hypertension et l'asthme peuvent également être traités par décoction des feuilles (Attygale, 1952 ; Said, 1969 ; Bever et Zahad, 1979). Elles sont également efficaces pour traiter les œdèmes (Koshihara *et al.*, 1992).

Le **latex** et le **bois** font partie de la pharmacopée traditionnelle et ont de nombreux usages (Handy *et al.*, 1972 ; Croft, 1987 ; Olsson, 1991, Whistler, 1992, ; Krauss, 1993). Le latex est utilisé en massage de la peau pour le traitement des entorses, des claquages musculaires, des contusions, des douleurs sciatiques et en pansement ou en bandage en cas de douleurs de la colonne vertébrale. Ce latex est également utilisé pour des problèmes dermatologiques.

Les **racines** sont astringentes et sont utilisées en décoction comme purgatif, mais aussi contre les douleurs bucco-dentaires et les troubles gastro – intestinaux (Mc Intoch et Manchew, 1993).

Les **fruits** utilisés en emplâtre, calment les brûlures de la peau, et en cataplasme, aident à faire mûrir les furoncles.

Les autres utilisations non-alimentaires et non – médicinales sont diverses :

- le latex, comme colle pour piéger les oiseaux, colmater les pirogues,
- le bois, comme combustible et pour la construction de pirogue, de rame, de tambour, de planche de surf... En effet, c'est un bois très léger ; sa densité est de 505 à 645 kg / m³ ([http://www .wordagroforestrycenter.org/](http://www.wordagroforestrycenter.org/)),
- les feuilles, comme fourrage pour les animaux, au Brésil, à Puerto Rico, et au Cameroun,
- la pulpe, dont l'amidon est extrait pour un usage dans l'industrie textile (Ragone, 1997). Son amidon a également été testé comme excipient dans les préparations pharmaceutiques de comprimés (Adebayo et Itiola, 2003).

TRAVAUX ANTERIEURS

III. TRAVAUX ANTERIEURS

III.1 Le Fruit à pain

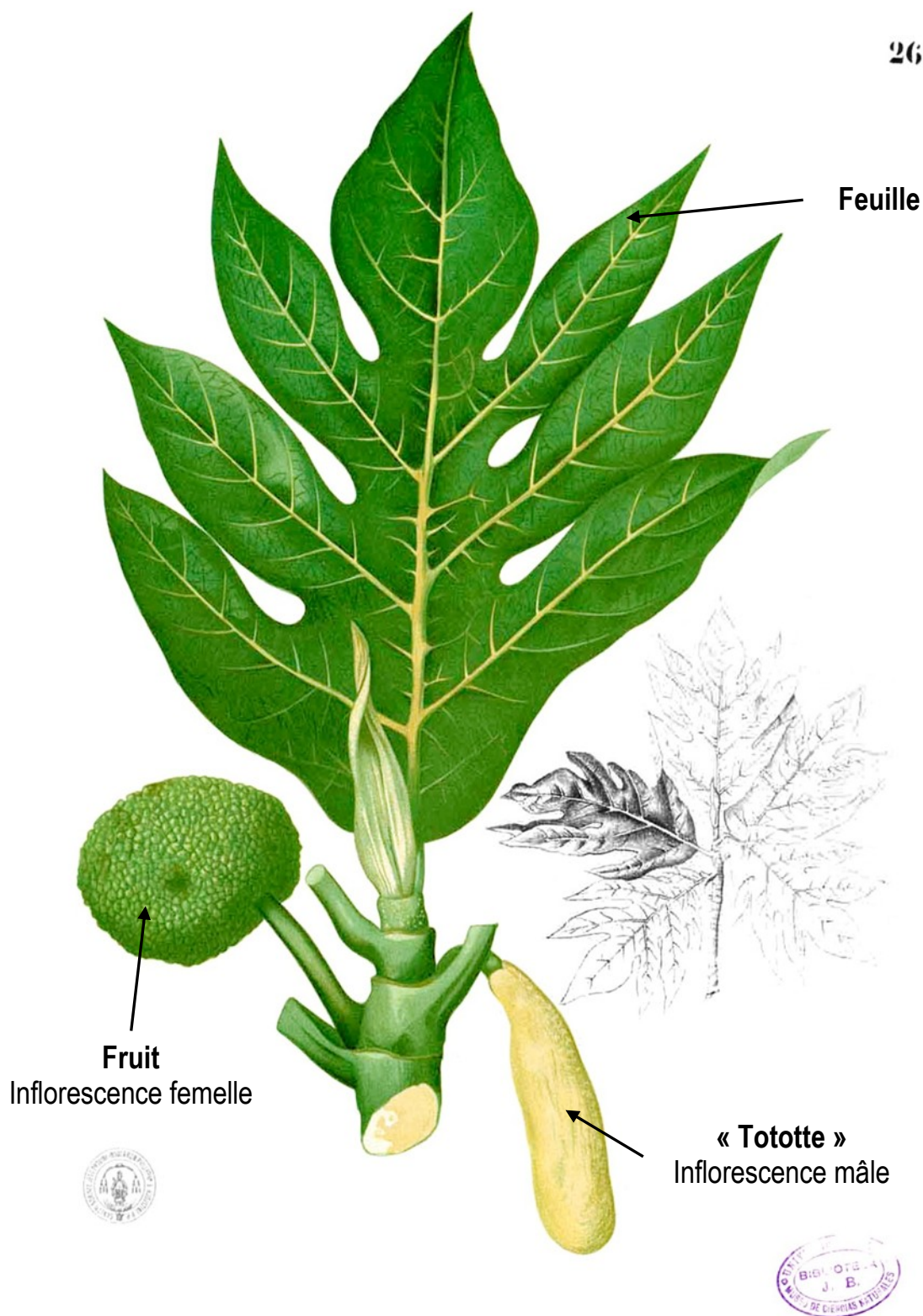
C'est un des rares fruits amylicés, avec la banane dessert immature et la banane de type plantain. Cet organe amylicé a aussi la particularité d'être produit par un grand arbre pérenne, l'arbre à pain. Les ressources alimentaires amylicées sont très généralement des graines de céréales, des tubercules (pomme de terre, patate douce, manioc,...), des racines (*Pachyrhizus*, arracacha,...), des rhizomes (Arrowroot, *Achira*,...), des pseudotiges (*Ensete*,...), des tiges souterraines (Taro, Yautia,...). Les plantes produisant des ressources alimentaires amylicées sont généralement des herbacées, des arbustes, ou des lianes et qui sont annuelles.

III.1.1 Botanique

L'arbre à pain, *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg (1941) var. non *seminifera* (Duss), (Fournet, 2002) appartient à la famille des *Moraceae*, qui inclut la figue et la mûre. C'est un grand arbre (Figure 4A), monoïque, qui peut atteindre de 8 à 30 m de hauteur. Il sécrète de toutes parts un latex blanc très abondant. Il pousse exclusivement en milieu tropical anthropisé, à des températures comprises entre 21 et 32 °C (Purseglove, 1968). D'autres auteurs élargissent cette plage de température de croissance entre 15 °C et 40 °C (Singh et al., 1967; Rajendran 1992). Il ne pousse pas à des températures inférieures à 5 °C (Coronel 1983; Crane et Campbell 1990). Il résiste à une forte salinité ce qui lui permet de pousser également en bord de mer. Il peut aussi croître sur des sols calcaires (Ragone, 1997).

L'arbre à pain produit saisonnièrement des fruits, deux fois par an sur une période de 4 à 6 mois, avec une récolte majeure de juin à septembre puis une mineure de décembre à février d'après Roberts-Nkrumah (2007). Quelques variétés produisent toute l'année. Un arbre à pain peut avoir un rendement variable en fruits en fonction de son âge, des conditions environnementales (type de sol, pluviométrie, ensoleillement) et de la variété. La production peut être de 25 fruits / arbre / an selon Morton (1987), de 300 à 500 fruits / arbre / an selon Commissiong (1993), de 300 fruits / arbre / an avec une perte de 50 % selon Roberts-Nkrumah (2007) pour les cultivars de la Caraïbe. Le potentiel de productivité serait de 50 tonnes / ha / an selon Roberts-Nkrumah (1998).

Les **fleurs** de l'arbre à pain (Figure 4B) sont minuscules, regroupées sur des inflorescences mâles et femelles séparées. Les fleurs mâles sont regroupées en gros épis sub-cylindriques très denses (appelées « tototes », dénomination martiniquaise). Les inflorescences femelles sont en capitules sub-globulaires ou ellipsoïdes, axillaires ou terminales, portant souvent des bractées peltées. Les inflorescences femelles donneront la fructification.



ARTOCARPUS RIMA.—SONNER.—Blanco.
ARTOCARPUS INCISA.—LINN.—Miq.

Ed. Verdaguer Delinca

Figure 5 : Illustration de la feuille et des inflorescences
Francisco Manuel Blanco, 1880 – 1883 - <http://bibdigital.rjb.csic.es/ing/index.php>

Le **fruit** d'*Artocarpus altilis* (Figure 4B) est un syncarpe constitué de 1500 à 2000 fleurs fusionnées par leurs ovaires (Jarret, 1976). La peau du fruit présente des rugosités qui ont une disposition assez régulière en polygones (Worrell, 1998), hexagones ou en pentagones mêlés de triangles, en fait, c'est ce qui reste à la surface de l'infrutescence résultant de l'agglomération des 1500 – 2000 fleurs. Cette peau est de couleur verte avant maturité, tournant généralement au jaune à maturité. Le fruit à pain (Figure 6), est un fruit riche en amidon, rond à ovoïde, atteignant un poids de 1 à 4 kg.



Figure 6 : Coupe longitudinale d'un fruit à pain

Crédit photo Joselle Nacitas

Les **feuilles** (Figure 5) grandes et larges sont plus ou moins coriaces, à lobes pennés (7 à 11 lobes) bien marqués, plus ou moins profonds, aigus ou acuminés, et d'un vert brillant à fortes nervures pâles. La moindre incision laisse couler un latex blanc.

Des milliers d'années de culture et de sélection naturelle du fruit à pain, en Océanie, ont conduit à une richesse morphologique et à une diversité complexe parmi les cultivars de fruit à pain, adaptés à différents environnements et utilisations.

III.1.2 Complexe « botanique » du fruit à pain

Le fruit de l'arbre à pain appartient au genre *Artocarpus* J.R. & G. Forster, *Moraceae*. Le nom du genre *Artocarpus* vient du grec *Artos* (pain) et *karpos* (fruit). Ce genre contient 60 espèces originaires du sous-continent Indien, du sud-est Asiatique et de l'Australasie (Jarrett, 1959, 1960 ; Kochummen, 2000), incluant deux espèces très cultivées sous les Tropiques :

- le fruit à pain (*Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg, syn. *Artocarpus communis* Foster ; *Artocarpus incisus* Thunberg. ; *Communis incisus*),
- le jacquier (*Artocarpus heterophyllus* Lamarck).

Les autres espèces sont essentiellement en Malaisie, dans le sud-est Asiatique et sont utilisées pour leurs fruits et leurs bois.

Le complexe botanique du fruit à pain inclut trois espèces et une espèce hybride, confirmée par des études de biologie moléculaire à l'aide de marqueurs AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism) réalisées par Zerega et *al.*, en 2005 :

1. *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg, avec deux variétés, une sans graine, le fruit à pain (*var. non seminifera*) et l'autre avec graines (*var. seminifera*), la châtaigne pays,
2. *A. camansi* Blanco, une espèce avec graines,
3. *A. mariannensis* Trécul, qui est une espèce sauvage, à graines, endémique des îles du nord-ouest Pacifique,
4. *A. altilis* x *A. mariannensis*, un hybride naturel qui est aussi considéré comme le fruit à pain domestique.

III.1.3 Taxonomie

La grande diversité morphologique, particulièrement parmi les cultivars du Pacifique et leurs plus proches parents a conduit à la publication de nombreux binômes et à des interprétations variées sur la délimitation des espèces. Le premier binôme post-Linnéen appliqué au fruit à pain est *Sitodium altile* (Parkinson), qui vient des notes de Sidney Parkinson, un des artistes qui accompagnaient Joseph Banks, directeur de l'expédition dans les mers du Sud, avec le Lieutenant James Cook, commandant de l'*Endeavour* (Parkinson, 1773). Sidney Parkinson mourut durant l'expédition et son frère, Stanfield Parkinson, fit une publication posthume de ses notes.

D'après Merrill (1954), et Jarrett (1959a), d'autres auteurs rejetèrent *Sitodium altile* comme nom valable. En conséquence, ils se référèrent à deux autres noms, *Artocarpus communis* J.R. & G. Forster (1776) et *Radermachia incisa* Thunberg (1776). Ces deux noms avaient été publiés en même temps, trois ans après *Sitodium altile*, mais ils ne purent établir de priorité (Merrill 1954; Jarrett 1959a). Jarrett (1959a, b) adopta donc *A. communis* comme nom correct, sur la base qu'il était le plus usité. Cependant, comme *Sitodium altile* avait été valablement publié avec des descriptions adéquates accompagnant le binôme, et que ce nom avait priorité sur tous les autres noms publiés, il en a résulté que le nom scientifique du fruit à pain est *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg (Fosberg 1941, 1960).

III.1.4 Diversité génétique

Un certain nombre de cultivars a perdu la capacité à produire des graines viables. Ils sont issus d'une sélection variétale naturelle triploïde ($2n=3\times=84$) ou d'hybridations de diploïdes $2n=2\times=56$) (Ragone 2001; Zerega et *al.* 2004).

De nombreux auteurs ont montré que le développement des variétés de fruit à pain sans graine est dû à la parthénocarpié (Barrau 1976 ; Hasan et Razak 1992). L'absence de graines peut être causée par plusieurs facteurs génétiques. Une étude cytologique préliminaire réalisée par

Ragone, (1991a) montre que la triploïdie est aussi cause de la stérilité des cultivars ayant un nombre de chromosomes égal à $2n=3x=84$.

Sreekumar, Binoy et George (2007) ont étudié le modèle de variation morphologique et génétique pour six populations d'arbre à pain en Inde et 15 caractères morphologiques en utilisant des marqueurs AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism). L'analyse de variance moléculaire a révélé que la variation génétique obtenue par les données AFLP n'est pas reflétée dans les variables morphologiques quantitatives.

Des études ont été menées sur la dispersion des différentes variétés de fruit à pain en utilisant cette même méthode AFLP où Leakley (1977) et Ragone (1997) rapportent que les variétés de la Jamaïque et des Seychelles ont une faible relation génétique vis-à-vis des variétés originaires du Pacifique. Ragone et Motley (2004) ont étudié 261 fruits à pain (*A. mariannensis*, *A. camansi*, domestiqués, hybrides *A. altilis* x *A. mariannensis*) où ils ont pu réaliser une carte phylogénétique. Zerega, Ragone et Motley (2006) ont rapporté que les données suggèrent que les variétés sans graines proviendraient de Polynésie. Il existe différentes collections dans le monde où sont conservées de nombreuses variétés. La plus importante se trouve à Hawaii au National Tropical Botanical Garden (NTBG : www.breadfruit.org, Annexe 2) établit dans les années 1970. Le NTBG détient plus de 220 accessions et approximativement 120 cultivars des îles du Pacifique. Dans la Caraïbe, 33 accessions comprenant des variétés locales et 24 cultivars provenant du NTBG (donnés en 1992) sont conservées à l'Université de West-Indies (UWI) à Augustine, Trinidad et Tobago.

Tableau 2 : Composition nutritionnelle de différentes ressources amyliacées tropicales (unité / 100 g de masse fraîche)

Constituants et paramètres	Unité	Tubercules				Fruits					Grains		
		Pomme de terre	Patates douces	Manioc ⁴	Igname ⁴	Bananes ²	Plantain (vert) ³	Fruit à pain non mûr ⁴	Fruit à pain ⁷	Fruit à pain mûr ⁵	Riz blanc ⁷	Blé ⁷	Maïs ⁷
Energie	Kcal	80	111	141	88	89,0	91	105 -109	101	134	344	297	323
Eau	g	78	70	63	76	74,0	63	62,7 - 89,1	73	62	13	12 – 13,3	8,39 – 13,2
Protéine	g	2,1	1,5	1,0	1,8	1,1	0,8	1,3 - 2,24	1,3	1,3	7,36	10,6	8,66
Lipides Totaux	g	0,1	0,3	0,3	0,1	0,3	0,1	0,1 - 0,86	0,3	0,18	0,32	1,61 – 2,10	3,20 – 4,30
Glucides	g	18,5	26,1	32,4	21,0	21,8	24,3	21,5 - 29,5	23,3	37,0	77,7	59,6	64,2
Fibre	g	2,1 ²	1,2-2,62	4,4	2,3	2,0	5,4	1,08 - 2,1	0,90	1,45	1,39	13,3	9,71
Amidon	g	14,1	19,5		2,7 - 2,94	2,76 mûr		16,8 - 20,1	19,6			56,8 – 58,5	61 – 63,8
Sodium	mg	0,8 ²	21			1,0	4,0 ⁶		7,9	13	1 - 10	3 – 8,3	1 - 10
Potassium	mg	410 ²	396			385,0	500,0 ⁶		319	551	93 - 130	209 - 433	270
Calcium	mg	14 ²	24	39	11	8,0	6	0,05	29	21	6 – 6,3	25 - 41	3,9 - 19
Magnésium	mg	27 ²	20			30,0	35,0 ⁶		34		20 - 64	31 - 512	72 - 120
Fer	mg	0,8	0,69	1,1	0,5	0,40	0,6	0,61 - 2,4	0,55	0,26	0,65 – 1,20	2,4 – 5,4	1,5
Cuivre	mg	0,16 ²	0,16			0,11			0,80		170 260	330 - 710	240
Zinc	mg	0,3	0,24			0,19			1,33		810 - 1300	2,2 – 3,6	1,4 – 2,5
Manganèse	mg	0,17 ²	0,24			0,2					0,74 - 3	2,4 – 4,1	150 - 800
Phosphore	mg	52 ²	41	41	41	22,0	30,0 ⁶	40	30	48	110	340 - 406	170 - 256
Eq. β carotène	µg	0 – trace	0 - 20 000	trace	trace	68,0	390 - 1035	4,0	20			10 - 30	74 - 960
Acide ascorbique (vit. C)	mg	30	23,6	36 ⁶	10,0	11,7	20	15,33	21	20,5		0 – 1,5	
Thiamine (vit. B1)	µg	110	90	60 ⁶	90 ⁶	40	80	80-85	235	120	40 - 93	320 - 518	200 - 600
Riboflavine (vit. B2)	µg	40	30	30 ⁶	30 ⁶	70	40	33 - 70	85	60	22 - 55	50 - 310	100 - 240
Niacine (vit. PP)	µg	1200	600	600 ⁶	500 ⁶	610	600	506 - 920		1540	1000 - 1500	2,2 - 11	1000 - 2000
Acide Panthoténique (vit. B5)	µg	300	590			280					620 - 640	0,9 – 1,8	600 - 700
Pyridoxine (vit. B6)	µg	250	260			470					110 - 200	196 - 700	400
Acide Folique	µg	24	14			23,0					11	87	20 - 40
Rendement de la pulpe, du jus ou de la chair ⁶	%		88			57 - 60				70			

¹ FAO (2004). ¹⁻¹ FAO (2007). ² CIQUAL – CNEVA (1993). ³ Woolfe (1992). ⁴ Morton (1987). ⁵ Nakasone et Paull (1999). ⁶ Taylor & Francis. ⁷ Souci Fachmann Kraut (2008)

III.1.5 Comparaison des valeurs nutritionnelles du fruit à pain avec d'autres amyliacées tropicales

Le tableau 2 résume la composition de différentes amyliacées tropicales en comparaison avec le fruit à pain. Le fruit à pain non mûr (à maturité commerciale), a un apport énergétique parmi les plus élevés 105 – 109 Kcal / 100 g après le fruit à pain mûr (134 Kcal), le manioc (141 Kcal) et la patate douce (111 Kcal). Il est à noter un plus grand apport protéinique des céréales que les tubercules ou les fruits amyliacés. Le fruit à pain non mûr contient une quantité d'amidon parmi les plus élevées (16,8 – 20,1 g / 100 g masse fraîche), après la patate douce (19,5 g / 100 g masse fraîche) et le maïs (60 g / 100 g masse fraîche).

Les chiffres sur la composition du fruit à pain fournis par Morton (1987) et par Souci, Fachmann et Kraut (2008) sont similaires. La faible quantité en lipides et l'apport énergétique raisonnable rendent cet aliment appréciable en situation d'alimentation hypocalorique ou de régime.

L'index glycémique (IG) du fruit à pain mesuré par Ramdath et *al.*, (2004) est de 60 (par rapport au pain blanc, la référence, qui a un IG de 100), plaçant le fruit à pain à un niveau intermédiaire, alors que l'igname et la banane verte ont respectivement un index de 62 et de 65. Cet index fait du fruit à pain un bon aliment pour les diabétiques. La banane consommée verte a des propriétés intéressantes, car riche en amidon résistant (AR) aux enzymes digestives. La structure et l'obtention de ce type d'amidon ont été élucidées en partie grâce aux travaux d'A. Buléon (2007). L'amidon cru de banane verte est naturellement très résistant et classé dans les AR dits de type 2. Cru, il n'est pas digéré dans l'intestin grêle car il résiste aux enzymes digestives (amylases) (Gnakri et Kamenan, 1990). Lorsqu'il est substitué à de l'amidon digestible, dans un aliment, cet aliment est moins hyperglycémiant. Ceci est potentiellement intéressant pour les diabétiques. Il n'y a pas à ce jour de données scientifiques sur le caractère résistant ou non de l'amidon du fruit à pain.

L'allergie au gluten ou maladie cœliaque semble être induite par une réaction auto-immune lors de la digestion du gluten, protéine présente notamment dans le blé (Kasarda, 1975). Il est impliqué dans la rhéologie boulangère conférant à la mie un aspect alvéolé de par les gaz qui ont été emprisonnés dans la pâte par son réseau lors de la cuisson. La farine de fruit à pain est sans gluten, et peut être utilisée dans diverses techniques de transformation habituellement appliquées au blé. Il a été estimé que 1133 personnes aux Etats-Unis puissent avoir des allergies au gluten (Fasano et *al.*, 2003). Il y a un besoin important d'aliments sans gluten ; une alternative qui peut être un marché idéal pour les farines de fruit à pain (Jones et *al.*, 2011).

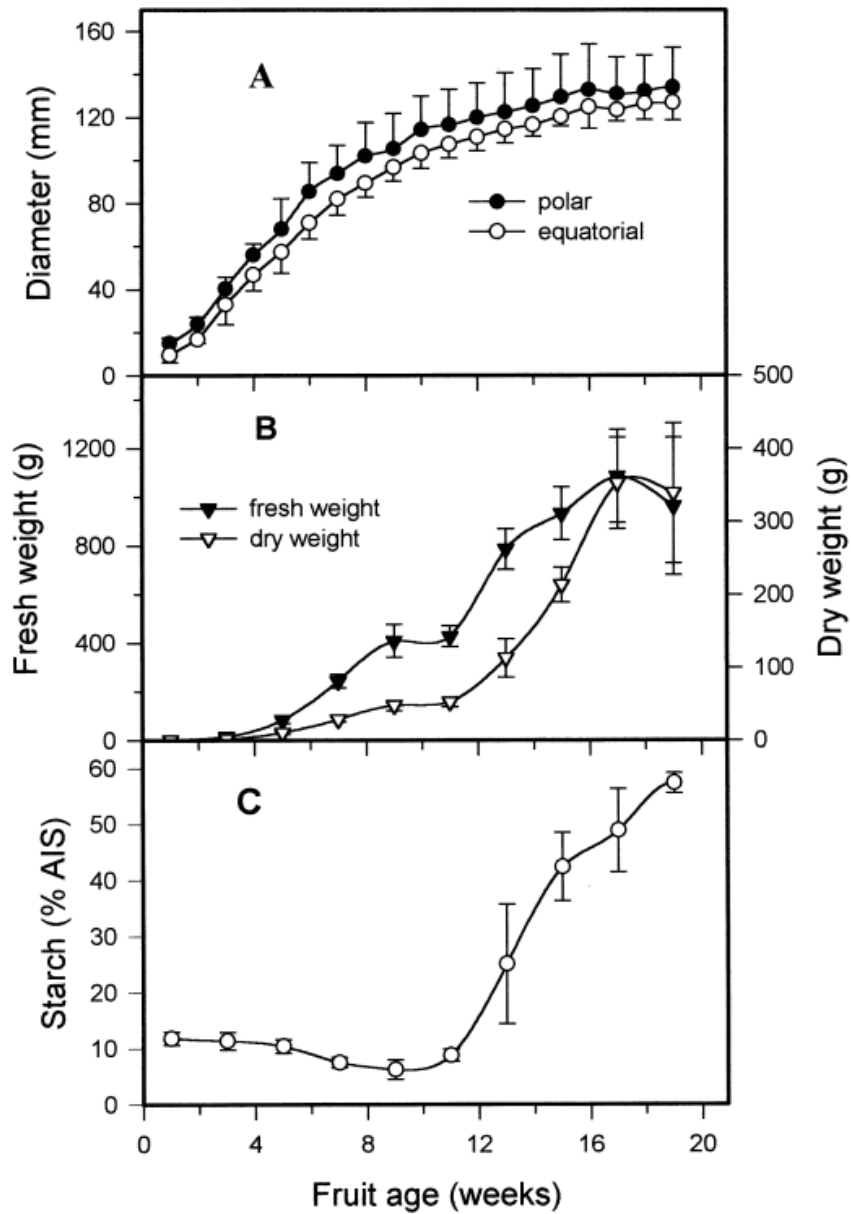


Figure 7 : Suivis de la croissance

Par le diamètre (A), par les masses fraîches et sèches (B) et l'amidon par accumulation de solides insolubles à l'alcool (C) - moyenne de 15 fruits

Worrell et al., 1998

III.1.6 Développement du fruit de l'arbre à pain

L'étude détaillée du développement du fruit à pain n'a été publiée à ce jour que par Worrell et *al.* (1998). Ils ont observé sur des fruits récoltés à Barbade entre 1989 et 1990, une croissance sigmoïde du diamètre en largeur et en longueur sur une durée de 19 semaines (Figure 7A). L'amidon est fortement et essentiellement produit de la 11^{ème} semaine du cycle de développement à la sénescence qui marque l'arrêt du suivi (Figure 7C). Selon Nakasone et Paull (1999), le développement du fruit, de l'inflorescence à la maturité, dure de 60 à 110 jours ; la différence de durée de développement étant due à la variété et à la température de croissance.

Selon les données de Worrell *et al.* (1998), le développement du fruit peut être décrit en quatre phases :

1. La phase de développement comprenant 11 semaines. Au début de cette phase, les fruits de 0,5 – 1,0 cm de diamètre sont à peine détectables ; il s'en suit une période de croissance de 9 semaines. Puis intervient une période de latence d'environ 2 semaines. Cette première étude publiée sur le développement du fruit considère deux hypothèses possibles d'explication de cette phase de « repos » : une période de pluviométrie faible ou d'amorce de croissance à fixer des réserves.

À la fin de cette première phase de développement, les fruits, bien qu'immatures, sont comestibles. La teneur en amidon reste faible. Le fruit sécrète une quantité abondante de latex gluant au niveau de la cicatrice de son pédoncule quand il est coupé ou percé. La pulpe brunit rapidement.

2. La phase de croissance et de maturation suit, avec une augmentation de masse fraîche et sèche. Elle s'étend entre la 9^{ème} et la 17^{ème} semaine après la floraison. La différence de temps est due à la variété et la température de croissance des fruits (Nakasone et Paull, 1998). L'amidon montre, au cours de cette phase, une augmentation spectaculaire de son taux qui passe de 10 à 60 % du poids sec dans les fruits mûrs. Des exsudations gluantes de latex et de matériel mucilagineux sont présentes sur la surface extérieure des fruits. Le latex se produit naturellement à la surface du fruit de sorte que la peau du fruit devient parsemée de petites coulures de latex figées. Ce flux naturel de latex est un indice de maturité. Les fruits cuits, à ce stade de leur développement, sont consommables mais pas gouteux. Les caractéristiques sensorielles s'améliorent dans les plus matures. La taille du fruit mûr atteint un maximum vers la 17^{ème} semaine ; à ce stade, très peu de latex exsude du pédoncule.

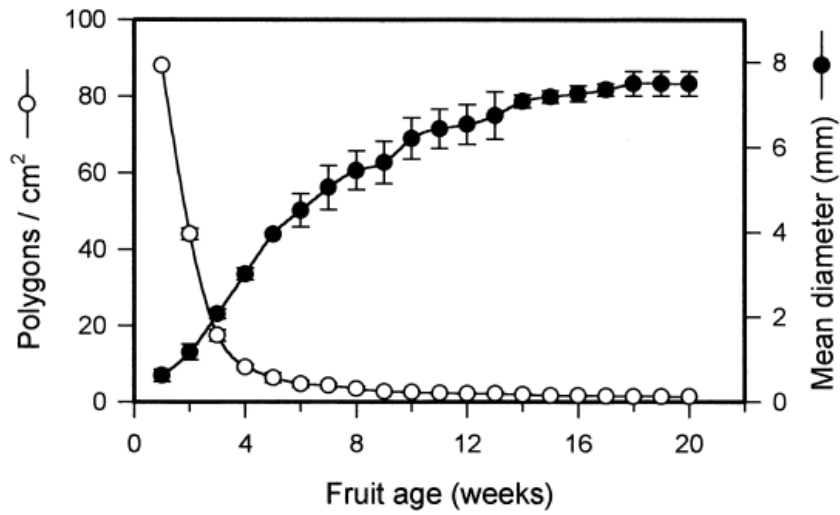


Figure 8 : Taille des segments polygonaux de la peau des fruits tout au long du développement - Mesures du diamètre moyen des polygones et le nombre de polygones par cm² - moyenne de 6 fruits

Worrell et al., 1998

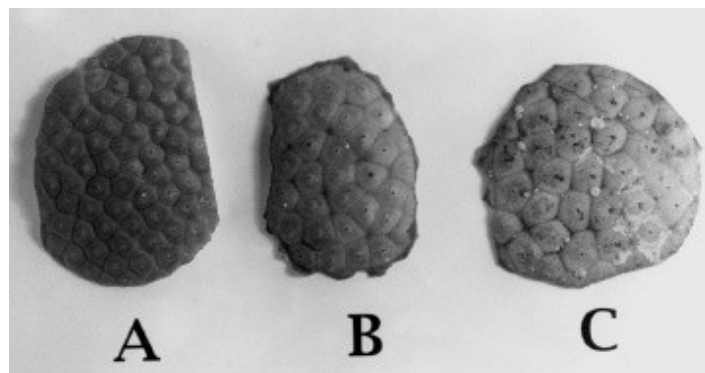


Figure 9 : Topographie de pelure de fruits à pain Immature (A), mature (B) et mûr (C) - agrandissement x 1

Worrell et al., 1998

3. La phase de maturation, entre la 17^{ème} et la 20^{ème} semaine est marquée par la poursuite de l'augmentation de la teneur en amidon des fruits. Un fruit très mûr peut avoir une peau jaune qui a des «fissures» ou des crevasses. Cependant la couleur de la peau ne peut pas être utilisée de manière fiable comme un indice de maturité. La pulpe devient souple. La comparaison des changements de texture dans les zones externe, moyenne et interne du fruit suggère un ramollissement qui commence simultanément dans tout le fruit (Worrell et *al.*, 2002). Lorsqu'il est rôti, il a un arôme savoureux, et la pulpe a un goût sucré et agréable.
4. La phase de sénescence : le fruit tombe de l'arbre. Les fruits mûrs sont doux à très doux, ils sont également utilisés comme fruits, à plus de 20 semaines.

L'étude de Worrell et *al.* (1998) a permis de montrer que la surface de la peau du fruit se modifiait à mesure que le fruit grossissait. A partir de la 6^{ème} semaine de croissance du fruit, la densité en polygones reste stable, en parallèle avec la taille moyenne du polygone (Figures 8 et 9).

Toutefois, le fruit à pain est un fruit climactérique (Annexe 3) ; c'est-à-dire qu'après avoir fini son développement au terme duquel il est mature, il produit un pic climactérique dû à l'augmentation de l'activité respiratoire, qui est l'absorption d'oxygène et le rejet de dioxyde de carbone. Ce pic peut survenir soit sur la plante, soit après la récolte du fruit, et coïncide avec la phase de mûrissage, où l'on observe des changements de couleurs, des productions d'arômes caractéristiques et de ramollissement de la texture du fruit. Ces types de fruits sont sensibles à l'éthylène, ce qui permet de contrôler leur mûrissage (Cheftel, 1976, Laville, 1994).

Chez le fruit à pain mature, la respiration produit un maximum de $150 \pm 200 \text{ mL de CO}_2 \text{ kg}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ entre la 19^{ème} et la 21^{ème} semaine. Chez les plus jeunes fruits, légèrement immatures, des pics respiratoires de $300 \pm 350 \text{ mL CO}_2 \text{ kg}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ sont observés entre la 13^{ème} et la 15^{ème} semaine. Avec un tel taux respiratoire, relativement élevé, les niveaux des pics de production d'éthylène restent faibles, de l'ordre de $0,7 \pm 1,2$ et $1,0 \pm 1,5 \mu\text{l kg}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, respectivement, pour les fruits matures et immatures (Worrell et *al.*, 2002).

III.1.7 Modes de conservation

Selon l'étude de Worrell et *al.* (1998), le fruit à pain peut être cueilli entre la 15^{ème} et 19^{ème} semaine pour être consommé. Cependant il se détériore rapidement en 2 à 3 jours à température ambiante (≈ 26 °C). Une conservation prolongée de 7 à 9 jours est possible dans des sacs en polyéthylène à une température de 12 à 13 °C. Afin d'éviter également les dégâts dus au froid, « chilling injury », il ne faut pas stocker les fruits à des températures inférieures à 12 °C (Thompson et *al.*, 1974 ; Marriot et *al.*, 1979 ; Morton, 1987 ; Maharaj et Sankat, 1993 ; Worrell et *al.*, 2002 ; Annexe 3).

Jacob John et Narasimham (1995) ont étudié une autre méthode de conservation qui est le séchage. Ils ont observé les effets de 4 types de séchages : le séchage sous vide, le séchage par flux croisés, le séchage sous vide à basses températures contrôlées et la lyophilisation. Ils ont conclu que la meilleure méthode de séchage est celle sous vide à basses températures contrôlées car les morceaux de fruits à pain avaient une faible teneur en eau en fin de séchage (1,97 %), et qu'ils se sont très bien réhydratés (77,29 % en 1 h).

En 1998, ces mêmes auteurs ont fait une étude sur la conservation en atmosphère modifiée. Ils ont ajouté du dioxyde de carbone et du métabisulfite de potassium gazeux ($0,5 \text{ g.kg}^{-1}$ de matériel) dans des sachets de polypropylène. Ils ont préalablement immergé les morceaux de fruit à pain dans du métabisulfite de potassium (1000 – 2500 ppm et 5000 ppm de SO_2). Ils ont conclu que les petits morceaux frits traités à 1000 ppm de SO_2 puis stockés à température ambiante sont corrects durant 30 jours, mais cependant ceux à 0 °C le sont 120 jours. Ils ont également noté que l'augmentation de la concentration en SO_2 n'allongeait pas la durée de vie pour le stockage à 0 °C.

La méthode traditionnelle dans les îles du Pacifique consiste à immerger les fruits dans de l'eau, ce qui produit un fractionnement de l'épicarpe et à un ramollissement du fruit. Cependant les parties intérieures du fruit demeurent acceptables (Thompson et *al.* 1974). Cette méthode de conservation permet un stockage d'une semaine. Des procédés plus anciens, toujours dans le Pacifique, pour une conservation plus longue utilisent la fermentation de type lactique, en immergeant des fruits ou des morceaux de pulpe dans de l'eau de mer, dans des trous creusés sur le rivage (Coenen et Barrau, 1961 ; Goodman, 1972 ; Cox, 1980). Les produits sont une pâte plutôt acide et stable qui rappelle certains fromages. Dans un autre procédé, le fruit est sélectionné au stade mature (vert – mûr), où la peau est enlevée et où la partie comestible est coupée en tranches de 10 mm puis séchées artificiellement à 49 °C pendant 4 jours, réduisant l'humidité de 8 à 10 %. Les morceaux restent en bon état pendant 2 à 3 ans s'ils sont entreposés dans un récipient hermétique (Barrau, 1957).

III.1.8 Etudes antérieures de quelques applications alimentaires

Le fruit à pain a fait l'objet de très peu d'études de produits transformés. Olatunji et Akinrele (1978) ont étudié l'effet du mélange de la farine de fruit à pain à celle de blé sur la panification. Ils ont rapporté que la quantité de gluten ainsi que le pH diminuaient ce qui a eu pour conséquence de diminuer le temps de développement de la pâte. Ils ont constaté un affaissement de la pâte. Ils ont également noté que l'augmentation de la quantité de farine de fruit à pain augmentait proportionnellement la résistance à l'extension et la diminution de l'extensibilité de la pâte. Ils ont expliqué leurs résultats par le fait que les brins de gluten n'ont pas eu assez de force et d'élasticité pour résister à l'importante production de gaz pour une bonne expansion de la pâte, ce qui a provoqué l'effondrement des pains. Leur conclusion a été que le pain fut acceptable d'un point de vue gustatif et qualitatif pour un taux de substitution de 10 % de la farine de blé par la farine de fruit à pain.

Nochera et Caldwell (1992) ont étudié deux produits transformés qui sont le pain et le biscuit en expérimentant plusieurs procédés avec de la farine de blé et de fruit à pain mûr ainsi que différentes protéines (soja, petit lait, cacahuète). Ils ont conclu que la substitution de la farine de blé à un taux de 20 % par de la farine de fruit à pain est jugé acceptable en termes de couleur et de goût pour les pains ainsi que les biscuits. Ils ont également constaté que 10 % de farine de fruit à pain mélangé à 5 % de protéines de petit lait ont été jugé acceptable pour la couleur, la texture et le goût du pain. Et enfin que 10 % farine de fruit à pain associé à 5 % de protéines de soja, ainsi que 20 % de farine de fruit à pain additionné à 10 % de protéines de soja furent acceptables pour les biscuits. Ils ont noté cependant que le contenu en nutriment dépend de la proportion de fruit à pain utilisé et de sa maturité. La pulpe de fruit à pain mûr contient 3,8 à 4,1 % de protéines contre 10 à 12 % pour la farine de blé. Ils ont conclu que dans les mélanges de farines comprenant celle de fruit à pain, il est nécessaire de ramener les valeurs globales en protéines à celles de la farine de blé (Graham et Bravo, 1981).

Un autre type de transformation étudié a été les chips par Bates et *al.* (1991). Ils ont observé l'appréciation des consommateurs où les teneurs retenues ont été de 3 % d'eau et de 42 % de lipides.

III.2 L'amidon

III.2.1 Etat des lieux sur l'amidon

L'amidon est le principal composé de réserve énergétique accumulé par les végétaux supérieurs à partir de la photosynthèse. C'est le principal constituant de la matière sèche des organes d'intérêt des plantes amylacées : céréales (maïs, blé, orge, riz...), tubercules (pomme de terre, manioc...), légumineuses (pois, féverole..., fruits (bananes, fruit à pain, ...), racines (ignames, manioc,...), rhizomes (dictame,...), graines (châtaigne), bulbilles (adon). Dans les cellules végétales, l'amidon est synthétisé dans des organites spécifiques spécialisés dans le stockage des nutriments glucidiques : les chloroplastes et les amyloplastes.

Purifié et séché l'amidon natif se présente sous la forme d'une poudre blanche composée de grains microscopiques (ou granules) denses, d'aspect et de structure caractéristiques de la plante dont ils proviennent.

III.2.2 Production et utilisations

L'amidon est un constituant majoritaire de l'alimentation humaine. La production européenne d'amidon extrait majoritairement de maïs, de blé et de pomme de terre est de l'ordre de 10 millions de tonnes (www.usipa.fr). L'amidon est utilisé à hauteur égale pour des applications alimentaires et non alimentaires, le plus souvent après transformation hydrothermique, enzymatique ou chimique (Buléon et Colonna, 2007).

Dans l'industrie alimentaire, il est principalement utilisé pour la production de sirops de glucose et comme ingrédient pour ses propriétés de texturation, de gélification ou de viscosité. Plus récemment, il entre dans la composition d'aliments fonctionnels sous forme d'amidon résistant aux amylases (Buléon et Colonna, 2007). Les utilisations majeures de l'amidon dans le non alimentaire concernent la fabrication de papier, la chimie et la pharmacie et plus récemment les matériaux agro-sourcés.

III.2.3 Structure moléculaire

L'amidon natif est un mélange de deux homopolymères de glucose, l'un quasiment linéaire (l'amylose) et l'autre ramifiée (l'amylopectine). Les propriétés fonctionnelles d'un amidon sont fonctions de son ratio amylose / amylopectine. L'amidon natif contient également une fraction non glucidique mineure comprenant des minéraux, des lipides et des protéines.

III.2.3.1 L'amylose

L'amylose est un polymère essentiellement linéaire constitué de monomères D-glucopyranose liés par des liaisons α (1 \rightarrow 4) (Figure 10) et avec moins de 1 % de ramifications α (1 \rightarrow 6) (Ball et *al.*, 1996). Les deux extrémités de la chaîne ont une fonctionnalité différente. En position C1, l'extrémité de la chaîne porte un groupement réducteur lié à une fonction hémiacétal de l'alcool secondaire terminal, et en position C4 se trouve un résidu sans groupement réducteur. L'amylose native contient de 500 à 6000 unités glucosyl selon l'origine botanique, réparties en plusieurs chaînes dont le degré de polymérisation (DP) moyen est de l'ordre de 500. La masse molaire moyenne est de 10^5 - 10^6 g.mol⁻¹ (Hizukuri et *al.*, 1997).

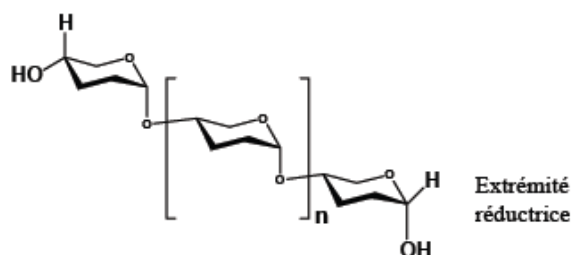


Figure 10 : Représentation schématique de la structure de l'amylose

La teneur moyenne d'amylose dans l'amidon est comprise entre 15 et 25 % (Manners, 1979). Cependant ce taux est de 18 – 33 % pour les amidons de légumineuses (Buléon et *al.*, 1998) et peut atteindre 70 % dans certains mutants de maïs ou de pois. Le tableau 4 montre les différents taux d'amylose dans quelques exemples de grains d'amidon où le taux moyen est de 28 %, mais il peut varier de 0 % chez les mutants « waxy » du maïs, de la pomme de terre ou du riz, à 70 % chez les mutants riches en amylose.

Le DP_n de l'amylose varie de 920 pour les amidons des riz et de maïs, à 4920 pour l'amidon de pomme de terre. Les amidons de manioc et de blé ont des valeurs intermédiaires de 2600 et 1300 respectivement (Takeda et *al.*, 1986 ; Champagne, 1996).

III.2.3.2 L'amylopectine

L'amylopectine comprend également des résidus de D-glucopyrannose liés par des liaisons α (1 \rightarrow 4) avec la présence de 5 à 6 % de liaisons α (1 \rightarrow 6) (Buléon *et al.*, 1998) (Figure 11). Elle se différencie de l'amylose par sa taille volumineuse, elle peut contenir 10^5 à 10^9 unités glucosyl. Par exemple l'amylopectine de l'amidon de riz a un DPn de 8200 à 12800, et les chaînes longues (CL) en moyenne de 19 à 23 (Takeda *et al.*, 1987). La masse molaire peut atteindre $10^7 - 10^8$ g.mol⁻¹ selon l'origine botanique.

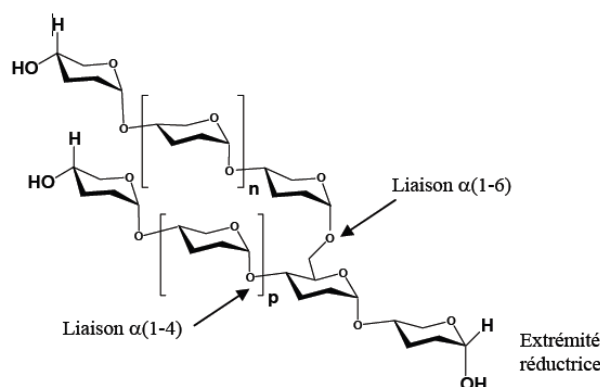


Figure 11 : Représentation schématique de la structure de l'amylopectine

L'amylopectine est constituée de trois types de chaînes (Figure 12). Les **chaînes courtes** A (externes) et B (internes), de DP 15 – 20, sont liées au reste de la molécule par leur extrémité réductrice. Les **chaînes longues** B, de DP 40 – 45, supportent les chaînes A, connectées par liaisons α (1 \rightarrow 6), et sont liées au reste de la molécule par une extrémité réductrice. Ces chaînes forment l'ossature de la macromolécule et soutiennent les grappes ou « clusters » formées par les chaînes A. Chaque chaîne B porte en moyenne 1,4 grappe constituée de 3,22 chaînes chacune. La distance entre deux grappes sur la même chaîne B est en moyenne de 22 résidus glucose. La **chaîne centrale** C porte l'extrémité réductrice de la macromolécule. Elle contient plus de 60 résidus glucose.

Les molécules d'amylopectine de diverses origines botaniques diffèrent essentiellement par le rapport de nombre de chaînes de type A sur le nombre de chaînes de type B. Généralement le rapport A / B est de 5 – 6 pour les amidons de tubercules, et de 8 – 10 pour les céréales. De nombreux travaux ont porté sur la détermination de la distribution en longueur des chaînes constituant l'amylopectine en fonction de l'origine botanique (Hizukuri, 1985, 1986 ; Bertoft, 1991 ; Hanashiro *et al.*, 1996 ; Koch *et al.*, 1998 ; Bertoft, 2004 ; Vermeylen *et al.*, 2004).

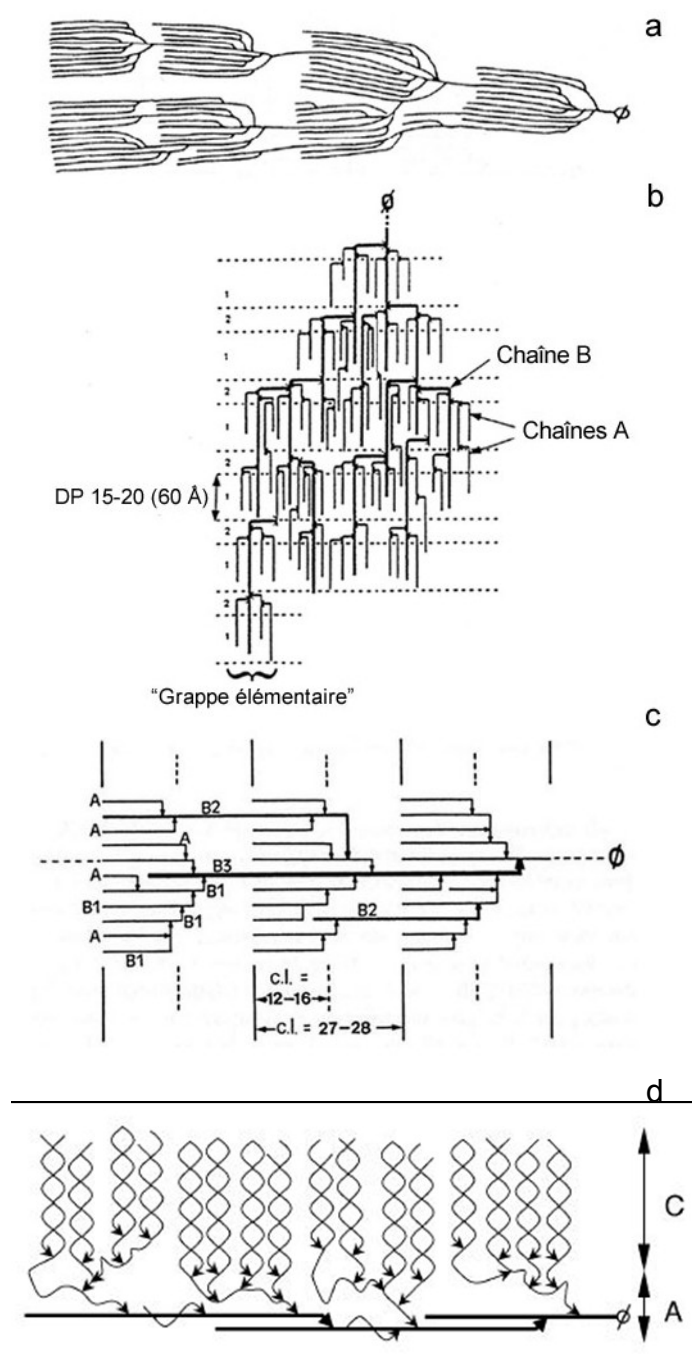


Figure 12 : Modèles de structure en grappe de l'amylopectine proposés par a) French (1972), b) Robin *et al.* (1975), c) Hizukuri (1986), d) Bertoft (2004)

Les points de branchement ne sont pas distribués de manière aléatoire (O'Sullivan et Pérez, 1999 ; Thompson, 2000 ; Gérard *et al.*, 2000). Leur densité et leur distance sur la chaîne seraient des facteurs déterminants pour le développement du type cristallin et de la cristallinité des grains d'amidon. Lorsque les clusters sont composés de nombreuses courtes chaînes et que la distance entre deux chaînes successives dans l'amylopectine est petite, des structures compactes sont obtenues et cristallisent selon le type A. A l'inverse, lorsque les clusters contiennent moins de chaînes, mais des chaînes plus longues et que la distance entre deux points de branchement est grande, les structures cristallisent selon le type B.

Les régions où se localisent les branchements sont des zones amorphes (Figure 13). Le reste de la molécule constitue des régions cristallines.

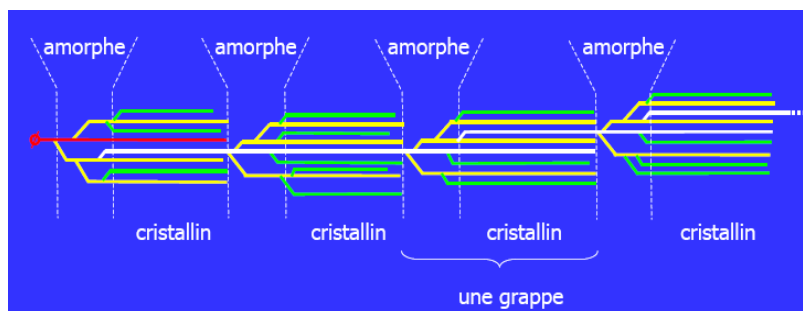


Figure 13 : Organisation moléculaire de l'amylopectine

D'Hulst, 2006

III.2.3.3 Le matériel intermédiaire

Ce polymère se distingue de l'amylose et de l'amylopectine par des propriétés physicochimiques intermédiaires de celles – ci (Banks et *al.*, 1974 ; Colonna et Mercier, 1984 ; Takeda et *al.*, 1990).

Le matériel intermédiaire se différencie de l'amylopectine par des chaînes L plus longues (de 5 à 15 unités glucosyl) et par un poids moléculaire plus faible avec un rapport S/L plus faible. Sa capacité de liaison à l'iode est de 9,5 à 12 mg / 100 mg de polymère. La teneur en matériel intermédiaire est de 5 à 7 %, alors que dans les amidons riches en amylose, la teneur en matériel intermédiaire peut atteindre 10 % (amidon de maïs cireux) et même 19 % (amidon de pois ridé) (Colonna et Mercier, 1984).

III.2.3.4 Les constituants mineurs des granules d'amidon

Les constituants mineurs associés à l'amidon correspondent à 2 catégories (Tableau 3) : les composés des surfaces extractables selon différentes procédures (protéines, enzymes, amino acides), les composés internes. Ils sont des composés tels que les lipides, les protéines, le phosphore, le calcium, le potassium, le magnésium et le sodium (Vandeputte et Delcour, 2004). Les céréales contiennent environ 1 % de lipides et environ 0,25 % de protéines (Baldwin, 2001 ; Swinkels, 1985).

Tableau 3 : Pourcentages en constituants mineurs des amidons classiques

	Pomme de terre	Blé	Maïs standard	Maïs cireux	Pois lisse
Lipides (% MS)	0,09	0,24	0,63	0,23	0,19
Protéines (% MS)	0,05	0,33	0,30	0,10	0,18
Minéraux (% MS)	0,30	0,30	0,10	0,10	0,05 - 0,22
Phosphore (% MS)	0,04	0,05	0,015	0,003	0,04

Guilbot et Mercier, 1985

Les lipides peuvent être regroupés en deux catégories basées sur leur extractabilité aux solvants (Morrison, 1981). Les lipides externes, ou de surface, sont extraits à température ambiante avec des solvants apolaires (chloroforme ou eau-butanol). Ce sont essentiellement des triglycérides mais aussi en plus faible proportion des acides gras, des glycolipides et phospholipides. Ils peuvent être libres ou liés aux protéines et proviendraient de l'albumen et du germe de la graine. Les lipides internes, plus fortement liés, sont extraits à chaud avec des solvants polaires (propanol / eau à 100 °C (Morrison et Coventry, 1985)). Les amidons de tubercules et de légumineuses ont de très faibles teneurs en lipides. En revanche, les amidons de céréales sont caractérisés par une quantité de lipides généralement supérieure à 0,5 %. Ils sont de l'ordre de 0,8 à 1,2 % (lysophospholipides mono acylés) dans l'amidon de blé et de 0,6 à 0,8 % (acides gras libres) dans l'amidon de maïs normal (Buléon *et al.*, 1998).

La fraction azotée est essentiellement constituée d'acides aminés, de protéines et d'acides nucléiques. Plusieurs protéines ont été mises en évidence, certaines participent à la structure même du grain, tandis que d'autres sont simplement associées à ces grains (Schofield, 1994). Elles sont généralement localisées à la surface des grains d'amidon et plus abondantes dans l'amidon de blé (Greenwell *et al.*, 1985; Seguchi et Yamada, 1989).

L'amidon de pomme de terre possède une fraction plus importante de phosphate (0,06 à 0,1 %). Les seuls phosphates présents dans les amidons de céréales sont attribués aux phospholipides. D'après l'étude de Rosenthal *et al.* (1974), il y a 0,025 % de phosphore dans l'amidon d'igname. L'amidon de patate douce contient 0,02 % de phosphore selon l'étude de Takeda *et al.* (1986).

III.2.4 Hydrolyses des grains d'amidon

III.2.4.1 Hydrolyse acide

L'hydrolyse acide ménagée des grains d'amidon est très utilisée pour l'étude de leur structure. Elle s'effectue avec HCl ou H₂SO₄, détruit préférentiellement les parties amorphes du grain et permet d'isoler les cristaux (Robin, 1976). L'hydrolyse est réalisée en milieu aqueux avec HCl à 8 % (Lintner, 1886), ou avec H₂SO₄ à 15 % (Nägeli, 1874) à 35 °C durant une trentaine de jours.

Les cinétiques d'hydrolyse de l'amidon natif présente en deux phases distinctes, l'une rapide (les 8 – 10 premiers jours) et l'autre lente tendant vers un pallier, reflétant l'action de l'acide sur deux types de fractions différemment susceptibles à l'hydrolyse acide. La première phase est associée à la fraction facilement hydrolysable, amorphe, et la seconde à la fraction cristalline. L'extrapolation au temps zéro de la seconde phase permet d'estimer la fraction facilement hydrolysable par l'acide, et par déduction la fraction cristalline. Les résidus d'hydrolyse sont respectivement appelés "lintners" (avec HCl) et dextrans de Nægeli (avec H₂SO₄).

Après hydrolyse acide ménagée, une fraction solide résistante est recueillie. Ce matériel, différent selon l'origine botanique de l'amidon, est identifié par diffraction aux rayons X par son type cristallin ainsi que par chromatographie de perméation sur gel. Ce matériel est comme constitué de 2 populations de chaînes : une fraction monoramifiée (DP 25) près de l'extrémité réductrice et une fraction linéaire (DP 15) (Robin *et al.*, 1975 ; Duprat *et al.*, 1980).

III.2.4.2 Hydrolyse enzymatique

Des nombreuses enzymes dégradent l'amidon. Leur classification est établie selon : les liaisons glycosidiques attaquée α (1→4) et/ou α (1→6), le mode d'attaque interne ou externe de la chaîne de polymère, et la configuration du polymère après l'attaque où s'il y a conservation c'est une α -amylase sinon l'inversion est obtenue par une β -amylase (Yamamoto et Shinke, 1995). Les grandes classes d'enzymes sont alors : les α -amylases, les isoamylases, les pullulanases, les α -glucosidases, les β -amylases, et les amyloglucosidases.

L'isoamylase et la pullulanase sont 2 enzymes déramifiantes, mais dont leurs modes d'hydrolyse des substrats ramifiés en α (1→6) diffèrent. Les α -glucosidases hydrolysent les liaisons de type α (1→4) à partir de l'extrémité non-réductrice, libérant de l' α -D-glucose. Les β -amylases hydrolysent les liaisons de type α (1→4) à partir de leur extrémité non-réductrice en libérant du β -maltose. Les amyloglucosidases hydrolysent les liaisons α (1→4) et α (1→6).

Les α -amylases sont sécrétées par les glandes salivaires et pancréatiques des mammifères. Elles sont utiles à la digestion des substrats amylicés en glucose pour une meilleure assimilation par les muscles et le cerveau. Les α -amylases sont formées de 400 à 800

protéines, et sa structure secondaire est formée d'hélices α et de feuillets β reliés entre eux par des boucles. Ces éléments forment alors 3 domaines : le domaine central A qui correspond à l'extrémité N-terminale, le domaine B et le domaine C qui correspond à l'extrémité C-terminale. Le site actif est situé entre les domaines A et B, le domaine C est impliqué dans la fixation du substrat. Des sous-sites d'arrimage du substrat ont été découverts, où un ou plusieurs acides aminés ne fixent qu'un seul motif glucose dont l'affinité reste indépendante.

Les α -amylases hydrolysent spécifiquement, de manière aléatoire et jusqu'au stade d'oligosaccharides, les liaisons α (1 \rightarrow 4) des macromolécules telles que l'amidon, le glycogène et leurs produits de dégradation. L' α -amylase pancréatique de porc (PPA) est très souvent étudiée car elle est proche biochimiquement et structurellement de celle de l'homme (Pasero, 1986 ; Brayer *et al.*, 1995). L'hydrolyse se réalise en milieu aqueux à 35 °C à pH7 durant 24 heures.

Le mécanisme d'action de la PPA a été déterminé sur des substrats solubles, en phase homogène. La PPA hydrolyse selon une répétition de coupures glycosidiques au sein d'un même polymère linéaire (Mazur, 1984 ; Kandra *et al.*, 1997). La rencontre de l'enzyme avec son substrat se fait au hasard et toutes les liaisons sont également susceptibles d'être hydrolysées. Après l'hydrolyse, seul l'un des deux fragments obtenus est relâché, l'autre retenu au sein de l'enzyme glisse le long du site actif pour y subir une nouvelle hydrolyse. Les produits de la réaction d'hydrolyse par la PPA dépendent du substrat. Dans le cas de l'amylose, les produits finaux sont essentiellement du maltose et du maltotriose (Jane et Robyt, 1984 ; MacGregor et MacGregor, 1985 ; Mazur et Nakatani, 1993 ; Kandra *et al.*, 1997), ayant tendance à inhiber l'action de l'enzyme (Elödi *et al.*, 1972). Toutefois, aux fortes concentrations en enzyme, le maltotriose est hydrolysé avec apparition de glucose (Rodriguez *et al.*, 1987). Dans le cas de l'amylopectine, outre le maltose et le maltotriose, des α -dextrines limites sont libérées. En effet, les α -amylases étant incapables d'hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 6), elles génèrent autour de ces points de branchement, des petites molécules ramifiées.

L'hydrolyse en phase hétérogène concerne l'action des enzymes en solution sur des substrats solides de morphologie et porosité données. La vitesse d'adsorption de l'enzyme sur le substrat est fortement dépendante de la diffusion au sein du milieu. Ce type d'hydrolyse implique 3 étapes : la diffusion, l'adsorption et la catalyse enzymatique.

Dans le cas de solides non poreux, la diffusion se limite à un déplacement de l'enzyme à l'interface solide-liquide. Dans le cas de solides poreux, la diffusion de l'enzyme se trouve ralentie. Pour l'étape d'adsorption, il y a formation d'un complexe enzyme-substrat.

Le taux d'hydrolyse peut être influencé par 3 paramètres : la surface apparente (forme et taille) du grain, le rapport amylose / amylopectine, et le type cristallin. Les petits grains étant

hydrolysés plus rapidement que les plus gros (Colonna *et al.*, 1988 ; Valetudie *et al.*, 1993), ainsi que les grains de type B plus cristallin qui soient plus résistants.

Un amidon est considéré comme résistant quand la fraction d'amidon n'est pas digérée dans l'intestin grêle et se retrouve fermentée dans le colon. Englyst *et al.* (1992) ont déterminé, *in vitro*, que les amidons résistants sont ceux qui demeurent non hydrolysés après 120 min d'incubation à 37 °C, c'est-à-dire 20 min dans de l'amylase pancréatique puis 100 min dans de l'amyloglucosidase. Les amidons résistants sont classés en 3 catégories :

- RS1 (resistant starch) où l'amidon est physiquement inaccessible (grains et pépins partiellement broyés),
- RS2 où il s'agit de grains d'amidons natifs résistants (pomme de terre et banane crues). Ils sont essentiellement de type B.
- RS3 qui définit les amidons rétrogradés (pomme de terre, pain et corn flakes refroidis)
- RS4 est une 4ème catégorie qui a été ajoutée (Seib et Woo, 1998), correspondant aux amidons modifiés chimiquement.

Les amidons résistants contribuent à la fraction en fibres. Le taux de glucose libéré par les polymères d'amidon, le niveau de l'amidon résistant, et les propriétés fonctionnelles sont déterminés par l'état de l'organisation de l'amylose et l'amylopectine dans l'aliment.

III.2.5 Architecture granulaire

Les grains d'amidon peuvent être observés par microscopie optique ou électronique à balayage (Figure 14). Leur forme et leur taille dépend de l'origine botanique (Tableau 4).

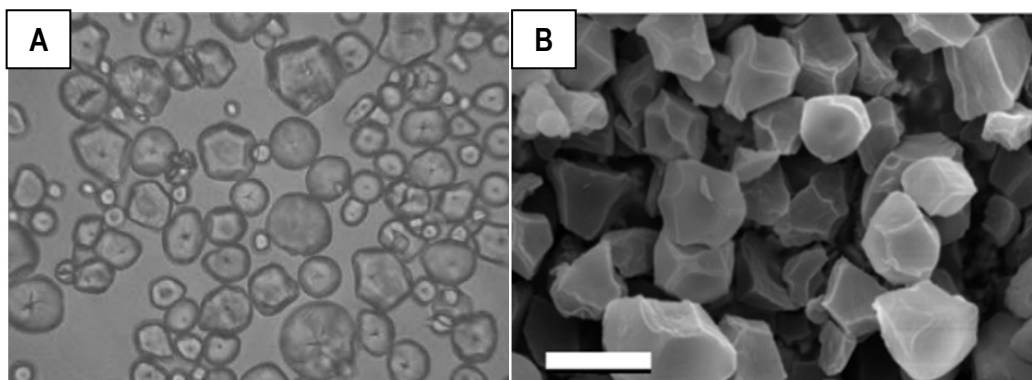


Figure 14 : Photographies de grains d'amidons
(A) de maïs cireux au microscope optique X 400 (Miao et al., 2010) – (B) de riz au microscope électronique à balayage, échelle 5 µm (Kubo et al., 2010)

Le tableau 4 présente les caractéristiques morphologiques de quelques amidons classiques. Le grain d'amidon le plus gros est celui de la pomme de terre avec une taille allant de 15 à 100 µ de forme ellipsoïdale à l'opposé du plus petit correspondant au pois lisse de 5 à 10 µ qui est réniforme. L'amidon de riz peut mesurer 1 µ.

Tableau 4 : Caractéristiques connues des amidons classiques

	Pomme de terre	Blé	Maïs standard	Maïs cireux	Pois lisse
Amylose (%) ¹	23	26	28	< 1	35
Forme des particules ¹	Ellipsoïdale	Lenticulaire polyédrique	Polyédrique	Polyédrique	Réniforme
Taille moyenne granules (µ) ²	15 - 75	2 - 3 à 22 - 36	5 - 20	5 - 25	5 - 10

¹ Duprat et al. (1980), ² Pérez et Bertoft (2010)

En outre, la forme des grains varie avec l'âge. Au départ ils sont tous sphériques, et deviennent au cours de leurs croissances ovoïde, ellipsoïde, hémisphérique, polyédrique... (Deysson, 1973). Lors de leur synthèse dans l'amyloplaste, les grains produits sont dits simples ; s'il y a fusion, ils sont dits composés.

III.2.5.1 Structure cristalline de l'amidon

La croissance du grain est initiée dans une région moins organisée structuralement appelée le hile (Figure 15).

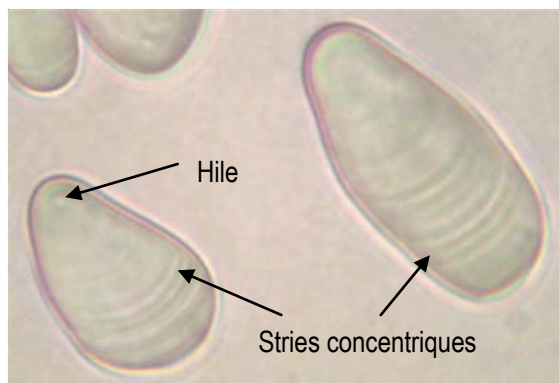


Figure 15 : Grain d'amidon de bananes vertes (sans coloration)
Zhang et Whistler, 2002

L'observation au microscope optique en lumière polarisée des grains d'amidons natifs montre une croix noire de biréfringence (« croix de Malte »), (Figure 16). Laquelle est caractéristique d'une organisation sphérolitique. Elle permet de plus de démontrer que l'orientation moyenne des chaînes dans l'amidon est radiale (French, 1984 ; Blanshard, 1987).

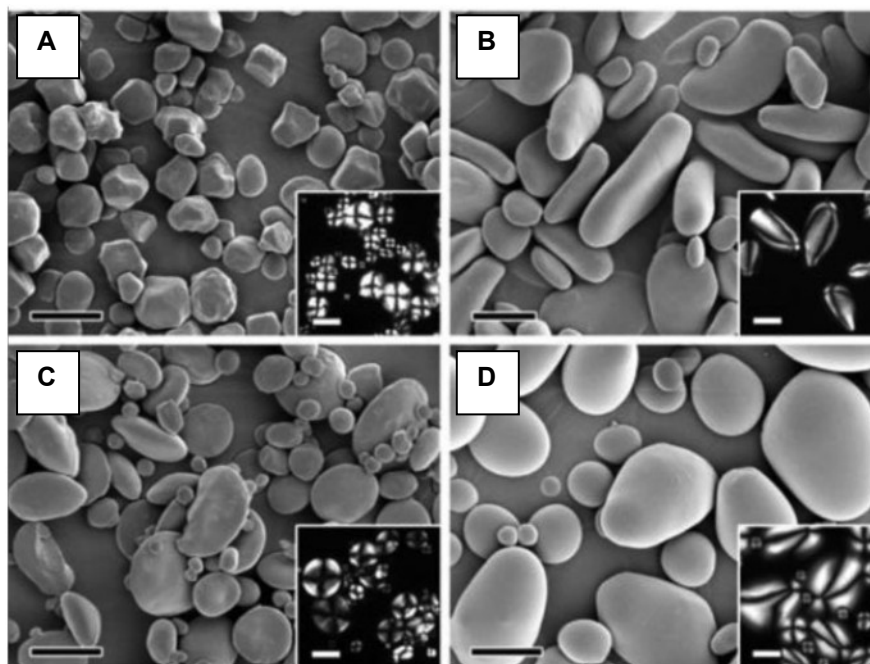


Figure 16 : Grains d'amidon natifs vus au microscope électronique à balayage et au microscope optique en lumière polarisée

A – maïs, B – banane verte, C – blé, D – pomme de terre (échelle : 20 µm)

Pérez et Bertoft, 2010

La cristallinité de l'amidon dépend à la fois de l'origine botanique et de la teneur en eau qui n'excède pas 40 %. Les amidons natifs présentent 3 types cristallins caractéristiques en diffraction des rayons X aux grands angles : A, B et C (Buléon *et al.*, 1998) (Figure 17) :

- le type A qui correspond aux amidons de céréales
- le type B qui correspond aux amidons de tubercules, de fruits, de céréales riches en amylose, et amidons rétrogradés
- le type C qui correspond au mélange des 2 modèles précédents des amidons de légumineuses

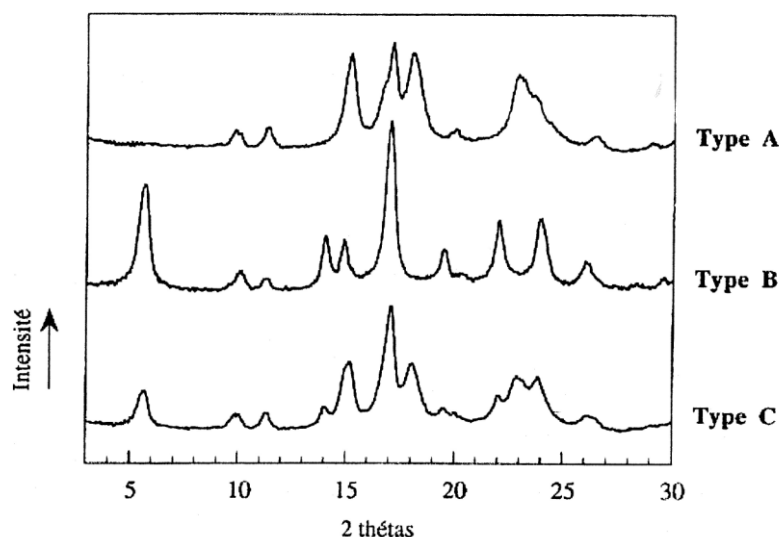


Figure 17 : Diagrammes de diffraction des rayons X des amidons de type A, B et C
Zobel, 1988b

La plupart des amidons de céréales contiennent des lipides et peuvent subir un recuit plus cristallin pendant le traitement thermique (Morrison *et al.*, 1993 ; Le Bail, 1998). Il y a la disparition de la croix de biréfringence et la disparition des structures natives A et B par diffraction des rayons X. De plus dans le cas de la diffraction des rayons X, la formation de complexes amylose lipides cristallins se traduit par l'apparition d'un diagramme de diffraction de type Vh (Figure 18), excepté pour les amidons qui ne contiennent que de l'amylopectine dit « cireux » (waxy) ou qui ne contiennent pas de lipides.

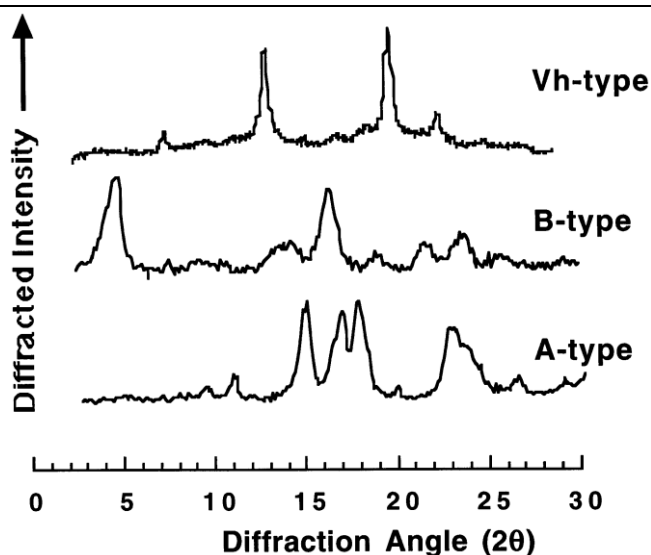


Figure 18 : Diagrammes de diffraction des rayons X des amidons de type A, B et Vh
Buléon *et al.*, 1998

La cristallinité de l'amidon est trop faible et la taille des domaines cristallins trop petite pour pouvoir résoudre directement la structure tridimensionnelle des domaines cristallins. Des modèles ont donc été proposés à partir d'amylose recristallisée dans les types A et B. Dans les 2 cas, les chaînes s'organisent en doubles hélices avec 6 unités glycosyl par tour, pour chaque brin (Figure 19). Chaque double hélice est disposée parallèlement (sauf dans le cas de la structure de Wu) à sa voisine avec un décalage d'un demi-pas selon l'axe de la double hélice. Ces doubles hélices s'organisent pour former des cristallites (Wu et Sarko, 1977 ; 1978a ; 1978b ; Imberty *et al.*, 1987 ; Imberty et Pérez, 1988a ; Imberty *et al.*, 1988b ; Imberty *et al.*, 1991 ; Buléon *et al.*, 1998b).

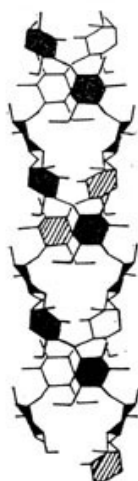


Figure 19 : Modèle de la double hélice d'amylose
Zobel, 1988b

Les allomorphes A et B se distinguent par le mode d'empilement des doubles hélices et par la quantité d'eau présente dans la maille cristalline (Figure 20).

Selon les modèles d'Imberty, le type A, de maille monoclinique ($a = 2,124$ nm, $b = 1,172$ nm, $c = 1,069$ nm, et $\gamma = 123,5^\circ$), chaque double hélice a six voisines forme une structure dense. La compacité de la structure ne permet l'hydratation que par 4 molécules d'eau par maille. En revanche, la structure de type B se caractérise par une maille hexagonale ($a = b = 1,85$ nm, $c = 1,04$ nm et $\gamma = 120^\circ$). Chaque double hélice a trois voisines. Les hélices sont disposées autour d'une cavité centrale qui contient des molécules d'eau (36 par maille) (Imberty et al., 1988). En 2004, Takahashi Kumano et Nishikawa ont démontré une structure semblable à celle présentée par Imberty et al., avec une nuance pour les paramètres des mailles ($a = b = 1,852$ nm, $c = 1,057$ nm). Plus récemment, Popov et al. (2009) ont démontré une structure à très haute résolution dans laquelle il y a 8 molécules d'eau par maille.

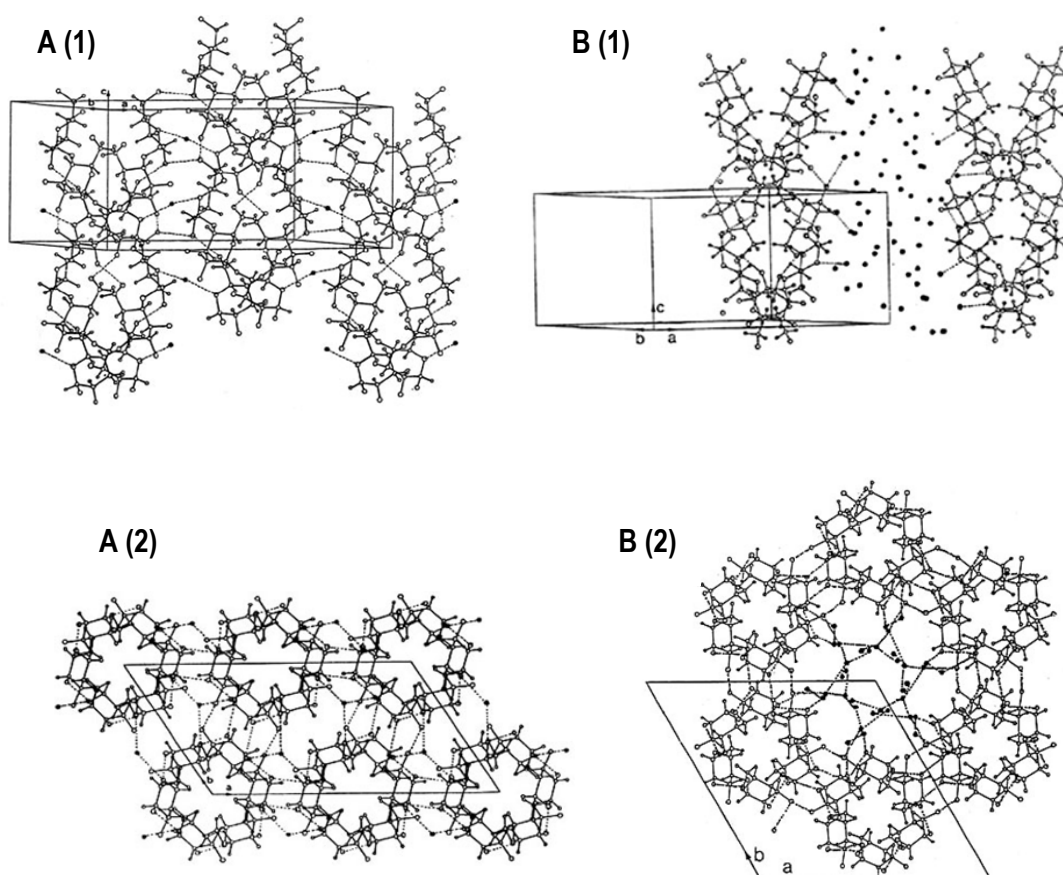


Figure 20 : Arrangement cristallin des types A et B
(1) représentation tridimensionnelle selon l'axe de fibre,
(2) projection de la structure dans le plan (a, b).

Imberty et al., 1988 a et b, 1991

Les conditions environnementales, telles que la température et l'action de l'eau dans le milieu de synthèse lors de la croissance de la plante ont aussi sûrement une influence sur l'activité enzymatique de biosynthèse. Un milieu chaud et sec favorise une organisation de type A. Dans les milieux froids et humides, les chaînes de l'amylopectine sont plus longues et la structure de est de type B.

III.2.5.2 Ultra-structure du grain d'amidon

Le grain d'amidon présente une organisation en couches concentriques. La structure semi-cristalline des couches les plus résistantes aux hydrolyses a été mise en évidence par microscopie électronique à transmission (Yamaguchi et *al.*, 1979; Oostergel et van Bruggen, 1993). Ces couches s'alternent en lamelles amorphes et cristallines. De nombreux auteurs ont confirmé par diffraction des rayons X aux petits angles cette organisation lamellaire (Oostergel et van Bruggen, 1989; Jenkins et *al.*, 1993; Jenkins et Donald, 1995; Donald et *al.*, 2001). La distance de répétition des lamelles a été déterminée par diffraction des rayons X aux petits angles et est évaluée à 9 – 10 nm (French, 1984 ; Blanchard, 1987 ; Oostergel et Van Bruggen, 1989 ; Jenkins et *al.*, 1993 ; Cameron et *al.*, 1993 ; Jenkins et Donald, 1995 ; Donald et *al.*, 2001).

La structure lamellaire est superposée à la structure moléculaire de l'amylopectine et les lamelles cristallines sont formées des chaînes courtes de l'amylopectine (DP 15 – 20) enchevêtrées en double hélices.

Oostergel et van Bruggen (1993) ont proposé un modèle d'arrangement de l'amylopectine en super-hélice gauche, d'un diamètre de 18 nm de large et d'une cavité centrale de 8 nm. De cette théorie Waigh et *al.* (2000) ont établi que les lamelles amorphes formeraient un squelette pour les chaînes constituant les clusters d'amylopectine (Figure 21 (a)). Cette super-hélice est constituée de plusieurs molécules d'amylopectine. Les clusters et chaque molécule d'amylopectine sont alignés suivant l'axe de la super-hélice. Le modèle d'amylopectine établi par Bertoft (2004) permet d'envisager un autre arrangement aboutissant à la même super-hélice par une simple torsion de la molécule (Figure 21 (b)). Dans ce modèle, la super-hélice est construite à partir d'une seule molécule d'amylopectine. La structure de la lamelle cristalline reste identique mais la lamelle amorphe est constituée d'un vrai squelette formé par les longues chaînes de l'amylopectine (B3). L'axe des clusters reste identique à l'axe de la super-hélice mais la chaîne principale de l'amylopectine suit les tours de la super-hélice.

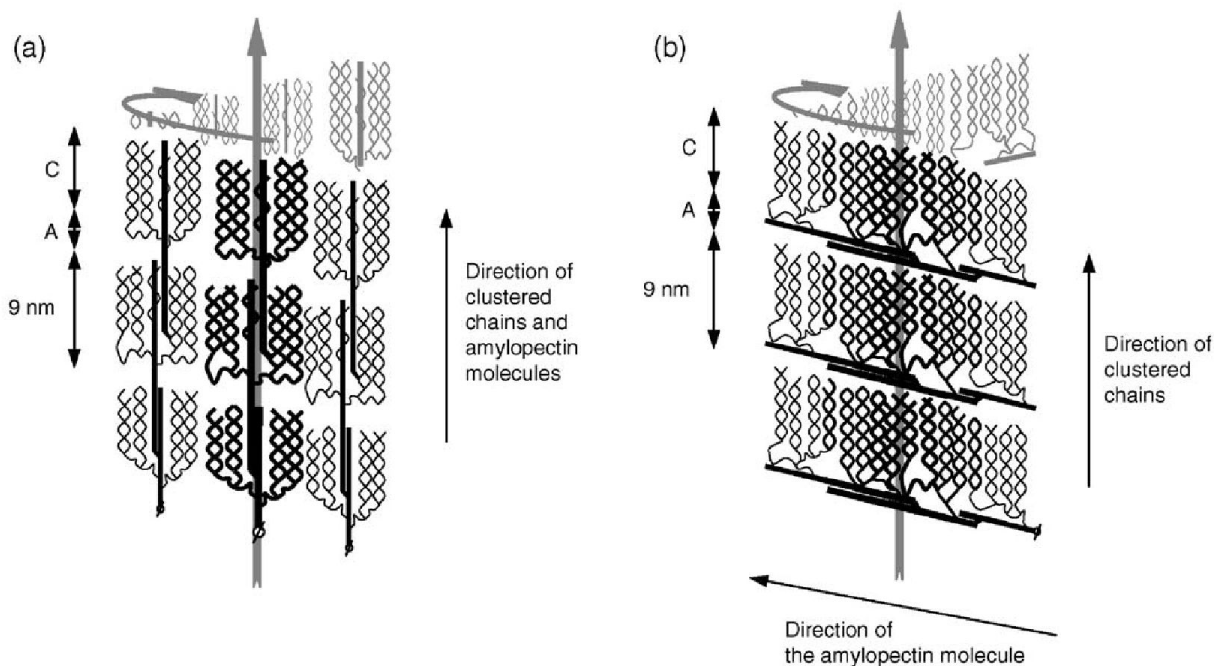


Figure 21 : Propositions de structure en super hélice de l'amylopectine
(a) Waigh et al., 2000 (b) Bertoft, 2004

Un niveau d'organisation supplémentaire dans le grain d'amidon a été proposé par Gallant et al. (1997). Des grains d'amidon observés en MEB à haute résolution, présentent à leur surface de petits agrégats plus ou moins sphérique appelés « **blocklets** » (Figure 22). Les blocklets présents dans les couches amorphes des grains d'amidons ont une taille inférieure (25 nm) à celle des blocklets présents dans les couches cristallines (80 – 120 nm).

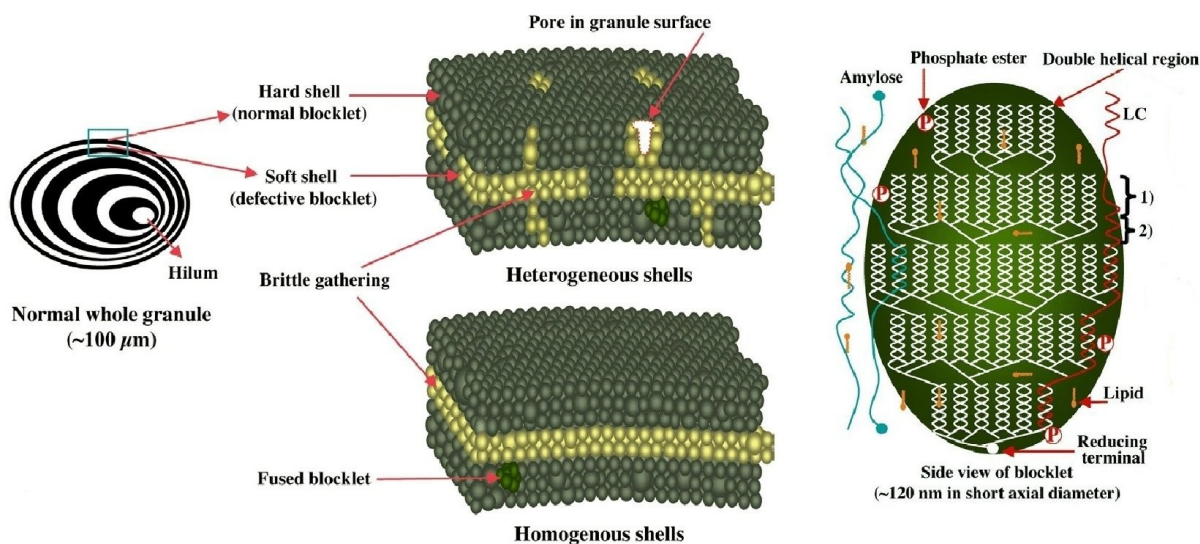


Figure 22 : Proposition de structure en « Blocklet »
Tang et al., 2006

Baldwin et *al.* (1998) ont observé par microscopie de force atomique (AFM) des blocklets d'une taille variant de 10 à 50 nm sur des grains d'amidon de blé. Les blocklets issus d'amidon de pomme de terre ont une taille variant de 200 à 500 nm. Ces derniers seraient eux même constitués de petits blocklets élémentaires de 10 à 50 nm. Baker et *al.* (2001) ont également mis en évidence par AFM, de petites structures de 10 à 30 nm. Ces plus petits blocklets pourraient correspondre aux arrangements en super-hélice proposés par Oostergel et van Bruggen (1993) et Bertoft (2004), celle-ci ayant un diamètre d'environ 18 nm.

Tang et *al.* (2006) ont proposé un modèle d'organisation du grain d'amidon intégrant le concept du blocklet et en y faisant intervenir l'amylose. L'amylose permettrait de connecter les différents blocklets ensembles et contribuerait ainsi à la force et la flexibilité du grain d'amidon (Ridout et *al.*, 2003). Les pores qui apparaissent à la surface des grains d'amidon lors d'une hydrolyse enzymatique correspondraient à des blocklets déficients présents à la surface du grain et plus sensibles à l'hydrolyse que les blocklets normaux.

III.2.6 Traitements hydro-thermiques

La majorité des utilisations de l'amidon passe par des traitements hydrothermiques, enzymatiques, ou chimiques. Dans le cas des traitements hydrothermiques, le mode de modification dépend fortement de la teneur en eau, de la température et du cisaillement.

Les 2 grands types de transformation de l'amidon habituellement considérés sont ceux qui impliquent la destruction de l'architecture granulaire (fusion, gélatinisation) et ceux qui entraînent des modifications structurales sans destruction du grain d'amidon (recuit et « Heat Moisture Treatment »).

III.2.6.1 Mécanismes de gélatinisation et fusion. Traitements hydrothermiques avec destruction de l'architecture granulaire

La température de destruction de la structure cristalline de l'amidon dépend fortement de la teneur en eau (Figure 23). Pour des teneurs en eau inférieures à 70 % elle décroît lorsque la teneur en eau augmente, dans ce domaine de teneur en eau le terme "fusion" est plutôt utilisé. Au dessus de 70 % (excès d'eau) la température de destruction des structures cristallines ne dépend plus de la teneur en eau et le terme gélatinisation de l'amidon est utilisé.

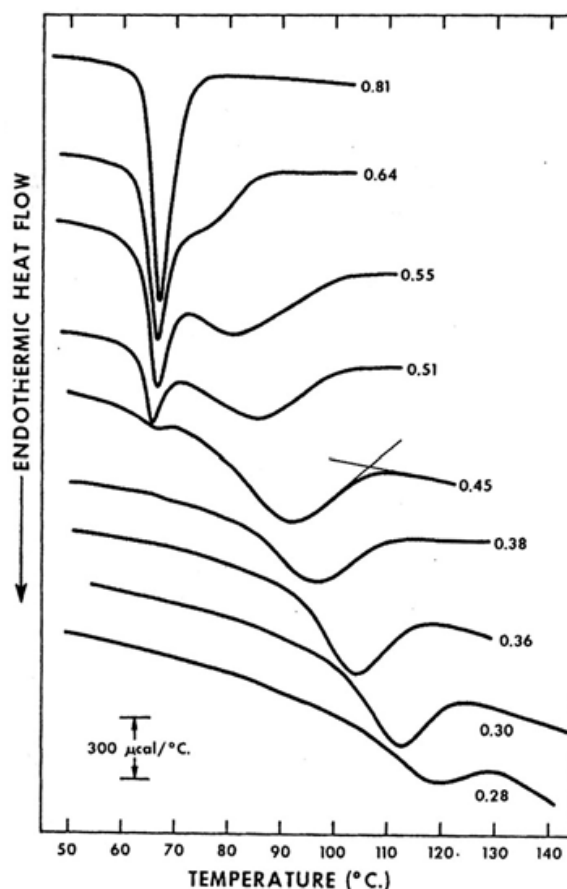


Figure 23 : Thermogrammes obtenus par AED pour l'amidon de pomme de terre avec différentes fractions d'eau

Donovan, 1979

Durant la gélatinisation, plusieurs événements peuvent se produire successivement (Figure 23). Des transitions endothermiques successives (en excès d'eau il n'y en a qu'une) sont observées selon la quantité d'eau et le type d'amidon (Donovan, 1979 ; Biliaderies et *al.*, 1986a ; Russel, 1987). Le 1^{er} pic, identifié comme le pic de gélatinisation observé autour de 66 % (w/w), se décale vers les plus hautes températures ainsi que les endothermes quand la quantité d'eau diminue.

Premièrement la diffusion de l'eau dans les grains d'amidon avec un gonflement limité et un faible niveau de solubilisation où l'amylose sort du grain « **leaching** » à 50 – 80 °C. De 80 à 100°C les grains gonflent et se rompent, c'est la dispersion menant à une solubilisation plus ou moins complète (30 – 60 %) ; il y a une disparition de la biréfringence et une perte de la cristallinité des grains. De 100 à 60 °C c'est la gélification, induite par des phases de transition endothermique, un gonflement prédominant des grains après la perte de biréfringence, et une diminution de temps de relaxation des molécules d'eau.

La perte de cristallinité peut également être mesurée par une diminution de l'évènement endothermique par DSC (Differential Scanning Calorimetry, Figure 23). Les amidons riches en amylose donnent de larges endothermes, avec de hautes températures de fusion (Colonna et *al.*, 1982 ; Inouchi et *al.*, 1991). De plus, une 2^{nde} transition endothermique est observé à près de 100 °C pour les amidons de céréales contenant des lipides. Cette transition est habituellement assignée à la fusion de complexes amylose-lipide présents au sein du grain d'amidon et/ou formés au cours du chauffage dans la DSC.

Un schéma des différentes phases impliquées dans la gélatinisation du grain d'amidon a été proposé par Duprat et *al.* (1980) (Figure 24).

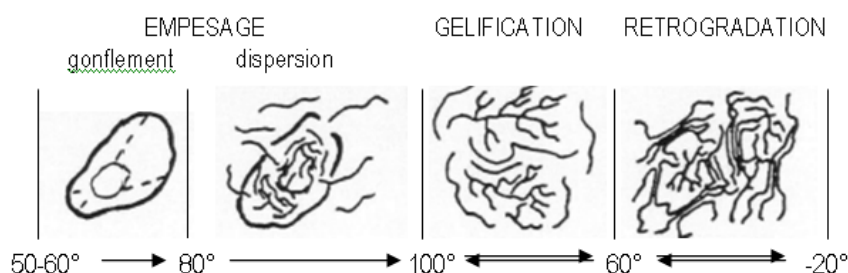


Figure 24 : Schéma des différentes phases de l'évolution hydrothermique de l'amidon
Duprat et *al.*, 1980

La **gélatinisation** correspond à une rupture irréversible de l'ordre moléculaire observée dans les grains d'amidon quand ils sont mis en suspension et chauffés au-delà de 60 °C (Blanshard, 1987). Une perte de biréfringence se produit à une température caractéristique de chaque type d'amidon selon l'origine botanique : amidon de pomme de terre de 56 à 66 °C, amidon de blé de 52 à 63 °C, amidon de maïs de 62 à 72 °C, et l'amidon de riz de 66 à 77 °C. Cette perte de la biréfringence durant la gélatinisation reflète la disparition de l'organisation radiale des chaînes d'amyloses et d'amylopectine. L'**empesage** est le résultat de la gélatinisation.

L'**empois d'amidon** correspond à la suspension de grains d'amidon gonflés et riches en amylopectine, également appelés « fantômes », entourés de chaînes d'amylose en suspension dans l'eau environnante.

III.2.6.2 Changement phénoménologiques de la gélatinisation, l'empesage, et la fusion

III.2.6.2.1 En excès d'eau (eau / amidon >1,5) - Gélatinisation

Le comportement au chauffage des amidons est mesuré à partir des températures caractéristiques extraites de l'endotherme de gélatinisation (début, centre, fin) et par l'enthalpie de gélatinisation ($10 - 20 \text{ J.g}^{-1}$) qui correspond à l'intégrale de l'endotherme et dépend à la fois de l'origine de l'amidon et de son état d'endommagement. L'enthalpie de gélatinisation est une valeur nette thermodynamique correspondant au gonflement des grains, à la fusion des cristaux, à l'hydratation, et même à la recristallisation (exothermique) quand les lipides complexables sont présents. Ces complexes sont formés quand les chaînes d'amylose deviennent plus mobiles. Initialement, la cassure des liaisons d'hydrogène des zones cristallines génère une grande absorption d'eau. L'infiltration de macromolécules de faible masse moléculaire, essentiellement d'amylose, s'explique par la différence de coefficient de diffusion (DTz) : les valeurs DTz sont $1,2 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour l'eau, $8-15 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour l'amylose, et $1,7 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour l'amylopectine.

III.2.6.2.2 En quantité d'eau restreinte (eau / amidon < 1)

La **fusion** qui correspond également à la perte de la cristallinité et des structures granulaires natives se produit à plus faible humidité (aussi basse que 10 – 60 %) et à plus haute température (70 – 180 °C). Dans cette gamme d'hydratation la température de fusion dépend fortement de la teneur en eau.

La température de fusion (T_m) est souvent confondue avec celle de gélatinisation. Les études en DSC (Differential Scanning Calorimetry) ont montré qu'il n'y a pas de discontinuité différenciant la gélatinisation de la fusion. La température expérimentale de fusion est connue pour varier en fonction de la quantité d'eau selon la loi de Flory (1953). Pour des fractions volumétriques d'eau entre 0,1 et 0,7, l'inverse de la température de fusion est une relation linéaire par volume de fraction d'eau.

La température de fusion théorique de cristaux parfaits sans eau peut être déduite par extrapolation de la loi de Flory à teneur en eau nulle. Elle se situe entre 160 °C et 210 °C, avec une enthalpie correspondante entre 160 et 875 J.mg^{-1} , dépendant de l'origine botanique de l'amidon (Flory, 1953).

Dans les aliments à base d'amidon, la température utilisée pour leur fabrication et la teneur en eau utilisée dans la formulation déterminent les propriétés finales qui sont directement liées à l'état de transformation de l'amidon. En pâtisserie l'eau contenue est de 50-60 % (w/w), et dans

les biscuits < 30 %. En conséquence, la fusion incomplète explique les grains résiduels d'amidon observés dans les biscuits et les croûtes de pain les rendant cassant, en contraste à la mie de pain, où l'amidon est complètement gélatinisé.

Dans des études sur le comportement de l'amidon à faible quantité d'eau, une autre approche a été développée par Slade et Levine (1988) (Figure 25) qui ont introduit le concept de la **transition vitreuse** comme évènement clé déterminant le changement de la mobilité du polymère. Quand la température augmente la mobilité moléculaire devient plus importante, habilitant les molécules à glisser de l'une à l'autre. Au-dessus de la température de transition vitreuse (T_g) des réorganisations structurales peuvent avoir lieu dans les zones amorphes. La fusion des microcristaux interconnectés dépend de la transition vitreuse à caoutchoutique des zones amorphes dans lesquels l'eau exerce un effet plastifiant. En-dessous de la T_g , le segment mobile de la chaîne de polymère est gelé dans une conformation aléatoire, rendant l'amidon solide et vitreux.

L'endotherme de fusion à une humidité limitée peut s'expliquer par une distribution hétérogène de l'humidité dans le grain ou à des domaines micro cristallins avec des stabilités thermiques différentes.

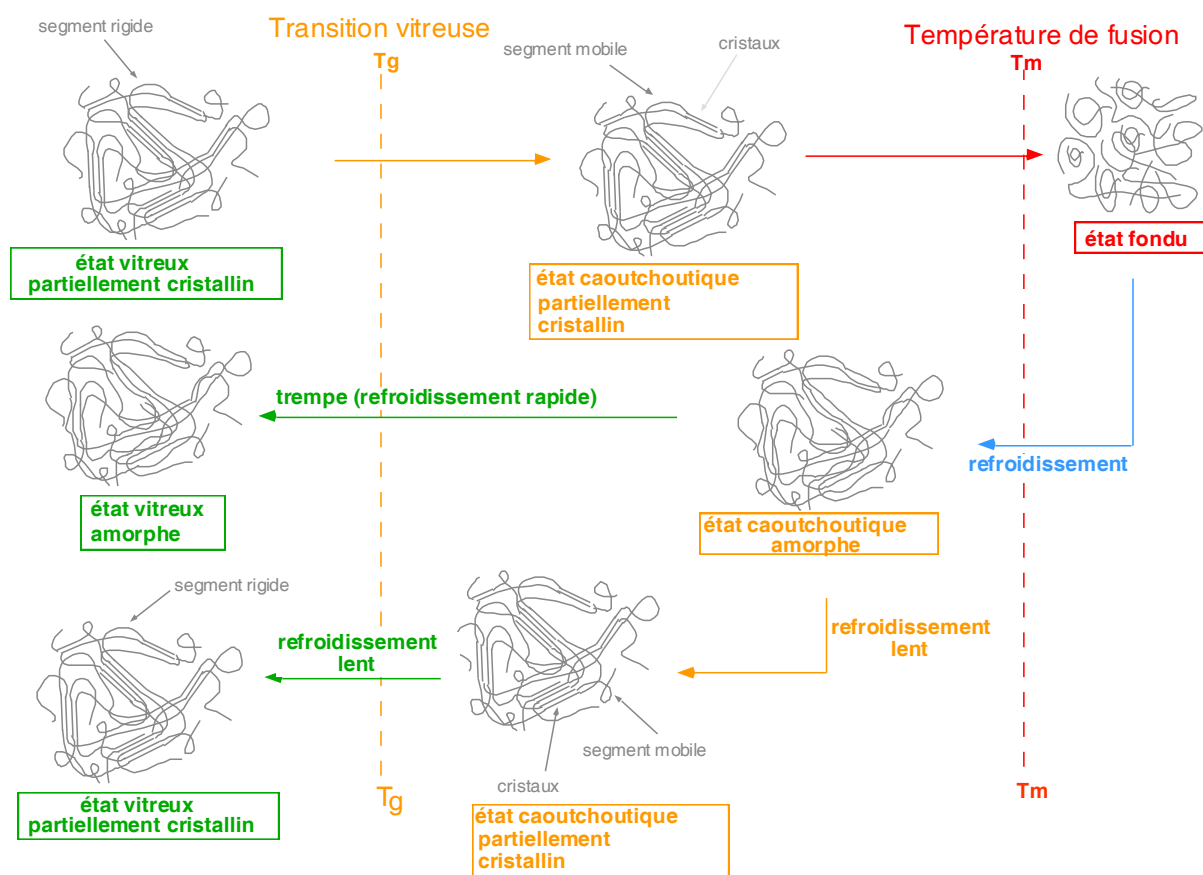


Figure 25 : Transition de phase d'un polymère semi-cristallin, structure en « Fringe micelles » (A. Buléon, P. Le Bail, P. Colonna et H. Bizot (1998) in the properties of water in foods - ISPOW 6, D.S. Reid Editor, Blackie Academic and Professional, pp 160-178, 1998.)

III.2.6.3 Rétrogradation de l'amidon

La rétrogradation désigne les réorganisations structurales (ou recristallisations) qui s'opèrent lors du refroidissement d'une dispersion d'amidon déstructuré lorsque la température est supérieure à la température de transition vitreuse (T_g) et inférieure à la température de fusion.

Dans l'empois d'amidon en dessous de 60 °C, l'amylose et l'amylopectine se séparent ainsi qu'une exsudation de l'eau « **synérèse** ». Un gel se forme où l'eau est enfermée dans une trame tridimensionnelle créée par la recristallisation de l'amylose et de l'amylopectine. Les gels sont formés de deux phases composées de plus de 70 % du même polymère. La composition de chacune des deux phases dépend principalement du degré de gélification et du rapport amylose/amylopectine du grain d'amidon (Buléon et *al.*, 1990 ; Leloup et *al.*, 1991). En excès d'eau, la fusion de l'amylose recristallisée a lieu vers 120 °C, tandis que les cristaux rétrogradés de l'amylopectine fondent à température plus faible (45 °C) (Miles et *al.*, 1985). La gélification de l'amylose est plus rapide que celle de l'amylopectine, et requiert des concentrations plus petites (Zobel, 1984).

Tableau 5 : Caractéristiques des grains d'amidon de quelques plantes amylacées tropicales

	Forme	Type	Dimensions (µm)	Amylose (%)	Références
Banane sauvage (<i>M. acuminata</i>)	Rond	Irréguliers	10 - 50	9 - 12	Lehmann, Jacobasch et Schmiedl, 2002
Banane valery	Sphérique	Irréguliers	7 - 25 large 20 - 50 long 15 - 40 (diamètre)		Kayisu <i>et al.</i> , 1981
Banane	Ovoïde		8 - 20		Millan-Testa, 2005
		Irrégulière et stries	6 - 80 (majorité = 20 - 60)		Lii, Chang, Young, 1982
Plantain var.Orishelle			7 - 40		Gnakri, Kamenan, 1990
Igname (<i>Dioscorea</i> spp)	Ovoïde Trigonal Rond		28,5 - 30,6 largeurs 35,3 - 42 longueurs	21 - 24	Emiola, Delarosa, 1981 Kpodo, Plahar, 1992
Igname ailée (<i>D. alata</i>)	Oblongue à ovale		12 - 100	34	Cruz-Cay, Gonzalez, 1973
				28,5	Gunaratne, Hoover, 2002
	Ellipsoïde tronqué	Simple	20 - 40	20 - 29	
Igname pousse-en-l'air (<i>D. bulbifera</i>)	Ellipsoïde tronqué	Simple	20 - 40		
Igname de Guinée jaune (<i>D. cayenensis</i>)	Ovoïde, ellipsoïde tronqué	Simple	10 - 20		Seidemann, 1966
Petit igname (<i>D. esculenta</i>)	Polyédrique	Composés	1 - 5	12 - 16	Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
Igname de Guinée blanche (<i>D. rotundata</i>)	Ellipsoïde tronqué	Simple	20 - 55	20 - 25	
Patate douce (<i>Ipomoea batatas</i>)			10 - 80		Osundahunsi, <i>et al.</i> 2003
			1,25 - 17 (moyenne = 6,69)		Dadie, <i>et al.</i> 1998
			12,6 - 23,3		Walter <i>et al.</i> 2000
	Sphérique	Simple	10 - 25	17 - 20	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
Dachine / taro (<i>Colocasia esculenta</i>)	Rond à variable		10 - 50	29,3	Gunaratne, Hoover, 2002
	Polyédrique	Composés	3 - 15	9 - 17	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
Chou caraïbe (<i>Xanthosoma sagittifolium</i>)	Polygonaux à variable		3 - 10	26,4	Gunaratne, Hoover, 2002
	Sphérique, Hémisphérique	Simple	5 - 20	20 - 23	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
Manioc (<i>Manihot esculenta</i>)	Ovoïde à sphérique		10 - 110	22,4	Gunaratne, Hoover, 2002
	Sphérique, Hémisphérique tronqué	Composés	15 - 20	8-16	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
Dictame / envers blanc (<i>Maranta arundinacea</i>)	Ovoïde	Simple	25 - 40	13-20	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979
	Arrondi, circulaire, ovoïde		22,8 - 45,6		Cerighelli, 1995 Perez, <i>et al.</i> 1997
Toloman (<i>Canna indica</i>)	Arrondi, circulaire, ovoïde		55 de long		Cerighelli, 1995 Perez, <i>et al.</i> 1997
	Ellipsoïde	Simple	60 - 95	24 - 27	Seidemann, 1966 Delpeuch, <i>et al.</i> 1979

III.2.7 Amidon des amyloacées tropicales

Ce chapitre présente les spécificités des amidons des végétaux tropicaux par rapport aux amidons plus classiques décrits dans les paragraphes précédents. Dix fruits et légumes tropicaux, présents et / ou cultivés en Martinique, ont été considérés (Annexe 4) : le **toloman** (*Canna indica*), le **topinambour** (*Callathea allouia*), le **dictame** ou envers blanc (*Maranta arundinacea*), le **taro** ou dachine (*Colocasia esculenta*), le **chou caraïbe** (*Xanthosoma sagittifolium*), la **patate douce** (*Ipomoea batatas*), les **ignames** (plusieurs espèces du genre *Dioscorea spp*), le **manioc** (*Manihot esculenta*), les **bananes** (plusieurs espèces du genre *Musa spp*), et le **fruit à pain** (*Artocarpus altilis non seminifera*). La plupart sont originaires d'Asie ou d'Amérique Centrale.

III.2.7.1 Morphologie granulaire et structure moléculaire des amyloacées tropicales

La majorité des amidons tropicaux sont issus de tubercules ou des racines, seuls ceux venant des bananes et du fruit à pain proviennent de fruits. L'amidon le plus étudié jusqu'à ce jour demeure celui des différentes variétés de bananes, notamment pour le caractère résistant à l'hydrolyse des amidons de bananes vertes.

Le tableau 5 reporte les caractéristiques des grains d'amidon de différentes amyloacées tropicales. Les tubercules ont en général des grains d'amidons ovoïdes. Il peut avoir des tubercules ayant des grains de petites tailles ; c'est le cas de l'igname *Dioscorea esculenta*, du chou caraïbe (*Xanthosoma sagittifolium*), et du taro (*Colocasia esculenta*) aux grains de 1 et 3 μm , et d'autres qui sont assez volumineux tels que l'igname ailée (*Dioscorea alata*) ou le manioc (*Manihot esculenta*) avec 100 μm et 110 μm respectivement.

La surface des grains d'amidon de banane plantain présente des stries parallèles ; et la variété Orishelle est à majorité de forme ovale : 23,22 μm (bananes plantains de 72 jours), 25,26 μm (bananes plantains de 83 jours) (Kayisu *et al.*, 1981).

Dioscorea rotundata et *Dioscorea cayenensis* ont des grains de couleurs différentes allant du blanc au marron ; *D. alata*, *D. cayenensis*, *D. dumetorum*, *D. rotundata*, les formes ovoïdes à rondes des granules sont de 28,5 – 30,6 μm de largeur et de 35,3 – 42 μm de longueur (Amanai *et al.*, 2009).

Les granules d'amidon de toloman (*Canna indica*) sont arrondis et petits, et lenticulaires (Pérez, Lares, Gonzalez, 1997) mais peut atteindre 200 μm (Cerighelli, 1995 ; Seidemann, 1966 ; Delpeuch *et al.*, 1979). Les granules de l'amidon de dictame (*Maranta arundinacea*) sont arrondis et petits, larges en forme de reins (Pérez *et al.*, 1997).

Les teneurs en amylose vont de 8 % pour l'amidon de manioc (*Manihot esculenta*), à 34 % pour l'amidon de l'igname ailée (*Dioscorea alata*). Les amidons natifs d'une vingtaine de cultivars de 4 espèces d'igname de Côte d'Ivoire ont été étudiés par Amanai *et al.* (2003). La teneur en amylose est de 25,4 % pour la variété Lafia, de 28,2 % pour la variété Eleyintu, et de 30 % pour Igangan.

Tableau 6 : Propriétés de l'amidon de quelques plantes amylacées tropicales

	Cristallinité (%)	Type cristallin	T. gélatinisation (C°)	Solubilité et gonflement	Viscosité (Pa.s)	Références
Plantain		B			550-630 BU	Rasper, 1969 Gnakri et Kamenan, 1990
Banane	36	A, B	74 - 83 77,6 enthalpie : 23,4 J/g			Lii, Chang, Young, 1982 Millan-Testa <i>et al.</i> , 2005
Banane valery			67 - 70			Kayisu <i>et al.</i> , 1981
Manioc (<i>Manihot esculenta</i>)		A				Gunaratne et Hoover, 2002
Igname ailée (<i>D.alata</i>)	<u>36</u>	B	65 71,7 - 78		<u>0,292.10³</u>	Emiola, et Delarosa, 1981 Gunaratne et Hoover, 2002 <u>Amanai <i>et al.</i>, 2003</u> <i>Faboya et Asagbra, 1988</i>
<i>D. dumetorum</i>	<u>36</u>				<u>0,061.10³</u>	<u>Amanai <i>et al.</i>, 2003</u>
Igname de Guinée jaune (<i>D. cayenensis</i>)	36		71 80,3			Emiola, et Delarosa, 1981 <i>Faboya et Asagbra, 1988</i>
Patate douce (<i>Ipomoea batatas</i>) • blanche • rouge		<u>A</u>	<u>66,3</u> 70,7 71,5	29 32	540 BU 560 BU	Osundahunsi, <i>et al.</i>, 2003 <i>Dadie <i>et al.</i>, 1998</i> <u>Huang, 2009</u>
Chou caraïbe (<i>Xanthosoma sagittifolium</i>)		A				Gunaratne et Hoover, 2002
Dachine / taro (<i>Colocasia esculenta</i>)		A	<u>74,6</u>			Gunaratne et Hoover, 2002 <u>Huang, 2009</u>
Dictame / envers blanc (<i>Maranta arundinacea</i>)			75 - 90		150 BU	Perez <i>et al.</i> , 1997
Toloman (<i>Canna indica</i>)			68 - 90		300 - 460 BU	Perez <i>et al.</i> , 1997

BU : Brabender Unit

III.2.7.2 Propriétés fonctionnelles des amyloses tropicales

Le tableau 6 répertorie les principales propriétés des granules d'amidon de différentes amyloses tropicales.

Les cristallinités mesurées sont soit de type A pour les amidons de manioc (*Manihot esculenta*), de patate douce (*Ipomoea batatas*), de chou caraïbe (*Xanthosoma sagittifolium*) et de taro (*Colocasia esculenta*) ; ou soit de type B pour les amidons de banane plantain, ou d'igname ailée (*Dioscorea alata*). Les pourcentages de cristallinités mesurés sont de 36 % pour la banane et les ignames.

La température de gélatinisation la plus faible est observée pour l'amidon de banane de variété valery avec 67 °C (Kayisu et al., 1981) et la plus forte pour les amidons de dictame (*Maranta arundinacea*) et de toloman (*Canna indica*) avec 90 °C. Cependant, les valeurs varient d'une étude à l'autre (Emiola et Delarosa, 1981 ; Faboya et Asagbra, 1988), certainement dues à des conditions environnementales différentes.

Le gonflement par les granules de l'amidon de patate douce (*Ipomoea batatas*) commence entre 65 – 70 °C et va jusqu'à 95 °C : 32 g d'eau / g d'amidon pour celle à peau rouge et chair blanche (PRCB), et 29 g d'eau / g d'amidon pour celle à peau jaune et chair jaune (PJCJ) (Dadie et al., 1998). Selon l'étude d'Osundahunsi et al. (2003), la solubilisation et le gonflement commence à partir de 80 °C.

La viscosité la plus faible est celle de l'igname *Dioscorea dumetorum* avec 0,061.10³ Pa.s (Amanai et al., 2003 ; soit 61 BU) et celle la plus forte est de 630 BU pour la banane plantain (Rasper, 1969). La viscosité pour les farines de patate douce (*Ipomoea batatas*) atteint 210 BU à cause de la faible disponibilité des amidons (Dadie et al., 1998). Pérez et al. (1997) ont reporté que l'absence de pic de viscosité de l'amidon de dictame (*Maranta arundinacea*) à 95 °C et une stabilité à haute température, en font un ingrédient pour les soupes instantanées. Selon cette même étude, le taux élevé de la viscosité de l'amidon de toloman est de l'ordre de 460 BU à 95 °C. Cette tenue de la viscosité démontre qu'il résiste aux fortes températures, ce qui en fait un bon épaississant pour les sauces, ou pour amidonner.

Notons qu'il n'y a pas, à ce jour, d'étude sur l'amidon du topinambour (*Callathea allouia*).

Tableau 7 : Caractéristiques et propriétés connues de l'amidon du fruit à pain

Auteurs							
Amidon	Nwokocha & Williams, 2011	Akambi & al., 2009	Daramola & Adegoke, 2007	Adebayo & al., 2008	Rinçon & Padilla, 2004	Tumaalii, & Wootton, 1988	Loos & al., 1981
Caractéristique							
Propriété							
Rendement amidon(%)		14,26			18,50		
Humidité (%)	10,91	10,83	8,10 – 9,30		13,59 ± 0,56		7,90 ± 0,01
Amylose (%)		22,52			27,68	16,6 – 21,7	18,2
Amylopectine (%)		77,48			72,32		
Forme des particules				Sub-sphérique, segmentée	Irrégulière, arrondie		Sphérique et segmentée
Taille granules (µm)	2,25 – 8,42 (moyenne = 4,34)	18		1,5 - 7,0 - 16,5	largeur 4,24-6,67 longueur 3,03-7,88	3,1 – 4,8	10 – 20
Type cristallin	B					B	
Aire surface spécifique (m ² kg ⁻¹)				441			
pH		6,513 ± 0,005	5,24		5,51		
Densité apparente (g. cm ⁻³) > poudre sèche		0,673		0,324			
Capacité d'absorption de l'eau		104,93 %		210 ± 19,5			
Gonflement (90 °C)	39,4	195,10 ± 2,17			238,1 ± 2,17		26
Solubilité (90 °C) g / 100 g masse sèche	5,23	6,49 ± 2,80			8,93 ± 2,8		10
Gélatinisation ou température d'empesage (°C)	69,34	84,05	80,80		73,3 6 % empois	73,5 - 75	
Pic viscosité		121,25 RVU	348,00 RVU		790 BU 6 % empois		1860 BU (95 °C) 8 % amidon
Viscosité empois chaud	2,415 Pa.s ⁻¹				786 BU		
Viscosité empois froid					1091 BU		
Chute		7,92 RVU	20,17 RVU		4 BU	2015 BU	
Rétrogradation		40,08 RVU	167,92 RVU		305 BU		

RVU : Rapid Visco analyser Unit, BU : Brabender Unit

III.2.7.3 Particularités de l'amidon du fruit à pain

Dans le fruit à pain, l'amidon est le glucide prédominant à plus de 50 % des glucides totaux. Au cours du développement du fruit, sa concentration en amidon augmente jusqu'à maturité, et diminue à très forte maturité dans toutes les parties du fruit. Le taux d'extractibles solubles dans d'alcool est faible à immaturité et très fort à maturité. Ce phénomène indique que le fruit immature a en réserve des glucides de l'amidon. Ce dernier va être hydrolysé, à maturité avancée, en sucres solubles. (Reeve, 1974 ; Graham et Negron De Bravo, 1981 ; Worrell, 1998).

L'amidon de fruit à pain, qui constitue l'objet principal de ce travail de doctorat, a fait l'objet de différentes études (Tableau 7). L'étude morphologique réalisée par microscopie électronique (SEM) montre des grains d'amidons sphériques et segmentés, de taille de 7 à 20 μm (Loos et *al.*, 1981, Rinçon et Padilla, 2004, Adebayo et *al.*, 2008, Akambi et *al.*, 2009 ; Nwokocha et Williams, 2011 ; Figure 26).

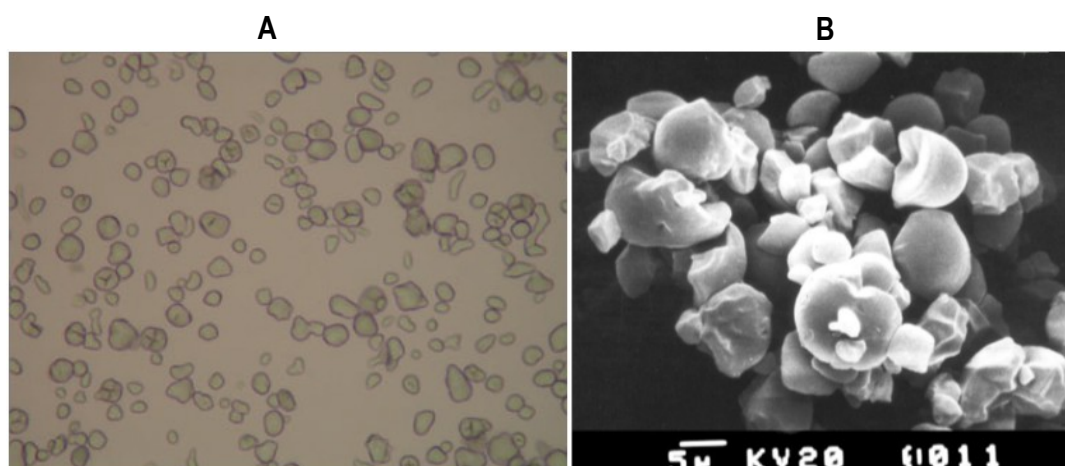


Figure 26 : Photographies de grains d'amidons de fruits à pain

(A) au microscope optique (Wang et *al.*, 2010) – (B) au microscope électronique à balayage (Adebayo et *al.*, 2008), en lumière normale

Les grains sont de forme arrondie irrégulière, de largeur de 4,24 – 6,67 μm et de longueur de 3,03 – 7,88 μm (Rinçon et Padilla, 2004). Tumaalii et Wootton (1988) ont mesuré des diamètres moyens allant de 3,1 à 4,6 μm pour des variétés du Pacifique. La surface des grains apparaît lisse (Kayisu et *al.*, 1981). Il existe peu de connaissances scientifiques sur la morphologie et la structure du grain d'amidon de fruit à pain. Seules les études de Tumaalii et Wootton (1988) et de Nwokocha et Williams (2011) ont permis de déterminer la cristallinité de type B de l'amidon du fruit à pain.

Dans le cas des propriétés fonctionnelles et de la structure moléculaire, les températures de gélatinisation mesurées vont de 69,34 à 84,05 °C. Deux études ont analysé la densité apparente du grain de 0,324 et 0,673 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

L'amylose constitue 16,6 % à 27,68 % de la composition moléculaire du grain d'amidon du fruit à pain (Loos *et al.*, 1981, Tumaalii et Wootton, 1988, Rinçon et Padilla, 2004, Akambi *et al.*, 2009) contre 72,32 % à 77,48 % d'amylopectine (Rinçon et Padilla, 2004, Akambi *et al.*, 2009).

Le gonflement augmente rapidement autour de 60 °C, se stabilise, et augmente autour de 80 °C (Loos *et al.*, 1981). Le pouvoir gonflant augmente avec la température. Il est plus prononcé de 70 à 80 °C, à cause de la faible teneur en amylose (Rinçon et Padilla, 2004). L'étude de Nwokocha et Williams (2011) donne un pouvoir gonflant de 39,4 g / g à 95 °C s'approchant de la valeur de 26 g / g à 90 °C de Loos *et al.* (1981), et confirme qu'en dessous de 60 °C rien de significatif n'est observé.

La viscosité mesurée lors de l'étude de Loos *et al.* (1981) a été de 4 BU pour la pâte chaude, et de 1091 BU pour la pâte froide, démontrant que l'amidon peut tendre à la rétrogradation.

Les propriétés « collantes » de l'amidon natif ou modifié du fruit à pain ont été étudiées par Adebowale *et al.*, (2005), sur le fruit à pain du Nigeria. Elles restent cependant à explorer en totalité sur la variété des fruits à pain des Antilles.

TRAVAUX REALISES

IV. TRAVAUX REALISES

En vue d'une meilleure connaissance du fruit, de sa maturation, de son amidon, nous avons différencié trois « populations » de matériel végétal :

- Une pour l'étude physicochimique sur le territoire de la Martinique divisé en 4 zones (fruits à un même stade de maturité)
- Une pour l'étude du développement (fruits à différents stades de croissance)
- Une pour les essais d'optimisation d'extraction de l'amidon (fruits à un même stade de maturité traités par deux procédés de conservation et deux procédés d'extraction)

Nos travaux ont été articulés en cinq étapes :

1. Dans un premier temps, **nous avons échantillonné des fruits** sur l'intégralité du territoire de la Martinique, pour étudier la composition de la pulpe du fruit à pain, mature, au stade habituel de consommation en Martinique ; ce qui a supposé de caractériser ses macro-constituants (sucres, amidon) à partir d'un lot homogène. Il a donc fallu, établir une composition moyenne à partir de différentes analyses physiques et physico-chimiques, puis tester l'homogénéité des fruits récoltés à partir d'un lot échantillon.
2. Dans un second temps, nous avons fait un suivi du développement du fruit à pain pour le caractériser et le comparer à la littérature existante sur le sujet. **Nous avons défini des critères de qualité qui permettent de cibler le point de récolte optimal** des fruits à pain pour la transformation, entre autres une teneur maximale en amidon. Pour ce faire, le suivi du développement et de la maturation du fruit à pain a été réalisé à partir de fruits récoltés tout au long du développement, de la fleur au fruit.
3. Dans un troisième temps, **nous avons optimisé l'extraction de l'amidon** pour obtenir des échantillons stabilisés pour l'étude de l'amidon.
4. Dans un quatrième temps, **nous avons caractérisé la structure moléculaire et les propriétés de l'amidon** de fruit à pain afin d'observer ses propriétés fonctionnelles en vue de proposer quelques pistes d'élaboration de produits alimentaires transformés.
5. Enfin, **nous avons effectué des tests d'aptitudes technologiques** afin d'observer les effets de l'utilisation de la farine de fruit à pain sur des produits traditionnels de panification.

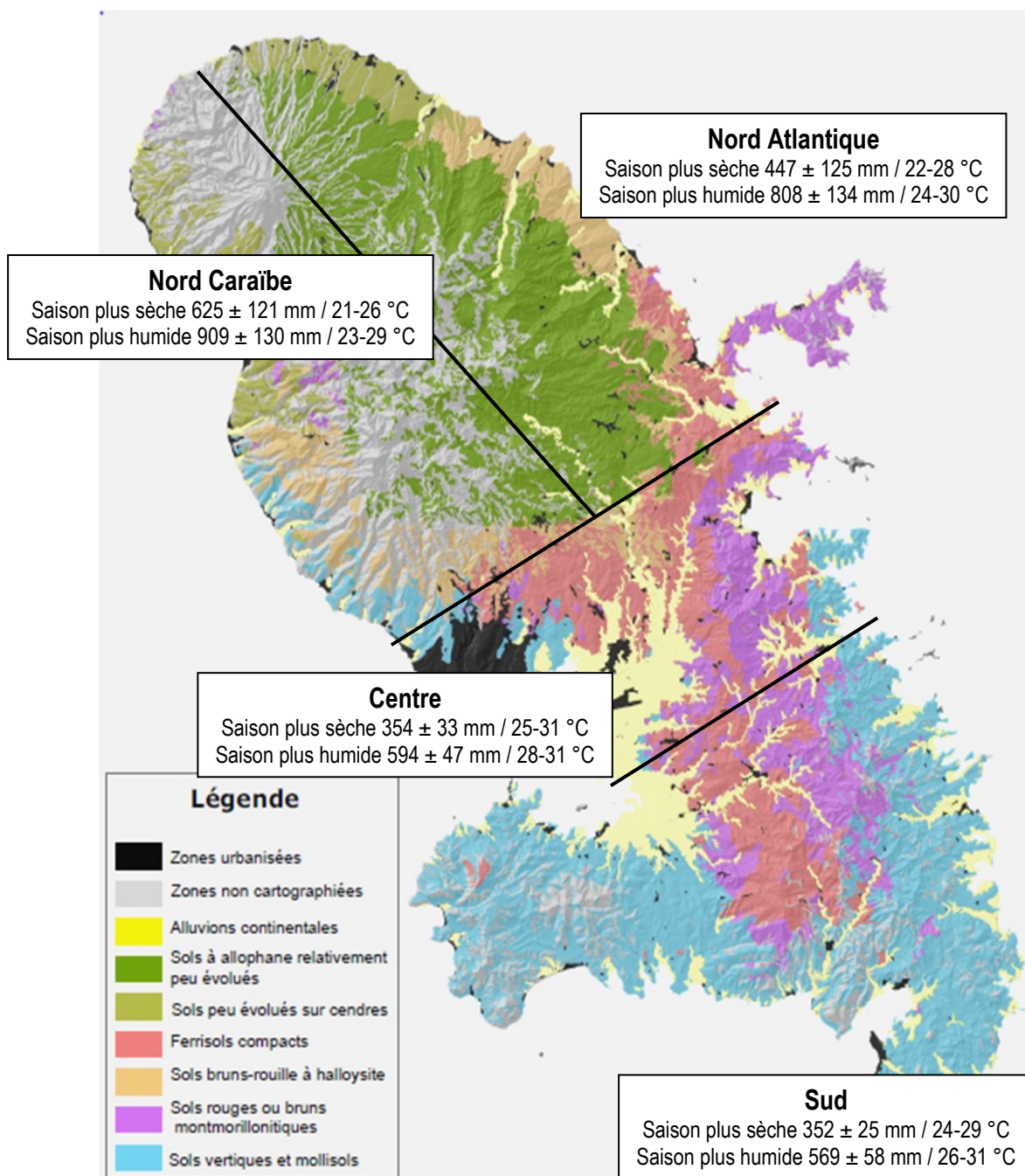


Figure 27 : Cartographie d'échantillonnage des fruits à pain

Carte pédologique simplifiée de la Martinique au 1/20 000ème (IRD) - Pluviométrie moyenne minimale / maximale températures en 2008-2009 en Martinique (14°30'N; 61°00'W) (Météo France)

IV.1 Etude physico-chimique du fruit à pain

Cette étude a consisté à effectuer sur les fruits différentes mesures physiques (taille, circonférences polaire et équatoriale, poids, couleur, texture) et chimiques (valeur énergétique, teneur en sucres solubles, teneur en amidon, acidité totale, teneur en eau, en protéine, en lipide, en cendres, et évaluation du pH), comme facteurs discriminants possibles entre les fruits à pain. Nous avons, avec les données ci-dessus, calculé divers ratios : calibre (circonférences polaire et équatoriale), palatabilité (extrait sec soluble / acidité titrable).

Les prélèvements des fruits à pain ont été effectués sur 4 zones établies (Figure 27) qui se différencient par la pluviométrie et les types de sols connus de la Martinique, dans l'objectif d'observer d'éventuels effets de milieux sur la composition des fruits.

IV.1.1 MATERIELS & METHODES

IV.1.1.1 Matériel végétal

Des fruits à pain (*Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg (1941)) ont été récoltés sur les 4 zones géographiques de la Martinique : Nord Atlantique (NA), Nord Caraïbe (NC), Centre et Sud (Figure 27). La SOCOPTMA (Société Coopérative Martiniquaise) a été notre principal fournisseur pour les fruits à pain prélevés dans le Nord Atlantique. Dans les autres zones de la Martinique, les fruits à pain ont été récoltés chez des particuliers ou achetés aux marchés de fruits et légumes frais.

Pour chacune des 4 zones géographiques, une trentaine de fruits (individus) ont été récoltés pour assurer un effectif suffisant permettant la validité statistique des résultats. En effet, un échantillon d'un effectif $n = 30$ est indispensable pour établir une approximation gaussienne de la moyenne empirique.

Le prélèvement des fruits utilisés pour la connaissance intrinsèque de la pulpe de fruit à pain a été fait de la façon suivante :

- Les fruits échantillonnés pour notre étude devaient être sains et sans blessures externes. Ils sont matures, fermes, de couleur verte, à pédoncules intacts avec des traces de latex apparaissant sur la peau.
- Les fruits récoltés, regroupés en 4 lots (1 lot par zone géographique), ont été conservés à 20 °C, dans une salle à air renouvelé, 24 à 72 heures.
- Chacun des fruits à pain des 4 lots constitués a fait l'objet de mesures physiques, avant d'être pelé, et débarrassé de leur cœur ; la pulpe de chaque fruit a été broyée, puis conditionnée dans des sachets en plastique avant d'être stockés à -18 °C.

L'échantillonnage pour la caractérisation des fruits à pain a été réalisé de manière à sélectionner des fruits matures, de taille moyenne qui soient représentatifs du stade physiologique de consommation habituelle des martiniquais, et pour chaque zone géographique. Nous pourrions vérifier ainsi si la zone géographique a un impact sur la qualité des fruits.

Dans un premier temps, l'échantillonnage des fruits à pain du Nord Atlantique a servi à observer l'impact de la saison sur les critères physico-chimiques retenus dans cette étude. Les fournisseurs y étant plus nombreux et la quantité d'arbres à pain étant plus importante dans cette zone, cela a facilité un échantillonnage équilibré durant un cycle continu d'alternance des 2 périodes climatiques d'humidités différentes. Dans un second temps, l'échantillonnage a été étendu à tout le territoire pour poursuivre cette étude.

IV.1.1.2 Produits chimiques

Les réactifs et les solvants utilisés pour nos expérimentations ont été acquis chez Merck (Allemagne), VWR Prolabo (France), laboratoires HUMEAU (France), Thompson & Capper LTD, R-biopharm (Allemagne), pour l'ensemble des analyses. Les solutions préparées pour les techniques chromatographiques ont été filtrées sur filtre de 0,2 µm (Millipore).

IV.1.1.3 Méthodes d'analyses

Différents critères de distinctions probables entre les fruits à pain des 4 zones choisies ont été retenus :

- des critères physiques : le calibre, la masse, la couleur, la fermeté du fruit, taille des polygones
- des critères chimiques : l'acidité titrable, l'extrait sec, le pH, la valeur énergétique, et la teneur en amidon

Un test statistique d'homogénéité permettra de réunir les échantillons pour constituer un ou des lots secondaires dont les amidons seront analysés.

IV.1.1.4 Méthodes physiques

Les analyses physiques ont été effectuées sur les fruits individuels frais, avant qu'ils ne soient broyés après élimination de leurs peau et cœur puis congelés à $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$.

IV.1.1.4.1 Le calibre du fruit (ou dimensions)

Les dimensions du fruit ont été mesurées, il s'agit de :

- la taille (Figure 28) : circonférences polaire et équatoriale mesurées à l'aide d'un mètre – ruban ($\pm 0,1\text{ mm}$)

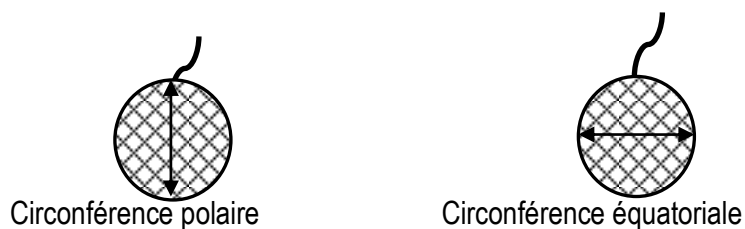


Figure 28 : Mesures des circonférences (cm)

- l'épaisseur de la pulpe (H, Figure 29), à l'aide d'une règle graduée, est réalisée en 4 mesures, de la limite interne de la couleur verte de la peau à la première graine du cœur ; elles sont exprimées en cm.
- le diamètre du cœur (d, Figure 29), à l'aide d'une règle graduée, est réalisé en 2 mesures exprimées en cm.

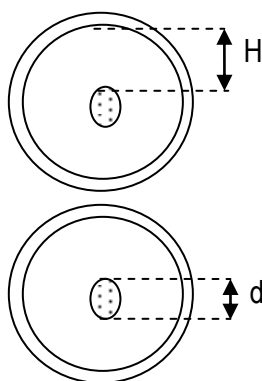


Figure 29 : Mesures de l'épaisseur de la pulpe et du diamètre du cœur (cm)

IV.1.1.4.2 La masse

La masse a été mesurée sur chaque fruit, entier avec le pédoncule, à l'aide d'une balance Precisa XB 12000D SCS (max 12100 g – min 5 g / e = 1g – d = 0,1g) et est exprimée en g.

IV.1.1.4.3 Taille des polygones

L'axe le plus grand du polygone a été mesuré à la règle graduée, sur 5 polygones différents.

IV.1.1.4.4 La fermeté

La fermeté est évaluée à l'aide d'un analyseur de texture LLOYD INSTRUMENTS TA plus TM et exprimée en newtons (N) en imposant une vitesse ($30 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$) et une distance de pénétration (déplacement à partir du contact avec le fruit égal à 25 mm) à un piston (cellule de Magness-Taylor (4 mm Ø, bout plat) dans le fruit.

C'est donc une force qui est mesurée, représentant « *le pic positif* » : c'est la plus grande valeur force / déplacement que le capteur a enregistré lors de l'essai. Cette force maximale est obtenue à une distance inférieure ou égale à la distance imposée.

Sur le fruit entier, la mesure a été réalisée en section transversale au milieu du fruit (zone **a** : médiane = 1 cm), sur 8 points différents (Figure 30).

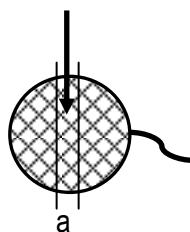


Figure 30 : Mesure de la fermeté de la peau (N)

IV.1.1.4.5 La couleur

La couleur est définie par 3 paramètres établis par la Commission Internationale d'Eclairage (CIE) en 1931 :

- *La clarté (L)* qui permet de différencier des couleurs claires de celles foncées en comparant leur luminosité ; elle est complètement indépendante de la teinte. Sa valeur varie de 0 à 100 sur un axe vertical. Les couleurs se ternissent en avoisinant le 0 (noir) et s'intensifient en s'approchant de 100 (blanc) ; le gris ayant pour valeur 50 ;
- *La teinte (a)* qui est la composante chromatique indiquant la localisation pour la gamme de couleurs allant du rouge (valeur positive) au vert (valeur négative) en passant par le gris (valeur nulle) sur l'axe des abscisses ;
- *La teinte (b)* qui est la composante chromatique indiquant la localisation pour la gamme de couleurs allant du jaune (valeur positive) au bleu (valeur négative) en passant par le gris (0) sur l'axe des ordonnées.

Ces 3 paramètres sont exprimés par un système de notation déterminé automatiquement par le chromamètre MINOLTA TM.

La mesure de la couleur de la peau a été réalisée sur le fruit entier, en 4 points de chacune des tranches (représentées par les zones **b**). Au total, 8 mesures ont été réalisées par fruit à pain (Figure 30).

La mesure de la couleur de la pulpe (sans cœur) a été réalisée de manière similaire (Figure 31).

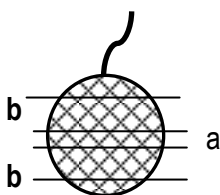


Figure 31 : Mesure de la couleur de la peau et de la pulpe (L^*a^*b)

IV.1.1.5 Méthodes physico-chimiques

La pulpe des fruits sélectionnés pour la connaissance intrinsèque du fruit mûr-vert a été décongelée, à 4 °C durant 24 heures. Les analyses physico-chimiques ont été effectuées sur la pulpe décongelée, broyée à l'aide d'un broyeur (Waring commercial blender, blender 8011EB, modèle HGB2WT).

IV.1.1.5.1 Détermination de la matière sèche

L'extrait sec total a été obtenu par gravimétrie sur 2 g d'échantillon broyé homogénéisé dans du sable de Fontainebleau (Labogros, France) après passage à 70 °C pendant 5 heures à pression réduite (-1 bar). Il est exprimé en g pour 100 g de matière fraîche (en pourcentage pondéral) selon la formule suivante :

—

Avec :

M_0 , la masse initiale de l'échantillon (g)

M_1 , la masse de l'échantillon après évaporation de l'eau (g)

IV.1.1.5.2 Détermination du taux de cendres

La teneur en cendres a été obtenue par gravimétrie sur 1 g d'échantillon broyé après passage à 525 °C dans un four durant 5 heures. La teneur en cendres est exprimée en g de cendres pour 100 g de fruit à pain :

—————

Avec :

M_0 , la masse de l'échantillon initial (g)

M_1 , la masse après incinération (g)

IV.1.1.5.3 Teneur en lipides totaux

Le taux de lipides a été obtenu par gravimétrie sur 2 g d'échantillon broyé. Les lipides ont été extraits de l'échantillon après hydrolyse acide avec 50 mL de HCl 8 N, à 80 °C. 1h30 après la

première ébullition, le mélange a été filtré et rincé avec de l'eau bouillante jusqu'à ce que l'eau soit claire (600 mL) et le pH neutre.

Les filtres ont été séchés 1 heure minimum, à 104 °C. Les résidus ont été placés dans des cartouches en verre avec 140 mL d'éther de pétrole et quelques pierres ponce pour l'extraction des lipides dans un extracteur Soxtherm, (Gerhardt Laboratory Systems, Königswinter, Allemagne), avec de l'éther de pétrole (VWR-Prolabo, France). Après extraction, les cartouches ont été séchées 2 heures à l'étuve à 101 °C. Les dosages ont été effectués avec 2 répétitions.

Avec :

M_0 , la masse initiale de la cartouche

M_1 , la masse finale de la cartouche après chauffage à l'étuve

M_e , la masse de l'échantillon

IV.1.1.5.4 Teneur en protéines totales

Le taux de protéines a été obtenu par la méthode de Kjeldahl, après minéralisation de 2 g d'échantillon dans 25 mL d' H_2SO_4 95 % en présence d'un catalyseur (pastille : 5 g K_2SO_4 + 0,15 g $CuSO_4$ + 0,15 g TiO_2) dans un minéralisateur Turbotherm (Gerhardt Laboratory Systems, Königswinter, Allemagne). Le minéralisat a été distillé, en présence de soude (NaOH) dans un distillateur Vapodest (Gerhardt Laboratory Systems, Königswinter, Allemagne) : le 1^{ier} palier est fixé à 100 % de NaOH pour amener l'échantillon à ébullition rapidement, puis

- 70 % de NaOH durant 60 min
- 0 % de NaOH durant 2 min²
- 51 % de NaOH durant 6 min
- 70 % de NaOH durant 130 min
- 70 % de NaOH durant 60 min

Le distillat a été recueilli dans 40 mL d'acide borique 40 g.L⁻¹ en présence de quelques gouttes d'indicateur de Tashiro (mélange de solution d'alcool saturée de rouge de méthyl et quelques gouttes de bleu de méthylène 1 %). Le distillat a été titré par de l'acide chlorhydrique HCl (0,1 N) au virage du vert au violet. Les dosages ont été effectués avec 2 répétitions.

Avec :

V_{HCl} , le volume de HCL versé (mL)

5,4, le coefficient de conversion de l'azote en protéine pour les végétaux

PE, la prise d'essai de l'échantillon (environ 2 g)

IV.1.1.5.5 Teneur en glucides

La teneur en glucides a été estimée par différence, par le calcul suivant :

Les glucides contiennent les sucres solubles, l'amidon et les fibres.

IV.1.1.5.6 Calcul de la valeur énergétique (VE)

La valeur énergétique a été calculée à partir des teneurs en protéines, lipides et glucides, par la formule suivante :

Les teneurs en protéines, lipides et sucres sont exprimées en g / 100 g de fruit à pain (%).

IV.1.1.5.7 Détermination de l'extrait sec soluble (ESS)

L'extrait sec soluble, mesuré en degré Brix, permet d'estimer la quantité de matière sèche assimilée aux sucres solubles présente dans 100 g de matière fraîche. Il a été mesuré à l'aide d'un réfractomètre électronique (Bellingham + Stanley Ltd RFM 340™), à 20 °C (thermostat Huber™).

L'échantillon a été broyé dans un broyeur Stephan UMCS (1min à vitesse 1500 rpm, puis 1 min à vitesse 2400 rpm), dans l'eau (dilution, d = 1/10 : 25 g de pulpe dans 250 mL d'eau). Le broyat dilué a été filtré. Les mesures ont été effectuées sur le surnageant, en 3 répétitions.

IV.1.1.5.8 Détermination de l'acidité titrable

L'acidité titrable a été mesurée par titrage de 25 g environ d'échantillon broyé dans 250 mL d'eau, par une solution de soude 0,1 N jusqu'au virage de la phénolphthaléine (indicateur coloré ayant une zone de virage proche de 8,1). Le dosage a été répété deux fois. La différence entre les 2 déterminations ne doit pas dépasser 2 %.

L'acidité titrable est exprimée en milliéquivalents d'acide malique / 100 g de fruit à pain

Avec :

m, la masse en grammes de produits prélevés (environ 25 g)

V₀, le volume en millilitres de la prise d'essai

V₁, le volume en millilitres de la solution de soude versée

IV.1.1.5.9 Palatabilité

La palatabilité ou encore l'appétence a été obtenue par le rapport :

Ce rapport est utilisé pour estimer la qualité gustative des fruits.

- satisfaisante ou acceptable pour une valeur > 1
- non satisfaisante ou non acceptable pour une valeur < 1

IV.1.1.5.10 Détermination du pH

Le pH a été mesuré sur le surnageant obtenu tel qu'il est décrit au paragraphe précédent (dilution, d = 1/10 : 25 g de pulpe dans 250 mL d'eau), à l'aide d'un pHmètre INOLAB™ (précision à 0,05 unité de pH) préalablement étalonné avec des solutions standards à pH 4 et 7. Les mesures ont été effectuées en 3 répétitions.

IV.1.1.5.11 Dosage de la teneur en amidon (méthode enzymatique)

Principe : Le dosage de l'amidon a été réalisé à l'aide de kit enzymatique Roche Boehringer Mannheim starch (référence 10 207 748 035 – catalogue 2009). Après hydrolyse de l'amidon sous l'action de l'amyloglucosidase (AGS) (réaction 1), le glucose libéré a été phosphorylé en glucose-6-phosphate par l'hexokinase (HK) (réaction 2). La glucose-6-phosphate déshydrogénase (G6P-DH) catalyse l'oxydation du glucose-6-phosphate en gluconate-6-phosphate en présence de NADP⁺ (réaction 3) ; le dosage de l'amidon repose sur l'apparition de NADPH, H⁺, mesurée par l'augmentation de l'absorbance à 340 nm.

Mode opératoire : Dans un laboratoire où la température ambiante est de 22 à 23 °C, 1 g d'échantillon a été introduit dans un erlenmeyer de 250 mL contenant 20 mL de diméthylsulfoxyde (DMSO ; VWR-Prolabo, France) et 5 mL d'HCl 8 N (v/v) dans l'eau distillée. Les échantillons ont été placés, sous agitation, au bain-marie à 60 °C pendant 1 heure : ce traitement permet de solubiliser et d'hydrolyser partiellement l'amidon contenu dans les extraits.

Une fois les échantillons refroidis à température ambiante, 50 mL d'eau distillée ont été rajoutés avant ajustement du pH entre 4 et 5 avec de la soude 5 N. Puis, le mélange a été transféré quantitativement dans une fiole jaugée de 100 mL dans laquelle le volume a été ajusté avec de l'eau distillée.

On effectue alors une dilution au 1/100^{ème} en prélevant 1 mL de cette solution, et transféré dans une fiole jaugée de 100 mL dans laquelle le volume a été ajusté avec de l'eau distillée, afin que la concentration en amidon reste dans la limite de détection de 1,2 mg.L⁻¹ du kit.

Après centrifugation effectuée sur un aliquote de la solution obtenue (10000 g, 5 min), 100 µL de surnageant ont été mélangés à 200 µL solution [AGS] dans une cuve en quartz de trajet optique 1 cm. Dans les tubes témoin, seuls les 100 µL de surnageant ont été introduits, en absence de solution [AGS]. Les cuves ont été incubées au bain-marie à 60 °C pendant 15 minutes. Par la suite, 1 mL de tampon triéthanolamine (TEA) et 1 mL (ou 1,2 mL pour le témoin) d'eau distillée ont été introduits. Les cuves ont été laissées à température ambiante pendant 3 minutes puis l'absorbance à 340 nm (spectromètre EZ301 Perkin Elmer), A₁, a été lue. 20 µL de la solution HK/G6P-DH ont été ajoutés au milieu et l'absorbance à 340 nm, A₂, a été lue après 15 min. La teneur en amidon est exprimée en g / 100 g de fruit.

Avec :

V, le volume du test (mL)

M_{amidon}, la masse molaire du polymère de glucose (162,1 g.mol⁻¹)

$\Delta A_{\text{amidon}} = (A_2 - A_1)_{\text{échantillon}} - (A_2 - A_1)_{\text{témoin}}$

A, l'absorbance à 340 nm

ε, le coefficient d'extinction molaire de NADPH, H⁺ à 340 nm (6,3 L.mmol⁻¹.cm⁻¹)

d, la longueur de parcours optique dans la cuve (1 cm)

v, le volume de l'échantillon (mL)

PE, la masse de l'essai (g.L⁻¹)

IV.1.1.6 Tests statistiques

Différents tests statistiques ont été réalisés. L'étude de la dispersion de la série statistique (boîte à moustaches) et le test de student ont été faits à l'aide du logiciel StatGraphics Centurion XV®(2005, version 15.2.06). La classification ascendante hiérarchique a été obtenue à l'aide du logiciel XLStat® (2011, version 4.04).

IV.1.1.6.1 Boîte à moustaches

Il s'agit d'un petit diagramme, inventé par le statisticien John Wilder Tukey en 1977, représentant divers caractères de dispersion d'une série statistique. Il sert souvent à comparer un même caractère dans plusieurs séries statistiques de tailles différentes.

Il se présente de la façon suivante (Figure 32) :

- Un rectangle dont la longueur s'étend du premier quartile (Q1) au troisième quartile (Q3).

C'est l'**écart interquartile** ($Q3 - Q1$), utilisé comme indicateur de dispersion. Il correspond à 50% des effectifs situés dans la partie centrale de la distribution.

Un **quartile** est chacune des 3 valeurs qui divisent les données triées en 4 parts égales, de sorte que chaque partie représente 25% de l'échantillon de population ($Q1 = 25\%$ des effectifs, $Q3 = 75\%$ des effectifs).

- Ce rectangle est coupé par un trait vertical à hauteur de la **médiane** (ou $Q2 = 50\%$ des effectifs).
- Sur ses deux moustaches (inférieure et supérieure), on représente également les **valeurs adjacentes** par des traits verticaux. Elles sont déterminées à partir de l'écart interquartile.

L'extrémité de la moustache gauche est la valeur minimum dans les données, qui est supérieure à la valeur frontière basse :

—

L'extrémité de la moustache droite est la valeur maximum dans les données, qui est inférieure à la valeur frontière haute :

—

Avec la valeur $1,5 = 3/2$ qui est une valeur pragmatique, qui a une raison probabiliste. Cette valeur permet de retenir des observations comme atypiques.

- Les **valeurs extrêmes** ou **atypiques** situées au-delà des valeurs adjacentes sont individualisées. Elles sont représentées par des marqueurs en forme de carré.
- La **moyenne** est représentée par un marqueur en forme d'étoile rouge.

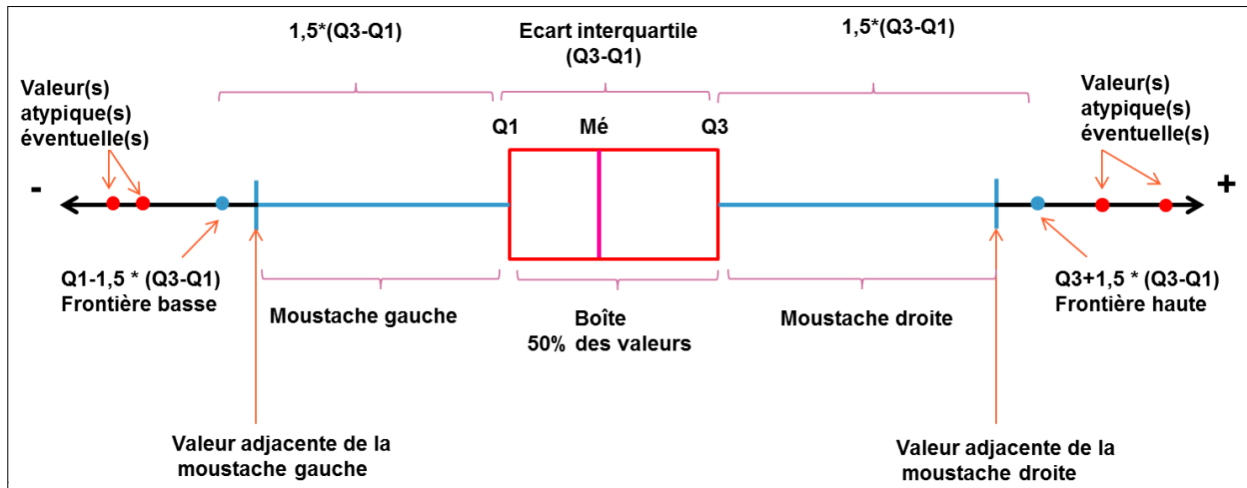


Figure 32 : Lecture de la boîte à moustaches

Extrait de TNS ilres (www.tns-ilres.com/cms/Home/WikiStat/La-boite-a-moustaches)IV.1.1.6.2 Homogénéité des lots

Afin de déterminer si la population de fruits était homogène, nous avons utilisé le test de Student (test relatif à la moyenne d'échantillons de petite taille).

La variable t de Student se définit comme suit :

Avec :

m , la moyenne estimée des échantillons

μ , la moyenne vraie de la population

S_m , l'erreur type de m :

n , le nombre de mesures

x , la mesure

$S^2(x)$, la variance avec : _____ soit, _____

Student a défini une famille de distribution de la variable t qui varie selon le nombre de degrés de liberté ($n - 1$). Dans notre cas, nous avons à déterminer une valeur moyenne, pour chacun des 4 lots de fruits à pain constitués (par zone géographique). Le nombre de degrés de liberté (DDL) est donc ici égal à 3.

Après consultation des fractiles de la loi de Student, la valeur de t a été de 3,183 pour un degré de liberté de 3 et un coefficient de confiance égal à 95 %. Autrement dit, « la probabilité que t soit compris entre $- 3,183$ et entre $+ 3,183$ est égale à 95 % » peut s'écrire ($t_{0,05}$ étant la valeur de t pour 3 degrés de liberté) :

On peut définir ainsi l'intervalle de confiance de μ pour le coefficient de confiance de 95 % :

Ce calcul permet donc de définir l'intervalle de confiance dans lequel doit se trouver la moyenne vraie de la population (plus de 100 fruits murs-verts). Si la moyenne estimée sur chaque lot (une trentaine de fruits) représentatif de la population se trouve dans cet intervalle, alors nous pouvons conclure par extension que la population a été homogène pour le paramètre testé.

IV.1.1.6.3 Classification ascendante hiérarchique (CAH)

La C.A.H. est une technique de classification qui vise à produire un regroupement des individus de manière à ce que les individus du même groupe soient semblables, des individus dans des groupes différents soient dissemblables.

Le tableau de données est ainsi constitué de n individus caractérisés par p variables quantitatives. Il constitue donc une matrice composée de n lignes et p colonnes.

Le logiciel va commencer par déterminer parmi les n individus, quels sont les 2 individus qui se ressemblent le plus par rapport à l'ensemble des p variables spécifiées. Il va alors regrouper ces 2 individus pour former une classe. Il existe donc à ce niveau ($n - 1$) classes, une étant formée des 2 individus regroupés précédemment, les autres ne contenant qu'un unique individu.

Le module continue ensuite le traitement en déterminant quelles sont les 2 classes qui se ressemblent le plus, et en les regroupant. Il va répéter cette opération jusqu'à l'obtention d'une unique classe regroupant l'ensemble des individus. Cette procédure est basée sur 2 choix:

- La détermination d'un critère de ressemblance entre les individus : le module utilise la distance euclidienne.
- La détermination d'une distance entre classes, procédé appelé un critère d'agrégation : le module laisse à l'utilisateur le choix de ce critère.

Les critères d'agrégation

- Plus proche voisin : la distance entre 2 classes $c1$ et $c2$ est définie par la plus courte distance séparant un individu de $c1$ et un individu de $c2$. La méthode de Ward a été notre choix pour cette analyse.
- Diamètre maximum : la distance entre 2 classes $c1$ et $c2$ est définie par la plus grande distance séparant un individu de $c1$ et un individu de $c2$.
- Distance moyenne : ce critère consiste à calculer la distance moyenne entre tous les éléments de $c1$ et tous les éléments de $c2$.
- Centres de gravité : la distance entre 2 classes $c1$ et $c2$ est définie par la distance entre leurs centres de gravité.

- Moment centré d'ordre 2 : ce critère consiste à rechercher une partition telle que la variance interne des classes est minimum alors que la variance entre les classes est maximum.

La difficulté du choix du critère d'agrégation réside dans le fait que ces critères peuvent déboucher sur des résultats différents.

Les individus forment des classes à un seul élément, appelées **classes terminales**.

Le regroupement de 2 classes forme **un nœud**. Le premier de ces nœuds a pour numéro le nombre total de classes terminales + 1 : $(n + 1)$. Chaque regroupement donne lieu à un nouveau nœud dont le numéro suit exactement celui du regroupement précédent. Le dernier nœud aura donc pour numéro : $2(n - 1)$. L'indice de niveau d'un nœud est défini par la distance entre les 2 classes formant ce nœud. Il permet de mesurer et de représenter l'importance de la différence entre ces 2 classes.

Lorsque des sauts importants sont observés, on a une agrégation de structures homogènes. C'est en partie sur cette base qu'est créée la troncature automatique qui permet de déterminer le nombre de groupes homogènes.

Construction des classes

Pour construire une partition en 4 classes, on découpe la hiérarchie en partant du nœud final. Les successeurs de ce nœud sont les classes i et j . A ce niveau, on a donc une partition en 2 classes. On subdivise ensuite le nœud le plus élevé de la hiérarchie (i par exemple). Celui-ci est formé de 2 classes k et l , et on a à ce niveau 3 classes: j , k et l . Le nœud le plus élevé est encore subdivisé en 2 classes pour obtenir la partition à 4 classes souhaitée.

L'arbre hiérarchique obtenu après la classification (en noir), sur lequel est également dessiné l'histogramme des indices de niveau (en rouge, Figure 33) :

L'utilisateur doit également indiquer le nombre de classes qu'il désire. Ce nombre varie entre 1 et le nombre d'entités du fond de carte (n).

Un choix en fonction de l'indice de niveau est judicieux : l'utilisateur doit repérer des sauts extrêmement importants dans les valeurs, en analysant l'histogramme des indices de niveau. Si ces sauts concernent les k derniers nœuds de l'arbre, alors un découpage en $(k + 1)$ classes sera pertinent.

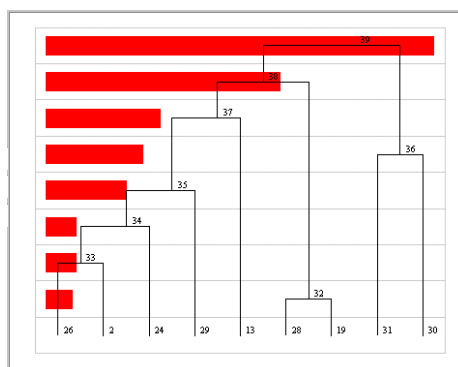


Figure 33 : Lecture du dendrogramme

IV.1.2 RESULTATS ET DISCUSSION

L'étude de la caractérisation physico-chimique a été entreprise pour connaître les caractéristiques physiques et nutritionnelles du fruit à pain à des stades de récolte auxquels le fruit est généralement consommé comme légume. Nous avons donc mesuré des paramètres physiques majeurs tels que les circonférences polaire et équatoriale, la masse, la taille des polygones dessinés sur la peau du fruit, la couleur de la peau, la dureté de la peau ; ainsi que des paramètres chimiques majeurs tels que le pH, l'acidité titrable et l'extrait sec soluble (°Brix), et les teneurs en lipides, en protéines, en glucides, en eau, en cendres, en amidon.

Dans un souci de synthèse des résultats, nous avons fait un ratio circonférences polaire / circonférence équatoriale pour tenir compte de la forme plus ou moins sphérique des fruits analysés, ainsi qu'un ratio ESS / acidité titrable qui est un critère de qualité des fruits.

Nous avons observé les différences physico-chimiques :

- De 154 fruits à pain échantillonnés dans les 4 zones définies, à une seule saison, la plus sèche,
- De 60 fruits à pain échantillonnés dans la zone du Nord Atlantique et de 126 fruits échantillonnés sur tout le territoire, durant les deux saisons (plus sèche, et plus humide) du climat tropical de la Martinique.

L'étude comparée de la composition du fruit en fonction de zones de récolte et de saisons différentes constitue une originalité.

Le traitement statistique des données servira à infirmer ou confirmer les différences significatives de nos résultats physico-chimiques afin de déterminer d'éventuels effets de la zone géographique ou de la saison.

IV.1.2.1 Influence de la zone géographique de récolte

En 2009, 154 fruits récoltés à partir des quatre zones déterminées de la Martinique (Figure 27) ont été analysés. La répartition des fruits dans chacun des lots constitués est donnée dans le tableau 8.

Tableau 8 : Répartition par zone des fruits à pain récoltés en vue de la caractérisation physico-chimique intrinsèque du fruit

Zone de récolte	Nombre de fruits échantillonnés
Nord Atlantique	60
Nord Caraïbe	30
Centre	34
Sud	30
Total	154

IV.1.2.1.1 Caractéristiques physiques

Tableau 9 : Caractéristiques physiques des fruits à pain prélevés selon les zones

Zones	Masse	Ratio circonférences	Axe polygones	Epaisseur pulpe	Diamètre cœur	Fermeté peau
	kg	polaire / équatoriale	cm	cm	cm	N
Centre	1,88 ± 0,29	1,07 ± 0,04	1,12 ± 0,06	5,38 ± 0,34	3,39 ± 0,18	59,78 ± 5,88
Nord Caraïbe	1,68 ± 0,22	1,08 ± 0,06	1,06 ± 0,05	5,12 ± 0,25	3,42 ± 0,20	63,80 ± 7,84
Sud	1,75 ± 0,18	1,06 ± 0,03	1,13 ± 0,05	5,24 ± 0,28	3,50 ± 0,30	61,71 ± 4,41
Nord Atlantique	1,85 ± 0,17	1,09 ± 0,04	1,08 ± 0,06	5,19 ± 0,26	3,59 ± 0,22	66,15 ± 6,69

Les résultats de l'étude de la morphologie des fruits à pain prélevés sur toute la Martinique, et à stade de maturité commerciale figurent dans le tableau 9. Nous constatons que les fruits à pain ont une morphologie sensiblement similaire (circonférences polaire / équatoriale) pour toutes les zones.

Cependant les fruits à pain récoltés dans les zones du Centre et du Nord Atlantique de la Martinique sont en moyenne un peu plus lourds. Les fruits à pain des zones du Nord ont une peau un peu plus ferme, et des tailles de polygones plus petites que ceux prélevés dans les 2 autres zones.

Tableau 10 : Caractéristiques de couleurs des fruits à pain prélevés selon les zones

Zones	Couleur peau			Couleur pulpe		
	L	a	b	L	a	b
Centre	53,62 ± 1,34	-10,24 ± 2,06	35,16 ± 1,66	89,03 ± 1,00	0,78 ± 0,51	22,07 ± 1,28
Nord Caraïbe	54,02 ± 2,42	-9,02 ± 2,73	34,53 ± 2,60	88,52 ± 0,84	0,79 ± 0,35	22,43 ± 1,29
Sud	56,97 ± 1,15	-12,22 ± 3,11	37,55 ± 1,69	89,49 ± 0,47	0,97 ± 0,53	21,14 ± 2,43
Nord Atlantique	54,61 ± 1,47	-10,32 ± 1,95	35,39 ± 2,31	89,10 ± 0,70	0,61 ± 0,49	22,65 ± 1,66

Les résultats des mesures de la couleur de la peau et de la pulpe des fruits à pain sont donnés dans le tableau 10.

La couleur de la peau est similaire pour tous les fruits à pain, cependant ceux prélevés dans la zone Sud semblent avoir une couleur de peau verte tendant vers le jaune (défini par les composantes *a*b), avec une plus grande « luminosité » (défini par la composante L*).

Les fruits à pain prélevés dans les zones du Centre et au Nord Caraïbe ont une couleur de pulpes similaires. Les individus provenant du Sud et du Nord Atlantique se distinguent par la composante a* (définissant l'axe rouge-vert) ; les premiers ont une pulpe plus « blanche » et les seconds plus « crème ».

IV.1.2.1.2 Composition nutritionnelle et caractéristiques chimiques

Tableau 11 : Caractéristiques chimiques des fruits à pain prélevés selon les zones

Zones	Energie	Eau	Lipides	Protéines	Glucides	Cendres	Amidon	pH	Ratio
	Kcal / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g		ESS / ac. titrable
Centre	115,4 ± 8,4	70,78 ± 2,07	0,37 ± 0,14	1,12 ± 0,12	26,91 ± 1,99	0,82 ± 0,10	14,62 ± 2,33	5,63 ± 0,23	1,62 ± 0,61
Nord Caraïbe	126,9 ± 10,9	67,94 ± 2,76	0,33 ± 0,10	1,18 ± 0,13	29,82 ± 2,77	0,73 ± 0,06	14,73 ± 2,16	6,02 ± 0,24	1,18 ± 0,38
Sud	121,7 ± 8,4	69,04 ± 2,14	0,24 ± 0,08	1,17 ± 0,11	28,70 ± 2,11	0,84 ± 0,08	14,93 ± 2,38	5,78 ± 0,21	1,14 ± 0,47
Nord Atlantique	120,4 ± 8,4	69,51 ± 2,09	0,34 ± 0,10	1,10 ± 0,13	28,24 ± 2,02	0,81 ± 0,08	13,91 ± 2,56	5,92 ± 0,21	1,45 ± 0,47

Dans le tableau 11 figure les résultats de la composition du fruit de l'arbre à pain. La composition moyenne semble légèrement différer d'une zone de prélèvement à une autre.

Les contenus en lipides, protéines et en cendres sont faibles, rendant ces éléments d'importance nutritionnelle mineure dans le fruit à pain. Cependant, ils contiennent de fortes quantités d'amidon et d'eau. Le pH est acide, compris entre 4,63 et 5,02 ; les quantités de glucides varient entre 27 et 30 g / 100 g de masse fraîche.

Le ratio extrait sec soluble / acidité titrable évalue la palatabilité du fruit. Il montre que les fruits à pain prélevés dans la zone Centre semblent plus goûteux du fait d'un ratio plus élevé.

Les boîtes à moustaches suivantes nous permettent de mieux voir comment sont répartis certains paramètres statistiques des résultats obtenus.

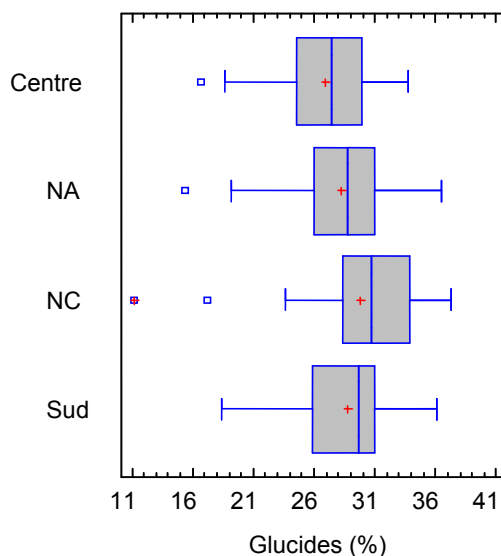


Figure 34 : Boîte à moustaches représentant le pourcentage de glucides contenus dans les fruits à pain selon les zones

Nous constatons à la figure 34 que la dispersion des effectifs représentant la quantité de glucides contenue dans le fruit à pain est plus grande vers les valeurs basses pour toutes les zones au regard de leur médiane.

Nous observons que la moyenne la plus forte vient de la zone Nord Caraïbe (34,53 g de glucides / 100 g de pulpe fraîche) bien qu'elle ait 2 valeurs atypiques à concentrations relativement très basses.

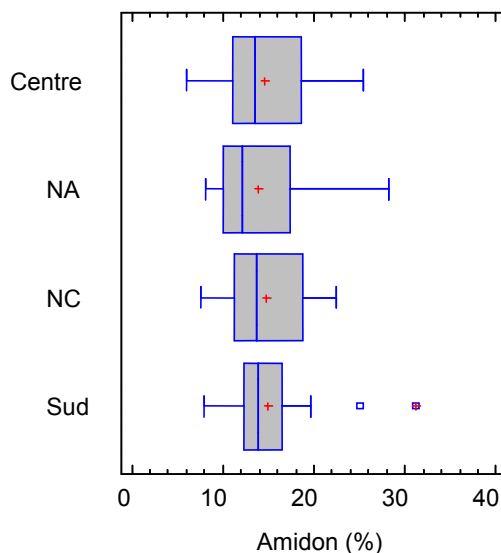


Figure 35 : Boîte à moustaches représentant le taux d'amidon contenu dans les fruits à pain selon les zones

Nous observons pour la figure 35 que la dispersion des effectifs représentant le taux d'amidon dans le fruit à pain est plus grande vers les valeurs hautes pour toutes les zones vis-à-vis de leur médiane.

Nous constatons qu'il y a une faible dispersion effectifs des valeurs moyennes (écart interquartile) relatives au taux en amidon pour la zone Sud bien qu'elle soit celle qui obtienne la moyenne la plus haute de 14,93 g d'amidon / 100 g de pulpe fraîche. Les autres zones montrent de plus grandes dispersions sans résidu à valeur atypique en amidon apparent. Nous pouvons dire également que les taux en amidon des fruits à pain de la zone Nord Atlantique présentent une plus grande dispersion de son effectif, mais la moyenne est la plus basse avec 13,91 g d'amidon / 100 g de pulpe fraîche.

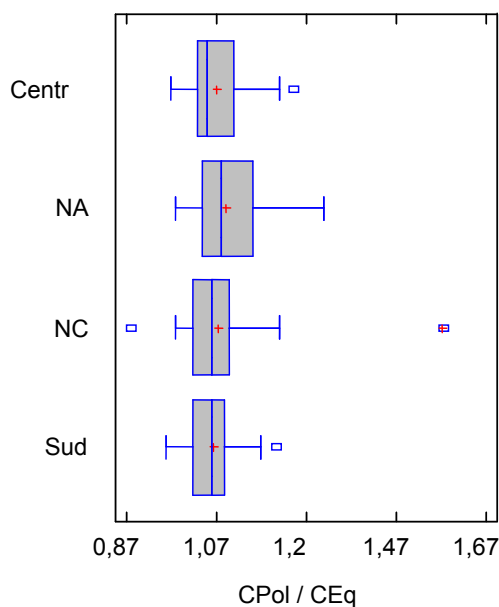


Figure 36 : Boîte à moustaches représentant le calibre des fruits à pain selon les zones

La figure 36 montre que la dispersion des effectifs représentant le calibre des fruits à pain se situe vers les valeurs hautes pour toutes les zones par rapport à leur médiane. Cependant le calibre est similaire pour tous les fruits à pain au regard des moyennes, hormis la dispersion du lot du Nord Atlantique qui démontre une plus grande disparité de la taille des fruits.

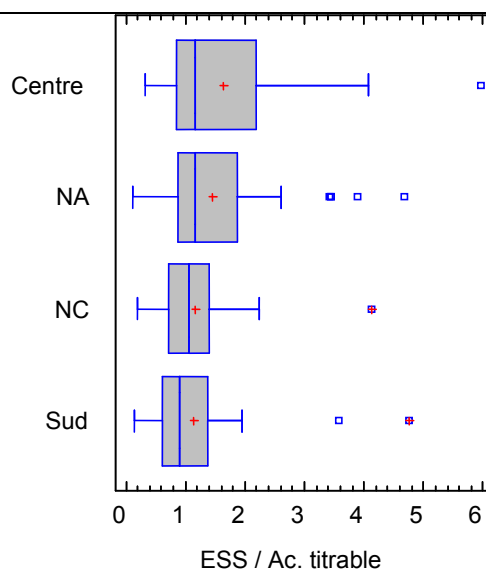


Figure 37 : Boîte à moustaches représentant la palatabilité des fruits à pain selon les zones

Enfin, la figure 37 représente le ratio extrait sec soluble / acidité titrable des différents fruits à pain prélevés dans les 4 zones. Nous observons que la dispersion des effectifs représentant la palatabilité des fruits à pain est plus importante vers les valeurs hautes pour toutes les zones par rapport à leur médiane. La palatabilité du fruit est acceptable (au dessus de 1) pour l'ensemble des échantillons. Nous constatons alors que les fruits à pain prélevés dans les zones du Centre et du Nord Atlantique sont plus gouteux par un goût plus sucré, avec cette estimation. Cependant, la dispersion des échantillons pour les 3 zones, Centre, Nord Atlantique et Sud laisse supposer que certains fruits à pain étaient à des stades de maturités avancées lors de leur traitement, à cause d'un grand nombre de valeurs atypiques grandes. Ces fruits ont pu être à maturité avancée depuis leur acquisition auprès des vendeurs au marché, ou ont mûri durant le délai trop long avant leur traitement.

IV.1.2.1.3 Analyses statistiques de l'effet de zone de récolte

Dans le tableau 12 figurent les résultats obtenus de la significativité des paramètres étudiés sur les fruits récoltés dans les différentes les zones, durant la saison la plus sèche. L'étude de l'homogénéité a été faite avec le test de Student.

D'après le test de Student, l'hypothèse nulle H_0 démontre qu'il n'y a pas d'effet. H_0 : il n'existe pas de différence significative pour un critère physico-chimique entre les zones géographiques de récolte, avec un risque d'erreur inférieur à 0,05.

Tableau 12 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact de la zone

	Significativité	Probabilité
L* peau	oui	0,0003
b* peau	oui	0,0361
pH	oui	0,0019
Polygone	tendance	0,0599
a* peau	tendance	0,0811
Texture peau	tendance	0,0704
Humidité	tendance	0,0815
Glucides	tendance	0,0634
Masse	non	0,175
Circ. polaire / équatoriale	non	0,3855
Epaisseur pulpe	non	0,2746
Diamètre cœur	non	0,1483
L* pulpe	non	0,1102
a* pulpe	non	0,4084
b* pulpe	non	0,2525
ESS / Ac. titrable	non	0,1378
Amidon	non	0,7516

Le test t ($p > 0,05$) montre dans le tableau 12 qu'il y avait une différence significative pour les critères que sont la couleur de la peau (L*b) et le pH.

Il n'y avait pas de différence significative pour les paramètres suivant quelle que soit la zone : la masse, le ratio circonférences polaire / équatoriale, l'épaisseur de la pulpe, le diamètre du cœur, la couleur de la pulpe, la palatabilité et l'amidon. Nous avons conclu que les fruits récoltés dans toutes les zones étaient homogènes en termes de morphologie, de masse et de teneur en amidon.

La teneur en amidon, le principal élément nutritif des fruits à pain, ne paraît pas dépendre de la zone de récolte.

Dans la continuité du test de Student, la classification ascendante hiérarchique des 154 individus considérés dans cette étude sur la composition est représentée par le dendrogramme de la figure 38. Nous pouvons chercher à apprécier l'agrégation des individus étudiés. Cette figure nous permet d'observer 3 grandes classes. Nous constatons que 28 des 30 fruits à pain du Sud ainsi que 3 des 30 fruits à pain du Nord Caraïbe se retrouvent dans deux classes : n°2 et n°3. Les fruits récoltés dans les deux autres zones de récolte sont distribués d'une manière inconstante.

Les classes n°2 et n°3 se distinguent par la masse moins élevée, la taille du fruit plus petite, la texture de la peau plus ferme, et la couleur de la peau plus claire. Ces résultats permettent de dire que les fruits récoltés dans les zones de récolte Sud et Nord Caraïbe sont regroupés sur ces critères bien que la différence ne soit pas significative pour certains de ces critères.

La zone de récolte n'apparaît pas comme discriminante car les 3 classes sont toutes très composites.

Pour conclure sur l'étude de l'influence de la zone géographique, le test de Student a démontré, à seuil d'erreur de 5 % près, qu'il n'y a pas de différence significative entre les zones durant la même saison pour le critère de teneur en amidon. Ce résultat est confirmé par la classification ascendante hiérarchique (CAH), car les fruits à pain d'une zone ne se sont pas distingués pour ce critère. Ainsi, les analyses ultérieures de l'amidon ont donc été réalisées sur l'échantillonnage des fruits récoltés dans toutes les zones géographiques.

IV.1.2.2 Influence de la saison

Le climat de la Martinique est tropical humide avec une saison sèche (le carême), de janvier à juin, se distinguant par de faibles précipitations au cours du premier semestre de l'année, et une saison humide (l'hivernage), de juillet à décembre, caractérisée par des précipitations fréquentes et plus intenses au cours de la seconde moitié de l'année. Les arbres à pain en Martinique portent des fruits deux fois par an, et les cycles de développement des fruits coïncident avec les deux saisons différenciées par l'importance relative des précipitations.

Cependant, d'après les données de Météo France, l'année de notre étude (2009) a été caractérisée par une pluviométrie « inversée ». La saison sèche a été davantage pluvieuse que la saison humide, avec une pluviométrie moyenne de 594 ± 47 mm. La pluviométrie moyenne de la saison humide a été de 354 ± 33 mm, pour la zone du Centre.

Habituellement, si l'on se réfère aux statistiques du site météorologique du Lamentin (en zone Centre), la moyenne pluviométrique au cours de ces 60 dernières années est de 388 mm d'eau environ pour la période du carême et de 984 mm d'eau pour la saison des pluies (données Météo France). Il est difficile de dégager une tendance des pluies au cours de ces 10 dernières années. La saison des pluies a été souvent plus arrosée que la moyenne de ces 60 dernières années, depuis 2003 (exception faite de 2009, année anormalement sèche) et la pluviométrie de la saison sèche reste relativement faible et stable. La pluviométrie annuelle des années 2004, 2005 et 2010 étaient également excédentaires alors que les autres années de la décennie 2000 étaient plutôt déficitaires par rapport au référentiel des 60 années écoulées.

Nous distinguerons donc pour la discussion qui va suivre, « la saison la plus humide » (qui est en fait le carême) de « la saison la plus sèche » de l'année (qui est en fait ici l'hivernage).

Les différences de températures entre ces saisons demeurent ; le carême étant généralement la saison la plus chaude de 2 à 3 °C bien que l'amplitude de variation de la température au sein des saisons reste faible (5 à 6 °C).

La répartition des fruits dans chacun des lots constitués est donnée dans le tableau 13.

Tableau 13 : Répartition des fruits à pain récoltés en vue de la caractérisation intrinsèque du fruit en fonction de la saison

Zone de récolte	Nombre de fruits échantillonnés		Total
	Période la plus humide	Période la plus sèche	
Nord Atlantique *	29*	31*	60*
Nord Caraïbe	13	15	28
Centre	12	14	26
Sud	9	21	30
Total	63	63	126

**Autre approche d'étude de l'impact de la saison*

L'échantillonnage pour l'observation de l'impact de la saison a été fait selon 2 approches :

- La première a été de faire les analyses sur les fruits à pain de la zone Nord Atlantique, car l'effectif nécessaire pour réaliser les tests statistiques a été atteint aux 2 saisons, et qu'il n'a pas été observé d'effet de zone sur des critères majeurs dans la phase de l'étude précédente.
- La seconde a été de chercher à faire des effectifs équilibrés par zone, sur tout le territoire pour espérer évaluer un éventuel effet de la saison sur ce territoire.

IV.1.2.2.1 Caractéristiques physiques

Tableau 14 : Caractéristiques physiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes

Saisons	Masse	Ratio circonférences	Axe polygones	Epaisseur pulpe	Diamètre cœur	Fermeté peau
	kg	polaire / équatoriale	cm	cm	cm	N
Plus sèche	1,74 ± 0,11	1,09 ± 0,04	1,04 ± 0,05	5,16 ± 0,21	3,38 ± 0,22	73,27 ± 6,51
Plus humide	1,95 ± 0,21	1,09 ± 0,04	1,12 ± 0,06	5,22 ± 0,31	3,79 ± 0,18	59,49 ± 4,98

Dans le tableau 14 sont reportés des caractéristiques physiques des fruits à pain. Ce tableau montre qu'il n'y avait pas de différence de morphologie entre les fruits à pain de ces deux saisons. Cependant les fruits à pain prélevés lors de la saison la plus sèche apparaissent moyennement moins lourds, avec des polygones et le diamètre du cœur plus petits. Néanmoins, les fruits de la saison sèche ont une peau plus ferme.

Tableau 15 : Caractéristiques de couleurs comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes

Saisons	Couleur peau			Couleur pulpe		
	L	a	b	L	a	b
Plus sèche	52,97 ± 1,50	-7,39 ± 1,33	32,95 ± 2,30	89,24 ± 0,47	0,03 ± 0,32	23,60 ± 1,77
Plus humide	56,14 ± 0,95	-13,05 ± 1,36	37,68 ± 1,67	88,97 ± 0,87	1,15 ± 0,47	21,76 ± 1,45

Les résultats du tableau 15 montrent que les fruits à pain développés durant la saison humide semblent avoir une couleur de peau plus claire, tirant plus vers le vert - jaune. La pulpe des fruits à pain prélevés durant la saison humide a une couleur plutôt « blanche » que celle en moyenne du lot prélevé à la saison sèche.

IV.1.2.2.2 Composition nutritionnelle et caractéristiques chimiques

Tableau 16 : Caractéristiques chimiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes

Sai- sons	Energie	Eau	Lipides	Protéines	Glucides	Cendres	Amidon	pH	Ratio
	Kcal / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g		ESS / ac. titrable
Plus sèche	121,7 ± 6,6	69,19 ± 1,63	0,33 ± 0,08	1,05 ± 0,13	28,61 ± 1,61	0,82 ± 0,08	17,12 ± 2,78	6,03 ± 0,19	1,99 ± 0,51
Plus humide	119,2 ± 9,8	69,81 ± 2,46	0,34 ± 0,12	1,14 ± 0,12	27,90 ± 2,35	0,81 ± 0,08	10,90 ± 0,90	5,82 ± 0,21	0,94 ± 0,22

Les paramètres de composition sont très similaires pour les deux saisons (Tableau 16), sauf, remarquablement, pour la teneur en amidon et le ratio l'extrait sec soluble / acidité titrable. Les fruits à pain développés au cours de la saison la plus sèche ont contenu 17,1 % d'amidon par rapport au 10,9 % des fruits à pain développés à la saison la plus humide. Il est donc préférable de cibler les fruits à pain récoltés durant la saison la plus sèche pour obtenir une quantité plus élevée d'amidon. Et l'indice de la palatabilité des fruits à pain développés à la saison sèche était deux fois plus grand.

Durant l'échantillonnage des fruits sur l'année, les niveaux des précipitations sur la zone de récolte du Nord Atlantique ont été : au cours de la saison la plus sèche de 447 ± 125 mm, et de 808 ± 134 mm durant la saison la plus humide (données de Météo France). Nous avons observé une pluviométrie atypique lors de l'année 2009 de notre étude comparée à la moyenne pluviométrique des 60 dernières années sur le site de mesures de Météo France au Lamentin (zone du Centre). La zone Nord Atlantique a été soumise à des observations de même profil pluviométrique. La différence des niveaux de précipitations pourrait expliquer que les conditions climatiques durant la saison la plus sèche aient favorisé l'accumulation de plus de substances de réserve.

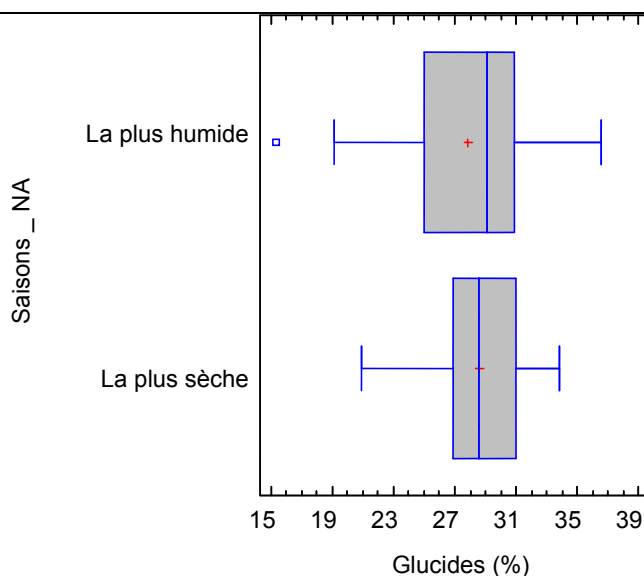


Figure 39 : Boîte à moustaches représentant le pourcentage de glucides contenus dans les fruits à pain aux 2 saisons

Nous observons à la figure 39, que les moyennes sont très proches, que la dispersion des fruits à pain qui se sont développés durant la saison la plus humide est plus grande avec 1 résidu aux valeurs atypiques basses. La dispersion des individus aux valeurs moyennes (écart interquartile) du taux de glucides est également plus importante pour le lot de fruits à pain développés à la saison la plus humide.

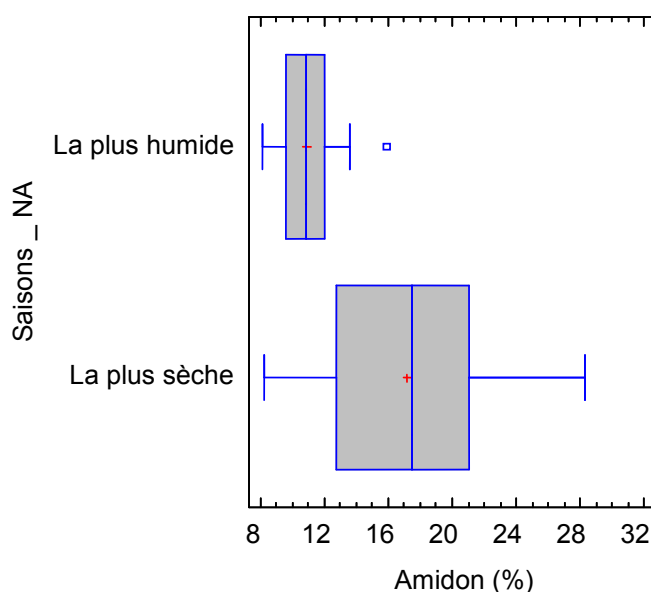


Figure 40 : Boîte à moustaches représentant le taux d'amidon contenu dans les fruits à pain aux 2 saisons

La figure 40 montre que les dispersions sont très différentes pour le taux d'amidon aux 2 saisons. En effet lors de la saison la plus humide les résidus ont une dispersion très réduite avec une moyenne plus faible.

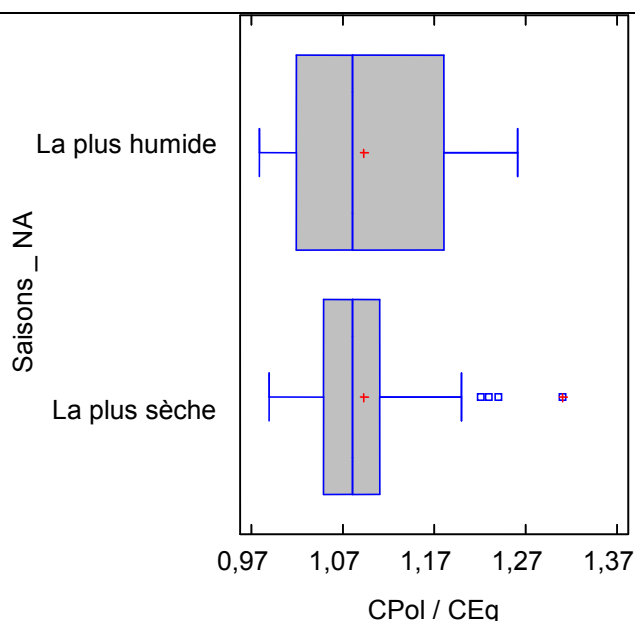


Figure 41 : Boîte à moustaches représentant le calibre des fruits à pain aux 2 saisons

Le ratio circonférences polaire/équatoriale à la figure 41 montre que les calibres moyens sont proches entre les fruits à pain prélevés aux deux saisons. Cependant, la dispersion des individus aux valeurs moyennes du calibre à l'écart interquartile, est plus grande pour les fruits développés à la saison la plus humide. La taille des fruits à pain développés durant la saison la plus sèche semble être beaucoup plus variable à cause d'un grand nombre de valeurs atypiques.

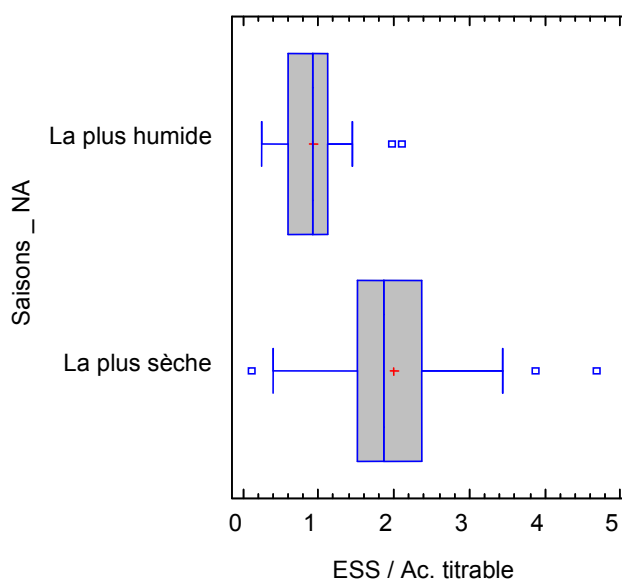


Figure 42 : Boîte à moustaches représentant la palatabilité des fruits à pain aux 2 saisons

La palatabilité représentée à la figure 42 montre que les dispersions sont très différentes pour les fruits à pain, aux deux saisons. En effet, les valeurs moyennes de la palatabilité au dessus de 1 sont plus nombreuses pour les fruits à pain développés à la saison la plus sèche. Nous constatons donc que les fruits à pain prélevés durant la saison la plus sèche sont en moyenne plus « gouteux », car les boîtes à moustaches laissent apparaître que la plupart des individus

ont des valeurs plus élevées que ceux de la saison la plus humide. Cependant, la présence de résidus aux valeurs atypiques élevées montre que, le traitement de ces individus pourrait avoir été effectué à des stades de maturité avancée.

IV.1.2.2.3 Analyses statistiques de l'effet de saison

La même approche, que l'étude entre les zones, a été utilisée pour étudier l'influence des saisons sur les critères physiques et chimiques des fruits à pain considérés, cette fois sur la zone Nord Atlantique car nous n'avons observé aucun effet significatif de la zone de récolte du fruit à pain sur la teneur en amidon.

Tableau 17 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact des saisons dans le Nord Atlantique

	Significativité	Probabilité
Masse	oui	0,0188
Polygone	oui	0,0051
Diamètre cœur	oui	0,0002
L* peau	oui	0
a* peau	oui	0
b* peau	oui	0
a* pulpe	oui	0
b* pulpe	oui	0,031
Texture peau	oui	0
ESS / Ac. titrable	oui	0
Amidon	oui	0
pH	tendance	0,0513
Circ. polaire / équatoriale	non	0,9945
Epaisseur pulpe	non	0,6904
L* pulpe	non	0,469
Humidité	non	0,4633
Glucides	non	0,438

Le test de Student ($p > 0,05$) dans le tableau 17 présente l'absence d'effet de la saison sur les circonférences polaire / équatoriale, l'épaisseur de la pulpe, de la clarté de la pulpe (L *), l'humidité et les glucides.

Nous constatons une différence significative entre les fruits à pain récoltés aux deux saisons pour les critères suivants : la masse, la taille des polygones, le diamètre du cœur, la couleur de la peau et de la pulpe (a*b), la texture de la peau, la palatabilité et la teneur en amidon.

En effet, les fruits qui se sont développés durant la saison la plus sèche contiennent plus d'amidon. Il est donc préférable de privilégier ceux-ci pour obtenir un bon rendement en amidon.

A la suite du test de Student, la classification ascendante hiérarchique (CAH) permet d'observer la répartition des fruits en deux groupes selon la saison (Figure 43).

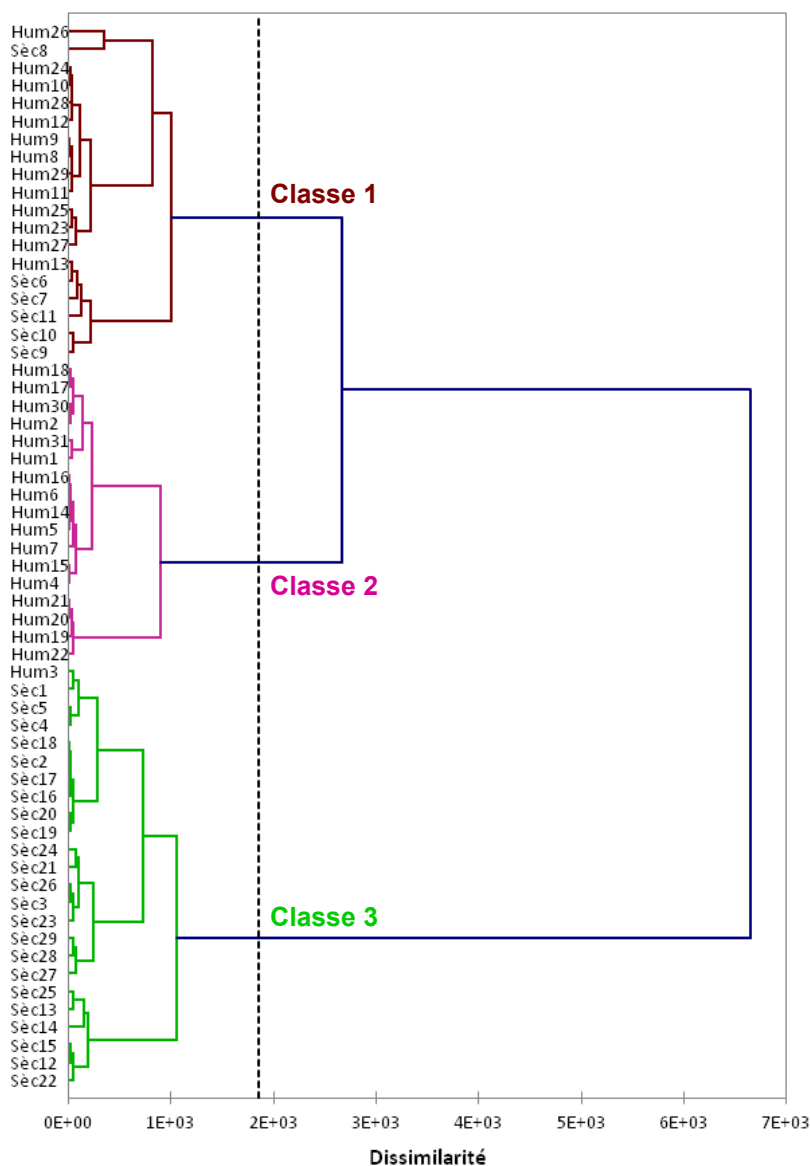


Figure 43 : Classification Ascendante Hiérarchique de l'effet saison

Le dendrogramme de la figure 43 nous permet d'observer 3 grands groupes en fonction de la saison. La classe n°3 regroupant à un individu près des fruits provenant de la saison sèche, et puis les classes n°1 et n°2 qui se séparent non loin de la ligne de troncature et qui regroupent tous les fruits de la saison humide et 6 autres individus de la saison sèche. Les classes n°2 et n°3 se différencient essentiellement par le diamètre du cœur, la couleur de la peau et de la pulpe (L^*a), la palatabilité ainsi que par la teneur en amidon.

D'après le test de Student sur la comparaison des moyennes (Tableau 19) les fruits se différencient par la masse, la taille des polygones, la texture de la peau, le diamètre du cœur, la couleur de la peau et de la pulpe (a*b), la palatabilité et la teneur en amidon.

Tout comme le test d'homogénéité de Student a démontré à 95 % qu'il y avait une différence significative en termes de quantité d'amidon entre les saisons, la CAH met elle aussi en évidence l'impact de la saison.

Il ressort donc, qu'il est préférable d'utiliser des fruits à pain développés durant la saison la plus sèche pour obtenir davantage d'amidon.

Dans le souci de vérifier que les conclusions faites sur la base des résultats obtenus sur la zone Nord Atlantique, nous avons également effectué un traitement de données sur un effectif équilibré de 63 individus par saisons pour tout le territoire (voir Tableau 13).

Tableau 18 : Caractéristiques physiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire

Saisons	Masse	Ratio circonférences	Axe polygones	Épaisseur pulpe	Diamètre cœur	Fermeté peau
	kg	polaire / équatoriale	cm	cm	cm	N
Plus sèche	1,74 ± 0,11	1,09 ± 0,04	1,04 ± 0,05	5,16 ± 0,21	3,38 ± 0,22	73,27 ± 6,51
Plus humide	1,81 ± 0,20	1,07 ± 0,03	1,11 ± 0,05	5,19 ± 0,30	3,69 ± 0,20	59,39 ± 4,95

Tableau 19 : Caractéristiques de couleurs comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire

Saisons	Couleur peau			Couleur pulpe		
	L	a	b	L	a	b
Plus sèche	52,97 ± 1,50	-7,39 ± 1,33	32,95 ± 2,30	89,24 ± 0,47	0,03 ± 0,32	23,60 ± 1,77
Plus humide	56,23 ± 1,19	-12,75 ± 2,45	37,48 ± 1,48	89,38 ± 0,77	1,20 ± 0,42	20,45 ± 1,42

Tableau 20 : Caractéristiques chimiques comparées des fruits à pain prélevés à 2 saisons différentes, sur tout le territoire

Sai-sons	Énergie	Eau	Lipides	Protéines	Glucides	Cendres	Amidon	pH	Ratio
	Kcal / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g		ESS / ac. titrable
Plus sèche	122,1 ± 4,5	69,90 ± 1,52	0,34 ± 0,04	1,02 ± 0,15	28,95 ± 1,33	0,79 ± 0,05	17,21 ± 2,66	6,01 ± 0,15	1,96 ± 0,48
Plus humide	119,3 ± 10,5	69,80 ± 2,59	0,30 ± 0,15	1,16 ± 0,11	27,96 ± 2,53	0,83 ± 0,06	12,39 ± 1,59	5,62 ± 0,45	0,98 ± 0,23

Nous observons les mêmes tendances physico-chimiques entre les saisons, présentées aux tableaux 18, 19 et 20 que celles observées pour la zone Nord Atlantique (Tableaux 14, 15, 16).

Nous avons appliqué le test de Student, dont l'hypothèse nulle H_0 démontre qu'il n'y a pas d'effet de saison. H_0 : il n'existe pas de différence significative pour un critère physico-chimique entre les saisons, avec un risque d'erreur inférieur à 0,05.

Nous avons obtenu les probabilités t , présentées au tableau 21.

Tableau 21 : Significativité des critères physico-chimiques, d'après le test de Student, pour l'étude de l'impact des saisons sur tout le territoire

	Significativité	Probabilité
Polygone	oui	0,032
Diamètre cœur	oui	0
L* peau	oui	0
a* peau	oui	0
b* peau	oui	0
a* pulpe	oui	0
b* pulpe	oui	0
Texture peau	oui	0,0001
pH	oui	0
ESS / Ac. titrable	oui	0
Amidon	oui	0
L* pulpe	tendance	0,0607
Masse	non	0,7819
Circ. polaire / équatoriale	non	0,4907
Epaisseur pulpe	non	0,198
Humidité	non	0,1443
Glucides	non	0,1111

Nous avons obtenu la même tendance que pour l'étude de l'impact de la saison sur la zone Nord Atlantique (Tableau 17), hormis pour la masse où il n'y a pas de différence significative entre les saisons.

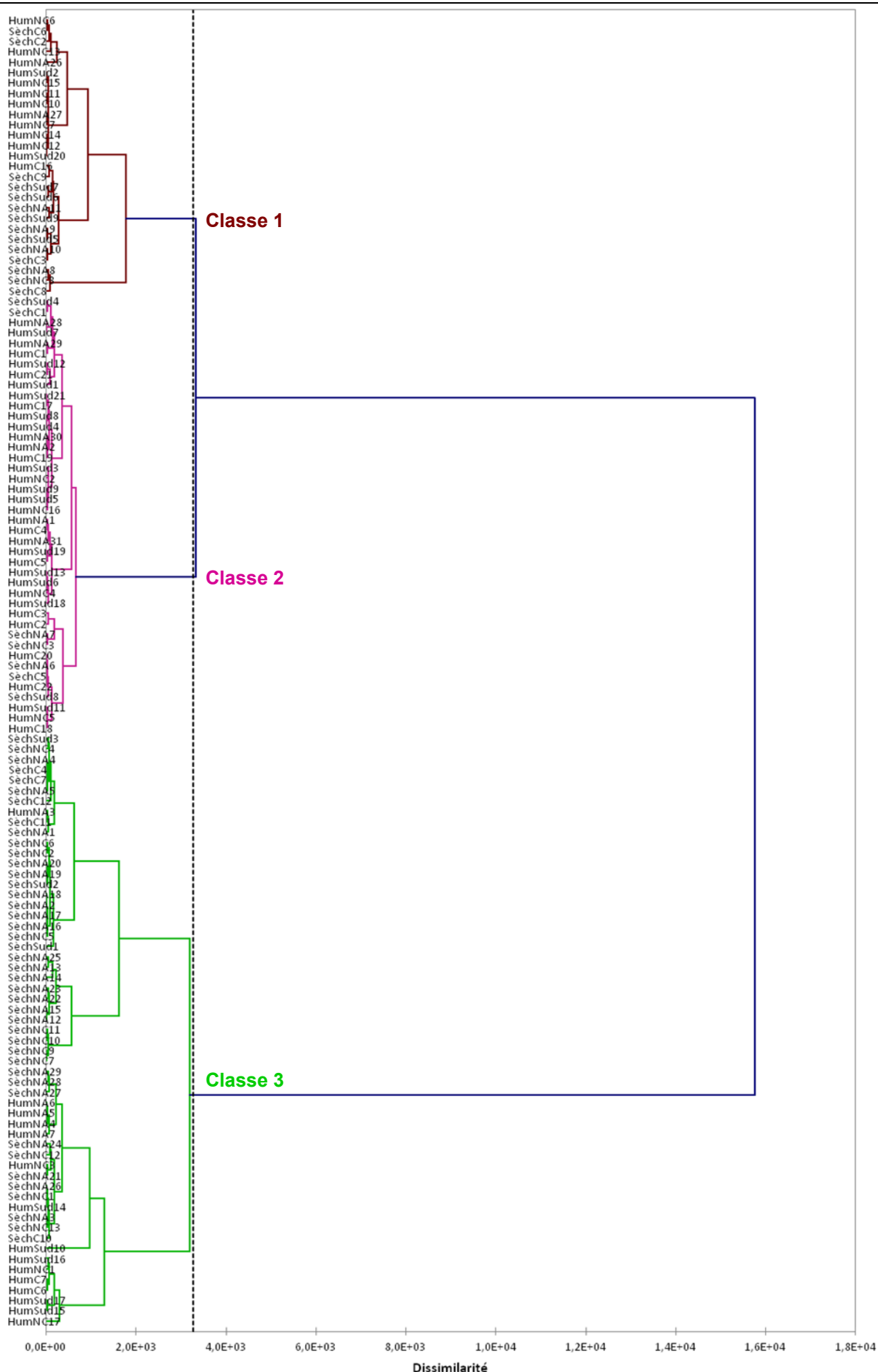


Figure 44 : Classification Ascendante Hiérarchique de l'effet saison sur tout le territoire

La figure 44 est le dendogramme obtenu pour la classification ascendante hiérarchique des fruits à pains récoltés sur tout le territoire. Ce dendogramme présente également 3 classes, comme celui obtenu pour l'étude sur la zone Nord Atlantique.

Nous constatons cependant que l'effet saison est moins marqué, car les individus récoltés aux 2 saisons sont répartis dans les 3 classes. Nous pouvons néanmoins observer, que la classe n°2 regroupe davantage de fruits à pain récoltés à la saison la plus humide (35 / 42 totalisés dans la classe n°2) et que la classe n°3 regroupant davantage d'individus récoltés à la saison la plus sèche (42 / 57 totalisés de la classe n°3).

Selon le barycentre des classes, ces classes n°2 et n°3 sont plus opposées pour les critères de la taille des polygones, la couleur de la peau (L^*b), la texture de la peau, le pH et la teneur en amidon. En effet, les fruits à pains regroupés dans la 3^{ème} classe ont des polygones plus petits, un vert plus clair et moins lumineux, une texture de la peau plus ferme, un pH de la pulpe légèrement plus acide et une teneur en amidon plus grande. Cette 3^{ème} classe regroupant davantage de fruits à pain récoltés à la saison sèche, cette méthode confirme les résultats obtenus pour la zone Nord Atlantique pour le critère de la teneur en amidon.

Pour conclure sur l'influence des saisons, les tests de Students et les classifications ascendantes hiérarchiques ont montré un effet de la saison sur la teneur en amidon avec les 2 échantillonnages testés. Le fruit à pain contient davantage d'amidon en saison sèche, ce qui est intéressant à considérer pour optimiser une production industrielle éventuelle.

IV.1.2.3 Caractéristiques physiques et compositions moyennes

Les résultats concernant la qualité moyenne globale de l'ensemble des fruits à pain échantillonnés sont rassemblés dans les tableaux 22 et 23 qui présentent respectivement les caractéristiques physiques et chimiques.

Tableau 22 : Caractéristiques physiques de tous les fruits à pain étudiés

Masse	Ratio circonférences	Axe polygones	Epaisseur pulpe	Diamètre cœur	Fermeté peau
kg	polaire / équatoriale	cm	cm	cm	N
1,81 ± 0,22	1,08 ± 0,04	1,10 ± 0,06	5,24 ± 0,06	3,43 ± 0,23	63,48 ± 6,49
Couleur peau			Couleur pulpe		
L	a	b	L	a	b
54,76 ± 1,71	-10,43 ± 2,42	35,63 ± 2,17	89,05 ± 0,78	0,75 ± 0,48	22,18 ± 1,71

Les fruits à pain étudiés ont une masse moyenne d'environ 2 kg. Ils ont une couleur verte et « blanche » pour ce qui concerne la peau et la pulpe.

Tableau 23 : Comparaison de nos résultats de valeurs nutritives à celles d'autres études

Auteurs	Energie	Eau	Lipides	Protéines	Glucides	Amidon	Cendres	pH	Ratio
	Kcal / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g	g / 100 g		ESS / ac. titrable
Morton, 1987	105 - 109	62,7 - 89,1	1,3 - 2,24	0,1 - 0,86	21,5 - 29,5	16,8 - 20,1			
Nakasone et Paull, 1999 *	134	62	1,3	0,18	37,0				
Notre étude	120,8 ± 9,0	69,39 ± 2,27	1,13 ± 0,12	0,32 ± 0,11	28,34 ± 2,22	14,42 ± 2,38	0,81 ± 0,08	5,85 ± 0,23	1,37 ± 0,49
Souci, Fachmann, Kraut, 2008	101	73	1,30	0,30	23,30	19,6			

* Etude sur des fruits à pain mûrs

La moyenne de nos résultats est proche de ceux des autres auteurs reportée au tableau 23. C'est un fruit à fort contenu amylicé et donc glucidique. Nous notons cependant une différence pour les glucides où nous mesurons une moyenne 8 à 25 % plus élevée que celles données par les autres auteurs, ainsi que pour l'amidon où nous observons 14 à 16 % de moins que leurs valeurs. Nous constatons également que, nos valeurs pour la quantité de glucides se rapprochent de celles trouvées par Nakasone et Paull (1999) sur le fruit à pain mûr. Ce constat nous amène à supposer que, certains des fruits à pain utilisés dans notre étude étaient à maturité avancée. Les quantités en glucides semblent influencer sur la valeur énergétique du fruit à pain qui est de 101 à 109 Kcal pour les autres auteurs comparée à la valeur que nous obtenons dans notre étude qui est de 121 Kcal.

Ces différences entre nos valeurs et celles qu'obtiennent les autres auteurs peuvent être dues à l'étude sur des variétés différentes, à des effets pédo-climatique, au traitement de fruits à pain à des stades de maturité plus ou moins avancés, ou encore à des évolutions post – récolte.

IV.1.3 CONCLUSION

L'impact des saisons et de la zone de récolte sur la teneur en amidon du fruit à pain a été étudié ; l'amidon étant la substance de réserve de ce fruit, le nutriment majeur pour le consommateur. Les mesures montrent que la teneur en amidon apparaît comme étant influencée par la saison, mais pas par la zone. La teneur en amidon beaucoup plus élevée pour les fruits à pain développés durant la saison la plus sèche est un résultat très original. En parallèle, les teneurs en eau des fruits ne sont pas significativement différentes. Auparavant seule l'étude de Worrell et *al.* (1998) avaient rapporté des résultats sur la dynamique du développement du fruit à pain. Une réaction physiologique de la synthèse de réserves dans des conditions environnementales difficiles de faible pluviosité pourrait expliquer cette plus grande quantité d'amidon dans le fruit, alors que la masse des fruits était légèrement plus faible. En effet une plus grande exposition au soleil durant la saison la plus sèche peut causer une photosynthèse plus active, ce qui conduit à une plus grande synthèse de glucides, et donc plus d'amidon. La saison sèche a également affecté la fermeté de la peau (+ 23 %), l'appétence (la palatabilité, + 112 %) et le pH (+ 0,2 pH) (Tableaux 16 et 18). La zone de récolte n'a pas eu d'influence significative sur la masse et la taille à maturité, mais sur la couleur, la fermeté de la peau, la teneur en glucides, le pH et la palatabilité. Ces paramètres pourraient dépendre des conditions environnementales telles que la nature du sol, la spécificité du climat local ou des facteurs génétiques.

IV.2 Etude du développement du fruit à pain

Le fruit à pain est une infrutescence. Au centre de chaque polygone dessiné à la surface du fruit, le reste du pistil de chaque fleur composant le syncarpe persiste comme une pointe minuscule et disparaît progressivement quand le fruit mûrit. En même temps, les polygones s'étendent (Figures 7 et 8). Au cours du développement du fruit, le nombre moyen de polygones par cm² diminue (minimum à 10 semaines), alors que leur diamètre moyen augmente (maximum à 16 semaines : Worrell, 1998).

Le fruit à pain se développe à partir d'une parthénocarpié (Hasan et Razak, 1992). Les inflorescences femelles qui donnent le fruit sont portées à l'extrémité des branches. Les jeunes fruits peuvent être repérés, en palpant la base des feuilles qui enveloppent les fleurs femelles. Le fruit, d'un diamètre compris entre 0,5 à 1 cm, représente le premier stade détectable du développement physiologique du fruit à pain : c'est le stade correspondant à la semaine 0 du développement (Ragone, 1997 ; Worrell et al., 1998 ; Kader, 2007).

La période de croissance et de développement d'un fruit correspond à la période d'ontogénèse qui s'étend de la fécondation jusqu'à ce que le fruit ait atteint son volume maximum, le fruit est alors dit « mature ». Le développement est caractérisé par la multiplication cellulaire et l'accroissement du volume cellulaire. Il ne doit pas être confondu avec le mûrissement d'un fruit qui, lui intervient à partir du stade « mature » et peut être déclenché par la crise climactérique pour les fruits climactériques : on parle alors d'un fruit mûr.

La première partie de la phase de croissance du fruit est caractérisée par une augmentation de la taille du fruit ; la deuxième phase comporte une augmentation importante de la matière sèche du fruit, dont en particulier de l'amidon. Selon Worrell et al., (1998) le fruit atteint sa taille maximale au bout de 13 semaines à partir du stade « semaine 0 » défini précédemment (Figure 7A). Les fruits peuvent être récoltés, aux Antilles, au stade de pleine maturité physiologique, entre les semaines 15 et 19 (Worrell et al., 1998).

La phase de sénescence du fruit est très rapide et commence à la fin du stade de croissance finale. La peau du fruit change de couleur en brunissant. Le fruit à pain va mûrir très vite, jusqu'à la sénescence, qui a lieu en 2 à 3 jours à 28 °C (température ambiante) ; il devient alors mou et sucré.

L'objectif de cette étude est de caractériser le moment optimal du cycle du développement du fruit à pain, en vue d'une valorisation de cet amylacée et de mieux appréhender sa physiologie en vue d'une distribution en frais et une consommation différée. Il s'agissait également d'observer l'évolution de la teneur en amidon par rapport à la croissance du fruit, ceci afin de détecter la période de récolte idéale en termes de teneur en amidon.

IV.2.1 MATERIELS & METHODES

La caractérisation physiologique a été réalisée sur la deuxième période de fructification de l'année qui s'étale de juin à décembre, avec pour référence l'étude de Worrell et *al.* (1998), selon le postulat suivant ; observer l'évolution de la croissance du fruit par rapport à la production d'amidon et de sucres solubles. Un marquage a été effectué sur les fleurs femelles afin de réaliser un suivi jusqu'à la maturité du fruit obtenu avant sa chute de l'arbre marquant sa sénescence (Figure 45).

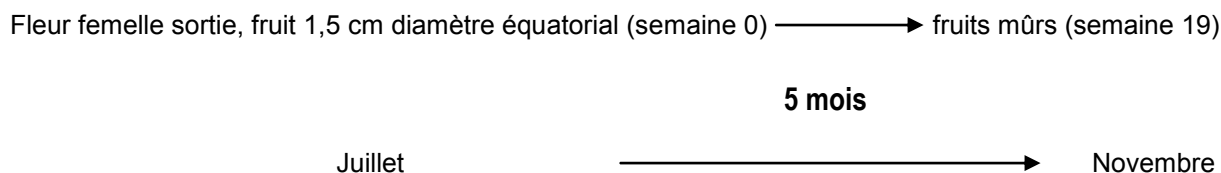


Figure 45 : Période de suivi du développement du fruit à pain

Elle a été effectuée sur toutes les zones de la Martinique où le fruit à pain est le plus abondant, dans les villes suivantes : Sainte-Marie, Robert, Lamentin, François. La prise de contact avec quelques cultivateurs affiliés à la SOCOPTA (Société Coopérative Martiniquaise) a été faite dans le but de permettre un marquage des fleurs et le suivi des fruits correspondants jusqu'à l'obtention du fruit au stade désiré.

IV.2.1.1 Suivi et prélèvement du matériel végétal

Des fruits à pain ont été repérés et marqués sur divers arbres à pain, (Sainte-Marie, Robert, Lamentin, François en Martinique), dès la semaine zéro. Des observations et des mesures ont été effectuées, sur les fruits marqués, à différentes étapes de leur développement (Figure 46) :

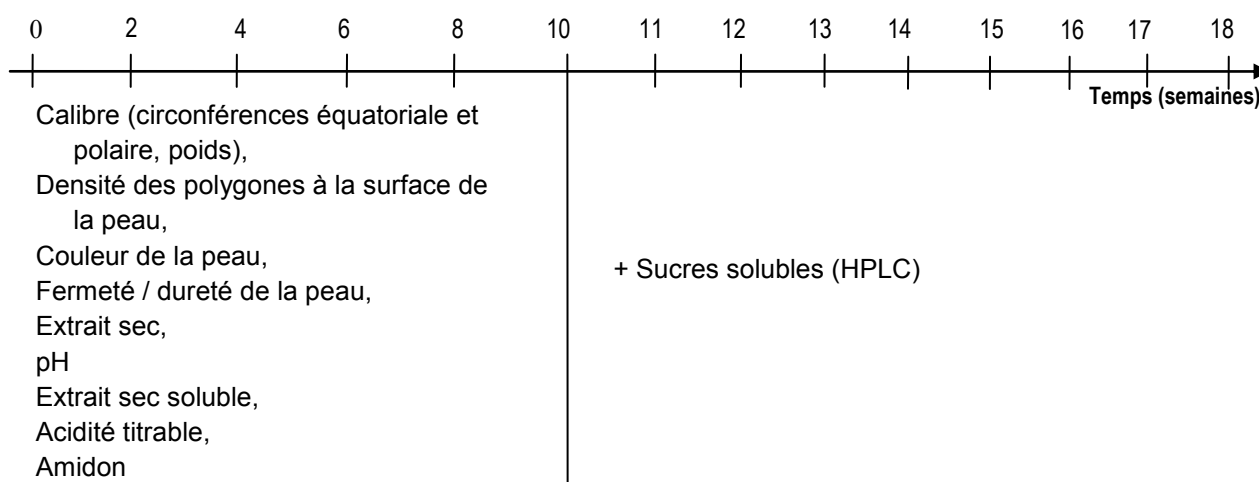


Figure 46 : Liste des mesures analytiques en fonction du temps

De la semaine 0 à la semaine 10, 5 fruits à pain ont été prélevés toutes les 2 semaines. Ces fruits ont subi les analyses physico-chimiques précédemment citées. De la semaine 10 à 18, 5 fruits à pain ont été prélevés toutes les semaines, pour lesquels les mêmes analyses que la phase de la semaine 0 à la semaine 10 ont été effectuées, en plus des mesures des sucres solubles par HPLC. La dernière phase de la semaine 19 à 24, les prélèvements n'ont pas pu être réalisés en raison des pertes des fruits qui arrivaient semble-t-il en fin de croissance, de manière prématurée par rapport à nos prévisions.

IV.2.1.2 Méthodes d'analyses

Les mêmes méthodes physiques et physico-chimiques de l'étude de la connaissance du fruit à pain ont été mises en œuvre dans cette partie de notre travail (exceptées celles de la fermeté de la pulpe, de la couleur de la pulpe et de la valeur énergétique : lipides, protéines, cendres). L'observation de l'aspect des polygones et le dosage des sucres solubles ont été ajoutées avec les protocoles suivants.

IV.2.1.2.1 Observation des polygones

Elle a été réalisée à l'aide d'un gabarit (de surface connue) qui a permis de calculer la densité sur cette surface. Seuls les polygones entiers seront comptés ; la densité des polygones correspond au nombre de polygones entiers comptés ramenés à la surface du gabarit.

IV.2.1.2.2 Dosage des sucres solubles

Les sucres solubles ont été dosés par chromatographie liquide haute performance (HPLC), technique instrumentale basée sur des phénomènes d'adsorption et de partage. Deux phases sont utilisées : une phase mobile qui progresse le long d'une phase stationnaire fixée sur un support rigide. Après dépôt de l'échantillon sur la phase stationnaire, les substances constitutives de l'échantillon migrent à des vitesses variables dépendant de leur nature et de celle de la phase mobile.

Les teneurs en glucose, fructose et saccharose ont été déterminées par HPLC, après extraction selon la méthode suivante. 10 g de pulpe décongelée sont broyés puis homogénéisés dans 10 mL d'eau distillée. Ce mélange est homogénéisé à l'aide de l'ultra Turax. 3 mL de la suspension sont centrifugés à 4000 g durant 20 secondes (Fischer Bioblock Scientific 1-6P Sigma). Le surnageant (extrait aqueux) est filtré sur un filtre grossier.

1 mL de surnageant filtré est repris dans 1 mL d'acide trichloro-acétique à 4 %, filtré sur préfiltre (Millipore) avant d'être injecté dans le dispositif analytique (Agilent 1100 series – détecteur réfractrométrique RID).

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- la colonne (RESTEK, pinnacle amino II (5 μm) 150 mm de long x 4,6 mm de diamètre intérieur, constituée de silice) est précédée d'une précolonne
- l'eau ultrapure constitue la phase mobile
- le débit de la phase mobile est de 0,5 mL.min⁻¹ avec une pression d'équilibre de 834 psi
- la température de la colonne est de 80 °C

L'analyse quantitative a été réalisée avec un étalonnage externe. Les solutions standards (étalons) sont reportées dans le tableau 24 qui suit :

Tableau 24 : Concentrations des solutions étalons en sucres solubles pour le dosage en HPLC

	Fructose (g.L ⁻¹)	Glucose (g.L ⁻¹)	Saccharose (g.L ⁻¹)
Solution standard 1	6,252.10 ⁻⁰³	6,338.10 ⁻⁰³	2,206.10 ⁻⁰²
Solution standard 2	4,689.10 ⁻⁰³	4,754 E ⁻⁰³	1,655.10 ⁻⁰²
Solution standard 3	3,126.10 ⁻⁰³	3,169.10 ⁻⁰³	1,103.10 ⁻⁰²
Solution standard 4	1,563.10 ⁻⁰³	1,585.10 ⁻⁰³	5,516.10 ⁻⁰³

La méthode de l'étalonnage externe montré au tableau 24 repose sur la comparaison de la surface du standard analysé au préalable avec la surface du composé à analyser de même identité.

IV.2.2 RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'étude du développement du fruit nous a permis de définir les modifications de la morphologie, les sucres solubles et les teneurs en amidon ont été suivis pendant 24 semaines, jusqu'à ce que les fruits à pain soient tombés de l'arbre. Nous avons comparé notre modèle de croissance à l'étude faite par Worrell et *al.* (1998).

Cette étape de la thèse a nécessité le suivi de 129 fruits à pain sur plus de 5 mois pour en obtenir 75 à analyser.

IV.2.2.1 Evolution de la composition nutritionnelle

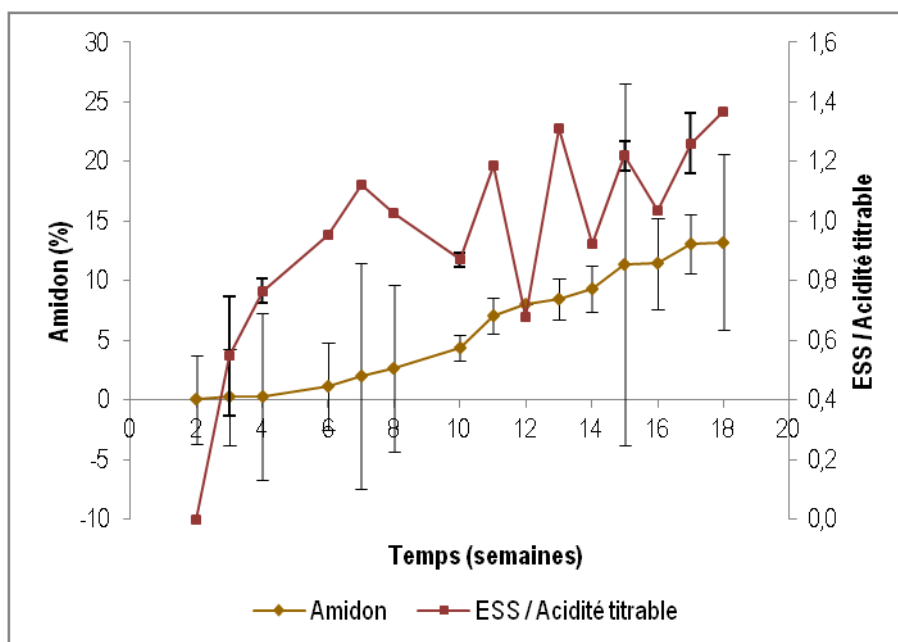


Figure 47 : Evolution de la palatabilité et de la production d'amidon durant le développement des fruits à pain

La figure 47 montre que la quantité d'amidon a été presque nulle au cours des 4 premières semaines. L'accumulation d'amidon commence réellement après 4 semaines, augmentant progressivement à partir de la 6^{ème} semaine à 1,2 g / 100 g MF (masse fraîche) à 13,3 g / 100 g MF à la 18^{ème} et dernière semaine de croissance.

L'évolution de la production d'amidon décrite par Worrell et *al.* (1998) (Figure 7C) est très différente de celle que nous avons observée et il est difficile de savoir si ces différences sont liées à des différences génétiques, ou pédo-climatiques. Une investigation plus longue sur 2 ou 3 autres campagnes saisonnières permettrait d'avoir une conclusion plus complète.

L'appétence (la palatabilité) augmente globalement et irrégulièrement entre les semaines 7 à 17 (Figure 47). Les valeurs sont supérieures 1 à partir de la 7^{ème} semaine, sauf pour les semaines 10 - 12 et 14.

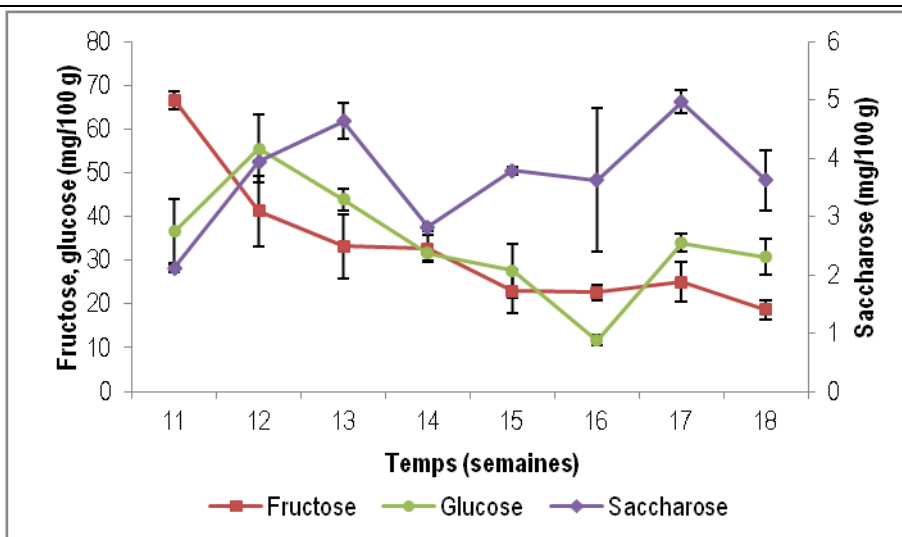


Figure 48 : Evolution des sucres solubles durant le développement des fruits à pain

Nous avons également suivi la teneur en sucres solubles au cours du développement du fruit à partir de la 11^{ème} semaine montré par la figure 48. Globalement, la teneur en fructose et glucose a diminué alors que la teneur en saccharose a augmenté. La teneur en fructose a diminué progressivement de 67 mg / 100 g MF (masse fraîche) dans la semaine 11 à 19 mg / 100 g MF dans la 18^{ème} semaine. Le contenu en glucose a varié entre 37 et 28 mg /100 g MF, avec un pic à 56 mg / 100 g MF à la 12^{ème} semaine, tombant à 12 mg / 100 g MF dans la 16^{ème} semaine. La teneur en saccharose a varié entre 2 et 5 mg / 100 g MF. On peut attribuer ces variations à une synthèse de saccharose durant la maturation, bien connue et décrite dans les mécanismes physiologiques de la maturation des fruits.

Une tendance similaire à la baisse avait été observée par Worrell et *al* (1998) sur l'évolution de la teneur en sucres réducteurs aux semaines 12 – 16 et 20 qui représentent les 3 seuls points de comparaison avec notre étude. Les sucres réducteurs regroupent tous les sucres notamment ceux solubles, notamment le fructose et le glucose. Le saccharose est par contre un sucre soluble, non réducteur.

IV.2.2.2 Evolution du calibre

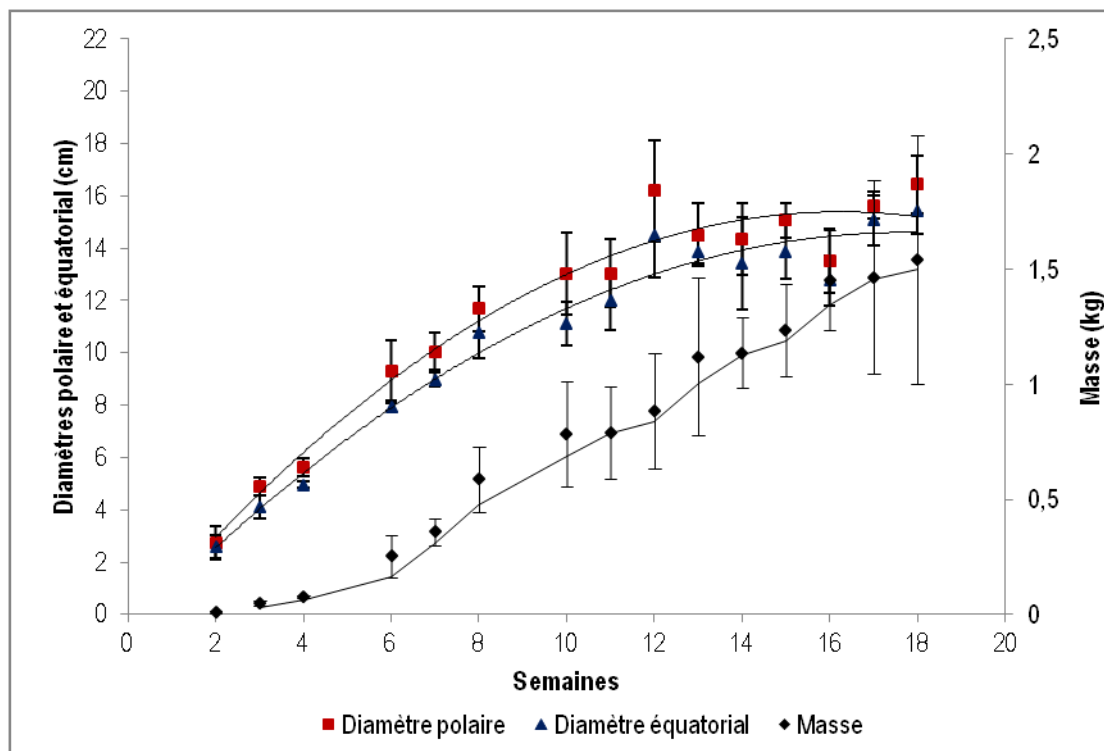


Figure 49 : Modèle de croissance en comparaison à l'évolution de la masse

La figure 49 montre que la masse des fruits a progressivement atteint 1,5 kg jusqu'à la semaine 18 et dernière de croissance du fruit à pain devenu mûr ; alors qu'il était entre 1,7 et 1,9 kg respectivement dans les saisons sèches et humides. Une hypothèse de la chute prématurée des fruits causée par leurs manipulations au cours du processus de suivi pourrait être avancée. Ils ne pouvaient pas atteindre leur masse ou leur âge complet. Une courbe de croissance sigmoïde pour des diamètres a été observée également avec le maximum atteint au cours des 14 – 16^{ème} semaines du cycle de développement. Les diamètres mesurés étaient de 16,5 cm (polaire) et de 15,5 cm (équatorial) dans la 18^{ème} semaine de suivi. En comparaison à l'étude de Worrell et *al.* (1998), les diamètres maximums dans les semaines 14 et 15 étaient de 13 cm (polaires) et de 12 cm (équatorial) autour de la 19^{ème} semaine et dernière pour le fruit à pain de la Barbade. Le cycle de développement du fruit à pain en Martinique a été plus court que celui du fruit à pain à la Barbade décrit par Worrell et *al.* (1998) soit 18 semaines au lieu de 19. L'évolution de la masse suit une courbe de croissance qui semble linéaire à partir de la sixième semaine.

On peut considérer que les fruits à pain sont matures à 15 semaines et prêts pour la récolte. Selon Worrell et *al.* (1998), l'apparition de latex sur la peau du fruit a été observée aux semaines 15 et 16, un signe que le fruit est bon pour la récolte. En outre, l'analyse sensorielle effectuée dans cette même étude (Worrell et *al.*, 1998) a montré que la pulpe cuite était acceptable entre les semaines 15 et 19.

Selon Nakasone et Paull (1999) « le fruit mûrit 60 à 110 jours (environ 9 à 16 semaines) après la floraison, et la différence est due à la température de croissance et de variétés des fruits ».

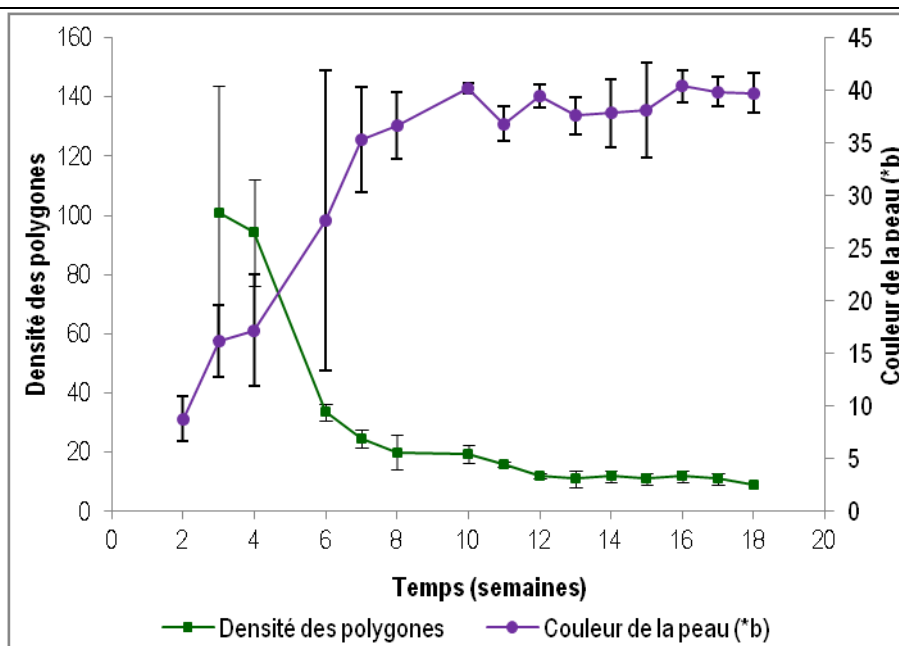


Figure 50 : Evolution de la densité des polygones et de la couleur de la peau (*b) durant le développement du fruit à pain

La figure 50 présente l'évolution de la couleur de la peau et la densité des polygones (fruits) pendant leur croissance. La densité de polygones diminue fortement au cours des 6 premières semaines. La densité de polygones devient stable à partir des 8 – 10^{ème} semaines, qui coïncident avec la stagnation du volume des fruits vus à la figure 48.

A la figure 50, nous pouvons observer une augmentation rapide de la couleur sur les 7 premières semaines, avant de devenir stable à partir de la semaine 10. Les changements de couleur du vert foncé au vert clair – jaune sont observés en parallèle avec la croissance.

Nous avons observé que la diminution de la densité de polygones a été liée à la masse et augmente de diamètre dans les figures 49 – 50.

Tableau 25 : Evolution des caractéristiques physiques des fruits au cours de leur développement

Semaines	Ratio diamètres polaire / équatoriale	Fermeté peau		Couleur peau	
		N	L	a	b
2	1,06 ± 0,03		43,40 ± 1,32	-1,05 ± 0,73	8,77 ± 1,07
3	1,20 ± 0,05		49,72 ± 2,84	-5,61 ± 0,63	16,21 ± 1,70
4	1,14 ± 0,04		47,95 ± 2,14	-6,99 ± 1,03	17,22 ± 2,64
6	1,15 ± 0,07	81,42 ± 0,98	48,78 ± 3,64	-12,71 ± 3,36	27,66 ± 7,15
7	1,12 ± 0,03	80,73 ± 2,46	51,38 ± 2,01	-16,23 ± 0,92	35,33 ± 2,48
8	1,09 ± 0,02	80,81 ± 3,58	51,68 ± 1,15	-18,30 ± 0,37	36,66 ± 1,58
10	1,17 ± 0,04	66,29 ± 1,23	56,56 ± 1,26	-16,98 ± 0,07	40,20 ± 0,25
11	1,09 ± 0,03	74,44 ± 3,12	53,24 ± 1,12	-17,57 ± 0,80	36,84 ± 0,81
12	1,12 ± 0,03	62,17 ± 1,78	56,90 ± 1,03	-17,01 ± 0,90	39,42 ± 0,55
13	1,05 ± 0,03	72,20 ± 3,42	54,14 ± 0,80	-17,81 ± 0,24	37,60 ± 0,88
14	1,07 ± 0,04	72,63 ± 4,72	54,39 ± 1,84	-17,85 ± 0,64	37,83 ± 0,61
15	1,09 ± 0,04	65,34 ± 3,78	57,35 ± 1,34	-15,53 ± 2,32	38,09 ± 2,25
16	1,06 ± 0,02	74,12 ± 2,55	58,39 ± 1,05	-15,83 ± 1,27	40,40 ± 0,77
17	1,04 ± 0,02	63,76 ± 2,74	57,16 ± 0,54	-16,71 ± 0,40	39,89 ± 0,72
18	1,07 ± 0,02	63,51 ± 2,36	57,38 ± 0,63	-17,58 ± 0,52	39,75 ± 0,94

Le fruit à pain ne change pas de forme au cours de son développement, il est sphérique à oblongue. En comparant les résultats du tableau 25 à la figure 48, l'augmentation de la masse et du volume ne modifient pas la forme parce que le rapport circonférences polaire / équatoriale reste constant autour de 1. Dans le même temps, la fermeté de la peau ne diminue que légèrement et irrégulièrement 80 à 60 N. La palatabilité augmente quand la dureté de la peau diminue (Figure 47, Tableau 25). Ces 2 paramètres montrent que le fruit commence à être comestible à la 14^{ème} semaine.

A titre de comparaison, nous avons également fait un suivi en parallèle sur 3 fruits à pain dits « café » en Martinique, pour voir si leur modèle de croissance diffère de celui des fruits à pain classiques. Le fruit à pain café a un aspect plus petit et sphérique, avec une peau au jaune dominant à maturité.

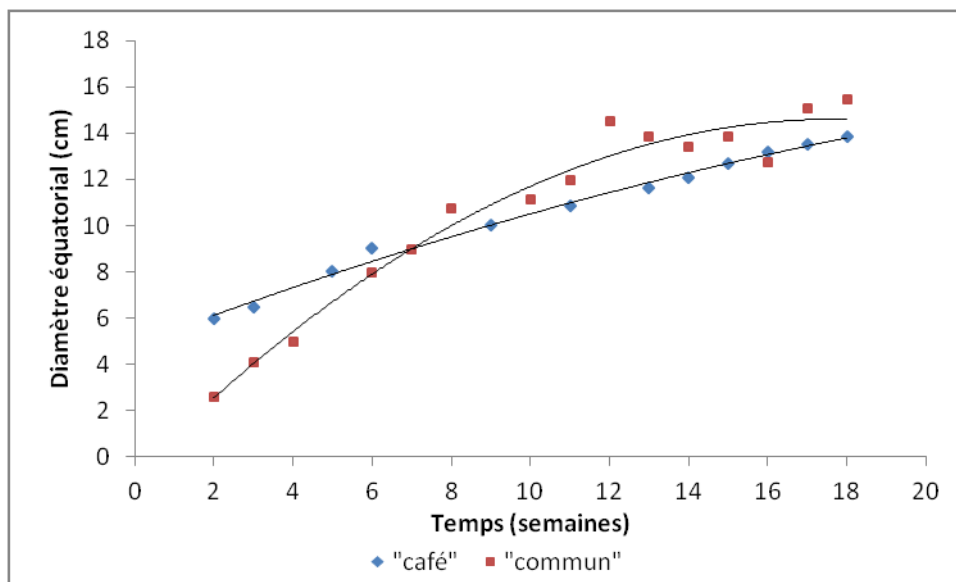


Figure 51 : Modèles de croissance des fruits à pain de Martinique

La comparaison entre le fruit à pain le plus communément retrouvé et celui dit café nous permet d'observer des courbes de croissance différentes du diamètre équatorial (Figure 51).

Le fruit à pain café a une croissance plus linéaire. A 2 semaines il mesure autour de 5 cm de diamètre, pour arrêter son développement à 18 semaines, tout comme le fruit à pain commun, autour de 14 cm de diamètre.

Ce fruit à pain est donc plus petit à maturité que celui qui est le plus répandu sur le territoire.

IV.2.3 CONCLUSION

L'accumulation d'amidon au cours du développement du fruit à pain augmente à partir des 5 – 6^{ème} semaines jusqu'à la 18^{ème}. La courbe d'évolution de la masse devient linéaire à partir de la sixième semaine. Nous avons trouvé un profil de développement moyen du fruit similaire à celui de l'étude de Worrell et *al.* (1998), une étude de référence de la dynamique de la croissance du fruit à pain, mais qui a été réalisée sur le fruit à pain développé à la Barbade. Nos travaux confirment le modèle de développement en courbe sigmoïde des diamètres des fruits et de leur masse.

Néanmoins, certains résultats sont différents de ceux de Worrell et *al.*, (1998). Le développement des fruits a été plus court : 18 semaines au lieu de 19. Le développement du fruit maximum a été atteint dans la 16^{ème} semaine, soit plus tard que pour l'étude de Worrell et *al.*, (1998) La teneur en amidon a augmenté jusqu'à la fin du cycle de développement du fruit, avec le maximum à la 18^{ème} semaine. Les résultats de l'étude de Worrell et *al.* ont montré un "plateau" maximum à la fin du cycle de croissance (de 16 à 20 semaines). Les fruits à pain étudiés ici étaient plus lourds et plus volumineux que ceux de Worrell et *al.*, (1998) avec un diamètre de 3 cm de plus (équatoriales et polaires).

Ce travail est particulièrement utile pour une gestion optimale de récolte du fruit à pain sur un territoire avec des conditions environnementales variables et les saisons marquées en termes de pluviométrie. Il a montré que la saison la plus sèche est plus appropriée pour l'accumulation élevée d'amidon. En outre, la connaissance du cycle de développement des fruits à pain à la Martinique a été décrite pour une première fois, permettant de déterminer une période de récolte optimisée par rapport à la floraison : la 16^{ème} semaine pour une croissance maximale, ou la 17^{ème} semaine pour une plus haute teneur en amidon.

IV.3 Etude de la variabilité génétique de l'arbre à pain

Cette partie de l'étude porte sur la diversité génétique du fruit à pain à l'aide de marqueurs AFLP (*Amplified Fragment Length Polymorphism*) mettant en évidence le polymorphisme de site de restriction et l'hybridation d'amorces arbitraires.

D'après les éléments de l'histoire de l'introduction du fruit à pain aux Antilles, une seule variété est censée être présente : *le kélé kélé*.

Cependant l'arbre à pain en Martinique présente une variété de phénotypes (Figure 52). Ceci peut laisser supposer une certaine variabilité génétique. Il existe des couleurs de pulpe différentes (blanc à jaune), des aspects des feuilles différents (feuilles découpées ou feuilles frisées), des formes et tailles différentes des fruits (rond à ovale et petit à gros). L'étude physicochimique des fruits au chapitre précédent a montré une certaine homogénéité des fruits sur toutes les régions de l'île de la Martinique.

Nous tentons de comparer la diversité des arbres à pain en nous basant sur deux échelles géographiques de répartition, partant du principe que ces arbres ont été introduits aux Antilles Françaises en même temps : des cultivars collectés sur l'ensemble de la Martinique, et des cultivars collectés sur la Guadeloupe.

L'analyse de diversité des différents phénotypes rencontrés aux Antilles a pour objectif de différencier d'éventuels groupes.

Les outils moléculaires AFLP nous ont permis de vérifier s'il existe des différences génotypiques entre différents individus « arbres à pain » en Martinique et Guadeloupe et, dans ce cas, d'estimer des distances génétiques entre individus.

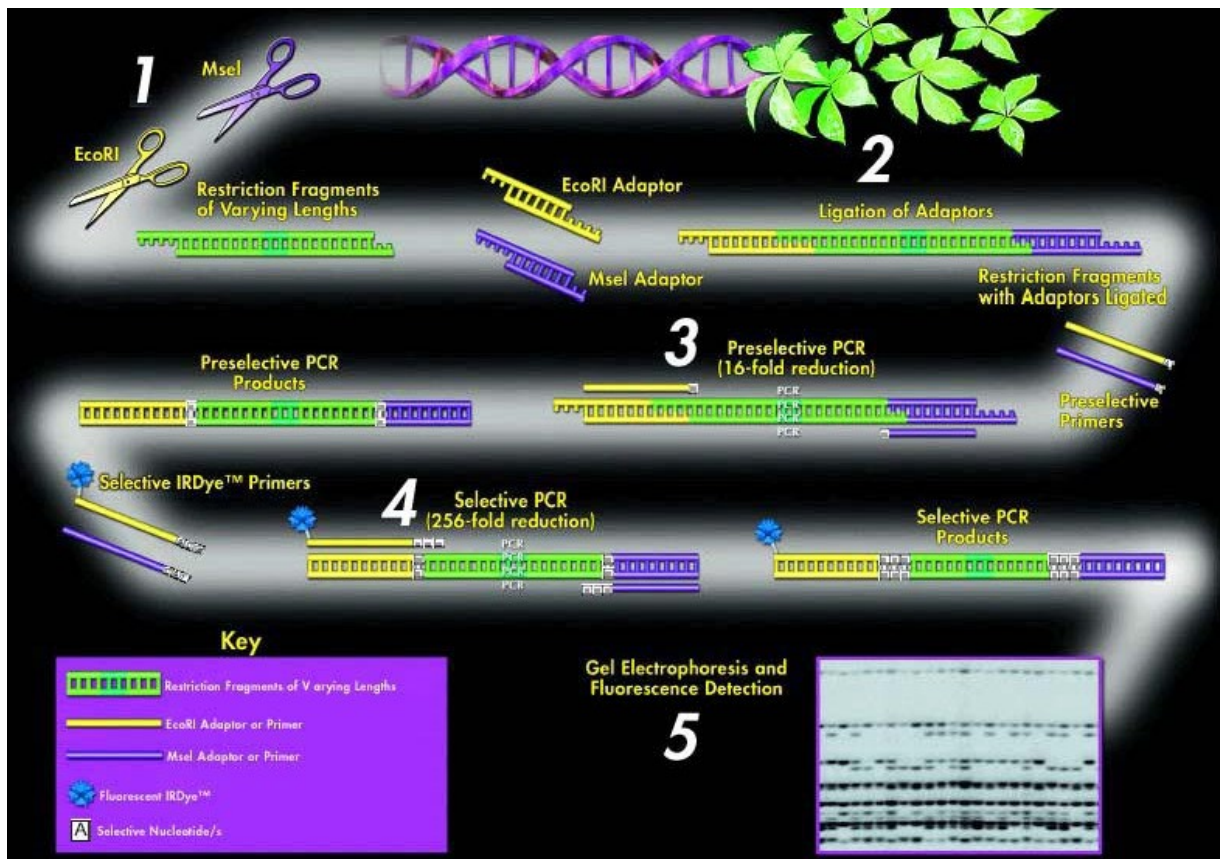


Figure 52 : Méthode AFLP

Après extraction de l'ADN 1- restriction digestion, 2- ligation des adaptateurs, 3- PCR présélective, 4- PCR sélective, 5- électrophorèse détectant le polymorphisme.

<http://www.licor.com/bio/SAGAMX/AFLP12.jsp>, consulté le 28 juillet 2007

IV.3.1 MATERIELS & METHODES

La méthode AFLP a été utilisée pour l'étude de la diversité génétique (Figure 52).

IV.3.1.1 Matériel végétal

De jeunes feuilles ont été collectées sur 37 individus appartenant à deux populations naturelles spontanées d'*Artocarpus altilis* var non *seminifera* aux Antilles Françaises. Les populations échantillonnées appartiennent aux deux îles sœurs : Martinique (13 individus, Figure 53) et Guadeloupe (24 individus) où l'espèce est répandue.



Figure 53 : Fruits à pain de Martinique correspondants aux échantillons de feuilles prélevées

Crédit photo Joselle Nacitas

Pour chaque individu, des échantillons de jeunes feuilles (longues de 2 cm maximum) ont été prélevées, au scalpel, transférés dans un tube eppendorf, puis congelés dans l'azote liquide et conservés à -80°C en vue de l'analyse.

IV.3.1.2 Réactifs chimiques et biologiques

Les réactifs pour l'extraction de l'ADN sont fournis par Sigma France :

Le bromure d'hexadécyltriméthylammonium (CTAB), le polyvinylpyrrolidone (PVPP), le chlorure de sodium (NaCl), l'EDTA, le tampon Tris-HCL et le β -mercaptoéthanol, constituant le tampon d'extraction.

- l'éthanol absolu, et l'ammonium acétate, constituant le tampon de lavage
- le dichlorométhane, chloroforme, et alcool isoamylique constituant la solution de lavage
- la RNase A

Le marqueur de quantification de l'ADN (Smart Ladder 1 Kb) est fourni par Eurogentec- France SAS. Les principaux réactifs pour l'AFLP sont fournis par Invitrogen, Life Technologies, USA :

- le kit « AFLP Core Reagent Kit » pour la restriction et la ligation,
- le kit « AFLP Preamp Primer Kit » pour la réaction d'amplification,

IV.3.1.3 Extraction de l'ADN génomique

L'ADN est extrait à partir de chacun des 37 échantillons de feuilles congelées appartenant aux différentes populations par la méthode du CTAB modifiée (Doyle J.J. et Doyle, J.L. (1987)). La figure 52 résume les différentes étapes de l'extraction.

Le protocole suivi est décrit ci-après : (1) préchauffer le tampon d'extraction dans un bain – marie à 65 °C ; (2) broyer les échantillons (environ 100 mg) de feuilles dans de l'azote liquide afin d'obtenir une poudre fine ; (3) ajouter au broyat, sous la hotte, environ 100 mg de PVPP, puis 2 fois 750 µL de tampon 2X CTAB; (4) transférer dans un tube de 2 mL stérile; (5) incuber pendant 30 min à 65 °C sous rotation; (6) ajouter 400 µL d'un mélange dichlorométhane / chloroforme / alcool isoamylique (25 : 24 : 1) à température ambiante et agiter manuellement (par inversement des tubes) pendant 5 min; (7) centrifuger pendant 15 min à 5500 g à 20 °C; (8) récupérer la phase aqueuse et la transférer dans un nouveau tube de 2 mL puis ajouter une solution d'acétate de sodium 3 M, à raison de 1 V / 10 V de mélange précédent; (9) ajouter 400 µL d'isopropanol conservé à –20 °C, inverser les tubes doucement puis laisser précipiter au moins 1 heure à –20 °C ; (10) centrifuger pendant 15 min à 5500 g à 4 °C ; (11) éliminer le surnageant et rincer le culot avec 300 µL d'éthanol absolu froid (–20 °C); (12) éliminer le surnageant et laisser évaporer les traces d'éthanol à l'étuve à 37 °C ; (13) remettre le culot d'ADN en suspension dans 200 µL de tampon TE 1x ; (14) conserver les ADN extraits à –80 °C. La qualité et la concentration de l'ADN extrait de chaque échantillon sont estimées par électrophorèse sur gel d'agarose à 1 %, par comparaison avec une gamme d'ADN étalon.

IV.3.1.4 Technique AFLP

Principe

La technique AFLP (*Amplified Fragment Length Polymorphism*) est fondée sur la mise en évidence conjointe de polymorphisme de site de restriction et d'hybridation d'amorces arbitraires. L'ADN génomique purifié est d'abord coupé par deux enzymes de restriction (EcoRI et MseI) ayant des sites de reconnaissance respectivement de 6 et 4 bases. Des adaptateurs de séquence connue de 10 à 15 bases, adaptés aux extrémités cohésives des sites de restriction, sont ajoutés aux extrémités des fragments d'ADN par une réaction de ligation.

Une première amplification, dite pré-sélective, amplifie les fragments d'ADN à l'aide d'amorces correspondant à la séquence des adaptateurs et du site de restriction additionné en 3' d'une base définie arbitrairement. Un mésappariement de cette base 3' terminale de l'amorce empêche totalement l'amplification. Dans cette réaction, seul 1/6 des fragments de restriction initiaux sont donc amplifiés.

La deuxième amplification, dite sélective, utilise des amorces identiques aux premières additionnées de 1, 2 ou 3 bases supplémentaires à leur extrémité 3'. Un sous-ensemble de fragments est alors amplifié. Les produits de l'amplification finale sont séparés par électrophorèse en utilisant un séquenceur d'ADN à capillaires (ABI PRISM 310). Ils sont révélés grâce à un marquage fluorescent réalisé lors de la deuxième amplification. Les profils obtenus sont complexes (50 à > 100 bandes). Le nombre de bases arbitraires des amorces de l'amplification sélective détermine le nombre de bandes produites en fonction de la taille du génome de l'organisme à étudier.

Ajustement de la concentration d'ADN pour la restriction

Les marqueurs AFLP sont générés en utilisant le kit AFLP Analysis System II (Invitrogen, Inc.). La quantité d'ADN dans le milieu réactionnel est optimale à 100 ng et ne doit pas être inférieure à 50 ng. En fonction de la concentration en ADN des échantillons, les volumes d'extraits à pipeter sont calculés et quand cela est nécessaire, des dilutions se font dans de l'eau ultra-pure ou du TE 1X, afin d'obtenir une concentration homogène pour l'ensemble des individus de l'échantillon.

Restriction des ADN

L'ADN est digéré par deux enzymes de restriction : *EcoRI* et *MseI* ; ces dernières reconnaissent des séquences spécifiques et coupent alors l'ADN.

La réaction a lieu en plaque PCR 96 puits stérile. Le milieu réactionnel de la restriction (appelé MIX de restriction) est préparé puis réparti dans les différents puits de la plaque (Tableau 26).

Tableau 26 : Composition du Mix de restriction

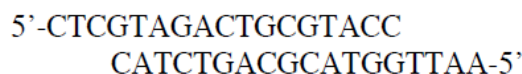
Composants	Volume par puits (en μL)
Tampon (5X PCR)	2,5
Extrait ADN (100 ng \leq 9 μL)	≤ 9
Enzymes <i>EcoRI</i> et <i>MseI</i>	1
H ₂ O ultra pure	qsp 12,5
Total	12,5

L'ADN (100 ng ou environ 9 μL) est ensuite ajouté au mix. Le temps de digestion des ADN dans 12,5 μL de Mix est de 3 heures à 37 °C suivi de 15 min à 70 °C puis à 4 °C jusqu'à la sortie des échantillons. Les différents cycles de température ont été réalisés dans un thermocycleur PCR 9700 ABI (Applied Biosystems)

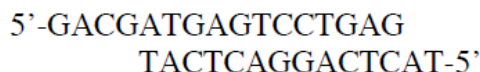
Ligation

L'ADN digéré précédemment est ligué à des adaptateurs qui sont des séquences noyaux enzyme-spécifiques. La structure des deux adaptateurs utilisés est la suivante :

Pour l'adaptateur *Eco RI*



Pour l'adaptateur *Mse I*



Cette réaction de ligation se fait dans les puits de la même plaque PCR que la restriction. 13 μL de mix de ligation (Tableau 27) sont ajoutés dans chaque puits. La ligation se fait à 20 °C pendant 2 heures dans le thermocycleur, puis est ramené à 4 °C jusqu'à la sortie des échantillons pour la suite de l'analyse.

Tableau 27 : Composition du Mix de ligation

Composants	Volume par puits (en μL)
Mélange d'aptateurs de ligation	12
Enzyme T4 DNA ligase	1
Total combiné étape restriction	25,5

PCR de pré amplification

Avant la réalisation de la PCR, les produits de ligation sont dilués au 1/10^{ème}. Une pré-amplification est ensuite réalisée à l'aide de deux amorces (Tableau 28) :

Tableau 28 : Amorces de pré-amplification

Amorce Eco	5'-ACTGCGTACCAATTC-3'
Amorce Mse	5'-GATGAGTCCTGAGTAA-3'

Cette pré-amplification repose sur l'utilisation de l'amorce Primer Eco dont la séquence est complémentaire à la fois d'une portion de l'adaptateur Eco et d'une région de l'adaptateur Mse. L'ADN est alors amplifié avec le Mix suivant (Tableau 29) :

Tableau 29 : Composition du Mix PCR de pré-amplification

Composants	Volume par puits (en μL)
Préamp Primers	20
Tampon (10 X PCR)	3
MgCl ₂ (50 mM)	0,8
Taq Polymerase 5 U. μL^{-1}	0,2
Total	24

Les échantillons PCR (6 µL de produits de restriction-ligation dilué au 1/10^{ème} + 24 µL Mix) sont ensuite pré-amplifiés dans la machine PCR pendant plusieurs cycles tels que :

- 5 min à 94 °C
- (1 min à 94 °C + 1 min à 56 °C + 1 min à 72 °C) répétées 35 fois
- 2 min à 72 °C.
- puis 4 °C jusqu'à la sortie des échantillons pour la suite de l'analyse.

Systématiquement, 10 µL de chaque PCR sont prélevés à des fins de contrôle

Contrôle de la pré-amplification sur gel d'agarose

Le contrôle des produits PCR de préamplification est réalisée par électrophorèse en gel d'agarose à 1 % (w/v) dans du tampon TAE 0,5 X (tris-acétate, 40 mM ; EDTA, 1 mM), par comparaison avec une gamme étalon de différentes concentrations connues d'ADN de phage λ (Sambrook et *al.*, 1989).

Cette technique est basée sur la séparation des acides nucléiques chargés négativement sous l'effet d'un champ électrique. Cette séparation s'effectue à travers la matrice du gel : les molécules de plus petites tailles se déplacent plus rapidement et migreront plus loin que les molécules de tailles supérieures. Ce contrôle a pour but de vérifier la présence d'un « smear » d'ADN (d'un poids moléculaire < 1 Kb) correspondant à une multitude de bandes amplifiées.

10 µL de chaque produit de pré-amplification non dilué sont ajoutés à 3 µL de tampon de charge (Loading Buffer) et déposés sur le gel. Sur le même gel sont déposés également 3 µL de marqueur de taille (DNA 1Kb Ladder) additionnés de 3 µL de tampon de charge. La migration se fait durant 1h à 100 V.

La révélation du gel se fait par coloration au GelRed.

Amplification sélective

La PCR sélective est réalisée dans une nouvelle plaque PCR pour un couple d'amorces. Les amorces AFLP sont constituées d'une séquence noyau (--), d'une séquence enzyme spécifique (--) et d'une extension sélective (--) tels que :

Eco RI : 5'-GACTGCGTACC AATTC NNN-3'


Mse I : 5'-GATGAGTCCTGAG TAA NNN-3

(N correspondant à un nucléotide).

Ainsi, 4 couples d'amorces sont préalablement testés sur gel d'agarose (Tableau 30) :

Tableau 30 : Couples d'amorces

Couple 1	ACTGCGTACCAATTC ACA	GATGAGTCCTGAGTAA CTC
Couple 2	ACTGCGTACCAATTC ACC	GATGAGTCCTGAGTAA CAA
Couple 3	ACTGCGTACCAATTC AAC	GATGAGTCCTGAGTAA CAA
Couple 4	ACTGCGTACCAATTC AAG	GATGAGTCCTGAGTAA CTG



Séquence de l'amorce de pré-amplification <i>Eco RI</i>	Séquence de l'amorce de pré-amplification <i>Mse I</i>
--	---

Les produits de pré-amplification sont dilués au 1/5^{ème}. Pour chaque échantillon, 5 µL d'ADN sont mélangés à 45 µL du Mix PCR contenant le couple d'amorces dont seul le Primer EcoRI est marqué par un fluorochrome. La composition du mix d'amplification sélective est la suivante (Tableau 31) :

Tableau 31 : Composition du Mix PCR d'amplification sélective

Composants	Volume par puits (en µL)
Tampon (10X PCR)	1
MgCl ₂ (50 mM)	0,3
H ₂ O ultra pure	6,2
Eco RI fluorescent (1 pMol.µL ⁻¹)	0,25
MseI non fluorescent (3 pMol.µL ⁻¹)	0,25
Taq DNA Polymerase (5 U.µL ⁻¹)	0,5
Total	10

Les conditions de PCR dépendent de la nature des extensions sélectives des amorces utilisées pour l'amplification. Dans notre cas, la PCR suit les étapes suivantes :

2 min à 94 °C

45 sec. à 94 °C

30 sec. à 65 °C

60 sec. à 72 °C

Ces cycles sont répétés 13 fois en diminuant à chaque fois la température de la deuxième étape de 0,7 °C.

45 sec. à 94 °C

30 sec. à 56 °C

60 sec. à 72 °C

Ces cycles sont répétés 23 fois.

5 min à 72 °C puis 4 °C jusqu'à la sortie des échantillons

Séquençage des AFLP sur séquenceur à capillaires

Les produits d'amplification obtenus sélectivement sont dilués au 1/2. Dans chaque puits d'une plaque adaptée au séquenceur, 2 µL d'amplifiat sont mélangés à 18 µL de formamide et 0,25 µL de marqueur de taille.

Le séquençage est réalisé par un séquenceur à capillaires ABI-PRISM-310.

IV.3.1.5 Analyses statistiques

Les matrices AFLP sont traitées en termes de « présence ou absence des bandes ».

L'arbre phylogénétique a été construit en utilisant le logiciel R avec le Package ade4TkGUI.

La méthode UPGMA (Unweight Pair Group Method with Arithmetic mean) a été utilisée pour construire un arbre phylogénétique.

UPGMA utilise un algorithme de clustérisation séquentiel dans lequel les relations sont identifiées dans l'ordre de leur similarité et la reconstruction de l'arbre se fait pas à pas grâce à cet ordre.

Il y a d'abord identification des deux bandes les plus proches et ce groupe est ensuite traité comme un tout, puis on recherche la bande la plus proche et ainsi de suite jusqu'à ce qu'il n'y ait plus que deux groupes. Chaque bande ou marqueur moléculaire est considéré comme un caractère ayant deux états, présence ou absence, codés respectivement par des valeurs 1 ou 0. Les résultats obtenus sont transformés en une matrice binaire des données qui sera exploitée pour les calculs.

Les distances génétiques interpopulations sont estimées selon la formule de Nei et Li (1979). Sur la base de la méthode de l'UPGMA (Unweighted Pair Group Method with Arithmetic Averaging), la matrice des distances génétiques est utilisée par le programme Neighbour pour générer des arbres phylogénétiques sous forme de fichiers. Grâce au programme statistique, ces fichiers sont transformés sous forme de dendrogrammes représentant les distances génétiques correspondantes. Un trait en pointillé marque le niveau auquel est effectuée la troncature. Le dendrogramme tronqué permet de visualiser les classes après la troncature.

IV.3.2 RESULTATS ET DISCUSSIONS

Après traitement par le logiciel R avec le package RawGeno un total de 172 marqueurs AFLP a été étudié pour 37 individus. Les individus comportant des données manquantes ont été écartés.

A partir des données obtenues, un tableau présence/absence (1 / 0) a été réalisé pour chaque fragment amplifié. Les indices de dissimilarité (distances euclidiennes) ont été calculé à l'aide du logiciel R avec le package ade4TkGUI. La matrice des distances génétiques a permis de schématiser les relations phylogénétiques entre ces populations sous forme de dendrogramme (Figure 54).

Figure 54 : Dendrogramme des 37 populations de *Artocarpus altilis* étudiées selon la méthode UPGMA (individus *Artocarpus altilis* : M1 à M36 = Martinique, G1 à G24 = Guadeloupe, récoltés en Guadeloupe à Sainte Rose (G19, G20, G21) et à Petit Bourg (G22, G23, G24)).

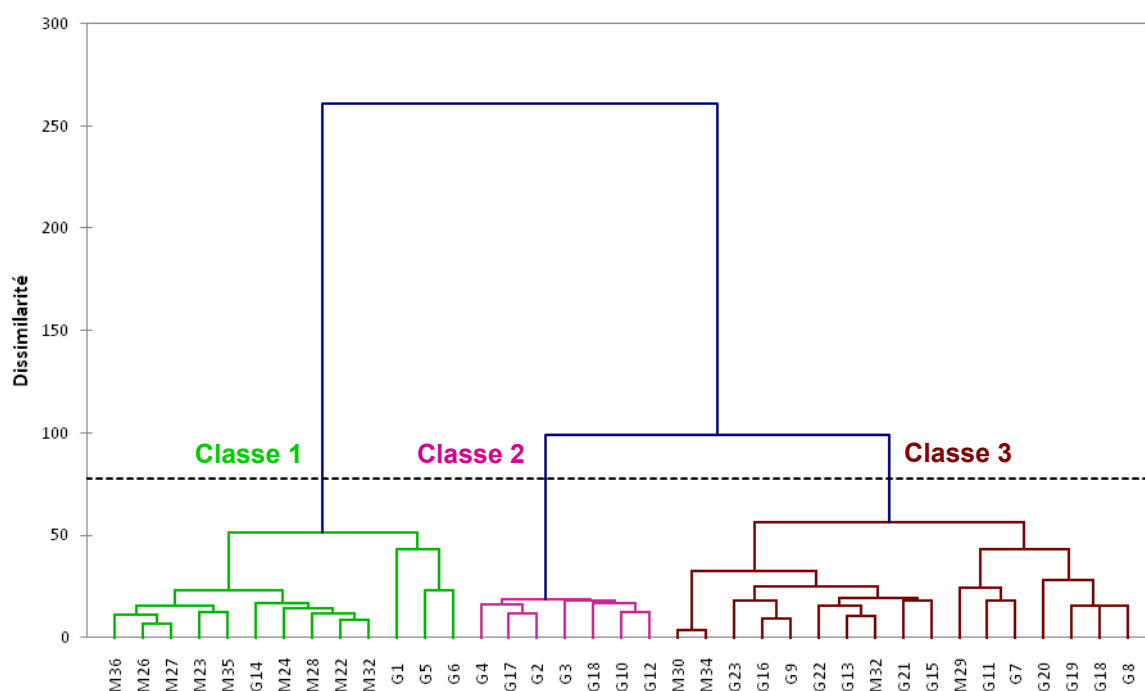


Figure 54 : Classification génétique des 37 différents échantillons récoltés en Martinique et en Guadeloupe

La figure 54 montre que les marqueurs AFLPs séparent nettement la population d'arbres à pain en 3 groupes. Les individus récoltés en Martinique majoritairement constituent la classe n°1, et les fruits récoltés en Guadeloupe se différencient en 2 groupes : les classes n°2 et n°3. Pour une espèce qui se multiplie de façon végétative, il est surprenant que nous n'ayons pas d'individus identiques dans la population.

Les distances génétiques restent cependant faibles à l'intérieur des clusters, bien qu'il y ait de la variabilité génétique.

IV.3.3 CONCLUSION

Nous observons une structuration spatiale de la variabilité génétique d'*Artocarpus altilis* à l'échelle des Antilles Françaises (du moins entre Guadeloupe et Martinique). Nous n'observons pas d'individus identiques détectés avec les marqueurs AFLP, ce qui laisse supposer que malgré un système de multiplication par clonage, un niveau de variabilité génétique intra-population persiste.

Les fruits à pain récoltés en Martinique constituent un groupe (classe n°1) à l'opposé de ceux récoltés en Guadeloupe qui constituent 2 groupes similaires car leur dissimilarité est proche de la troncature. En s'appuyant sur le fait que les campagnes d'introduction d'une seule variété dans les colonies françaises, au 18^{ème} siècle, nous aurions dû observer un seul groupe dans la représentation phylogénétique. Nous pouvons supposer qu'il y a eu d'autres introductions « sauvages » et ultérieures de part la circulation des personnes entre les îles anglophones et francophones.

Pour étudier plus finement la structure génétique de la population il paraît nécessaire d'augmenter les nombres de couple d'amorces AFLP permettant d'explorer une plus grande partie du génome.

De plus, les marqueurs génétiques de types chloroplastiques seraient très utiles pour rechercher les lignées maternelles et comprendre à partir de quels cytotypes ont été colonisées les régions d'origine des individus étudiés.

IV.4 Etude de l'amidon du fruit à pain

Dans cette troisième partie de l'étude nous avons optimisé le procédé d'extraction de l'amidon à partir de la pulpe des lots de fruits à pain précédemment étudiés, afin d'obtenir un rendement maximal en amidon et d'obtenir une qualité maîtrisée du grain d'amidon. L'analyse de ces grains a été effectuée dans les buts d'observer les effets des conditions environnementales (zones, saisons, développement) et des procédés de transformation sur la structure et les propriétés de l'amidon, et d'aborder les relations entre la structure et leurs propriétés d'utilisation potentielle dans l'alimentaire.

Il existe peu d'études sur les propriétés de l'amidon du fruit à pain. Nous nous appuyerons essentiellement sur l'étude de Nwokocha et Williams (2011) qui ont été les seuls à ce jour à analyser les structures cristalline et moléculaire, les propriétés fonctionnelles et la morphologie granulaire de l'amidon du fruit à pain (*Artocarpus altilis* var. non *seminifera*).

IV.4.1 MATERIELS & METHODES

IV.4.1.1 Optimisation de l'extraction de l'amidon du fruit à pain

Le stade de développement du fruit auquel la teneur en amidon est la plus élevée a été retenu pour la mise en œuvre des différentes méthodes d'extraction testées. Le matériel végétal est identique à celui décrit pour l'étude physico-chimique. Les 30 fruits à pain récoltés à maturité commerciale sont pelés, écorés et broyés (1500 rpm – 2 min au Stephan). La pulpe obtenue est divisée en 2 lots :

L1 : pulpe fraîche **L2** : pulpe fraîche congelée

Les lots ont été traités en l'état frais, ou séchés. Le lot 2 a été congelé à $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, ensuite décongelé 24 heures à $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ avant d'être traité. Deux conditions de séchage ont été utilisées dans une enceinte ventilée à air circulant pour obtenir quatre types de farines :

S1 : 24 h à $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ **S2** : 24 h à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$

Le schéma suivant (Figure 55) résume les différentes méthodes utilisées pour préparer les lots utilisés pour l'extraction de l'amidon.

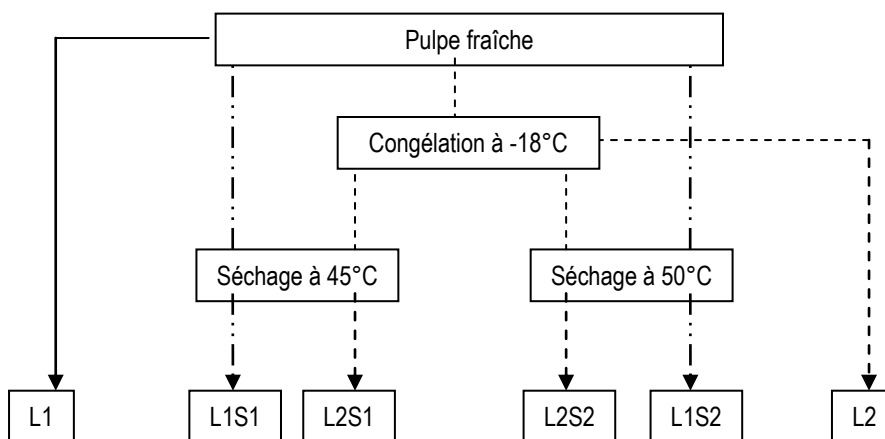


Figure 55 : Schéma d'obtention des matières premières pour l'extraction de l'amidon

IV.4.1.1.1 Méthodes d'extraction

A ces différents lots, 2 méthodes d'extraction ont été appliquées utilisant soit l'eau, soit la soude. Les protocoles utilisés sont les suivants :

- eau

150 g de pulpe de fruit à pain broyée sont mélangés avec 150 g d'eau distillée froide (4 °C). Ce mélange est pressé dans un tissu propre pour recueillir la première suspension d'amidon. Le broyat essoré est remis en suspension dans 150 mL d'eau distillée froide, et pressé de nouveau. La suspension totale d'amidon est centrifugée à 3000 g durant 15 minutes à 4 °C (Figure 56). Le surnageant est jeté, et le culot remis en suspension dans 100 mL d'eau distillée. Ce lavage est effectué à 3 reprises.

- NaOH

150 g de pulpe de fruit à pain sont broyés avec 150 mL de soude 0,1 N. Ce mélange est pressé dans un tissu propre pour recueillir la première suspension d'amidon. Le broyat essoré est remis en suspension dans 150 mL d'eau distillée froide, et pressé de nouveau. La suspension totale d'amidon est centrifugée à 3000 g durant 15 minutes à 4 °C (Figure 56). Le surnageant est jeté, et le culot remis en suspension dans 100 mL d'eau distillée. Ce lavage est effectué jusqu'à ce que le surnageant ait un pH neutre.



Figure 56 : Amidon dans le culot du tube après la 1^{ère} centrifugation

Crédit photo Joselle Nacitas

L'amidon est séché à 45 °C durant 24 heures dans une étuve ventilée. Le rendement d'extraction est calculé selon la formule suivante :

IV.4.1.1.2 Amidon et farines obtenus

Nous nommerons les amidons obtenus selon ces procédés de transformations comme suit :

AF₁ pour le procédé L1S1 (amidon issu d'extraction de pulpe fraîche transformée en farine)

AF₂ pour le procédé L1S2

AF₃ pour le procédé L2S1 (amidon issu d'extraction de pulpe congelée transformée en farine)

AF₄ pour le procédé L2S2

Plusieurs types d'amidon ont été utilisés ainsi que 2 types de farines (FF1 et FF2) provenant des études précédentes selon le rendement d'amidon obtenu lors de l'extraction. Ils sont décrits dans le tableau 32 avec leur origine.

Tableau 32 : Matières premières pour les analyses des grains d'amidon

C : Centre, **NC** : Nord Caraïbe, **S** : Sud, **NA** : Nord Atlantique, **Z** : toutes zones confondues

P10, P14, P18 : phases de croissance à la 10^{ème}, 14^{ème} et 18^{ème} semaine

Impacts à observer	Pulpe	Saison	Amidons	Farines
Procédé	Séchée 45 °C	Sèche	AF1 (issu de L1S1)	FF1 (ou L1S1)
	Congelée séchée 45 °C		AF3 (issu de L2S1)	
	Séchée 50 °C	Humide	AF2 (issu de L1S2)	FF2 (ou L1S2)
Pédo - climatique	Congelée	Sèche	NA	
			NC	
			S	
			C	
		Humide	Z	
Développement	Congelée	Humide ; zone NA	P 10	
			P 14	
			P 18	

IV.4.1.2 Morphologie et observation de la structure granulaire

IV.4.1.2.1 Granulométrie par diffraction laser

La distribution en taille des grains d'amidon peut être déterminée par diffraction laser. La distribution des diamètres des grains d'amidon est obtenue en utilisant la théorie de Fraunhofer, et en considérant que les grains d'amidon sont opaques. Le granulomètre envoie un faisceau monochromatique de longueur d'onde égale à 623,8 nm en direction d'un dilateur. Les particules en suspension dévient la lumière laser. La quantité de lumière déviée indique la taille de la particule : plus celle-ci est grande et plus l'angle de déviation sera grand. Cette lumière est alors concentrée par une lentille de Fourier vers un détecteur formé d'une série de photodiodes. La gamme granulométrique mesurable est de 0,1 à 1000 µm.

Mode opératoire : Chaque échantillon d'amidon est homogénéisé dans de l'eau (5 mg d'amidon / 5 mL, à température ambiante) et placé dans un granulomètre (Saturne DigiSizer TM 5200 Micromeritics ; focal de 200 mm ; taux de circulation 6 à 15 L.min⁻¹ d'un volume de 600 cm³) jusqu'à l'obtention d'une obturation de l'ordre de 5 %. Une fois l'analyse effectuée, le circuit est vidangé. Une distribution de tailles de grains est obtenue par l'enregistrement de la figure de diffraction sur le détecteur. La taille des grains est donnée par le diamètre moyen en µm dans l'expression de nos résultats.

IV.4.1.2.2 Microscopie optique

La taille et la morphologie des grains sont également déterminées par microscopie optique.

Mode opératoire : L'observation des grains s'effectue à l'aide d'un microscope optique LEICA DMLB (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Allemagne), en grossissement X40 en lumière blanche ainsi qu'en lumière polarisée en délayant une pointe de poudre d'amidon dans une goutte d'eau distillée entre lame et lamelle. Les images sont enregistrées par un appareil photo numérique (Canon PowerShot S40, longueur de la focale 21 mm, focale F / 4,9).

IV.4.1.3 Analyses de la structure cristalline

IV.4.1.3.1 Analyse Enthalpique Différentielle (AED)

L'AED (Analyse Enthalpique Différentielle) ou *Differential Scanning Calorimetry (DSC)* permet d'étudier les transitions de phase d'un matériau, en mesurant les variations d'énergie absorbée ou dégagée par ce matériau au cours d'un traitement thermique imposé. Dans le cas de l'amidon il s'agira d'étudier les comportements de l'échantillon tels que la cristallisation ou la fusion.

Le thermogramme est obtenu en mesurant la différence de flux thermique dégagée ou absorbée (un exotherme ou un endotherme) entre une cellule échantillon et une cellule référence contenant de l'eau pure. La fusion ou gélatinisation de l'amidon se traduit par un pic endothermique dont le maximum permet de déterminer la température de fusion (T_f , ou T_{max} : température de gélatinisation, Figure 57). Dans tous les cas l'intégration du pic donne l'enthalpie ΔH liée au changement d'état.

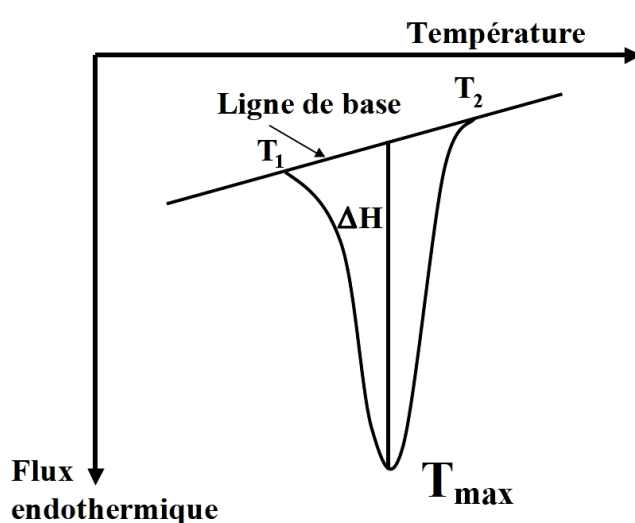


Figure 57 : Thermogramme type d'un endotherme d'amidon

Température initiale de gélatinisation, T_1 , température du pic de gélatinisation, T_{max} , température de fin de gélatinisation, T_2 .

La différence d'énergie thermique fournie par l'appareil pour compenser la différence de température entre l'échantillon et la référence est exprimée à l'aide de l'équation [4]. A partir des thermogrammes, la température de début de gélatinisation (T_1) et la température du pic de gélatinisation (T_{max}) sont déterminés. La surface de l'endotherme (ou de l'exotherme) permet de calculer l'enthalpie de fusion (ou de recristallisation) (ΔH) [5].

Avec :

dDH/dt , la différence d'énergie thermique par unité de temps
 $m C_p$, la capacité calorifique
 dT/dt , la vitesse de chauffage

L'énergie thermique est liée à l'enthalpie de l'échantillon par la relation [5].

dQ , différence d'énergie consommée entre l'échantillon et la référence
 $V dp$, le travail de compression

Pour les amidons, le degré de gélatinisation des amidons traités peut être approché à l'aide de l'équation utilisée par Marshall et *al.*, (1993) [6].

—
 DG , le degré de gélatinisation
 ΔH_t , l'enthalpie de gélatinisation
 ΔH_n , l'enthalpie de gélatinisation de l'amidon natif

Mode opératoire : Une cinétique de chauffage de 20 à 130 °C à 3 °C.min⁻¹ est appliquée à 10 mg d'échantillon d'amidon de fruit pain dans 40 µL d'eau (80% m.s.) dans une capsule étanche en Inox dans un appareil de type TA Q100 (TA instruments). Une autre capsule contenant 50 µL d'eau est utilisée comme référence.

IV.4.1.3.2 Diffraction des rayons X aux grands angles

Cette méthode a été utilisée pour déterminer la structure cristalline de l'amidon de fruit à pain (type cristallin et degré de cristallinité).

L'empilement d'atomes dans les régions cristallines forme des familles de plans parallèles appelés plans réticulaires et caractérisés par la distance réticulaire d entre plans d'une même famille. En conditions de diffraction, des familles de plans cristallins diffusent les rayons X dans des directions privilégiées (c'est le phénomène de diffraction). Lorsqu'un rayonnement de

longueur d'onde λ traverse un échantillon cristallin, il est ainsi diffracté par des familles spécifiques de plans réticulaires selon la loi de Bragg :

Avec :

d , la distance entre deux plans d'une même famille

θ , l'angle incident du faisceau

n , l'indice de diffraction

λ , la longueur d'onde

Les diagrammes de diffraction représentent l'intensité des rayons diffractés en fonction de l'angle de diffraction ainsi que le spectre de diffusion liée à la présence de la phase amorphe et des molécules d'eau non structurantes de l'échantillon. L'intensité des pics est proportionnelle au taux de cristallinité alors que la largeur à mi-hauteur de ces derniers est inversement proportionnelle à la taille des cristaux.

Dans le tube de production des rayons X, des électrons sont produits par un filament chauffé dans une enceinte à vide élevé. Ils sont accélérés par une haute tension et focalisés sur une anticathode métallique refroidie par un courant d'eau. Sous l'impact du faisceau d'électrons incident, des électrons des couches internes de l'anticathode sont arrachés. La transition d'électrons de couches plus périphériques vers les couches plus internes provoquent l'émission de photons X d'énergie correspondant à la différence d'énergie ΔE entre les 2 couches électroniques et de longueur d'onde λ telle que

—

Avec :

h , la constante de Planck

ν , la fréquence du photon

λ , la longueur d'onde

Généralement, le spectre d'émission d'un tube à rayons X présente plusieurs raies caractéristiques de longueurs d'ondes distinctes et correspondantes à plusieurs types de transitions électroniques. Dans le cas d'une anticathode en cuivre, la raie la plus intense est la raie $\text{CuK}\alpha_1$ de longueur d'onde 0,15406 nm. Elle peut être sélectionnée au moyen d'un filtre métallique, d'un monochromateur ou de miroirs. La localisation de l'impact des photons X peut être effectuée par différents détecteurs tels que des détecteurs ponctuels, linéaires, courbes, ou 2D. Une calibration avec des standards cristallins permet ensuite de relier l'intensité mesurée à l'angle de diffraction (2θ).

Mode opératoire : Les mesures sont réalisées sur 10 mg d'échantillon après conditionnement à haute humidité relative (HR = 90 %) en utilisant une solution de sel saturée de chlorure de baryum (BaCl_2 , à 25 °C), jusqu'à équilibre de la masse de l'échantillon humide (5 à 8 jours).

Les diagrammes de diffraction sont enregistrés sur un diffractomètre D8 Discover (Bruker-AXS, Karlsruhe, Allemagne). La radiation ($\text{CuK}\alpha_1 = 0,15406 \text{ nm}$), produite dans un tube en cuivre scellé à 40 kV et 40 mA, est sélectionnée et parallélisée à l'aide de 2 miroirs croisés de type Goebels et collimatée pour produire un faisceau de 500 microns. Les données de diffraction de rayons X sont enregistrées sur un détecteur deux dimensions GADDS placé à 30 cm de l'échantillon entre 3 et 30° (2θ). Les échantillons sont placés entre deux feuilles de ruban adhésif afin de prévenir d'une perte d'humidité. Le temps d'enregistrement est de 10 min.

Calcul de la cristallinité : Le calcul de la cristallinité est réalisé selon la méthode de Wakelin et al. (1959) qui avait été mise au point sur la cellulose. Elle consiste à comparer le diagramme des rayons X de l'échantillon à ceux de deux standards externes. L'amidon extrudé sec est utilisé comme standard amorphe et de l'amylose recristallisée de type B comme standard cristallin. Les diagrammes de diffraction sont normalisés à la même intensité totale intégrée entre 3 et 30° (2θ).

Le taux de cristallinité est égal à la pente de la droite :

Avec :

$I_{\text{éch}}$, les intensités diffractées de l'échantillon

I_{am} , les intensités diffractées du standard amorphe

I_{cris} , les intensités diffractées du standard cristallin

2θ , l'angle de diffraction

Cette méthode ne s'applique que pour des échantillons d'un seul type cristallin. Elle est assez fiable et précise ($\pm 3 \%$) pour les échantillons de taux de cristallinité supérieur à 10 – 15 %.

IV.4.1.4 Détermination des sucres totaux

Le dosage chimique des oses totaux repose sur la méthode à l'orcinol-sulfurique de Tollier et Robin (1979). Cette méthode consiste à hydrolyser, à une température élevée ($T = 98 \text{ °C}$) et en milieu sulfurique concentré, les chaînes d' α -glucanes en glucose. Les monomères de glucose ainsi libérés sont déshydratés en famille de dérivés furfuriques. Les hexoses sont transformés en 5-hydroxyméthylsulfural et les pentoses en furfural. Ces dérivés forment avec l'orcinol un complexe brun-jaune qui absorbe à une longueur d'onde de 420 nm. L'intensité de la coloration suit la loi de Beer-Lambert.

Une chaîne de dosage en flux continu (Autoanalyser 3, Technicon, Bran Luebbe) est utilisée pour le dosage du glucose libéré contre une gamme de glucose de concentrations connues, associé à un bain d'huile thermostaté à 98 °C (Ministat, Huber), un colorimètre (Photometer

6000) et un enregistreur (Servogor 124). La quantité d'amidon totalement solubilisé est déterminée en multipliant la quantité de glucose par le facteur 0,9 pour tenir compte de la conversion du glucose en amidon.

Ce dosage a été utilisé à la suite de plusieurs analyses telles que :

- la Chromatographie d'Exclusion Stérique (HPSEC) avec une gamme de 0, 25, 50, 75 et 100 mg.mL⁻¹ de glucose,
- la Capacité de Liaison à l'Iode (CLI) avec une gamme diluée au KOH comprise entre 0 et 100 mg.mL⁻¹,
- la mesure de solubilité-gonflement avec une gamme comprise entre 0 et 100 mg.mL⁻¹,
- l'hydrolyse alpha-amylasique avec une gamme diluée au KOH comprise entre 0 et 20 mg.mL⁻¹,
- l'hydrolyse acide avec une gamme diluée au KOH comprise entre 0 et 14 mg.mL⁻¹,
- et la Chromatographie d'Echange d'Anions (HPAEC) avec une gamme comprise entre 0 et 100 mg.mL⁻¹.

IV.4.1.5 Analyses de la structure moléculaire

IV.4.1.5.1 Pré - traitement des amidons purs

Cette étape est nécessaire pour une bonne solubilisation de l'amidon dans l'eau avant les mesures de Chromatographie d'exclusion stérique (HPSEC), ou de dosage de l'amylose par la CLI (Capacité de Liaison à l'Iode). Ce traitement détruit complètement la structure granulaire de l'amidon et enlève les lipides présents dans l'amidon.

Mode opératoire : Environ 500 mg d'amidon de fruit à pain ont été solubilisés dans 20 mL de DMSO (95 %) pendant 5 jours. L'échantillon a été précipité dans 200 mL d'éthanol (95 %), puis laissé à sédimenter. Il a été centrifugé à 27000 g durant 10 min à 20 °C (KR25i, Jouan, St-Herblain, France). Le précipité a ensuite été filtré sur un verre fritté de porosité G4 (10 – 16 µm) par rinçage avec 3 * 3 mL de DMSO puis 3 * 3 mL d'éthanol. Le précipité a été lavé trois fois avec 60 mL d'éthanol, puis lavé deux fois avec 100 mL d'acétone. Les amidons ainsi traités sont conservés sous atmosphère sèche en présence de sorbsil®.

IV.4.1.5.2 Teneur en amylose

L'amylose a la capacité dans des conditions bien définies de former des complexes d'inclusion avec des molécules hydrophobes comme l'iode, les lipides ou les alcools. Il est ainsi possible de déterminer la quantité d'amylose présente dans l'amidon à partir de l'absorption de l'iode qui peut être mesurée par ampérométrie ou par spectrophotométrie

a) Capacité de Liaison à l'Iode (CLI)

Cette méthode consiste à déterminer la teneur en amylose d'un amidon par dosage ampérométrique. Il s'agit de la mesure de la résistivité de la solution correspondant à la complexation progressive de l'iode par l'amylose.

L'iode est générée in situ par réaction chimique entre l'iodure (I^-) présent en excès dans le milieu et l'iodate ajouté (Larson et *al.*, 1953) :

L'iode libérée dans le milieu se complexe aux glucanes linéaires présents dans l'amylose.

En parallèle à cette réaction chimique, un courant est généré dans la solution (tension imposée de 250 mV), de façon à créer une faible différence de potentiel entre deux électrodes de platine. Le potentiel ampérométrique est constant à l'ajout d' IO_3^- , car il y a formation d'iode fixé aux glucanes. Quand les ions IO_3^- ne se fixent plus sur l'amylose, les électrodes se dépolarisent, le potentiel augmente et est mesuré par un galvanomètre ($0,2 \mu\text{amp} \cdot \text{mm}^{-1}$).

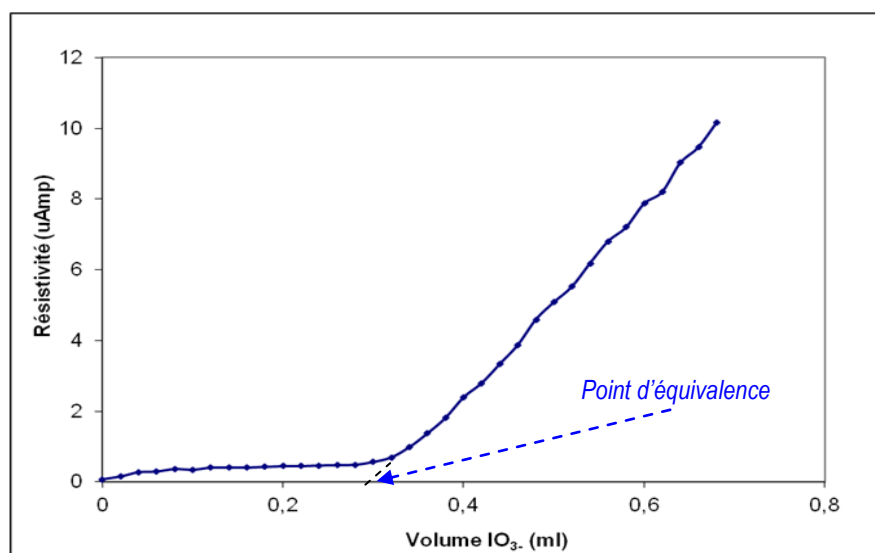


Figure 58 : Résistivité d'une solution d'amylose pure en fonction de l'ajout d'iodate de potassium

L'évolution de la résistivité mesurée en fonction de la quantité d'iodate de potassium ajoutée est tracée (voir l'exemple de la Figure 58). L'extrapolation de la partie linéaire de la courbe à partir du point d'inflexion sur l'axe des abscisses donne le point d'équivalence correspondant au volume titrant.

La capacité de liaison à l'iode (CLI) est alors déterminée par la relation suivante :

Avec : CLI, en mg / 100 mg d'échantillon

V, le volume titrant d' IO_3^- en mL

PE, la prise d'essai en mL

C, la concentration en α – glucanes de la solution en $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$

Le pourcentage d'amylose est obtenu par la relation suivante :

Mode opératoire : 20 mg d'amidon prétraité au DMSO sont dissouts dans 5 mL de KOH 1 N pour l'amidon, et 5 mg dans 5 mL de KOH 1 N pour l'amylose de référence, à 4 °C pendant 3 jours. La solution d'amidon obtenue a été diluée au 1/100^{ème} pour avoir une concentration d'environ 5 mg.mL⁻¹ (KOH 1 N, HCl 0,1 N, eau), et celle du témoin amylose pure au 1/20^{ème} pour une concentration de 1 mg.mL⁻¹. Les mesures ont été effectuées sur 1 mL placé dans une cuve thermostatée. 2 mL d'HCl 1 N, 1 mL de KI 0,4 N et 15 mL d'eau y ont été ajoutés. Le dosage a été effectué avec du iodate de potassium. La mesure du potentiel ampérométrique a été faite avec un galvanomètre Mettler Toledo DL53 à 25 °C.

b) Mesure spectrophotométrique du λ_{max}

Il s'agit d'une autre méthode de mesure de la teneur en amylose par la détermination de la longueur d'onde au maximum d'absorption. L'absorption de l'iode donne une coloration au complexe amylose / iode. La mesure de la longueur d'onde informe alors sur la longueur des chaînes. Plus le λ_{max} est élevée, plus la longueur des chaînes sera importante.

Mode opératoire : Les solutions préparées pour le dosage par CLI ont été les mêmes que pour la mesure du λ_{max} . Le pourcentage d'amylose après filtration (5 μ m) a été mesurée avec le spectrophotomètre JASCO V-530 (Jasco Corporation, Tokyo, Japon) en UV / visible entre 450 et 750 nm.

IV.4.1.5.3 Chromatographie d'exclusion stérique couplée à une détection par diffusion de la lumière multi-angles (HPSEC – MALLS)

a) Chromatographie d'exclusion stérique

La Chromatographie d'Exclusion Stérique (SEC) est une technique de chromatographie en veine liquide permettant de fractionner les polymères en fonction de leur taille par élution au travers d'une colonne remplie d'une phase stationnaire poreuse. Couplée à une détection réfractométrique (RI) et par diffusion de la lumière (MALLS), cette méthode permet d'accéder aux distributions en taille et en masses molaires des polymères considérés, et d'approcher leur structure moléculaire.

b) Détection par diffusion de la lumière

L'analyse de chaque fraction obtenue en sortie de colonne (SEC) au moyen de la diffusion de lumière multi-angles (MALLS) permet de déterminer en chaque point des distributions, la masse

molaire moyenne en poids \bar{M}_p et le rayon de giration en z \bar{R}_{Gz} en utilisant la relation de la diffusion de lumière simplifiée du terme de concentration :

Avec :

- c, la concentration en polymère
- K, la constante optique
- λ , la longueur d'onde du faisceau laser
- θ , l'angle d'observation
- $\Delta R\theta$, le rapport de Rayleigh

Avec R_{Gi} , le rayon de giration de la fraction i

M_i , la masse molaire de la fraction i

L'extrapolation à angle nul et la pente de la droite d'ajustement de la droite d'équation $(Kc/\Delta R\theta)_i = f(\sin^2(\theta/2))$ permettent alors de déterminer respectivement la masse molaire M_i et le rayon de giration R_{Gi} de la fraction i considérée. A chaque volume correspond alors un rayon de giration R_{Gi} , une concentration C_i (déterminée par réfractométrie) et une masse molaire M_i . Il est alors possible de tracer $\log(M_i) = f(V_{\text{élution}})$. On en déduit pour chaque échantillon la valeur au sommet du pic R_i (c'est-à-dire la valeur de la masse molaire de la fraction majoritaire), la masse molaire moyenne en nombre \bar{M}_n et en poids \bar{M}_p .

Les masses molaires en nombre \bar{M}_n , en poids \bar{M}_p , l'indice de polydispersité \bar{M}_p / \bar{M}_n et le rayon de giration moyen en z, R_{Gz} sont déterminés en utilisant les moyennes calculées sur chaque pic :

$$\begin{aligned} & \text{-----} \\ & \text{-----} \\ & \text{-----} \end{aligned}$$

Pour une distribution donnée, la valeur de \bar{M}_n sera influencée par les molécules les plus abondantes alors que la valeur de \bar{M}_p sera influencée par la présence de molécules de fortes masses.

c) Traitement des données

Les valeurs obtenues permettent alors de calculer la densité apparente des molécules (d_{Gapp}) et le coefficient hydrodynamique (v_G) qui donnent des informations sur la conformation en solution et sur la structure moléculaire.

Mode opératoire: Environ 10 mg d'amidon pré-traité au DMSO sont pesés et mis en suspensions dans 20 mL d'eau millipore filtrée (filtre Anotop 0,1 μm , Whatman) dans une cuve en téflon. Cette suspension est mise à barboter 20 min dans de l'azote pour la dégazer, puis placée dans un four à micro-ondes (900 W) et chauffée 40 sec. Elle est ensuite refroidie dans un bain de glace durant 30 minutes.

La solution est alors filtrée sur une membrane Durapore® de 5 μm (Millipore, Bedford, USA) et diluée au $\frac{1}{2}$ (échantillon à 250 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$) pour être injectée dans le dispositif constitué d'un échantillonneur automatique Waters 717, d'une pompe HPLC P680, d'une colonne Shodex KW 802.5 contenant de la silice greffée munie d'une colonne de garde. Cette colonne est placée dans un four (Crococil-Cluzeau, Bordeaux, France) réglé sur une température de 30 °C. Les détecteurs placés en sortie de colonne sont : le Dawn® Heleos doté d'un laser Hélium-Néon émettant à 632,8 nm et d'une cellule K5 (Wyatt Technology Corporation, Santa Barbara, Ca, USA) et le détecteur réfractométrique (ERC-7515A, ERC Inc., Japon). La tête de lecture du Dawn® Heleos est munie de 18 photodiodes qui vont analyser la lumière diffusée. La phase mobile constituée d'azide de sodium à 0,02 % dans de l'eau, est dégazée et filtrée sur 0,1 μ (Millipore, Bedford, USA). Le débit d'élution utilisé est de 0,3 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$. Le traitement des données de diffusion de lumière est effectué grâce au logiciel Astra® (version 5.3.4.14).

Le rendement de solubilisation est calculé par comparaison de la concentration de la suspension de départ et de la concentration avant filtration. Le rendement d'élution est déterminé par comparaison entre la concentration après filtration et la concentration donnée par le réfractomètre en ligne.

IV.4.1.6 Analyses des propriétés fonctionnelles

IV.4.1.6.1 Consistance

Elle est mesurée à l'aide du bras rotatif du RVA (Rapid Visco analyser) en chauffant l'échantillon d'amidon dans une chambre. La vitesse du bras, la durée (minutes) et les variations de températures imposées (°C) sont programmables. Le calibrage de l'appareil se fait à l'aide d'une huile de référence avant toute analyse.

Cette méthode permet d'identifier certaines propriétés des amidons à différentes phases de chauffage / refroidissement, comme présenté à la figure 59, telles que la température d'empesage et la viscosité quand une augmentation de température est appliquée, la résistance au cisaillement quand la température maximale est maintenue, et la viscosité finale quand la température diminue.

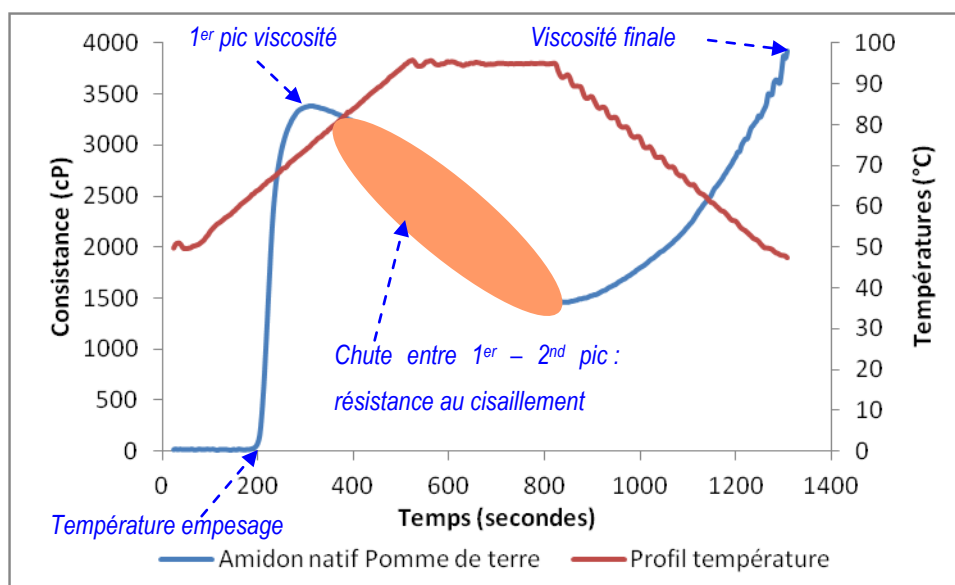


Figure 59 : Amylogramme d'un amidon de pomme de terre

Mode opératoire : 2 g \pm 0,01 g d'amidon de fruit à pain présentant une taille des particules inférieure à 400 μ m sont pesés, et 25 mL d'eau ajoutés dans un canister. L'échantillon est ensuite placé dans un appareil de type RVA 4 Newport scientifique. La résistance à la rotation est mesurée à 160 rpm au cours du cycle de chauffage / refroidissement suivant : chauffage de 25 à 95 °C pendant 5 min, pallier à 95 °C pendant 5 min et refroidissement à 25°C durant 5 min.

IV.4.1.6.2 Solubilité – Gonflement

La solubilité correspond au pourcentage de matière sèche solubilisée à partir d'une suspension de produit broyé (ou poudre). Une suspension d'amidon à 1 % (MS) est agitée pendant 30 min dans un bain-marie à 30 °C. Après tarage des tubes à centrifuger, la suspension est centrifugée 10 min à 3000 g à 10 °C (KR25i, Jouan, St-Herblain, France). Le surnageant est pesé, le culot avec le tube également.

La solubilité s'exprime selon les relations suivantes :

- A partir du volume total de surnageant (mL) et de la concentration du surnageant (en μ g équivalent glucose / mL)

Les quantités en glucose, libérées, ont été déterminées par dosage à l'orcinol sulfurique.

- A partir de la masse du culot (mg) et de la matière sèche du culot :

Le taux de gonflement correspond au taux d'hydratation du culot de centrifugation. Il est déterminé par différence de masse.

Le gonflement s'exprime selon la relation suivante en g d'eau / amidon insoluble :

IV.4.1.6.3 Susceptibilité à l'hydrolyse

a) Hydrolyse par l' α -amylase

Les enzymes amylolytiques sont des hydrolases qui catalysent spécifiquement la rupture des liaisons glycosidiques α (1 \rightarrow 4) et/ou α (1 \rightarrow 6) de l'amidon. Ces enzymes sont classées selon les liaisons glycosidiques hydrolysées, leur mode d'attaque interne ou externe et la configuration du polymère libéré après l'attaque. Ce sont les α -amylases, les isoamylases, les pullulanases, les α -glucosidases, les β -amylases, et les amyloglucosidases.

L'enzyme utilisée est l' α -amylase du pancréas de porc (PPA, pancreatic porcine α -amylase). Elle a été très étudiée et est bien connue pour ses similarités avec celle du système digestif humain. Son activité est optimale à 37 °C, pH7. Cette α -amylase catalyse spécifiquement et de manière aléatoire la rupture des liaisons α (1 \rightarrow 4), et peut être susceptible d'hydrolyser les liaisons α (1 \rightarrow 6).

Mode opératoire : 14,39 mg de PPA sont pesés pour préparer la solution d'enzyme à 1 mg.mL⁻¹. Le volume de solution de PPA nécessaire pour hydrolyser 20 mg d'amidon sec a été calculé selon la relation suivante (sachant qu'il faut au moins 5 μ g d'enzyme pour hydrolyser 1 mg d'amidon sec) :

Avec :

m, la masse enzyme (100 μ g)

C, la concentration d'enzyme

Le volume à prélever calculé (0,448 μ L de solution de PPA) a été ajouté dans 19,55 mL de tampon (phosphate 0,01 M azide de sodium pH7). La réaction a été déclenchée en présence de 20 mg environ d'amidon de fruit à pain (entre 10 et 14 % d'humidité). La solution a été placée dans un bain-marie à 37 °C. 2 mL ont été prélevés à 1, 2, 4, 8, 24 et 48 heures. La réaction enzymatique a été arrêtée avec 80 μ L KOH. Les solutions ont été centrifugées 10 min à 2320 g à 4 °C (MR1812, Jouan, St-Herblain, France).

Le pourcentage d'hydrolyse est calculé selon les relations suivantes :

- Le substrat amylicé (tout polymère de glucose : amylose, amylopectine, glycogène...)

- L'amidon (amidon total)

Avec :

C dosée, la concentration en glucose ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)

0,9, le facteur de conversion du glucose en polymère

V, le volume réactionnel au départ (mL)

100, le résultat en pourcentage

1000, le facteur de conversion μg en mg

m, la masse de substrat pesée (mg)

% MS, le pourcentage de matière sèche du produit

C, la concentration en amidon total pour 100 mg de matière

b) Hydrolyse acide

L'hydrolyse acide, ou l'innérisation quand elle est effectuée avec de l'acide chlorhydrique, permet également d'observer les ruptures des liaisons glycosidiques. L'hydrolyse acide attaque préférentiellement les zones amorphes. Elle permet par exemple de mesurer la longueur des chaînes impliquées dans les domaines cristallins par chromatographie ionique des résidus obtenus.

Mode opératoire : Dans 90 mL d'HCl 2,2 N sont ajoutés 2 g d'amidon de fruit à pain. La suspension est placée dans un four à 37 °C et agitée manuellement tous les jours pendant quelques minutes. 2 mL sont recueillis après 2, 6, 10, 20 et 35 jours puis centrifugés 10 min à 2320 g à 10 °C (MR1812, Jouan, St-Herblain, France). Les résidus sont récupérés à l'aide de spatule et mis à sécher sous une hôte à flux d'air tournant. Ils sont conservés sous atmosphère sèche en présence de sorbsil®.

c) Chromatographie d'échange d'anions avec détection par ampérométrie pulsée (HPAEC – PAD)

Cette méthode permet d'identifier les longueurs des chaînes linéaires après déramification de la molécule. La chromatographie d'échange d'anions (HPAEC) est une méthode basée sur la séparation de molécules selon leur degré d'ionisation. A un pH basique, les glucides se comportent comme des acides faibles. Les hydroxyles se dissocient en donnant des oxy – anions. Les glucides sont retenus sur une colonne constituée de billes sur lesquelles sont greffées des particules porteuses de groupements ammonium quaternaire. Le passage d'un

contre ion (ion acétate) induit la désorption des glucides fixés sur cette colonne. Le type de détection utilisé est la détection par ampérométrie pulsée (PAD). Un potentiel, permettant l'oxydation des glucides, est appliqué entre une électrode de travail en or et une électrode de référence. Le courant d'oxydation produit est directement proportionnel à la concentration en glucides. Ceux-ci se déposent sur l'électrode de travail qui perd rapidement son efficacité. L'électrode est donc soumise à 3 potentiels successifs (ampéro pulsés) selon un cycle répété environ 2 fois par seconde. La colonne est étalonnée avec des standards d'oligosaccharides de DP 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7. Cela permet de déterminer les temps de rétention de ces molécules et d'attribuer, par incrémentation, les degrés de polymérisation des pics suivants. Aucun standard n'étant disponible au-delà de DP 7, les surfaces des pics des molécules de DP supérieur ne sont pas exactement proportionnelles à la masse injectée de ces molécules. Les pourcentages d'aire de chaque pic doivent donc être considérés comme des valeurs relatives, permettant de comparer les échantillons entre eux.

Mode opératoire : 10 à 12 mg de résidu de l'hydrolyse acide sont dissouts dans 300 μL de KOH 1 M. Cette solution est ensuite diluée 10 fois (4 mg.mL^{-1} , KOH 0,1 N), puis neutralisée avec HCl 0,1 N (2 mg.mL^{-1}). Les échantillons sont dilués au $1/20^{\text{ème}}$ ($0,1 \text{ mg.mL}^{-1}$) puis injectés dans un appareil de type Dionex DX500 muni d'une colonne CarboPac100, d'une précolonne, d'un échantillonneur automatique AS50, d'une pompe à gradient GP40, et d'un détecteur électrochimique ED40. Le gradient est mélangé avec l'éluant A (NaOH 150 mM) et l'éluant B (NAOAc 1 M), à un flux de 1 mL.min^{-1} . Le dosage est réalisé selon la méthode suivante :

- 0 – 6 min 100 % d'éluant A,
- 6 – 56 min 92 % d'éluant A, et 8 % d'éluant B,
- 56 – 256 min 82 % d'éluant A, et 18 % d'éluant B,
- 256 – 260 min 62 % d'éluant A, et 38 % d'éluant B,
- 260 – 270 min 30 % d'éluant A, et 70 % d'éluant B,
- 270 – 300 min 100 % d'éluant A.

Les concentrations injectées ont été déterminées par dosage à l'orcinol sulfurique.

IV.4.2 RESULTATS ET DISCUSSIONS

La méthode d'extraction doit permettre d'obtenir d'une part des grains d'amidon les moins endommagés possible pour la suite des analyses de leur structure et de leurs propriétés, et d'autre part un rendement important. Nous avons ainsi mesuré les rendements en amidon obtenus par les différentes techniques en prenant comme témoin la pulpe fraîche afin d'observer l'effet éventuel de la congélation ou du séchage (45 et 50 °C).

IV.4.2.1 Comparaison des méthodes d'extraction

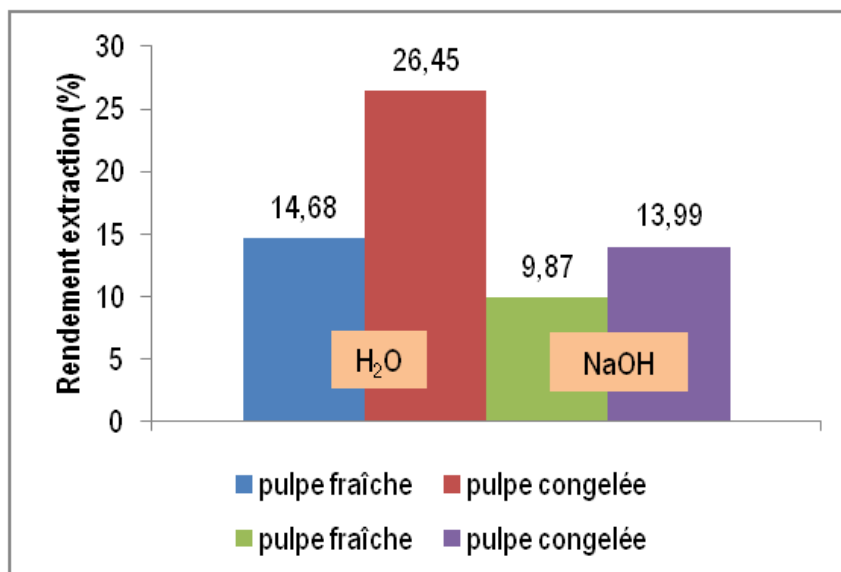


Figure 60 : Rendement d'extraction (%) selon le solvant

La figure 60 présente les différents rendements obtenus selon les 2 méthodes d'extraction sur 2 pulpes traitées de façon différente. Le rendement maximal obtenu est de 26,45 % d'amidon extrait à l'eau à partir d'une pulpe de fruit à pain congelée, le minimal est de 9,87 % et obtenu par extraction à la soude à partir d'une pulpe de fruit à pain fraîche. Nous constatons également que l'extraction à la soude donne un rendement inférieur à celle faite avec de l'eau sur les pulpes fraîche et congelée. Nous attendions le résultat inverse, sachant que la soude fragilise les parois cellulaires pour une libération plus grande de l'amidon. Les extractions sur pulpes congelées donnent des rendements en amidon supérieurs à ceux obtenus sur les pulpes fraîches quel que soit le solvant utilisé. Nous pouvons envisager que les cristaux de glace formés lors de la congélation aient pu endommager les parois cellulaires ce qui ne se passerait pas avec la soude. Nous avons donc conservé l'extraction à l'eau pour son meilleur rendement sur la matrice fruit à pain.

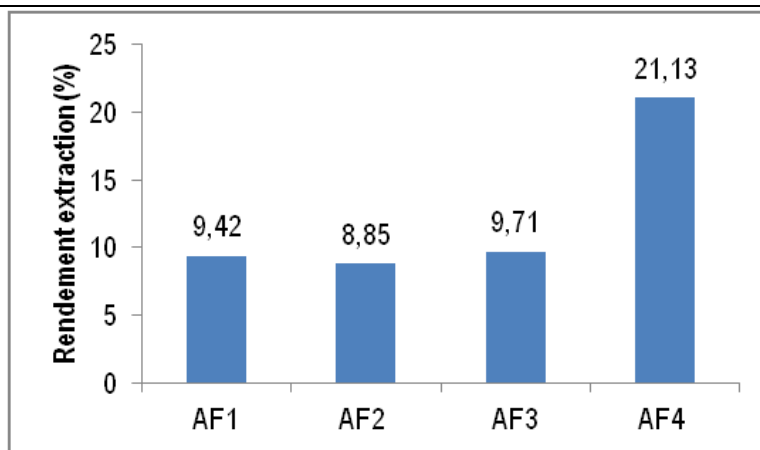


Figure 61 : Rendement d'extraction (%) selon le procédé de traitement pour stabiliser l'extrait
 Amidon **AF1** : issu de pulpe fraîche séchée à 45 °C, Amidon **AF2** : issu de pulpe fraîche séchée à 50 °C
 Amidon **AF3** : issu de pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C, Amidon **AF4** : issu de pulpe fraîche congelée séchée à 50 °C

La figure 61 présente l'effet de la congélation et de la température de séchage de la pulpe sur le rendement d'extraction de l'amidon. Le meilleur rendement (21,13 % en poids sec) est obtenu pour les conditions AF4 (congélation et séchage à 50 °C) tandis que le moins bon l'est pour les conditions AF2 (8,85 % en poids sec) non congelé et séché à 50 °C. Ces données sont difficilement interprétables. Le rendement plus élevé en amidon pour l'échantillon AF4 peut être dû à une manipulation différente du fait d'une meilleure acquisition de la technique d'extraction au fil des passages des échantillons. En effet, la différence de température de séchage et la congélation préalable d'AF3 n'influent pas sur le rendement obtenu. Nous pouvons alors extraire l'amidon de la matière première par ces diverses méthodes, sachant que la congélation est une étape supplémentaire qui a l'avantage de permettre de différer l'extraction.

IV.4.2.2 Production d'amidon selon les zones de prélèvement des fruits à pain

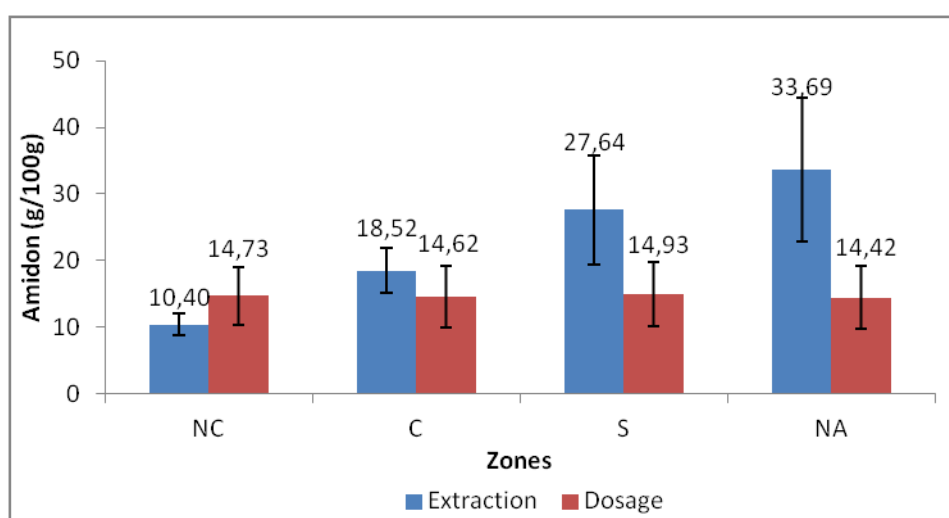


Figure 62 : Production d'amidon selon les zones de prélèvement

La figure 62 montre la quantité d'amidon déterminée dans les fruits à pain selon les zones de prélèvement par extraction ou dosage sur les mêmes échantillons. L'extraction a consisté à enlever l'amidon de la pulpe et à le peser, tandis que le dosage de l'amidon repose sur la mesure du gluconate-6-phosphate en présence de NADPH, H⁺ par spectrophotométrie avec l'absorbance à 340 nm après une succession de réactions enzymatiques (voir pages 53 – 54). Seuls les résultats pour la zone du Centre sont similaires pour les 2 méthodes utilisées. La teneur en amidon déterminée par extraction semble bien trop élevée pour les zones du Sud et du Nord Atlantique par rapport aux résultats obtenus par dosage, ce qui pourrait être dû probablement à la présence excédentaire de fibres extraites. Le faible taux en amidon mesuré par extraction (10,40 g d'amidon / 100 g poids sec de pulpe de fruit à pain) pour la zone du Nord Caraïbe peut venir d'un échantillonnage comportant des fruits à pain trop mûrs.

IV.4.2.3 Contenu en amidon selon les phases de croissance

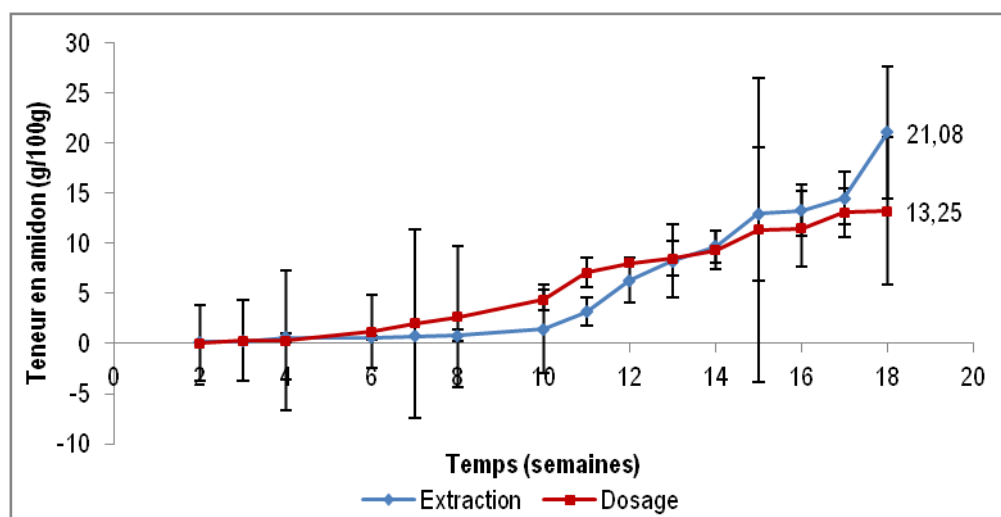


Figure 63 : Production d'amidon au cours du développement

La figure 63, représente l'évolution de la teneur en amidon en fonction du nombre de semaines de développement du fruit à pain. Nous constatons que le taux d'amidon évalué par la méthode d'extraction reste quasi nul les 8 premières semaines, et commence à augmenter à la 10^{ème} semaine pour atteindre 21,08 % la 18^{ème} semaine.

L'allure de cette courbe est différente de celle obtenue à partir de la méthode du dosage qui présente une augmentation progressive du taux d'amidon à partir de la 11^{ème} semaine jusqu'à un taux final de 13,25 % à la 18^{ème} semaine mais ressemble à l'allure de celle obtenue par Worrell *et al.* (1998) (Figure 7C). Ces différences de résultats entre l'étude de Worrell *et al.*, et la nôtre peuvent être liées à des différences génétiques, ou pédoclimatiques. Nous notons également à la 18^{ème} semaine un écart de 7,83 % entre les deux méthodes qui pourrait être dû à l'extraction d'autres composants que l'amidon pouvant être une source importante de différence.

IV.4.2.4 Morphologie et structure granulaire

IV.4.2.4.1 Granulométrie

Les dimensions des grains d'amidon dans les différents échantillons étudiés sont reportées dans le tableau 33.

Tableau 33 : Diamètres moyens des grains d'amidon obtenus par granulométrie laser

C : Centre, **NC** : Nord Caraïbe, **S** : Sud, **NA** : Nord Atlantique, **Z** : toutes zones confondues

P10, P14, P18 : phases de croissance à la 10^{ème}, 14^{ème} et 18^{ème} semaine

Paramètres	Pulpe	Saison	Echantillons	Diamètre moyen (µm)
Pédoclimatique	Congelée	Sèche	NA	10,2 ± 1,3
			NC	9,7 ± 1,2
			S	11,5 ± 1,2
			C	10,8 ± 1,2
		Humide	Z	10,8 ± 1,4
Développement	Congelée	Humide ; zone NA	P10	7,6 ± 1,6
			P14	9,5 ± 1,5
			P18	11,0 ± 1,6
Procédé	Séchée 45 °C	Sèche	AF1	9,2 ± 1,7
	Séchée 50 °C	Humide	AF2	9,9 ± 1,4
	Congelée séchée 45 °C	Sèche	AF3	7,6 ± 1,8
Farines	Séchée 45 °C	Sèche	FF1	9,3 ± 1,8
	Séchée 50 °C	Humide	FF2	7,2 ± 2,0

Les dimensions observées sont comprises entre 7,2 et 11,5 µm. Les amidons des différentes zones de prélèvement ont des tailles de grain similaires. Le diamètre des grains d'amidon matures est compris entre 7,6 et 11,5 µm, ce diamètre semblant évoluer avec la croissance du fruit : de 7,6 (à 10 semaines) à 11,0 µm pour 18 semaines. Ce phénomène a été également observé pour l'amidon des bananes plantains dans l'étude de Gnakri et Kamenan (1990).

Ces résultats se rapprochent des dimensions des plus petits grains reportés par Loos *et al.* (1981) de 10 à 20 µm, et des plus grands reportés par Rinçon et Padilla (2004) de 3,03 à 7,88 µm (Tableau 7). Les valeurs trouvées se situent entre celles du riz (3 à 8 µm) et celles de la pomme de terre (15 à 75 µm) reportées par Pérez et Bertoft (2010).

IV.4.2.4.2 Microscopie optique

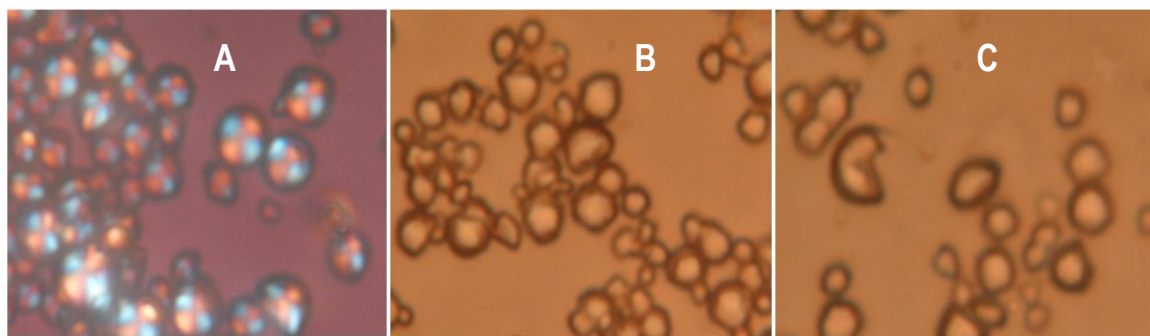


Figure 64 : Observation de grains d'amidon de fruit à pain (sans coloration, X 40)

(A) Echantillon C (lumière polarisée) – (B) P10 – (C) AF3 (lumière blanche).

C : amidon extrait de fruits prélevés dans la zone Centre, **P10** : amidon extrait après 10 semaines de croissance du fruit, **AF3** : amidon issu de pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C

La figure 64 montre 3 exemples d'images d'amidons de fruit à pain observés par microscopie optique. Ces grains sont plutôt sphériques mais majoritairement aux bords irréguliers comme l'ont observé les auteurs des études précédentes (Loos *et al.* (1981), Rinçon et Padilla (2004), et Nwokocha et Williams (2011)). La figure 64A représente l'allure caractéristique des grains d'amidon de fruit à pain observés en lumière polarisée avec la « croix de Malte » spécifique des amidons natifs non endommagés. La figure 64B montre des grains d'amidon d'un fruit à pain encore en développement. L'amidon P10 qui correspond à 10 semaines de croissance du fruit, a une forte population de petits grains par comparaison à P14 et P18 plus avancé dans le développement. Enfin, la figure 64C montre un exemple de grains d'amidon (échantillon AF3) issus de pulpe ayant subi 2 types de procédés, la congélation puis le séchage et conduisant à la présence de grains endommagés évalués à environ 20 %. Des agrégats et des endommagements sont observés pour la majorité des amidons ayant subi également ce type de transformation (AF1, AF2 et AF3) ainsi que pour les farines. Ces dégradations sont probablement dues à la mouture, ou au séchage lors des procédés de transformations.

IV.4.2.5 Structure cristalline

IV.4.2.5.1 Analyse Enthalpique Différentielle (AED)

La figure 65 montre les thermogrammes obtenus pour les amidons NA, P10, AF3 et S. Les températures et les enthalpies de fusion de tous les amidons étudiés sont présentées dans le tableau 34.

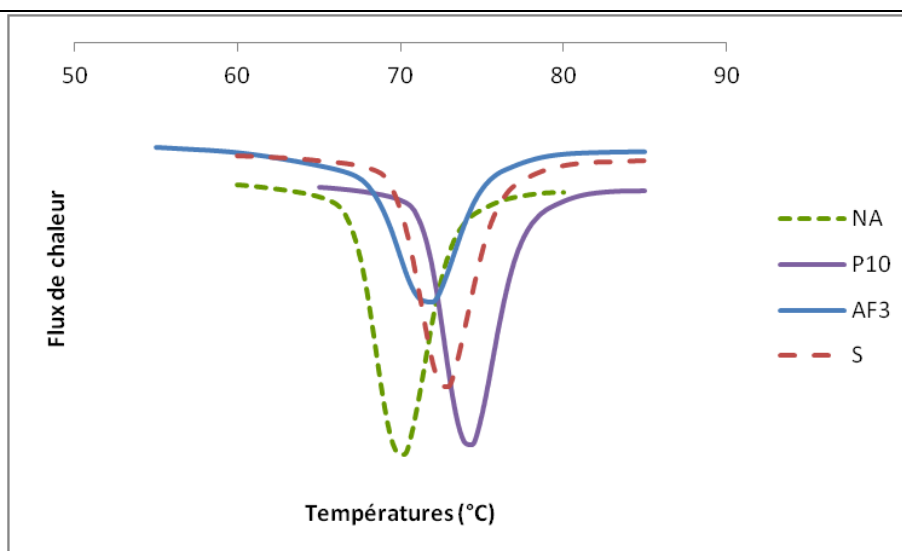


Figure 65 : Thermogrammes AED des amidons NA, P10, AF3 et S

Les thermogrammes ne présentent qu'un endotherme. Les températures de gélatinisation sont comprises entre 70,2 °C pour NA et 74,3 °C pour P10, et les enthalpies de gélatinisation entre 16,4 pour AF3 et 22,2 pour S (Figure 65 ; Tableau 34). Ces températures sont plus élevées pour les amidons P10, P14, P18 et Z et plus basses pour NA, NC, AF1, AF3 (Tableau 34).

Tableau 34 : Caractéristiques mesurées en AED des amidons

Echantillons	Température gélatinisation (°C)	Enthalpie gélatinisation (J.g ⁻¹)	Température début de pic (°C)	Température fin de pic (°C)	ΔT (°C)
P10	74,3 ± 0,02	20,7 ± 0,13	55,3	89,1	33,8
P14	73,9 ± 0,05	20,6 ± 0,12	57,5	87,9	30,5
P18	73,9 ± 0,09	21,7 ± 0,19	51,1	89,1	38,0
S	72,8 ± 0,12	22,2 ± 0,03	54,6	86,1	31,5
C	72,6 ± 0,04	21,7 ± 0,01	56,7	85,7	29,1
NA	70,2 ± 0,03	20,8 ± 0,23	49,9	83,9	34,0
NC	71,1 ± 0,07	21,2 ± 0,09	53,5	85,3	31,8
Z	73,6 ± 0,02	20,0 ± 0,05	58,0	86,6	28,6
AF1	71,6 ± 0,19	16,7 ± 0,14	47,8	85,9	38,2
AF2	73,1 ± 0,06	19,7 ± 0,08	57,1	86,9	29,8
AF3	71,9 ± 0,22	16,4 ± 0,21	50,8	86,3	35,5
FF1	73,6 ± 0,15	20,8 ± 0,18	50,9	93,2	42,3
FF2	74,2 ± 0,11	13,7 ± 0,07	55,9	85,8	29,8

Par rapport à l'impact pédoclimatique, l'enthalpie de gélatinisation est légèrement supérieure pour S et C, qui présentent également des températures de gélatinisation supérieures, que pour NA et NC. AF1 et AF3 ont à la fois une température et une enthalpie inférieures à AF2 tandis que les échantillons correspondant à différentes étapes physiologiques (P10 à P18) sont très proches même si P18 a une enthalpie de gélatinisation supérieure. Enfin les échantillons Z, C

et AF2 ont le plus petit domaine de température de gélatinisation ce qui dénote une plus grande homogénéité de structure.

Nwokocha et Williams (2011) ont montré que la température de début de pic était de 66,4 °C, celle de gélatinisation de 69,3 °C, et l'enthalpie de gélatinisation de 19,3 J.g⁻¹. Ces résultats sont différents de ceux que nous avons obtenus en termes de température de gélatinisation. Par contre, l'enthalpie est du même ordre de grandeur dans les 2 études, mais est plutôt plus élevée que celles des amidons classiques. Les valeurs d'enthalpie de gélatinisation se rapprochent plutôt de celles rapportées par Genkina et *al.* (2007) pour l'orge, qui sont de l'ordre de 28 J.g⁻¹. Ces valeurs ne sont pas représentatives des amidons normaux qui sont plutôt entre 12 et 20 J.g⁻¹.

La différence, ΔT , entre les températures de début et de fin de pic de gélatinisation, est liée à la distribution de taille des cristaux et augmente avec le taux d'endommagement des grains. Elle varie de 28,6 à 38,2 °C pour les amidons Z et AF1 respectivement. Les valeurs obtenues sont assez hétérogènes entre les types de traitement effectués sur les amidons, probablement en liaison avec l'étape de congélation effectuée sur tous les échantillons. Les amidons AF1, AF3 et FF1 présentent des valeurs élevées, confirmant l'endommagement des grains à cause de la congélation, du séchage et de la mouture.

IV.4.2.5.2 Diffraction des rayons X

Une série de diagrammes de diffraction caractéristiques est présentée sur la figure 66 et les valeurs de cristallinités de tous les échantillons étudiés rassemblées dans le tableau 35.

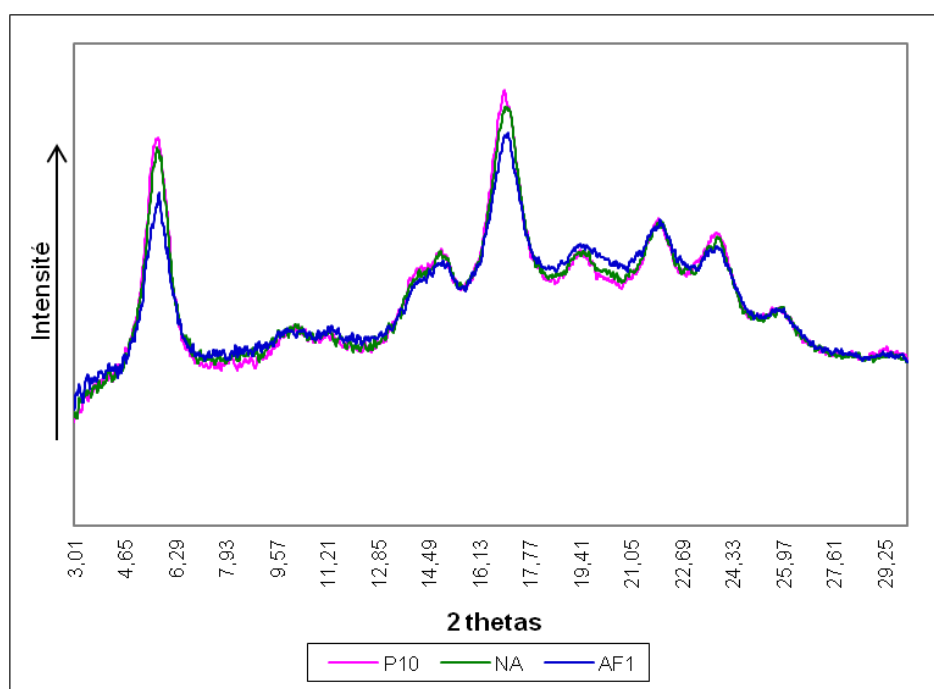


Figure 66 : Diagrammes de diffraction des échantillons d'amidon

P10 : phase de croissance à la 10^{ème} semaine, **NA** : Nord Atlantique, **AF1** : amidon pulpe fraîche séchée à 45 °C

D'une façon générale les amidons étudiés ont une structure cristalline de type B avec des pics de diffraction caractéristiques à $2\theta \approx 5,6 ; 15 ; 17 ; 22$ et 24° (Figures 17 et 24). La majorité d'entre eux ont une cristallinité élevée supérieure à 40 % après stockage à haute humidité relative. Les plus cristallins sont les échantillons Z et C avec des cristallinités de l'ordre de 50 – 52 % largement supérieures à celle des amidons natifs usuels tandis que les échantillons AF3 et AF1 (environ 32 % de cristallinité) semblent endommagés par rapport aux autres amidons étudiés.

Au niveau des zones pédoclimatiques, S et NA ont des cristallinités inférieures à celle des zones C et NC. Au niveau de la physiologie du fruit à pain liée à la biosynthèse de l'amidon cristallinité semble augmenter avec le cycle de développement du fruit à pain de 37 % (P10) à 45 % (P18).

Enfin, au niveau du mode d'extraction / préparation de l'amidon, l'amidon extrait tout comme l'amidon dans la farine a une cristallinité supérieure dans les échantillons FF2 et AF2 comparativement aux échantillons AF3, AF1 et FF1.

A teneur en eau égale, l'échantillon AF1 présente une cristallinité inférieure à celles des amidons P10 et NA. Cette observation permet de dire que le séchage et la congélation ont eu un effet bien plus délétère sur la cristallinité que l'action de la saison ou de la croissance du fruit à pain.

Les échantillons présentant les plus faibles cristallinités sont ceux qui ont les domaines de température de gélatinisation les plus larges (Tableau 34) où ΔT_{P10} est de $33,8^\circ\text{C}$, ΔT_{NA} est de $34,0^\circ\text{C}$ et ΔT_{AF1} est de $38,2^\circ\text{C}$.

Tableau 35 : Degrés de cristallinité des amidons et farines déterminés par diffraction des rayons X

Amidons	Zones				Saison	Développement			Procédé		
	NA	NC	S	C	Z	P10	P14	P18	AF1	AF2	AF3
Cristallinités ($\pm 2\%$)	39	46	42	50	52	37	42	45	32	40	32
Teneur en eau ($\pm 0,1$)	10,1	14,5	26,5	19,2	13,1	10,9	12,2	14,4	10,9	12,4	11,0

Farines	FF1	FF2
Cristallinités ($\pm 2\%$)	25	34
Teneur en eau ($\pm 0,1$)	10,8	9,3

IV.4.2.6 Structure moléculaire

L'analyse de la structure moléculaire a été effectuée pour tenter de relier la structure de l'amylose et de l'amylopectine aux paramètres pédoclimatiques liés à la croissance du fruit à pain et à la méthode d'extraction de l'amidon.

IV.4.2.6.1 Teneurs en amylose

Le tableau 36 reporte les différentes teneurs en amylose déterminées par CLI (Capacité de Liaison à l'Iode) ainsi que par λ_{\max} (longueur d'onde au maximum d'absorption) des amidons étudiés.

Tableau 36 : Teneurs en amylose déterminées par CLI et λ_{\max}

S : Sud, **NA** : Nord Atlantique, **Z** : toutes zones confondues, **P10**, **P14**, **P18** : phases de croissance à la 10^{ème}, 14^{ème} et 18^{ème} semaine, **AF2** : amidon issu pulpe fraîche séchée à 50 °C, **AF3** : amidon issu pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C

Echantillons	Amylose (%)	λ_{\max} (nm)
P10	27	560
P14	19	559
P18	27	558
NA	20	563
S	12	563
Z	17	559
AF2	28	562
AF3	24	567

Le tableau 36 montre que les pourcentages d'amylose varient entre 12 et 28 % pour les amidons S et AF2 respectivement. Il montre également une variation du λ_{\max} entre 558 et 567 nm pour l'amidon P18 et AF3. Les valeurs de λ_{\max} de l'amylopectine et de l'amylose sont respectivement de 534 nm et de 634 nm, car l'absorbance est proportionnelle à la longueur des chaînes linéaires. Ces valeurs sont faibles par comparaison à celles des amidons tropicaux : manioc 595 nm, patate douce 601 nm, taro 612 nm (Tetchi et *al.*, 2007).

Les échantillons AF3, NA et S ont les λ_{\max} les plus élevés, ce qui peut traduire la présence de chaînes linéaires plus longues.

Au regard de l'impact de la croissance du fruit à pain sur la structure de l'amidon, les amidons P10 et P18 ont des pourcentages d'amylose et des λ_{\max} identiques, ce qui démontre que la quantité d'amylose ne varie pas avec l'avancement de la croissance du fruit.

Les amidons P10, P18 et AF2 ont un pourcentage d'amylose identique bien que le λ_{\max} de l'amidon P18 soit légèrement inférieur. Ces résultats pourraient indiquer que l'amidon P18 présente des chaînes moins longues en moyenne. Le procédé de séchage n'a donc que peu d'influence sur ces valeurs.

L'effet « saison » peut être approché en comparant deux à deux AF2 et AF3, NA et P18, NA et AF2. Premièrement, le λ_{\max} de l'échantillon AF2 est légèrement inférieur à celui de l'échantillon AF3. Deuxièmement, nous observons également que le pourcentage d'amylose de l'échantillon NA est inférieur à celui P18, mais le λ_{\max} de l'échantillon NA est supérieur à celui de l'échantillon P18. Ces résultats permettent de dire que les amidons produits en saison humide comporteraient des chaînes linéaires plus longues. Enfin, le λ_{\max} de l'amidon NA est identique à celui de l'amidon AF2 bien que leurs pourcentages d'amylose soient différents. Le processus de séchage ne semble pas avoir d'influence sur la longueur des chaînes linéaires. Le manque de pluie agit sur la cristallisation de l'amidon au cours de la biosynthèse, en effet, il a été observé une cristallinité plus forte en milieu humide (voir paragraphe III.2.5.1).

IV.4.2.6.2 Caractéristiques de l'amylopectine

a) Rendements d'analyse

Le tableau 37 reporte les rendements calculés à 3 étapes de l'analyse HPSEC – MALLS.

Tableau 37 : Performances de l'analyse HPSEC – MALLS

Taux de récupération	Après traitement au DMSO (%)	Après solubilisation (%)	Chromatographique (%)	Global (%) (chromato. + solub.)	Petites chaînes / Grandes chaînes
NA	78	99	91	90,1	0,75
S	63	91	64	58,2	0,57
P10	73	96	88	84,5	0,53
P14	69	80	57	45,6	0,48
P18	66	100	81	81	0,53
AF2	72	100	86	86	0,83
AF3	60	98	82	80,4	2,25

Les taux de récupération après l'étape de délipidation et de déstructuration par le DMSO sont généralement faibles et s'échelonnent de 60 % pour l'échantillon AF3 à 78 % pour l'échantillon NA. Ces pertes d'échantillon inhabituellement importantes pour des amidons purifiés (> 20 %) correspondent à une fraction non soluble dans le DMSO et pourraient s'expliquer par la présence de fibres notamment, liée à une purification insuffisante des échantillons. Les pertes particulièrement élevées observées pour les amidons S et AF3 pourraient ainsi s'expliquer par une richesse plus importante en fibres. Cette quantité de fibres ne serait pas liée à la saison puisque l'échantillon NA présente le meilleur taux de récupération après traitement au DMSO.

Les taux de solubilisation des amidons dans l'eau sont élevés (supérieurs à 90 %) sauf pour l'échantillon P14 (80 %). Le rendement chromatographique représente la quantité d'échantillon ayant percolé dans la colonne. Les rendements chromatographiques des solutions d'amidon s'échelonnent de 81 à 91 %, excepté pour les échantillons S et P14 qui présentent des rendements inférieurs à 65 %.

Les rendements d'analyse globaux sont donc généralement élevés et indiquent que la réponse de fractionnement est quantitative, excepté pour les échantillons P14 et S (inférieure à 60 %).

b) Chromatogrammes

La figure 67 représente un chromatogramme caractéristique de l'amidon de fruit à pain. Les chromatogrammes obtenus grâce à la détection réfractométrique, présentent généralement une allure bimodale, comme illustrée sur la figure 67 pour NA. Le pic réfractométrique majoritaire éluant à 5,9 mL est attribué à la fraction correspondant à l'amylopectine, tandis que l'épaulement situé vers 6,5 mL est attribué à l'amylose.

La réponse en diffusion de lumière (signal à 90°) est représentée par un pic unique éluant au même volume d'éluant que l'amylopectine. En effet, la réponse en diffusion de lumière étant proportionnelle à la fois à la quantité et à la taille des molécules, sa réponse devient nulle pour les molécules de petites tailles, peu concentrées, comme l'amylose ici.

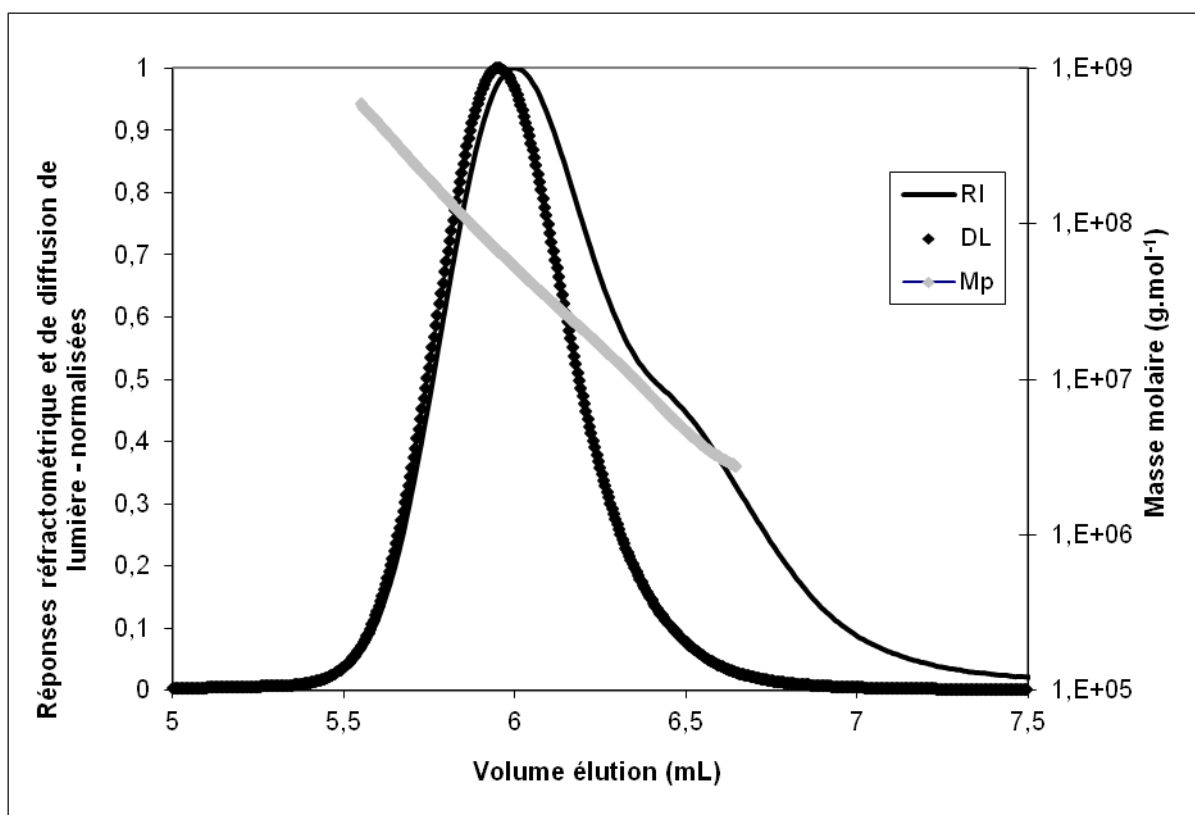


Figure 67 : Diagrammes d'éluant en HPSEC de l'amidon NA

RI : Réponse réfractométrique, DL : Diffusion de lumière, Mp : Masse molaire

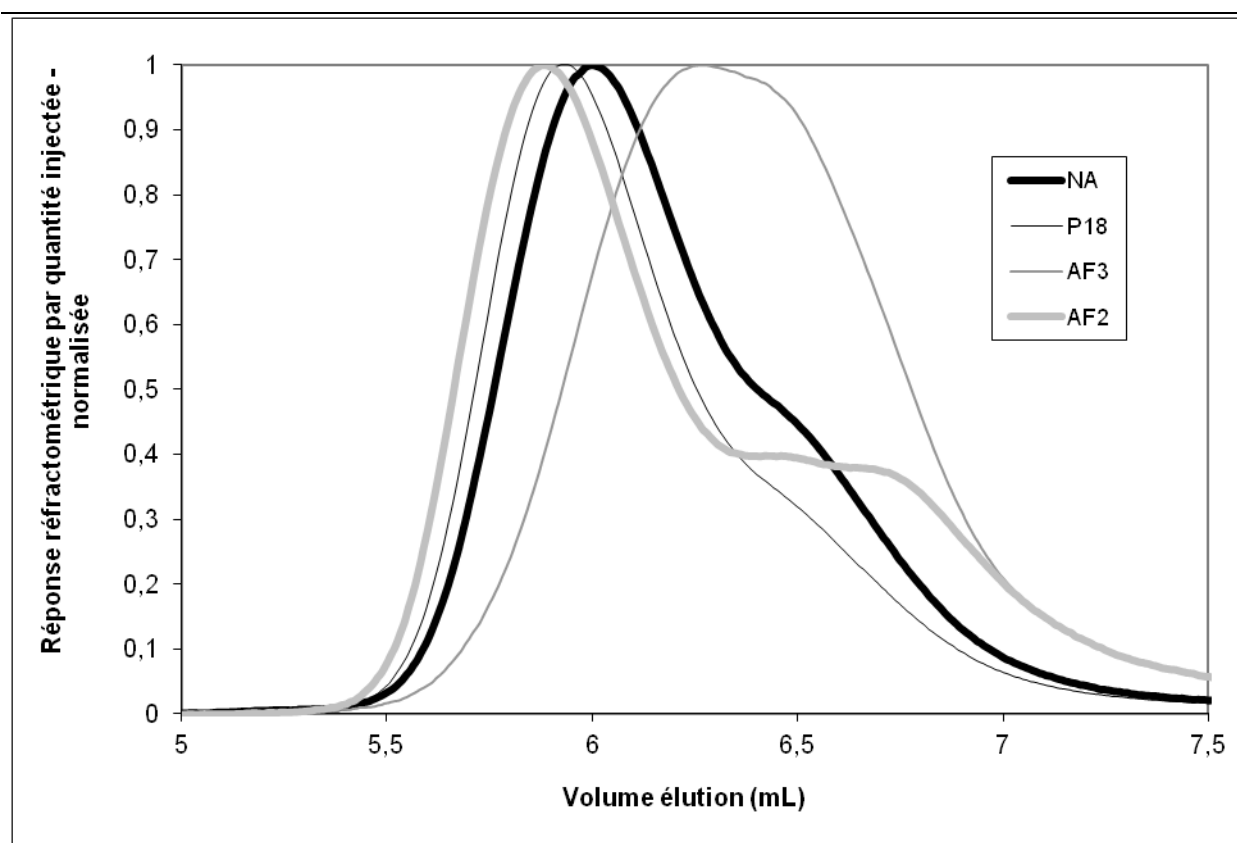


Figure 68 : Chromatogrammes obtenus en HPSEC des amidons NA, P18, AF3, AF2

Les amidons natifs extraits à partir de fruits matures (P18, NA) présentent des profils réfractométriques similaires et caractéristiques des amidons natifs (Rolland-Sabaté et *al.*, 2003) avec un pic d'amylopectine bien défini et un épaulement correspondant à l'amylose (Figures 67 et 68).

L'épaulement correspondant au pic d'amylose est plus important pour NA que pour S, en accord avec sa teneur en amylose plus forte. Paradoxalement, cet épaulement est moins important pour l'échantillon P18 que pour NA alors que la teneur en amylose de P18 déterminée par CLI est supérieure à celle de NA (27 contre 20 %). Ceci pourrait être dû à la présence de matériel intermédiaire dans l'échantillon NA en accord avec son λ_{\max} plus élevé traduisant une proportion plus importante de chaînes longues.

Les profils d'élution sont similaires quelle que soit la zone de prélèvement des fruits à pain. Les amidons P10 et P18 extraits à différents stades de maturité ont des profils identiques qui montrent qu'il n'y a pas d'effet de la maturité sur les distributions de tailles des macromolécules constitutives des amidons extraits.

Le profil de l'échantillon AF3 présente un seul pic large, éluant à des volumes compris entre 5,7 et 7 mL (Figure 68), correspondant probablement à un mélange d'amylopectine dégradée et d'amylose. En effet, le volume d'élution est proportionnel au rayon hydrodynamique des molécules, c'est-à-dire à la taille. Ainsi, un même volume d'élution correspond à un même rayon hydrodynamique, mais peut correspondre à une structure différente. La dégradation de

l'amylopectine induit une diminution de sa taille moléculaire, qui provoque un décalage du pic correspondant vers celui de l'amylose, produisant alors un pic large au sommet mal défini (Figure 68). Ce type de comportement a déjà été observée pour des amidons dégradés par des α -amylases (Tawil et *al.*, 2011, 2012).

La réponse réfractométrique de l'échantillon AF2 présente deux pics. Néanmoins, le second pic est très large. Il ne correspond pas seulement à de l'amylose, mais contient probablement une fraction d'amylopectine hydrolysée. Ce phénomène pourrait être dû à l'attaque d'enzymes amylolytiques présentes à la surface des fruits de ce lot.

- Petites chaînes / grandes chaînes

Le ratio petites chaînes / grandes chaînes est calculé en divisant la quantité de chaînes éluant à des volumes supérieurs à 6,2 mL (correspondant à la zone d'éluion de l'amylose dans le cas des amidons natifs) par celle de chaînes éluant à des volumes inférieurs à 6,2 mL (correspondant à la zone d'éluion de l'amylopectine) (Tableau 37). Dans le cas des amidons natifs, ce ratio devrait donc être proportionnel à la quantité d'amylose.

Les échantillons P10 et P18 sont identiques et l'échantillon P14 est proche en termes de répartition des longueurs de chaînes, ce qui confirme les observations faites sur les chromatogrammes.

Les échantillons NA et S ont un ratio supérieur à celui de P18 cependant ce dernier a une teneur en amylose déterminée par CLI plus faible. Le ratio n'est donc pas proportionnel à la quantité d'amylose dans ce cas, et rend compte de la proportion de matériel intermédiaire dans l'échantillon.

Les échantillons AF2 et NA, issus de la même saison, ont des proportions de petites chaînes et de grandes chaînes identiques.

L'échantillon AF3 est constitué majoritairement de petites chaînes (ratio supérieur à 1). Cette proportion particulièrement élevée est probablement due à la dégradation de l'amidon provoquée par les traitements de congélation et de pré-chauffage. L'échantillon AF2, qui a subi un traitement de pré-chauffage uniquement, présente un pic d'amylose plus large et un ratio supérieur à NA. Cette modification du profil de concentration des chaînes correspond à un début de dégradation des chaînes plus grandes.

c) Structure moléculaire

- Masses molaires et rayons de giration

Pour chaque fraction des chromatogrammes, la masse molaire (moyenne en poids) (\bar{M}_p) et le rayon de giration (R_G) ont été déterminés par extrapolation des données de diffusion de lumière à angle nul en utilisant la relation de Berry :

$$\frac{Kc}{R_{90}} = \frac{Kc}{R_0} + \frac{Kc}{R_0^3} \sum_i \frac{R_{Gi}^2}{M_i}$$

Avec :

c , la concentration en polymère

K , la constante optique

λ , la longueur d'onde du faisceau laser

θ , l'angle d'observation

R_{θ} , l'excès du rapport de Rayleigh dans le soluté

R_{Gi} , le rayon de giration de la fraction i

M_i , la masse molaire de la fraction i

7 angles compris entre 34,7 et 90° ont été choisis pour l'extrapolation. La masse molaire moyenne en poids (\bar{M}_p) de l'amidon total, calculée en intégrant les valeurs de M_i sur la totalité du pic de diffusion de la lumière, ainsi que la masse molaire moyenne en poids calculée au sommet du pic correspondant à l'amylose (moyenne effectuée sur une fraction monodisperse de 5 tranches) sont reportés dans le tableau 38.

Tableau 38 : Masses molaires de l'amidon et de l'amylose de fruit à pain

M_p : Masse molaire en poids, **M_n** : Masse molaire en nombre, **M_p / M_n** : Indice de polydispersité

	Amidon			Amylose
	\bar{M}_p (g.mol ⁻¹)	\bar{M}_p / \bar{M}_n	Volume élution pic total amidon (mL)	\bar{M}_p (g.mol ⁻¹)
NA	6,39.10 ⁷	4,11	5,55 – 6,65	5,66.10 ⁶
S	8,81.10 ⁷	4,48	5,65 – 6,75	5,70.10 ⁶
P10	9,23.10 ⁷	3,83	5,55 – 6,65	6,73.10 ⁶
P14	1,01.10 ⁸	5,71	5,55 – 6,65	6,90.10 ⁶
P18	8,94.10 ⁷	3,70	5,55 – 6,65	7,69.10 ⁶
AF2	9,15.10 ⁷	6,25	5,55 – 6,65	3,14.10 ⁶
AF3	2,24.10 ⁷	5,33	5,75 – 6,85	-

Les masses molaires s'échelonnent de 2,24.10⁷ g.mol⁻¹ pour l'amidon AF3 à 1,01.10⁸ g.mol⁻¹ pour l'amidon P14. Les valeurs les plus faibles sont celles des amidons AF3 et NA. Les autres amidons sont similaires. Les indices de polydispersité varient de 3,70 pour l'amidon P18 à 6,25 pour l'amidon AF2.

Les masses molaires au niveau du pic d'amylose s'échelonnent de $3,14 \cdot 10^6$ g.mol⁻¹ pour l'amidon AF2 à $7,69 \cdot 10^6$ g.mol⁻¹ pour l'amidon P18. Elles sont assez similaires pour les échantillons P10 et P14 et égales pour les échantillons S et NA ($5,7 \cdot 10^6$ g.mol⁻¹). Les distributions de masse molaire des échantillons P18, P10, P14, NA et S sont similaires.

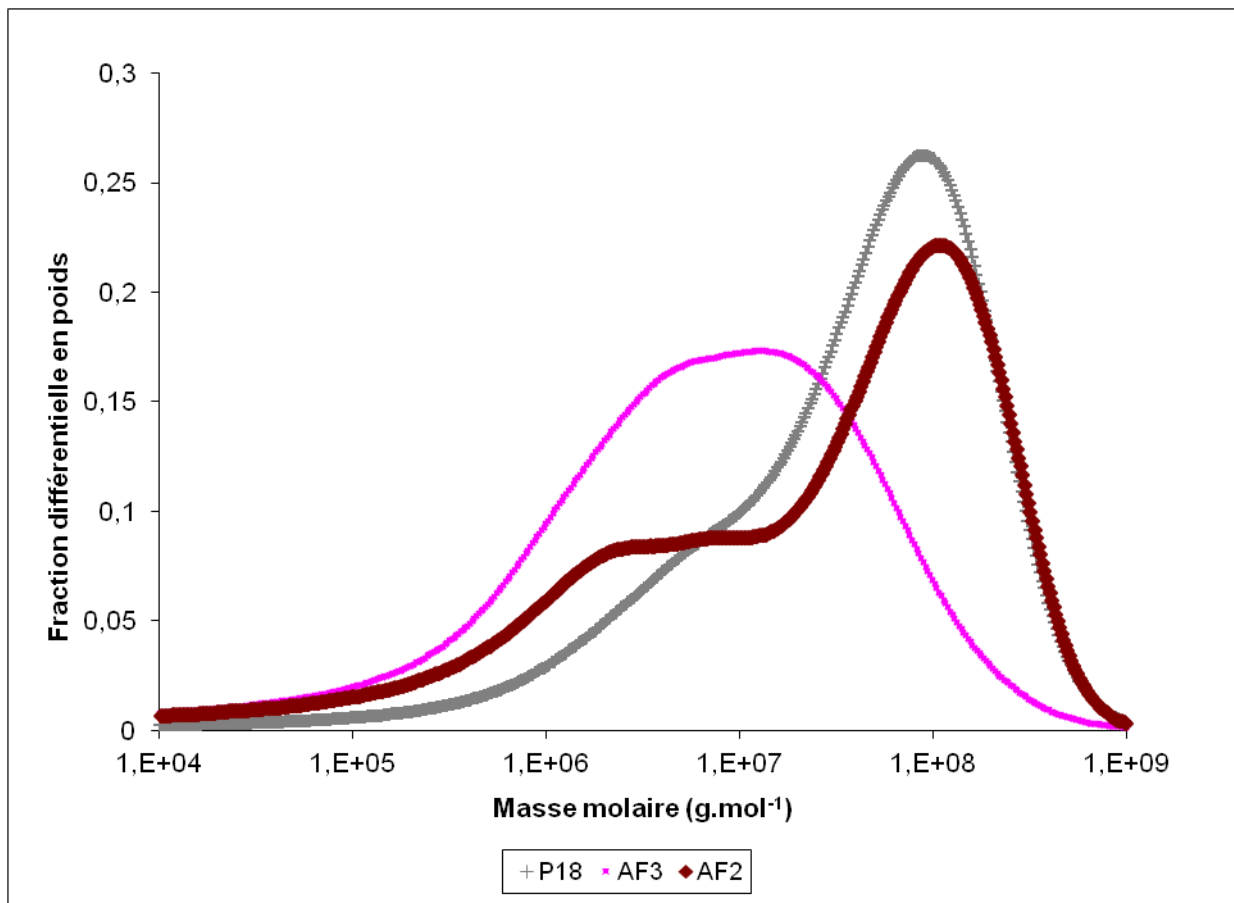


Figure 69 : Distribution de masses molaires

La figure 69 présente les 3 distributions de masses molaires les plus caractéristiques des amidons étudiés. La distribution obtenue pour l'échantillon P18 est caractéristique d'un amidon de fruit à pain natif par comparaison aux distributions définies pour AF3 et AF2 qui ont été endommagés par le séchage et la congélation.

Les distributions de masse molaire des échantillons P18 et AF2 sont semblables au niveau du pic correspondant à l'amylopectine, mais différentes au niveau du pic d'amylose puisque l'échantillon AF2 présente une plus importante fraction de faibles masses (Figure 69). L'échantillon AF3 présente quant à lui une distribution de masse molaire très large décalée vers les faibles masses et dépourvue de la fraction correspondant à l'amylopectine. La plus grande quantité de fractions de masses molaires de 10^6 à 10^7 g.mol⁻¹ observée pour les échantillons AF2 et AF3 pourrait correspondre à une augmentation de la quantité de chaînes d'amylopectine dégradées.

La masse molaire (\overline{M}_p), le rayon de giration (R_G), l'indice de polydispersité ($\overline{M}_p / \overline{M}_n$) de l'amylopectine présente dans les différents amidons sont reportés dans le tableau 39.

Tableau 39 : Caractéristiques moléculaires de l'amylopectine mesurées en HPSEC-MALLS

Mp : Masse molaire en poids, **R_{Gz}** : Rayon de giration moyen, **Mn** : Masse molaire en nombre, **Mp/Mn** : Indice de polydispersité, **vG** : Coefficient hydrodynamique

	\overline{M}_p (g.mol ⁻¹)	R _{Gz}	$\overline{M}_p / \overline{M}_n$	vG	Volume élution pic total amylopectine (mL)
NA	7,69E+07	153	1,95	0,37	5,6 - 6,3
S	1,09E+08	173	2,10	0,37	5,7 - 6,4
P10	1,16E+08	184	2,01	0,37	5,6 - 6,3
P14	1,27E+08	176	1,91	0,35	5,6 - 6,3
P18	1,11E+08	180	1,93	0,36	5,6 - 6,3
AF2	1,29E+08	193	1,86	0,38	5,5 - 6,2
AF3	3,31E+07	110	2,27	0,41	5,8 - 6,5

Les masses molaires varient de $3,31 \cdot 10^7$ à $1,29 \cdot 10^8$ g.mol⁻¹. Ces valeurs sont plus fortes que celles reportées pour les céréales (pour le blé : $3,9 \cdot 10^5$ g.mol⁻¹ de Ong et *al.*, 1994 ; $5,8 \cdot 10^5$ g.mol⁻¹ de Kingler et Zimblaski, 1995 ; $5,1 \cdot 10^5$ g.mol⁻¹ de Roger et Colonna, 1996 ; $1,41 \cdot 10^8$ g.mol⁻¹ de Rolland-Sabaté et *al.*, 2003 ; $1,78 \cdot 10^8$ g.mol⁻¹ de Tetchi et *al.*, 2007) et sont de l'ordre des valeurs obtenues pour le manioc $1,30 \cdot 10^8$ g.mol⁻¹, et la patate douce $1,29 \cdot 10^8$ g.mol⁻¹ (Tetchi et *al.*, 2007). Les rayons de giration des amylopectines varient de 153 à 184 nm pour les échantillons NA et P10 respectivement. La polydispersité se situe de 1,8 à 2,1 excepté pour l'échantillon AF3 qui présente une dispersité plus élevée (2,27). Les amylopectines des échantillons NA et S présentent la masse molaire et le rayon de giration les plus faibles (Tableau 39) ce qui pourrait être dû à l'humidité plus grande de la saison de récolte. Les masses molaires des amylopectines de P10 et P18 sont identiques, ce qui confirme l'absence d'effet de la maturité (Tableau 39).

Au niveau des amidons pré-chauffés, l'amylopectine de l'échantillon AF2 présente une masse molaire et un rayon de giration du même ordre que ceux de l'échantillon P18. L'amylopectine de l'amidon AF3 a la masse molaire la plus faible, ce qui confirme la dégradation de la molécule d'amylopectine.

- Structure de l'amylopectine

La densité apparente et le coefficient hydrodynamique ont été déterminés pour les amylopectines étudiées à partir des relations suivantes :

La densité apparente (D_{Gapp}) :

$$\frac{4}{3} \pi R_{Gp}^3 \rho_{Gapp} = M_p$$

Le coefficient hydrodynamique (νG) :

Avec :

M_p , Masse molaire en poids

R_{Gp} , Rayon de giration moyen

$\nu G = 0,33$ pour une sphère, $\nu G = 0,5 - 0,6$ pour une pelote et $\nu G = 1$ pour un bâtonnet (Rolland-Sabaté et *al.*, 2003).

Les νG des échantillons natifs et AF2 sont similaires (0,35 à 0,38). Ces valeurs, situées entre celles de la sphère et de la pelote, correspondent aux valeurs classiques obtenues pour l'amylopectine, et sont caractéristiques des polymères ramifiés (Rolland-Sabaté et *al.*, 2003).

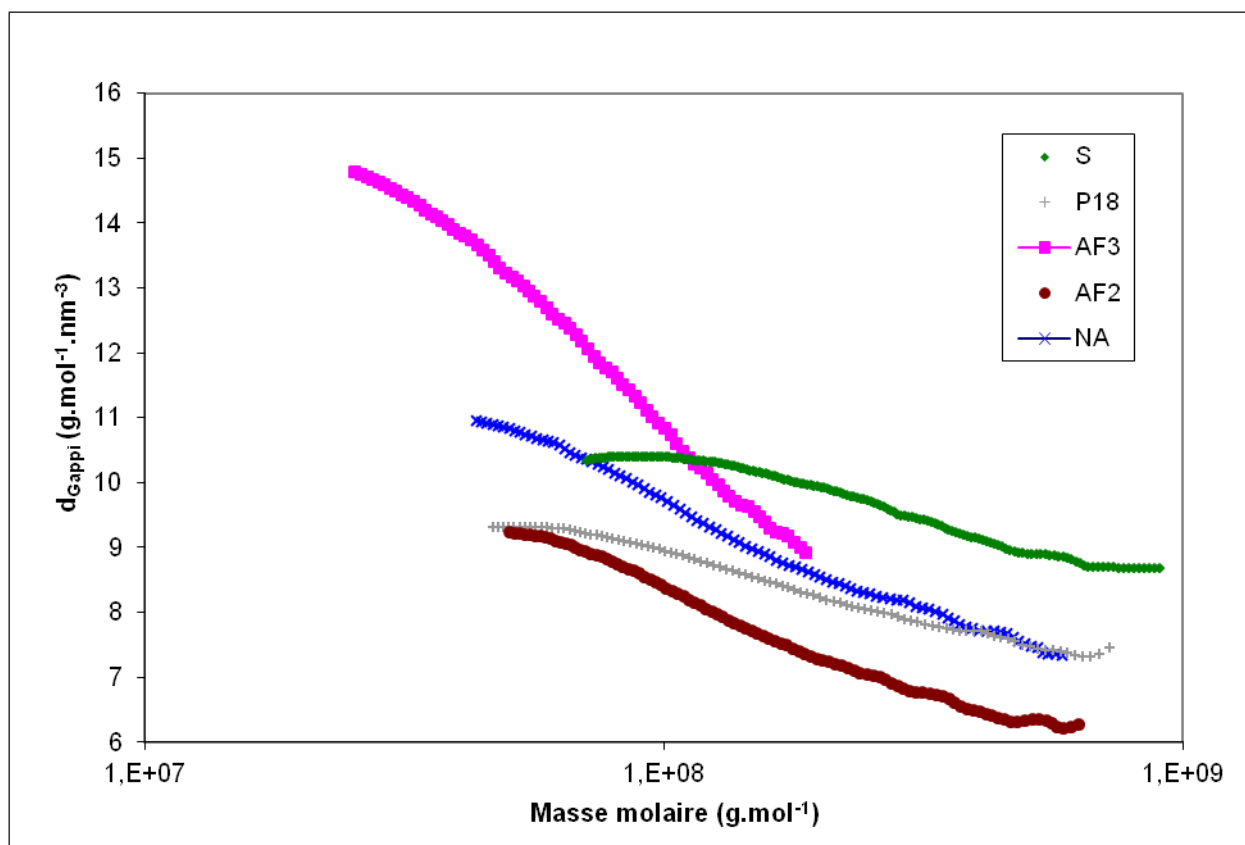


Figure 70 : Densités apparentes selon les masses molaires

La densité apparente (d_{Gapp}) dépend de la densité de la molécule et de la masse molaire (Figure 70). Elle diminue quand la masse molaire augmente, pour des chaînes isolées. La

densité apparente de la molécule peut être reliée à la densité de branchement de cette molécule. Plus la molécule est branchée, plus elle est dense.

Nous observons que l'échantillon NA présente une amylopectine légèrement plus dense que P18. L'amylopectine de l'échantillon S est plus dense que celles de P18 et NA. Enfin, l'amylopectine de l'échantillon AF2 est la moins dense, donc probablement la moins ramifiée.

La masse molaire de l'échantillon AF3 est inférieure à celle de l'échantillon NA. La densité apparente d'AF3 est supérieure à celle de NA. L'amylopectine dégradée dans l'échantillon AF3 est donc plus dense que l'amylopectine de NA. L'amylopectine dégradée de l'échantillon AF3 présenterait un degré de branchement plus fort que P18. Ainsi, le traitement de congélation, de séchage et de mouture induirait une dégradation de l'amylopectine conduisant à l'obtention de dextrans très branchés probablement par coupure des longues chaînes linéaires de l'amylopectine.

Les échantillons P18 et S ont des amylopectines de masses molaires similaires, cependant l'échantillon S a un rayon de giration inférieur et une densité apparente supérieure à P18. L'échantillon S est plus petit que P18, probablement à cause d'une humidité moindre (pluviométrie inférieure à cette saison, et région moins humide), phénomène constaté par l'analyse en CLI.

Pour conclure, aucun effet maturité n'a été observé sur les caractéristiques des macromolécules constitutives des amidons puisque P10, P14 et P18 présentent des caractères identiques. En revanche, la saison a une influence sur les caractéristiques macromoléculaires des amidons. Une croissance en saison humide provoque une diminution de la masse molaire de l'amylopectine et une diminution de la quantité d'amylose (Tableaux 38 et 39). Les amidons en provenance de zone humide présentent une proportion de chaînes linéaires plus grandes (λ_{max} plus élevé), ce qui est à mettre en relation avec la présence probable et non négligeable de matériel intermédiaire dans ces amidons. En effet, le matériel intermédiaire a une taille qui conduit à un volume d'éluion intermédiaire entre la molécule d'amylose et celle d'amylopectine. Lorsqu'il y a injection de matériel intermédiaire, les pics d'amylose et d'amylopectine sont mal fractionnés.

L'échantillon AF3 présente une température de gélification plus faible et une cristallinité plus faible ce qui est en accord avec le fait qu'il soit endommagé. En outre, l'analyse HPSEC-MALLS de cet échantillon a montré que l'amylopectine est fortement dégradée ce qui explique la faible cristallinité puisque l'amylopectine est le support de la structure cristalline (French, 1972 ; Robin et al., 1975 ; Hizukuri, 1986 ; Bertoff, 2004).

IV.4.2.7 Propriétés fonctionnelles

IV.4.2.7.1 Solubilité – Gonflement

Les résultats des mesures de solubilité-gonflement sont présentés dans le tableau 40.

Tableau 40 : Caractéristiques de solubilité-gonflement des amidons mesurées à 30 °C

Echantillons	Solubilité (%)	Gonflement
AF2	0,2	3
AF3	1,0	2
P18	0,1	2
NA	0,2	2
C	0,0	2
S	0,2	2

Tous les amidons étudiés ont des solubilités de l'ordre de 0 à 0,2 % à l'exception d'AF3 (1 %), ce qui confirme son endommagement. Les valeurs de capacité de rétention d'eau sont toutes entre 2 et 3 g d'eau / g d'amidon sec, ce qui est très classique pour des amidons natifs (maïs : 1,6 à 2,0 g / g reporté par Jambrak et *al.*, 2010).

Nwokocha et Williams (2011) décrivent un pouvoir gonflant de 39,4 g / g à 95 °C mais n'ont remarqué aucun changement significatif aux températures inférieures à 60 °C, ce qui confirme les faibles valeurs que nous avons obtenues à 30 °C.

IV.4.2.7.2 Consistance

Les propriétés de consistance au cours du chauffage des différents amidons de fruit à pain, mesurées par RVA (Rapid Visco Analyser) sont présentées dans le tableau 41 et sur la figure 71.

Tableau 41 : Caractéristiques mesurées par RVA des amidons de fruits à pain

Echantillons	Zones			Développement	Saison	Procédé	
	NA	S	C	P18	Z	AF2	AF3
1 ^{er} pic	6218	7189	6877	6612	6569	5484	3886
2 ^{ème} pic	2139	4282	4302	4643	4556	4288	2434
Chute entre 1 ^{er} et 2 ^{ème} pic	4079	2907	2575	1969	2013	1196	1452
Viscosité finale	3288	6017	5912	6841	6277	6985	3832
Rétrogradation (visc fin. – 2 ^{ème} pic)	1149	1735	1610	2198	1721	2697	1398
Durée du pic (sec)	4,87	5,33	5,40	6,07	5,47	7,00	6,53
Température empesage (°C)	72,65	74,95	75,20	75,75	75,05	75,10	74,30

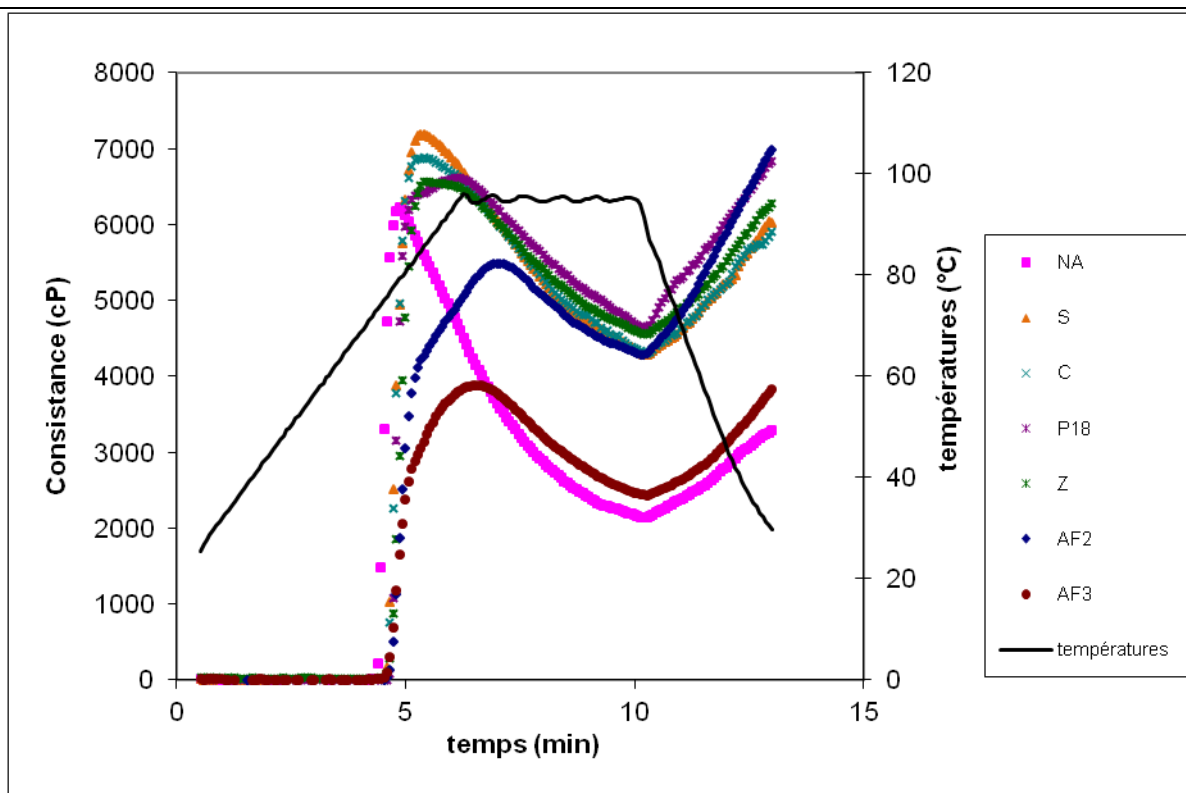


Figure 71 : Diagrammes de consistance des amidons

C : Centre, **S** : Sud, **NA** : Nord Atlantique, **Z** : toutes zones confondues, **P18** : phase de croissance à la 18^{ème} semaine, **AF2** : amidon issu de pulpe fraîche séchée à 50 °C, **AF3** : amidon issu de pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C

La figure 71 montre que les températures d'empesage sont toutes autour de 75 °C excepté pour l'échantillon NA qui avait déjà une température de gélatinisation plus faible (Tableau 34). Les plus grandes valeurs de pic de viscosité, qui correspond au 1^{er} pic, sont obtenues pour les amidons S (7189 cP) et C (6877 cP). Les plus basses valeurs, 3886 et 5484 cP, sont obtenues pour les amidons AF3 et AF2, respectivement. Les 3 autres amidons (NA, Z et P18) ont des consistances légèrement inférieures à celles des amidons S et C.

La pente correspondant à la résistance au cisaillement est assez identique pour tous les amidons, sauf pour l'échantillon NA qui passe de 6218 à 2139 cP en 4,87 sec. Il présente par conséquent la plus forte chute (4079 cP) qui démontre une faible tenue au cisaillement.

Les viscosités finales les plus élevées sont observées pour les amidons AF2 (6985 cP) et P18 (6841 cP). Les plus basses sont obtenues pour les amidons NA et AF3 de 3288 et 3832 cP respectivement. Les 3 autres amidons (C, S et Z) ont une viscosité finale autour de 6000 cP.

Les plus grandes consistances finales (rétrogradation) sont observées pour les amidons AF2 (2697 cP) et P18 (2198 cP). Les plus faibles le sont pour les amidons NA (1149 cP) et AF3 (1398 cP).

Quel que soit l'échantillon d'amidon de fruit à pain, les viscosités sont élevées, bien supérieures à celles de la pomme de terre (Figure 59). Au vu de ces observations, les amidons S et C pourraient être de bons épaississants pour les sauces, et ceux AF2 et P18 de bons gélifiants. En reliant ces résultats à ceux de l'analyse de la structure moléculaire en HPSEC-MALLS, les

amidons S et P18 ont des masses molaires plus faibles (Tableau 38) et sont constitués d'une plus forte proportion de grandes chaînes (Tableau 37) que l'amidon AF2. Au niveau de leur amylopectine, à masses molaires similaires, l'échantillon S est plus dense que P18 et AF2 (Tableau 39). En conclusion, la bonne tenue de l'amidon S peut être due à la forte proportion de ses longues chaînes, et la bonne aptitude à la gélification des amidons P18 et AF2 pourrait être reliée à leur faible densité qui pourrait jouer un rôle dans la re-conformation moléculaire lors de la rétrogradation.

IV.4.2.8 Susceptibilité à l'hydrolyse

IV.4.2.8.1 α – amylolyse des amidons

Les cinétiques d'hydrolyse des amidons par l' α -amylase de pancréas de porc (PPA, pancreatic porcine α -amylase) sont présentées sur la figure 72.

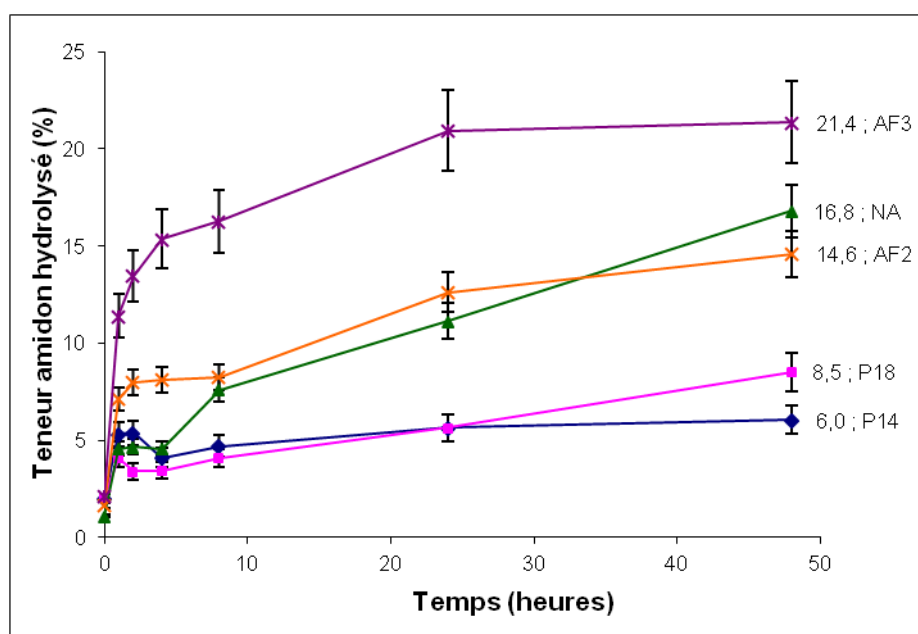


Figure 72 : Cinétiques de digestion enzymatique des amidons en 48 heures

NA : Nord Atlantique, **P14**, **P18** : phases de croissance à la 14^{ème} et 18^{ème} semaine, **AF2** : amidon issu de pulpe fraîche séchée à 50 °C, **AF3** : amidon issu de pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C

Toutes les courbes présentent l'allure classique des courbes d'hydrolyse enzymatique de l'amidon avec 2 phases, la première de cinétique rapide et la seconde qui est plus lente et peut se terminer par un plateau.

Les taux d'hydrolyse de fin de première phase varient de 4 % pour NA et P18 à 15 % pour AF3 (Tableau 42). Les taux d'hydrolyse finaux les plus bas varient de 6 % pour l'amidon P14 à 8,5 % pour l'amidon P18, et les plus élevés varient de 17 % (NA) à 21 % (AF3).

Les amidons P14 et P18, qui ont un taux d'hydrolyse final de 6 et 8,5 % respectivement sont les plus cristallins (Tableau 35). L'amidon NA (16,8 %) est moins cristallin ce qui pourrait expliquer sa plus grande susceptibilité. Les plus forts taux d'hydrolyse observés sont ceux des amidons

ayant subi des étapes de transformation démontrant qu'ils ont été endommagés et rendus ainsi plus accessibles à l'action de la PPA.

La vitesse d'hydrolyse lors de la première phase peut être déterminée en représentation logarithmique en prenant la pente de la droite correspondant à 2 points de cette phase, il est possible de déterminer la valeur de la vitesse initiale ; elle a été de 31,8 mg.heure⁻¹ après 2 heures d'hydrolyse pour les amidons P14 et P18, mais jusqu'à 8 heures pour l'amidon AF3. Les amidons NA, P14 et P18 ont des taux d'hydrolyse similaires durant la première phase qui sont plus bas que pour les amidons AF2 et AF3.

Le plateau d'hydrolyse a été rapidement atteint pour les amidons NA et P18. Les plus susceptibles ont été AF3, et dans une moindre mesure NA et AF2. Ce constat confirme l'endommagement de l'échantillon AF3 de prime abord, et moins pour NA et AF2. L'analyse de la structure moléculaire en HPSEC-MALLS corrobore ces résultats, en montrant que les échantillons NA et P18 sont similaires en comparant leurs masses molaire de l'amidon, de l'amylose (Tableau 38) et de l'amylopectine (Tableau 39). Ces valeurs sont supérieures à celles de l'échantillon AF3 dont la masse molaire de l'amylose n'a pu être mesurée. De même, la distribution des chaînes (Tableau 37) montre que les échantillons NA, AF2 et AF3 ont davantage de chaînes courtes, et en majorité dans l'échantillon AF3. Ces 3 échantillons ont les cristallinités les plus basses où AF3 est le moins cristallin. Ces caractéristiques moléculaires et cristallines pourraient expliquer le fait que la PPA a hydrolysé l'échantillon AF3 de manière plus rapide et plus aboutie.

Tableau 42 : Paramètres d'hydrolyse enzymatique en 48 heures

Echantillons	Zones	Développement		Procédé	
	NA	P14	P18	AF2	AF3
Durée 1 ^{ère} phase (heures)	8	2	2	4	8
Taux d'hydrolyse en fin de 1 ^{ère} phase (%)	4,6	5,3	4,1	8	15,3
Taux d'hydrolyse final (%)	16,8	6	8,5	14,6	21,4

Ces résultats sont conformes aux comportements connus pour les amidons natifs de type B qui sont généralement peu susceptibles à l'hydrolyse enzymatique (Leloup et *al.*, 1992b ; Planchot et *al.*, 1997 ; Gérard et *al.*, 2001). Ce phénomène a été également observé pour l'étude de Cerning-Béroard et Le Dividich (1976) sur la digestibilité de l'amidon de fruit à pain. Cependant le très faible taux d'hydrolyse observé sur les amidons non endommagés pourrait indiquer la présence d'autres constituants résiduels.

L'amidon de pomme de terre (Marchini et *al.*, 1998 ; Bertoft, 2004) et de banane verte (Lehmann et *al.*, 2002 ; Zhang et *al.*, 2005) sont connus comme étant les plus résistants à l'amylolyse avec un taux d'hydrolyse de 1 à 3 % allant jusqu'à 20 % selon l'enzyme utilisée.

IV.4.2.8.2 Hydrolyse acide

Les cinétiques d'hydrolyse acide sont présentées sur la figure 73.

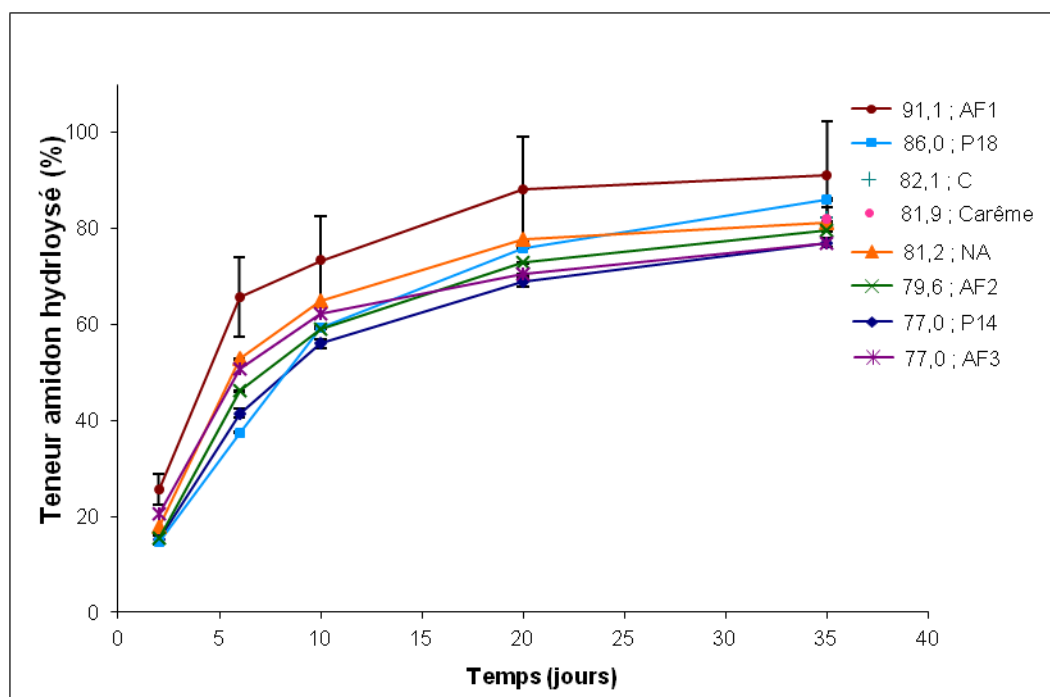


Figure 73 : Cinétiques d'hydrolyse des amidons en 35 jours

C : Centre, **NA** : Nord Atlantique, **Z** : toutes zones confondues, **P14**, **P18** : phases de croissance à la 14^{ème} et 18^{ème} semaine, **AF1** : amidon issu de pulpe fraîche séchée à 45 °C, **AF2** : amidon issu de pulpe fraîche séchée à 50 °C, **AF3** : amidon issu de pulpe fraîche congelée séchée à 45 °C

Les comportements à l'hydrolyse acide sont similaires à l'exception de l'amidon AF1 qui est nettement plus susceptible. De même que pour l'hydrolyse enzymatique, les résultats ont été représentés en logarithme, la vitesse initiale a été de 20,4 g.jour⁻¹. Le taux d'hydrolyse à la fin de la première phase a été atteint en 10 jours pour l'amidon P18 (59,3 %), contre 6 jours pour les autres amidons (Tableau 43).

Tableau 43 : Paramètres d'hydrolyse acide en 35 jours

Echantillons	Zones			Saison	Développement		Procédé		
	NA	C	Z	P14	P18	AF1	AF2	AF3	
Durée 1 ^{ère} phase (jours)	6	6	6	6	10	6	6	6	
Taux d'hydrolyse en fin de 1 ^{ère} phase (%)	52,8	--	--	41,6	59,3	65,7	46,1	50,8	
Taux d'hydrolyse final (%)	81	82	82	77	86	91	80	77	

La fraction hydrolysable peut être déterminée en représentation logarithmique, puis en ajustant la courbe d'hydrolyse avec 2 droites, et enfin en extrapolant la droite correspondant à la 2^{ème} phase à t = 0. Les différentes fractions hydrolysables présentées au tableau 43 varient pour la plupart des amidons de fruits à pain entre 77 et 82 %. Cette fraction hydrolysable est bien supérieure à la quantité d'amorphe déterminée par diffraction des rayons X (% amorphe donne

100 % du taux de cristallinité) ce qui montre qu'une partie des cristaux est hydrolysée par voie acide.

a) Analyses des distributions de longueur de chaînes après hydrolyse acide (HPAEC – PAD)

L'hydrolyse acide est habituellement utilisée pour dégrader préférentiellement les domaines amorphes des amidons. L'étude des résidus d'hydrolyse par HPAEC-PAD permet ainsi d'approcher les longueurs de chaînes constituant les domaines cristallins.

Les distributions de longueurs de chaînes caractéristiques des amidons de fruit à pain présentent deux pics et des DPmax détectés autour de 40, comme illustré pour les échantillons NA, C et AF1 sur les figures 74 à 76. Les différentes caractéristiques de ces distributions sont synthétisées pour les différents amidons étudiés dans le tableau 44.

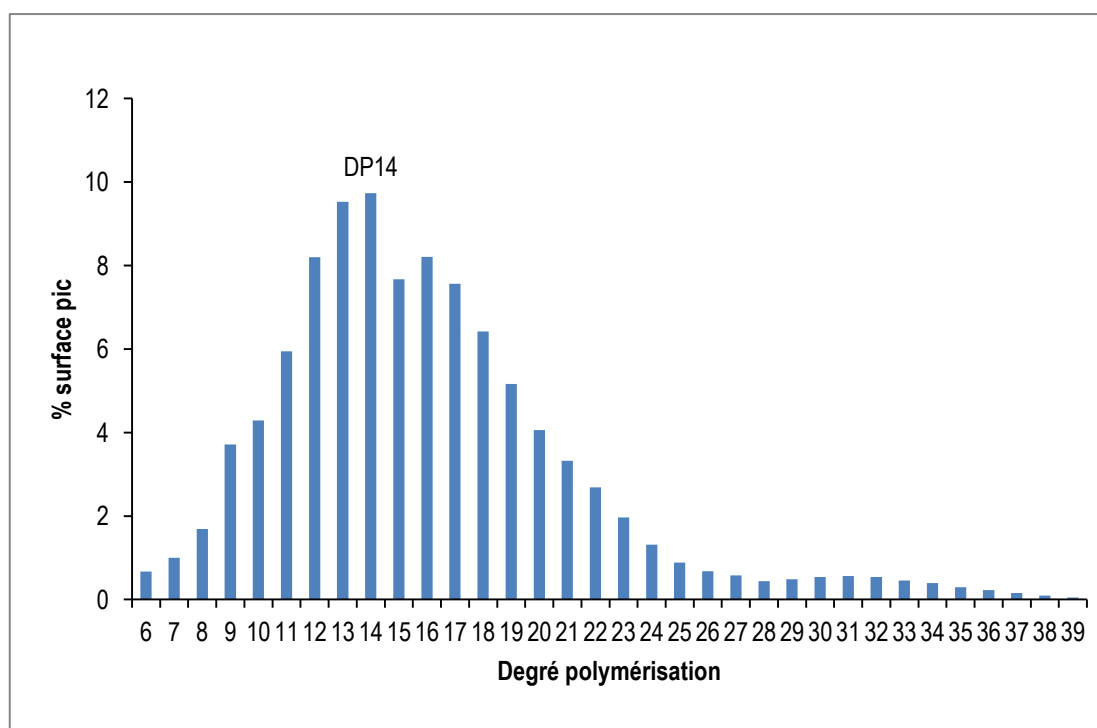


Figure 74 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon NA

Le profil de distribution de l'échantillon NA présenté sur la figure 74 est similaire à ceux des échantillons P14 et P18. Nous observons le plus haut pic à DP 14 (DP 13 pour les amidons P14 et P18) suivi d'un creux à DP 15 (DP 14 pour les amidons P14 et P18) puis du 2nd pic beaucoup plus bas à DP 31.

Les échantillons P14 et 18 ont moins de chaînes branchées (DP > 20 = 11,8 et 11,5) que l'échantillon NA (DP > 20 = 15,7).

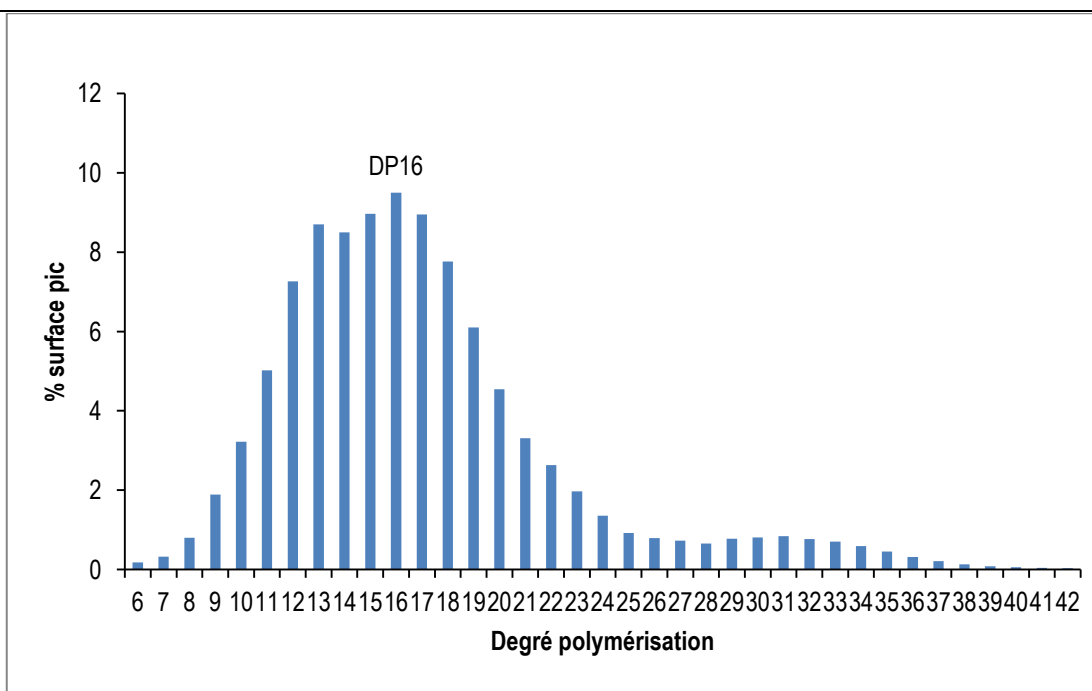


Figure 75 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon C

La figure 75 présente le profil de distribution de l'échantillon C. Nous observons le plus haut pic à DP 16 et le 2nd pic beaucoup plus bas à DP 31. Il est le seul à présenter une quantité importante de chaînes branchées (DP > 20 = 18,2).

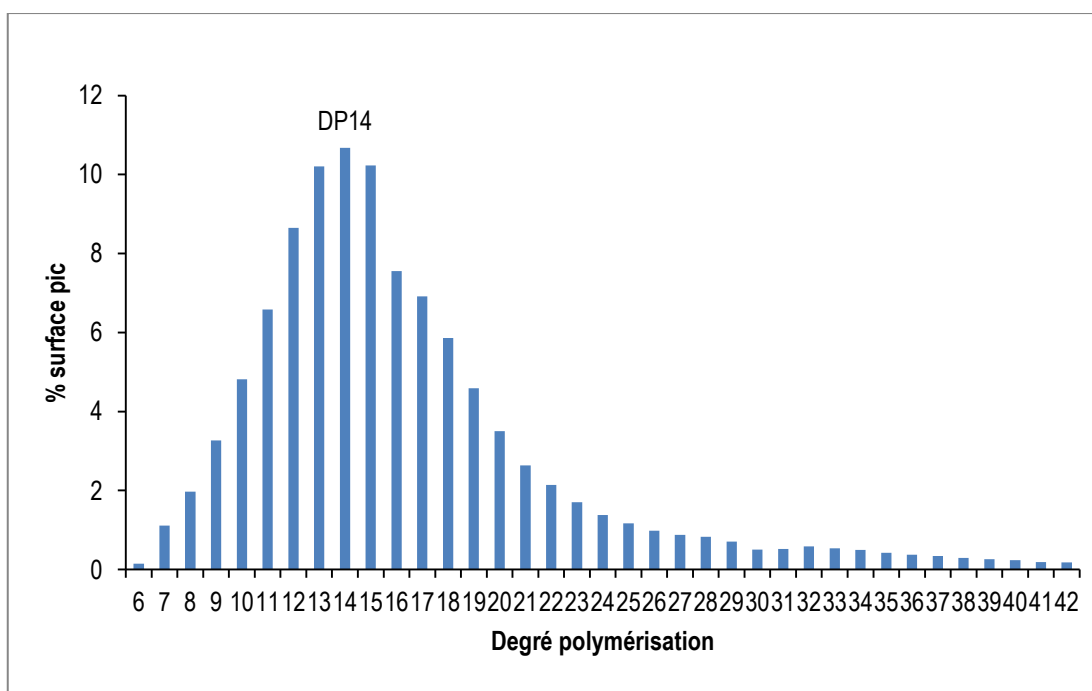


Figure 76 : Distribution des longueurs de chaînes débranchées de l'amidon AF1

Le profil de distribution de l'échantillon AF1 montré sur la figure 76 est semblable à ceux des échantillons Z, AF2 et AF3. Nous observons que le pic le plus haut est à DP 14 (DP 13 pour les échantillons AF2 et AF3) et que le 2nd pic est à DP 32. Cependant nous notons une forte diminution du pourcentage de la surface des pics à DP 16 (DP 15 pour l'amidon AF3).

L'échantillon Z a la quantité de chaînes branchées la plus faible (DP > 20 = 12,3) par rapport à l'échantillon AF1 qui en contient le plus (DP > 20 = 17,4) des 4 échantillons aux profils similaires.

Tableau 44 : Caractéristiques mesurées en HPAEC – PAD des résidus d'hydrolyse des amidons

DP : degré de polymérisation

	1 ^{er} pic	2 ^{ème} pic	DP moyen	DP > 20	Dernier DP détectable
P14	13	31	14,9	11,8	38
P18	13	31	14,9	11,5	37
C	16	31	16,7	18,2	42
NA	14	31	15,9	15,7	39
Z	14	32	14,8	12,3	38
AF1	14	32	16,2	17,4	42
AF2	13-14	32	15,8	15,9	37
AF3	13	32	15,3	14,5	41

Les 8 échantillons d'amidon de fruit à pain ont une distribution de longueur de chaînes qui s'étend jusqu'à DP 37 au minimum pour les échantillons P18 et AF2, et jusqu'à DP 42 pour les échantillons C et AF1. 2 pics majoritaires sont présents dans cette distribution dont le 1^{er} est à DP 13 ou 14 (DP 16 pour l'échantillon C) et le 2nd est à DP 31 ou 32. Ces distributions sont en accord avec les résultats reportés dans la littérature pour les amidons linnérisés (Bertoft, 2004 2007 2011). Ces 2 pics correspondent aux chaînes linéaires pour le 1^{er} pic, et aux chaînes branchées pour le 2^{ème} pic.

Bertoft (2004, 2007, 2011), Jane (2006), Zhu et *al.* (2011) ont démontré la répartition des chaînes dans le domaine cristallin. L'attaque acide privilégie d'abord les chaînes externes (B1) qui correspondent aux chaînes linéaires puis les chaînes branchées (B2 et B3).

L'échantillon C est celui qui contient le plus de chaînes branchées contrairement aux échantillons P14 et P18 qui en contiennent le moins. Cependant, les chaînes linéaires identifiées par chromatographie peuvent également être issues de la dégradation plus interne des chaînes branchées.

IV.4.3 CONCLUSION

Les résultats obtenus sur l'amidon extrait des différents fruits à pain étudiés ont permis de tirer quelques conclusions.

L'extraction à l'eau donne un meilleur rendement que celle utilisant la soude. L'état des grains selon le traitement de la matière première, fraîche, congelée ou séchée montre que les étapes supplémentaires de transformation telles que la congélation et le séchage ont endommagé les grains.

Les dimensions des grains amidon sont comprises entre 9 et 12 μm ce qui est semblable aux valeurs présentées dans la littérature. Nous avons constaté que la taille des grains augmente avec la croissance du fruit car à 10 semaines de croissance leur diamètre moyen était de 7,5 μm .

Il s'agit d'amidons de type B à très haute cristallinité dont les températures d'empesage sont autour de 73 °C, similaires à celles trouvées par les précédentes études sur le fruit à pain, excepté pour 2 échantillons qui avaient déjà des cristallinités faibles.

Ces amidons présentent une très faible susceptibilité à l'hydrolyse enzymatique, ce qui est en relation avec leur type B et leur haute cristallinité et leur confère des propriétés de résistance similaires à l'amidon de pomme de terre ou de banane verte. L'analyse des distributions de longueur de chaîne après hydrolyse acide a permis de démontrer que le domaine cristallin était fortement constitué de chaînes linéaires.

Parmi les facteurs agroclimatiques, l'humidité a eu un rôle actif sur la qualité de l'amidon puisque à la fois la quantité d'amylose et la masse molaire de l'amylopectine diminuent. Il y a également une plus grande proportion de matériel intermédiaire et de chaînes linéaires. L'amidon de fruit à pain a une solubilité et un gonflement faible du même ordre de grandeur que les amidons classiques et une forte viscosité à la gélatinisation et la rétrogradation lui conférant une utilisation adaptée comme gélifiant ou épaississant. Il peut servir d'alternative car le gel est honorable de par sa transparence et son uniformité. Néanmoins ces propriétés fonctionnelles sont plutôt utilisées avec les amidons waxy dans l'industrie alimentaire, textile et papeterie (sauces, plat pour bébé, film transparent en amidonnerie, recyclage du papier) que l'amidon de fruit à pain ne surpasse pas. Une étude sur la modification génétique du fruit à pain pour obtenir des amidons waxy pourrait être envisagée. D'autres possibilités d'utilisation dans l'industrie pharmaceutique pour l'encapsulation ou par l'industrie des cosmétiques pourraient être abordées. Ces résultats démontrent que l'amidon de fruit à pain est semblable aux autres amidons plus souvent étudiés tels que le maïs, la pomme de terre ou le blé.

Cependant la période optimale de récolte du fruit doit être encore investiguée pour obtenir un bon rendement en amidon non dégradé par une maturation déjà trop avancée. La méthode d'extraction doit également être mieux maîtrisée afin d'avoir un meilleur rendement et une innocuité sanitaire pour l'utilisation dans les produits alimentaires. A ce jour, la méthode d'extraction à l'eau semble la plus adaptée.

IV.5 Quelques essais d'applications alimentaires

Dans l'alimentation antillaise, le fruit à pain est essentiellement consommé bouilli parmi les plats traditionnels. En Martinique, la seule application industrielle est la forme surgelée, commercialisée par la société Socogel. Le fruit à pain a une grande portée culturelle et mériterait d'être mis en lumière par des innovations agro-alimentaires pour mieux s'adapter au mode de vie actuel des consommateurs. La place de la cuisine dans les activités journalières diminue, cependant les consommateurs tiennent à retrouver leur identité dans des produits du terroir sans sacrifier à leur santé ni à leur plaisir. L'usage de farine ou de son amidon pourrait être envisagé soit dans la fabrication de produits de panification ou de friture soit en tant qu'ingrédient dans les produits transformés par exemple pour améliorer la texture (épaississant, gélifiant...) et ainsi promouvoir une production locale respectueuse du développement durable. L'absence de gluten dans le fruit à pain est également un plébiscite à encourager pour les personnes allergiques, en proposant des produits « gluten free ».

Les essais d'applications de transformations utilisées dans les industries agroalimentaires sont la **cuisson - extrusion** pour la préparation de « céréales » pour le petit-déjeuner (flakes) ou des snacks, de produits de **friture** de type chips ou frites, et la **panification**...

Dans cette partie de mon travail de thèse, nous avons effectué des essais préliminaires de cuisson-extrusion et de panification pour déterminer quelles pourraient être de nouvelles perspectives d'utilisation de la farine de fruit à pain.

IV.5.1 MATERIELS & METHODES

Les farines sont issues de fruits à pain développés à la saison la plus humide. Le séchage a été effectué à 50 °C dans un sécheur à flux d'air tournant. Un tamisage à 400 µm a permis de distinguer les 2 types de farines : l'une tamisée et l'autre non, pour les d'applications alimentaires testées : cuisson - extrusion et panification.

IV.5.1.1 Méthodes expérimentales

IV.5.1.1.1 Cuisson – extrusion

Le test de cuisson - extrusion est effectué sur un mix composé à 100 % de farine de fruit à pain, réhumidifiée à hauteur de 25 % environ. Le format est du type spaghetti en sortie de filière dans une extrudeuse monovis SCAMIA, avec une vis ($L = 200 \text{ mm}$ et $L / D = 10$) et une ligne cylindrique ($d = 3 \text{ mm}$) à une vitesse de rotation de la vis de 20 rpm et une température de 100 – 110 °C. Les produits obtenus sont des produits extrudés de type joncs cylindriques, c'est-à-dire des produits extrudés destinés à être expansés par la suite sous l'action de la chaleur.

a) **Expansion**

Les produits extrudés précédents sont coupés en morceaux de 5 cm, pour se rapprocher du format de type snacking / appétitifs. Puis ils sont chauffés selon différentes techniques : friture en bain d'huile (170 et 190 °C), four à chaleur tournante à 2 températures (250 et 270 °C) ou four à micro-ondes (800 W). L'expansion est suivie par enregistrement d'images du produit fini, avec un appareil photo numérique (Samsung Digimax L85, longueur de la focale 8 mm, focale F / 2,8).

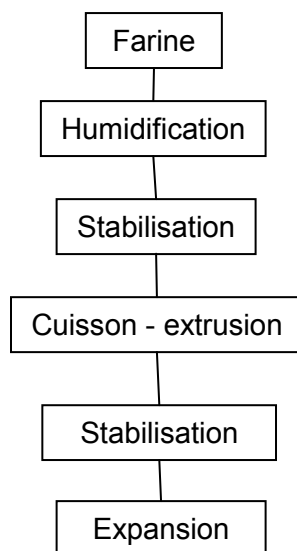


Figure 77 : Diagramme des opérations unitaires d'obtention de produits expansés

IV.5.1.1.2 **Panification**

a) **Analyse des différents mélanges de la farine de blé à celle de fruit à pain**

4 mélanges de farines (17 %, 22 %, 30 % et 35 % de farine de fruit à pain, qsp farine de blé), la farine de blé (témoin 100 %) et la farine de fruit à pain (100 %) ont été analysées :

- à l'alvéographe de Chopin (XP V 03-170), où la pression (P : fermeté de la pâte, résistance à la déformation), la largeur (L : élasticité de la pâte et allongement eu façonnage), le gonflement (G : quantité d'air insufflée dans la pâte jusqu'à son éclatement), le travail (W) et le rapport P / L traduisant l'équilibre ou le déséquilibre entre la ténacité et l'extensibilité, sont mesurés
- au farinographe où 50 g de pâton est pétri à 631 rpm (NF ISO 5530-1). Le taux d'absorption d'eau nécessaire pour arriver à une consistance correcte, le temps de développement de la pâte, la stabilité et le degré d'affaiblissement sont mesurés.
- la teneur en gluten (ICC 155)
- le temps de chute de Hagberg (NF EN ISO 3093) qui mesure l'effet de l'activité amylasique sur la pâte

b) Essais de panification

La farine a été réalisée au PARM sur un équipement pilote en batch de 50 kg. 2 types de panification ont été réalisés : le **pain traditionnel** et le **pain au beurre** (spécialité martiniquaise). Le pain au beurre est présenté dans un format de type « natte », et se différencie essentiellement du pain traditionnel par la présence de matière grasse (margarine traditionnellement) dans sa formulation.

Les facteurs de variation pris en compte dans la réalisation des essais ont été les suivants :

- Le taux de farine de fruit à pain (qsp farine de blé)
 - 4 taux de farine de fruit à pain ont été utilisés variant de 11 à 30 % (le témoin = 100 % blé) pour les essais de pains traditionnels (Tableaux 45 et 50)
Un essai à 22 % de farine de fruit à pain mélangé à de la farine de sarrasin a servi de comparatif sur l'effet de la supplémentation sur le pain traditionnel.
 - 4 taux de farine de fruit à pain ont été appliqués variant de 22 à 35 % (le témoin = 100 % blé) pour les essais de pains au beurre (Tableaux 46 et 53)
- Le taux d'hydratation
 - 5 taux d'hydratation ont été utilisés variant de 60 à 85 % pour le pain traditionnel (Tableaux 45 et 51)
 - 5 taux d'hydratation ont été utilisés variant de 48 à 71 % pour le pain au beurre (Tableaux 46 et 53)
- L'intensité et la durée du pétrissage :
 - Pour le pain traditionnel, 3 types de pétrissage combinant la durée et l'intensité ont été effectués variant de 7 à 14 min, et de 80 à 220 rpm (Tableaux 45 et 51)
 - Pour le pain au beurre, 4 types de pétrissage combinant la durée et l'intensité ont été effectués variant de 7 à 26 min, et de 80 à 220 rpm (Tableaux 46 et 53)
- La granulométrie de la farine de fruit à pain : inférieure à 400 μ ou supérieure à 400 μ
- Le format du produit fini : baguette et pain court pour le pain traditionnel, natte pour le pain au beurre

Les équipements pilotes utilisés pour cette étape de panification ont été les suivants :

- Plusieurs pétrins à spirale instrumentés pouvant programmer le cycle de pétrissage (vitesse de rotation, durée), et le suivi de la température à cœur (Diosna, Dierk & Söhne, Allemagne)
- Deux balances (précision 1g)
- Une façonneuse (Tregor, Merand, France)
- Plusieurs chambres de pousse
- Plusieurs mesureurs de pousse® (Chopin) pour évaluer l'expansion de la pâte durant l'étape de fermentation

- Un four électrique à sole réfractaire (Bongard, France, puissance 21,12 KW, Figure 78), cuisson à 220 °C



Figure 78 : Four à sol utilisé pour les essais de panification (Bongard, France)

Crédit photo Joselle Nacitas

- Un moule à gâteau avec des grains de millet et une éprouvette graduée de 1L pour calculer la masse volumique du pain cuit et refroidi (Figure 79). Dans un 1^{er} temps, le volume du moule vide est pris le remplissant de grains de millet jusqu'à ras. Ce volume est mesuré à l'aide de l'éprouvette. Dans un 2^{ème} temps, le pain est placé dans ce même moule et le volume restant dans le moule est mesuré. Ce pain est pesé afin de calculer sa masse volumique de la manière suivante :

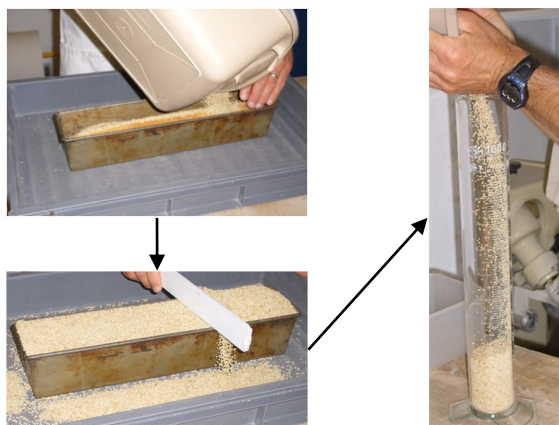


Figure 79 : Détermination de la masse volumique du pain

Crédit photo Joselle Nacitas

c) Formulations des pains traditionnels

10 formulations (Tableau 45) ont été réalisées pour optimiser le volume, la grandeur et le nombre d'alvéoles dans la mie, et le craquant de la croûte.

Tableau 45 : Formulations testées pour la réalisation des pains traditionnels

Farine de Fruit à Pain	Eau (% poids farine)	Levure fraîche (% poids farine)	Procédé
Témoin 1	60	1,44	2 pétrissages de 7 min à 80 rpm
22 %	65		
Témoin 2	60	2	1 pétrissage de 14 min à 80 rpm
22 %	60		
Témoin 3	60	2	2 pétrissages de 7 min à 80 rpm et de 7 min à 220 rpm
22 %	70		
22 %	80		
22 % tamisée (tamis 400 μ)	80		
22 % sarrasin	65		
30 %	85		

d) Formulations des pains au beurre (spécialité martiniquaise)

7 formulations (Tableau 46) ont été réalisées pour affiner les résultats en termes de volume, de grandeur et nombre d'alvéoles dans la mie, et de moelleux de la croûte.

Tableau 46 : Formulations testées pour la réalisation des pains au beurre

Farine de Fruit à Pain	Taux d'hydratation (lait + œuf) (% poids farine)	Levure fraîche (% poids farine)	Procédé
Témoin 1	48	0,36	Pétrissage 20 min, 80 rpm, façonnage sans repos
30 %			
Témoin 2	48	0,66	Pétrissage 20 min, 80 rpm
30 %	54	0,66	
30 %	58	0,66	
30 %	58	2,5	
30 %	58	2,5	Pétrissage 26 min, 80 rpm

De ces essais, nous avons affiné les paramètres afin d'obtenir des formulations optimisées (Tableaux 51 et 53) :

- 3 types de pains traditionnels ; témoin : 100 % farine de blé, substitution n°1 : 11 %, substitution n°2 : 22 %, substitution n°3 : 30 %
- 4 types de pain au beurre ; témoin : 100 % farine de blé, substitution n°1 : 22 %, substitution n°2 : 30 %, substitution n°3 : 30 % + enzymes, substitution n°4 : 35 %

Le taux d'hydratation a été ajusté au cours du pétrissage, en fonction de la texture de la pâte, jusqu'à ce que la pâte soit non collante et jugée satisfaisante. L'intensité et la durée de pétrissage ont également été adaptées en fonction du collant et de l'élasticité de la pâte.

IV.5.1.2 Méthodes d'analyses

La qualité des produits extrudés puis expansés en crackers a été déterminée à partir de leur fermeté. Dans le cas des essais de panification, la qualité des pains obtenus a été évaluée par traitements d'image de la structure alvéolaire.

IV.5.1.2.1 Fermeté des produits expansés

La fermeté des produits expansés, exprimée en Newton (N), a été mesurée avec un analyseur de texture LLOYD Instruments TApplus™, en imposant une vitesse de 100 mm.min⁻¹ et une distance de descente de 5 mm à partir du contact avec l'échantillon à l'aide d'un piston (cellule d'Ottawa) en 10 répétitions.

IV.5.1.2.2 Imagerie des produits de panification

La résolution d'une image numérique composée de points (ou pixels) est définie par la densité des points par unité de surface. Plus la résolution est grande, plus la finesse de l'image est grande. La résolution s'exprime en dpi (*dots per inch* ; ou ppp : points par pouce, ou pixels par pouce). Un pouce est égal à 2,54 cm.

Mode opératoire : Les analyses d'images ont été effectuées sur les formulations optimisées : 4 types de pain traditionnel et 5 types de pain au beurre (spécialité martiniquaise).

3 pains par formulation ont été tranchés de manière uniforme par une trancheuse pour obtenir 6 tranches par pain d'une épaisseur de 1 cm. Les tranches ont été choisies le plus au centre possible pour être scannées (Epson Perfection V100 photo).

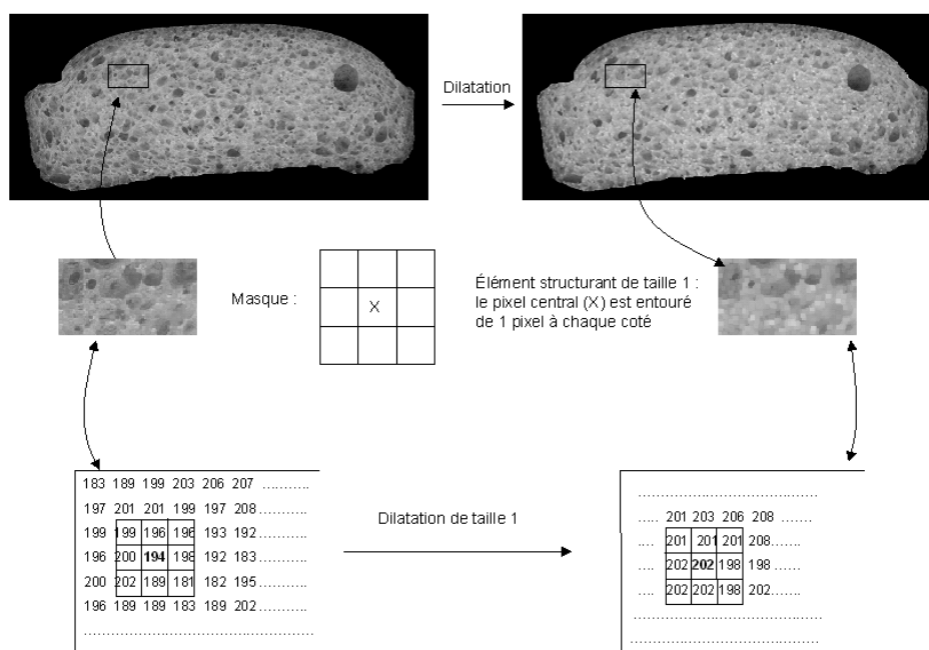


Figure 80 : Une opération de morphologie mathématique
Devaux et al., 2005

Les images obtenues subissent des étapes de prétraitements : le passage de l'image RGB (red green blue) en niveau de gris (NG), et l'érosion du masque de la tranche pour éliminer la croûte dans l'analyse de la texture de la tranche. La texture des images est évaluée par morphologie mathématique (Aubert et Jeulin, 2000). Cette méthode consiste à confronter chaque portion d'image à un masque dit « élément structurant » (Figure 80). Nous travaillons avec un élément structurant de forme carré. Il est de taille 1 pour un carré de 3x3 pixels, de 2 pour un carré de 5x5 pixels...

Elle utilise 2 opérations de base : l'érosion et la dilatation (Figure 81). La dilatation affecte la valeur maximale des niveaux de gris des pixels recouverts par l'élément structurant au pixel central. Les éléments sombres dont l'une des dimensions est inférieure à la largeur de l'élément structurant sont affectés, l'image s'éclaircie. Cette opération est répétée : n opérations de taille 1 = une opération de taille n . Les alvéoles disparaissent progressivement avec la taille des dilatations. L'érosion affecte la valeur minimale des niveaux de gris au pixel central. Les parois des alvéoles disparaissent progressivement avec la taille des érosions, l'image s'assombrit.

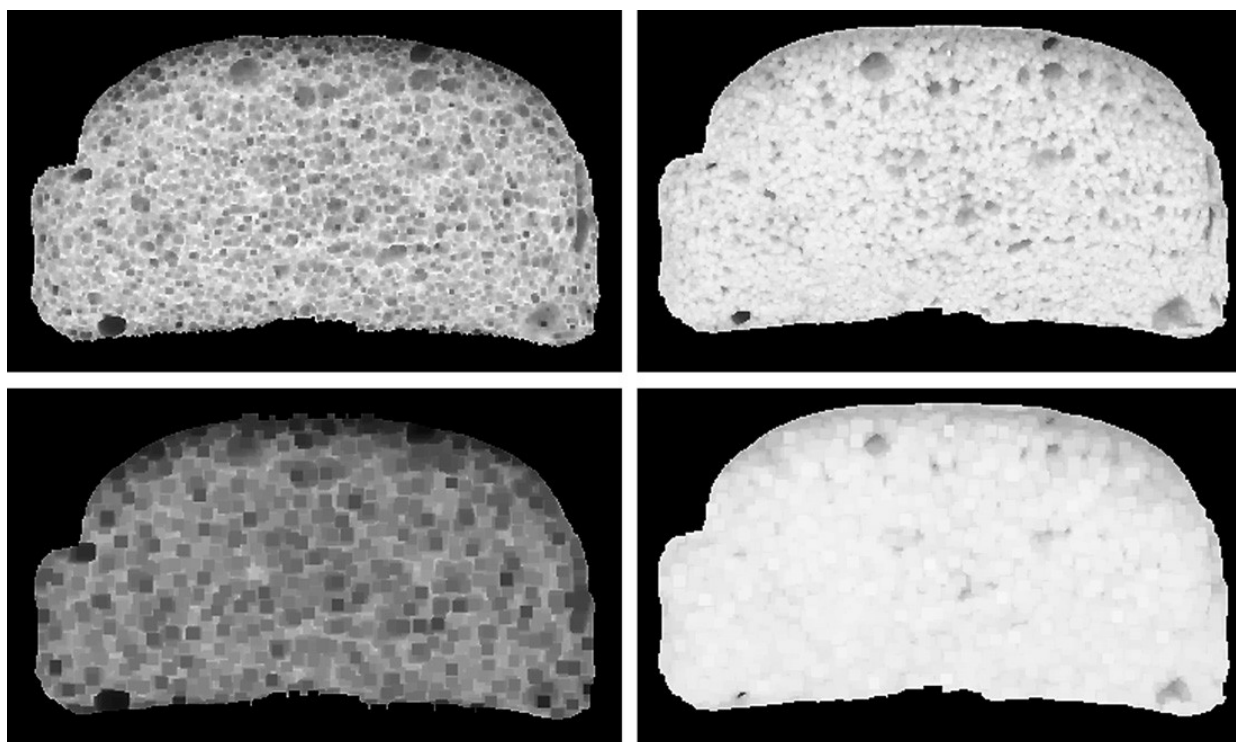


Figure 81 : Illustration des traitements d'érosion et de dilatation appliqués sur l'image d'une tranche de pain

1^{ère} ligne : érosion et dilatation de taille 5, 2^{nde} ligne : érosion et dilatation de taille 15

Lassoued et al. (2007)

Après chaque opération, le calcul de la somme des niveaux de gris $V(i)$ permet de tracer la courbe d'évolution depuis la plus grande étape de dilatation jusqu'à la plus grande étape d'érosion pour chaque image.

Le traitement des images est effectué avec le logiciel APHELION (société ADCIS).

A la fin du traitement, les courbes de variation des niveaux des gris sont normalisées pour comparer les textures d'images sur divers échantillons, d'après la relation suivante :

Avec :

$V_{(0)}$, la somme des niveaux de gris de l'image initiale

$V_{(f)}$, la somme des niveaux de gris de la dernière étape

Ces courbes expriment les variations d'intensité observées entre l'image initiale et la plus grande étape d'opération (érosion ou dilatation).

Selon Devaux et *al.* (1997), nous obtenons donc une courbe de granulométrie pour chaque image. Cette famille de courbes est analysée par l'analyse en composantes principales (ACP). Le calcul des variations et l'ACP sont réalisés avec le logiciel MATLAB.

L'ACP permet de décrire l'information contenue dans un tableau de données en tenant compte des corrélations existant entre elles. Elle s'applique à un tableau \mathbf{X} de n individus (dans notre cas il s'agit d'une courbe correspondant à une image) et de p variables (il s'agit de la taille d'une étape de décomposition d'images). L'information de tableau est résumée par un petit nombre de variables synthétiques non corrélées appelées « composantes principales ». Ces composantes correspondent à des combinaisons linéaires des variables d'origine (Devaux et *al.*, 2005) :

Avec : X_{ik} , la valeur de la $k^{\text{ème}}$ variable observée pour l'individu i ,

U_{kj} , la valeur du poids de la variable k dans la composante principale j ,

C_{ij} , la valeur de la composante principale j pour l' $i^{\text{ème}}$ individu.

Les composantes sont classées par ordre décroissant du pourcentage de variance initiale qu'elles décrivent. Ce pourcentage s'interprète comme la quantité d'information contenue dans la composante. Des cartes de ressemblance des courbes sont tracées à partir des valeurs des composantes prises deux à deux. Sur ces cartes, deux courbes qui se ressemblent sont proches.

IV.5.1.2.3 Analyses de la structure cristalline

L'Analyse Enthalpique Différentielle (AED) et la diffraction des rayons X ont été utilisées sur les produits extrudés et les différentes parties des pains (croûte, mie) afin de déterminer les structures cristallines et les complexations éventuelles de l'amidon.

IV.5.2 RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.5.2.1 Extrusion

L'extrusion a montré une très bonne machinabilité de la farine de fruit à pain sans obstruction de la filière et avec stabilisation rapide du flux. Le produit obtenu est brun avec une odeur caramélisée.

Les essais ont été effectués à 120 °C avec une extrudeuse monovis sur 2 farines, tamisée et non tamisée, préalablement hydratées à 27%.

IV.5.2.1.1 Analyse Enthalpique Différentielle des produits extrudés

Les valeurs obtenues en AED pour les produits extrudés et les farines sont présentées dans le tableau 47.

Tableau 47 : Caractéristiques mesurées en AED des farines et des produits extrudés

Types	Echantillons	Température gélatinisation (°C)	Enthalpie gélatinisation (J.g ⁻¹)
Farines	FF1	73,6 ± 0,15	20,8 ± 0,18
	FF2	74,2 ± 0,11	13,7 ± 0,07
Produits extrudés	Farine non tamisée	109,8	5,1
	Farine tamisée	111,0	4,7

Les températures de gélatinisation (T_m) sont respectivement de 109,75 °C et de 111,01 °C pour les produits extrudés à base de farine non tamisée et ceux en base de farine tamisée. Ces pics de fusion vers 100°C sont habituellement attribués à des complexes amylose - lipides. Ces valeurs sont bien supérieures à celles obtenues par les farines natives, qui ont des thermogrammes classiques autour de 74 °C. Cependant, les produits extrudés ont été obtenus à partir de farine uniquement, pauvre en lipides. Ces pics à 100 °C ne sont donc pas explicables. Les enthalpies de gélatinisation (ΔH) ont été de 5,053 J.g⁻¹ pour les produits extrudés à base de farine non tamisée, et de 4,68 J.g⁻¹ pour ceux à base de farine tamisée.

IV.5.2.1.2 Diffraction des rayons X des produits extrudés

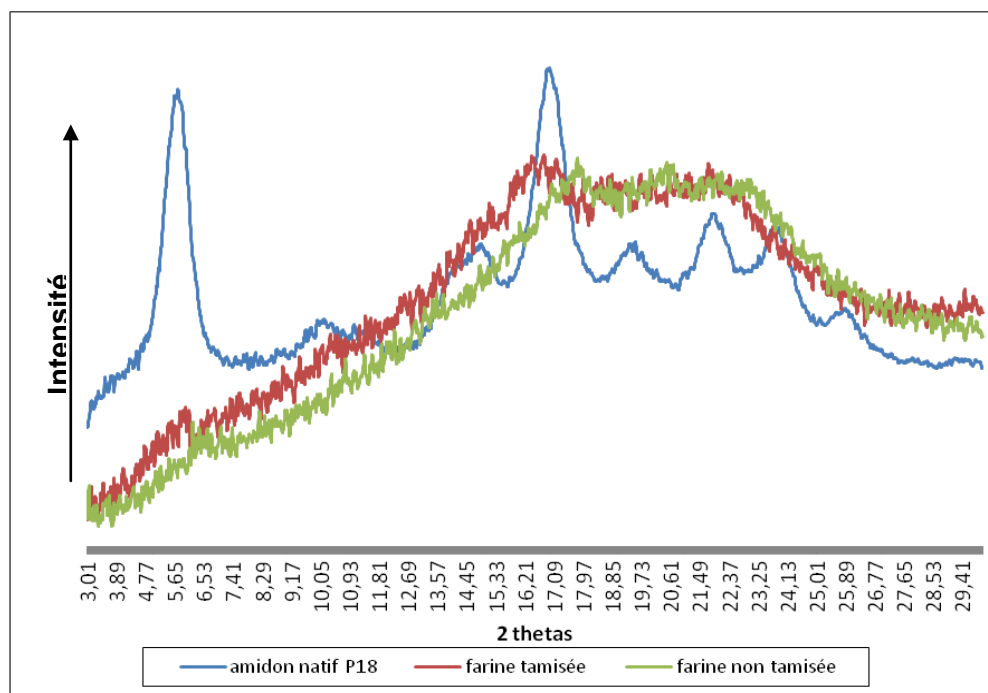


Figure 82 : Diagrammes de diffraction des produits extrudés

La figure 82 montre que parmi les amidons contenus dans les produits extrudés certains restent de type B. La cuisson a été incomplète, où il s'agit là d'amidon rétrogradé. Les complexes amylose – lipides (type Vh) qui pourraient correspondre aux endothermes de fusion observés en AED ne sont pas visibles dans les diagrammes de diffraction des rayons X. Ces complexes ont pu se former lors de l'analyse AED au cours du chauffage.

IV.5.2.2 Produits expansés

IV.5.2.2.1 Applications

L'expansion des produits extrudés a été réalisée par 3 types de chauffage : four à micro-ondes, four à chaleur tournante, et friture en bain d'huile.



Figure 83 : Expansion au four à micro-onde (800 W)

(A) Farine non tamisée – (B) Farine tamisée

La figure 83 montre des photos de farines expansées par chauffage au four à micro-onde. L'expansion s'est déroulée du milieu vers les extrémités, et sans atteindre la totalité de l'échantillon. Il est à noter une légère différence pour les durées de cuisson : 20 sec pour les crackers à base de farine tamisée contre 25 à 30 sec pour ceux à base de farine non tamisée.

Les aspects sont également différents : plus gonflés avec une surface lisse et une couleur beige pour les produits à base de farine tamisée, mais brûnis pour ceux à base de farine non tamisée.



Figure 84 : Expansion au four traditionnel

(A) Farine non tamisée (250 °C) – (B) Farine tamisée (270 °C)

(C) Farine non tamisée (250 °C) – (D) Farine non tamisée (270 °C)

La figure 84 présente le résultat de l'expansion par chauffage au four traditionnel sur les 2 types de farines étudiés. Le constat est que l'expansion commence des extrémités pour une cuisson de 20 à 37 sec. Le brunissement est uniforme avec un aspect plus lisse et plus gonflé pour les crackers à base de farine tamisée.

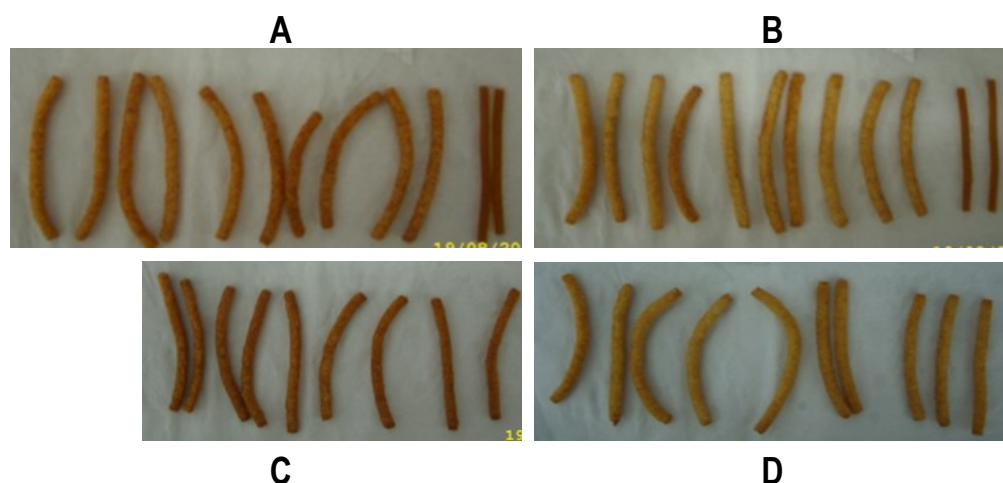


Figure 85 : Expansion en friture en bain d'huile

(A) Farine non tamisée (170 °C) – (B) Farine tamisée (190 °C)

(C) Farine non tamisée (170 °C) – (D) Farine non tamisée (190 °C)

La figure 85 présente le résultat de l'expansion par chauffage en friture en bain d'huile sur les 2 types de farines. L'expansion s'est réalisée uniformément longitudinalement et latéralement pour une durée de cuisson de 6 à 9 sec. Les crackers obtenus sont dorés et bien gonflés.

Cependant le gonflement est moindre et le brunissement plus important pour les produits à base de farine non tamisée.

Tableau 48 : Taux d'expansion des crackers

		Four à micro-ondes	Four traditionnel		Friture en bain d'huile	
		800 W	250 °C	270 °C	170 °C	190 °C
Taux d'expansion (%)	Farine tamisée (< 400 µ)	0,1	0,1	0,1	0,5	0,6
	Farine NON tamisée	0,1	0,2	0,3	0,4	0,7

Le tableau 48 présente les taux d'expansion des crackers, à base de farine de fruit à pain, qui s'échelonne de 0,1 à 0,7 %. Les valeurs les plus faibles ont été obtenues pour les crackers expansés au four à micro-ondes, et les plus fortes par la méthode de friture en bain d'huile. Ces résultats démontrent que le taux d'expansion est plus satisfaisant après traitement en bain de friture, par comparaison au four à micro-ondes ou au four traditionnel.

Pour conclure les observations, l'expansion au four à micro-ondes a donné les crackers les moins satisfaisants en termes d'expansion à l'opposé de ceux obtenus par friture en bain d'huile.

De manière générale, l'expansion est faible et les crackers obtenus sont durs en bouche. Cette faible expansion peut être due à l'absence de gluten dans le fruit à pain qui ne favorise donc pas l'emprisonnement d'air favorable au gonflement. Les crackers à base de farine non tamisée ont subi un brunissement non enzymatique plus important qui pourrait être due à des réactions de Maillard plus intenses.

IV.5.2.2.2 Fermeté des crackers

Le tableau 49 présente les différentes fermetés mesurées sur les 10 types de produits expansés observés.

Tableau 49 : Fermeté des crackers

		Four à micro-ondes	Four traditionnelle		Friture en bain d'huile	
		800 W	250 °C	270 °C	170 °C	190 °C
Fermeté (N)	Farine tamisée (< 400 µ)	18,53 ± 7,49	19,15 ± 6,15	24,49 ± 7,60	18,70 ± 4,26	23,04 ± 7,32
	Farine NON tamisée	17,14 ± 2,81	20,03 ± 5,91	26,18 ± 8,53	20,65 ± 9,61	24,50 ± 7,71

Nous observons pour une même technique de chauffage une fermeté plus élevée pour les crackers obtenus à chaleur plus forte. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les crackers les plus « durs » soient plus « cuits ». Les crackers expansés au four à micro-ondes ont une fermeté plus faible que les autres certainement parce qu'ils ne sont pas assez « cuits ».

La meilleure méthode pour obtenir des crackers dorés au gonflant uniforme est l'expansion par friture en bain d'huile. Cependant ces crackers à base de farine de fruit à pain donnent un résultat moindre que les crackers commercialisés à base de farine de céréales en matière de gonflant (expansion faible) et de fermeté (texture dure).

Des essais complémentaires sont à faire pour améliorer les crackers à base de fruit à pain. La texture dure et la faible expansion peuvent être liées également à la température de cuisson extrusion, au type de filière choisi, au taux de réhydratation choisi pour la farine. Il s'agit d'essais préliminaires, qu'il faudra poursuivre par un plan d'expériences sur les formulations et les paramètres de traitements thermiques. Il faut surtout retenir que la cuisson-extrusion d'un mix 100% fruit à pain est possible, ne colle pas à la filière, que le produit est lisse et homogène en sortie de filière, et qu'un certain niveau d'expansion est obtenu.

IV.5.2.3 Produits de panification

Le pain traditionnel et le pain au beurre (spécialité martiniquaise) ont été retenus pour ajuster les procédés et les formulations déjà élaborés au PARM dans le but d'identifier les facteurs influant sur le produit fini, et sélectionner le niveau de substitution optimal.

Des procédés et recettes issus des travaux menés par le PARM en 2009 et 2010, centre technique agroalimentaire ont été utilisés; ces travaux ont montré qu'un niveau de substitution de l'ordre de 20 - 30% en fruit à pain (pain traditionnel), 20 - 35% (pain au beurre) donne des produits de qualités organoleptiques satisfaisantes, avec une texture du pain acceptable. Au-delà, la levée du paton, qui est difficile au moment de la pousse, et la texture pain sont juste satisfaisantes (dense, peu alvéolée) et la hauteur du pain est faible.

IV.5.2.3.1 Influence de l'ajout de farine de fruit à pain sur la panificationa) Propriétés panifiables des différentes substitutions des farines

Le tableau 50 montre les caractéristiques des farines à différents degré de substitution afin de voir les effets sur leur la panification.

Tableau 50 : Propriétés de panifiables des farines

FAP : fruit à pain, ND : non dosable

Farines		Témoin (100 % blé)	17 % FAP	22 % FAP	30 % FAP	35 % FAP	100 % FAP
Teneur en eau		14,1	13,8	13,6	13,4	13,3	--
Temps de chute de Hagberg (sec)		281	300	319	350	375	ND
Alvéographe Chopin	P	105	--	--	--	--	--
	L	56	--	--	--	--	--
	G	16,7	--	--	--	--	--
	W	253	--	--	--	--	--
	P / L	1,88	--	--	--	--	--
	LE	64,8	--	--	--	--	--
Teneur en gluten (g / 100 g)	Humide	25,2	22,0	19,9	13,4	15,1	ND
	Index	97,5	96,4	95,5	97,1	98,3	ND
	Sec	8,6	7,5	7,0	4,7	5,4	ND
Farinographe Brabender	Absorption d'eau (%)	57,5	64,7	65,8	69,6	70,8	ND
	Temps développement (min)	1,5	2,0	4,5	7,5	9,5	ND
	Stabilité (min)	1,5	6,5	7,0	6,0	5,0	ND
	Degré d'affaiblissement (UF)	95	95	100	105	--	ND

De prime abord, les mesures de l'alvéographe Chopin n'ont pas été possibles dès lors qu'il y a eu présence de farine de fruit à pain, ainsi qu'à la teneur de 100 % de farine de fruit à pain où cela à été le cas pour toutes les mesures.

Le temps de chute de Hadberg va de 281 à 375 sec. Plus la quantité de farine de fruit à pain est grande, et plus le temps de chute augmente. Ces valeurs démontrent que le pain aura une mie très compacte, ce qui peut être également dû à la présence d' α -amylase rendant la pâte collante. Une bonne activité amylasique est comprise entre 220 et 250 sec. La teneur en gluten diminue globalement avec l'augmentation de la quantité de farine de fruit à pain. A 100 % de farine de fruit à pain, le gluten n'est plus dosable conformément à l'étude de Fasano et *al.* (2003). L'absence de gluten dégrade la valeur boulangère car c'est le réseau formé par le gluten qui emprisonne les gaz provoquant le gonflement de la pâte avec une mie alvéolée. Au farinographe, l'absorption d'eau, le temps de développement et le degré d'affaiblissement augmentent avec la quantité de farine de fruit à pain mélangée. Ces paramètres montrent que

trop d'eau absorbé, un temps de développement trop rapide ne contribuent pas à une bonne la valeur boulangère.

b) Pains traditionnels

A partir des résultats obtenus lors des premiers essais, 3 procédés (Tableau 51) ont été retenus.

Tableau 51 : Formulations retenues des pains traditionnels

Farine de Fruit à Pain (tamisée 400 μ)	Eau (% poids farine)	Levure fraîche (% poids farine)	Procédé
Témoin (100 % blé)	60	2	2 pétrissages de 7 min, 80 rpm ; 7 min 220 rpm
11 % FAP	75		
22 % FAP	80		
30 % FAP	85		

Pour se rapprocher du pain traditionnel à base de 100 % de farine de blé, les pains avec ajout de farine de fruits à pain ont nécessité un taux d'hydratation supérieur de 15 à 25 %, un pétrissage lent puis intensif, et une fermentation plus longue (1h au lieu de 21 min mesurée au moyen du mesureur de pousse). Le tamisage de la farine a permis d'améliorer le pétrissage et d'obtenir une pâte plus lisse (réalisé avec un tamis de 400 μ).

Tableau 52 : Caractéristiques des pains traditionnels avec ajout de différentes teneurs de farine de fruit à pain

FAP : fruit à pain, M/V : masse volumique

Farine de Fruit à Pain (tamisée 400 μ)	Témoin (100 % blé)	11 % FAP	22 % FAP	30 % FAP
Mesure de pousse (1h00)	2,1 à 3,8	2 à 3,6	1,6 à 3,9	1,6 à 3,4
Poids pâton (g)	330	330	330	330
Poids baguette (g)	266,40	269,68	268,97	261,59
Poids Pain court(g)	278,82	274,32	278,41	289,80
Rendement cuisson baguette (%)	80,73	81,72	81,51	79,27
Rendement cuisson pain court (%)	84,49	83,13	84,37	85,00
M/V baguette (g.mL ⁻¹)	0,264	0,301	0,412	0,490
M/V pain court (g.mL ⁻¹)	0,265	0,306	0,377	0,460

Le tableau 52 montre que quel que soit le niveau de substitution, le rendement de fabrication varie peu et est similaire à celui du témoin (84% pains courts, 81% baguettes). L'ajout de farine de fruit à pain ne modifie pas le volume de production envisageable, mais la densité et la taille des pains.

L'incorporation de farine de fruit à pain diminue la valeur boulangère, la masse volumique augmentant en parallèle avec la diminution du taux de farine de blé dans la formulation : d'environ 0,2 g.mL⁻¹ pour 100 % de farine de blé à environ 0,5 g.mL⁻¹ pour 30 % de farine de fruit à pain. Ce changement de masse volumique pourrait être dû à la présence de fibres ou d'enzymes dans la farine de fruit à pain. Ces enzymes amylolytiques pourraient dégrader une

partie des grains d'amidon qui devraient demeurer intact surtout dans la croûte, la rendant molle. Ce phénomène serait avantageux pour la masse volumique mais négatif pour le croustillant de la croûte.

L'augmentation de l'intensité de pétrissage a été bénéfique sur la masse volumique, passant de $0,460 \text{ g.mL}^{-1}$ à $0,377 \text{ g.mL}^{-1}$ après ajustage des premiers essais, cependant l'addition d'additifs usuels tels que des hémicellulases ou des émulsifiants pourrait être alors envisagée pour s'approcher de $0,2 \text{ g.mL}^{-1}$ pour le pain traditionnel.

Les pâtes avec ajout de 22 et 30 % de farine de fruit à pain étaient plus poreuses, dans ce cas la fermentation ne peut pas être prolongée car la production gazeuse est faible et / ou l'emprisonnement des gaz était moins efficient.



Pâte après pétrissage (22% farine fruit à pain non tamisée)



Pâte après pétrissage (22% farine fruit à pain tamisée 400 μ)

Figure 86 : Effet du tamisage de la farine sur le lissage de la pâte

Crédit photo Sandra Adenet

Nous avons observé des difficultés de collant gênant le façonnage qui peut être dues à une activité amylasique. La présence de farine de fruit à pain a induit une résistance à l'échauffement accrue, par rapport à la farine de blé dans les mêmes conditions de pétrissage. Le tamisage de la farine a permis d'obtenir, en fin de pétrissage, une pâte plus lisse et plus homogène (Figure 86).

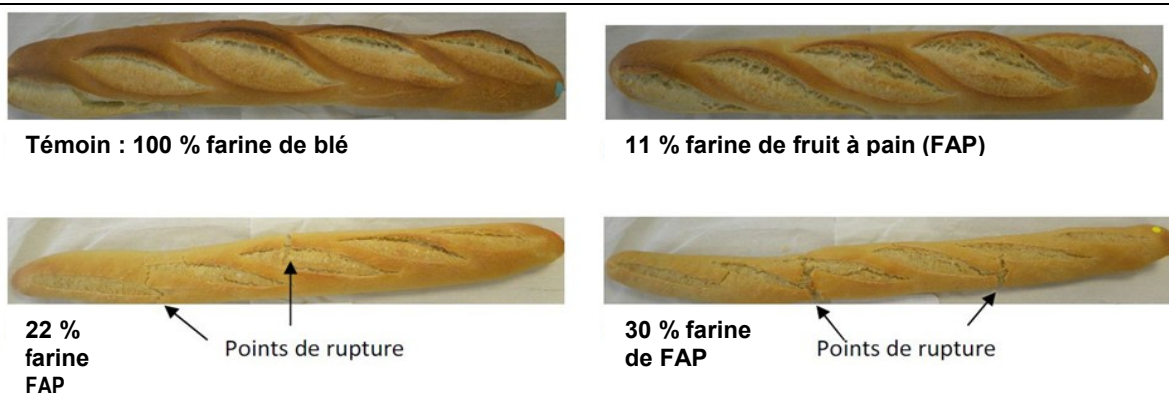


Figure 87 : Pains au format baguettes

Crédit photo Sandra Adenet

Entre 22 % et 30 % d'incorporation de farine de fruit à pain, le format « pain court » doit être privilégié et les pains obtenus devront être positionnés au niveau du marché des pains spéciaux. Pour ces niveaux de substitution, le format « baguette » doit être abandonné car la croûte obtenue est molle et présente un aspect insatisfaisant (Figure 87).

La meilleure formulation demeure celle avec un ajout à 11 % de farine de fruit à pain tamisée et 75 % d'eau avec un pétrissage rapide en format « pain court » (Figure 88).



Figure 88 : Pains au format « court »

Crédit photo Sandra Adenet

c) Pains au beurre (spécialité martiniquaise)

4 procédés (Tableau 53) ont été retenus selon les observations faites sur les premiers essais.

Tableau 53 : Formulations retenues des pains au beurre

Farine de Fruit à Pain (tamisée 400 μ)	Taux d'hydratation (lait + œuf) (% poids farine)	Levure fraîche (% poids farine)	Procédé
Témoin (100 % blé)	58	2,5	2 pétrissages 7 min, 80 rpm, 9 min 220 rpm
22 %	58		
30 %	63		
30 % (+ enzyme)	63		
35 % (+ enzyme)	71		

Pour se rapprocher du pain au beurre à base de 100 % de farine de blé, ceux avec ajout de farine de fruits à pain ont nécessité un taux d'hydratation supérieur de 10 à 23 %. La granulométrie de la farine a permis d'améliorer le pétrissage et d'obtenir une pâte plus lisse (réalisé avec un tamis de 400 μ).

Tableau 54 : Différences mesurées entre les pains au beurre

M/V : masse volumique

Farine de Fruit à Pain (tamisée 400 μ)	Témoin (100 % blé)	22 %	30 %	30 % (+ enzyme)	35 % (+ enzyme)
Mesure de pousse (40 min)	2 à 3,5	1,6 à 3	1,6 à 3	1,7 à 3,2	1,9 à 3,9
Poids pâton natte (g)	480	480	480	480	480
Poids Pain court (g)	330	330	330	330	330
Poids moyen natte (g)	433	437	431	428	435
Poids moyen pain court (g)	295,67	299,67	297,67	297,67	294,67
Rendement cuisson natte(%)	90,21	91,04	89,79	89,17	90,63
Rendement cuisson pain court (%)	89,60	90,81	90,20	90,20	89,29
M/V pain court (g.mL ⁻¹)	0,302	0,412	0,459	0,414	0,499

Le tableau 54 montre également que comme pour la fabrication du pain traditionnel, quel que soit le niveau de substitution, le rendement de fabrication varie peu et est similaire à celui du témoin (90%). L'ajout de farine de fruit à pain ne modifie pas le volume de production envisageable, mais la densité et la taille des pains.

L'incorporation de farine de fruit à pain a diminué la valeur boulangère ; 0,3 g.mL⁻¹ pour l'essai à 100 % farine de blé contre 0,5 g.mL⁻¹ pour un ajout de 35 % de farine de fruit à pain. L'essai 30 % de farine de fruit à pain avec ajout d'enzymes s'est révélé un peu plus satisfaisant que l'essai réalisé sans enzymes, permettant de ramener la masse volumique à des valeurs proches de celle de l'essai à 22 % de farine de fruit à pain.

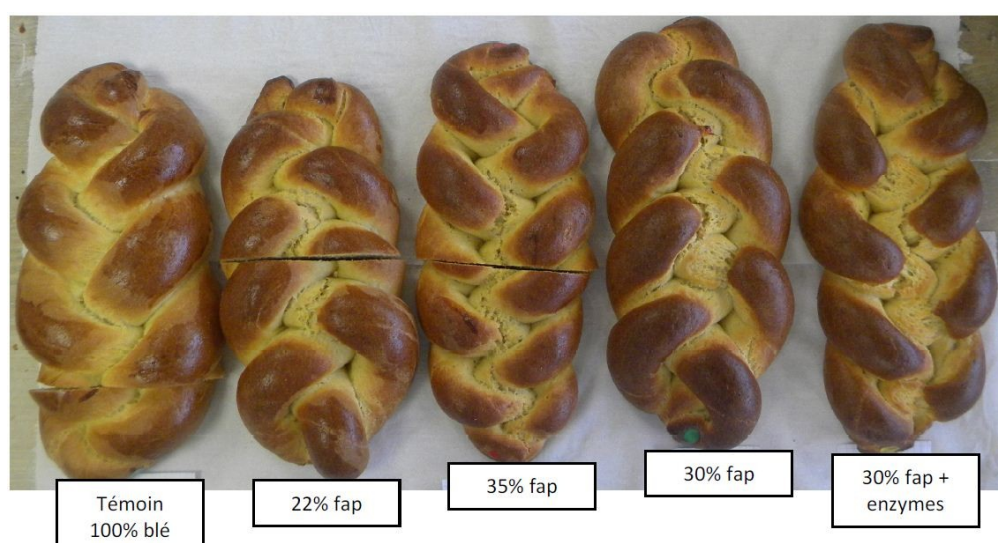


Figure 89 : Pains au beurre
Crédit photo Sandra Adenet

Les produits obtenus restent denses (Figure 89), cependant entre 30 % et 35 % d'incorporation de farine de fruit à pain avec enzymes, le produit fini obtenu est acceptable au niveau de la forme et du volume. Le cycle de pétrissage intensif testé, n'a pas eu d'effet significatif par rapport au pétrissage normal, la pâte demeure très collante à la paroi du pétrin.

La diminution de la valeur boulangère que nous avons observée lors du mélange de farine de fruit à pain à celle de blé dans les différentes formulations a été également soulignée dans les études précédentes (Olatunji et Akinrele, 1978 ; Nochera et Caldwell, 1992). Ce phénomène est explicable par l'absence de gluten dans le fruit à pain (Jones et *al.*, 2011) et ainsi de réseau, qui lors de la cuisson, emprisonne l'air et permet le gonflement de la pâte, par conséquent une mie très alvéolée.

IV.5.2.3.2 Analyses par imagerie des produits de panification

Les images obtenues ont une résolution de 800 dpi et une surface de 12 x 8 cm.

L'érosion s'est effectuée jusqu'à 70 % des niveaux de gris et des caches à 0,8 cm.

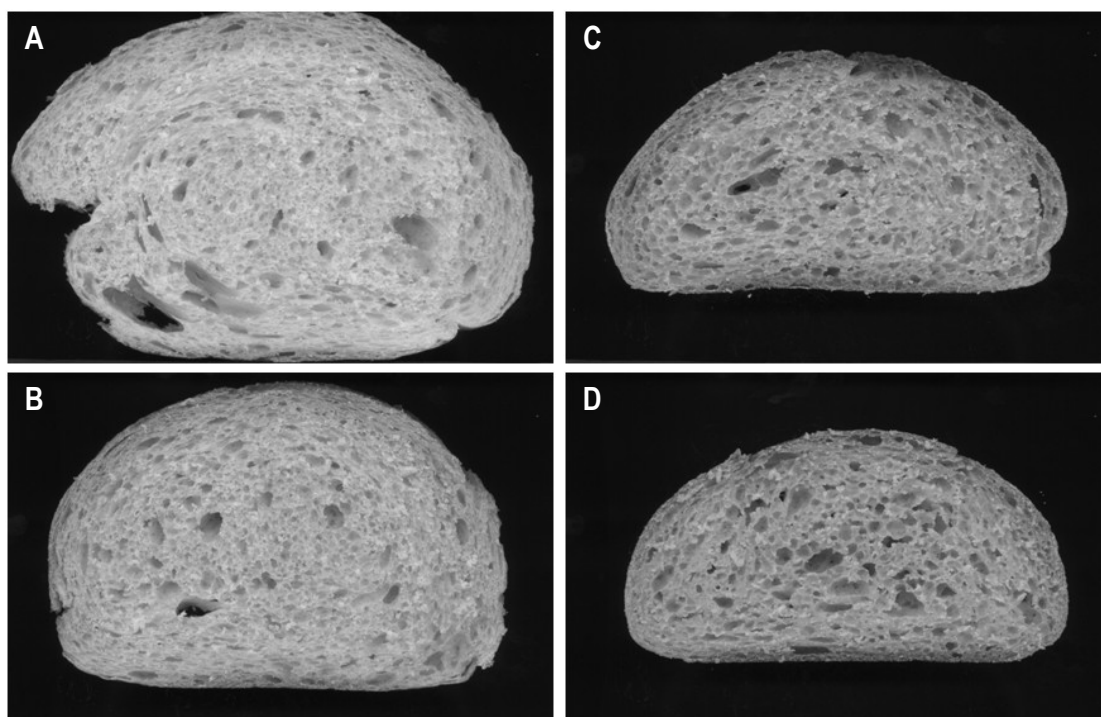


Figure 90 : Imagerie des pains traditionnels retenus

(A) Témoin pain traditionnel (100 % farine de blé), (B) + 11 % farine de fruit à pain, (C) + 22 %, (D) + 30 %

La figure 90 nous montre les effets de l'incorporation de farine de fruit à pain dans la fabrication sur la dimension et la couleur du pain traditionnel, la structure et la taille des alvéoles. En effet nous pouvons observer que plus le taux de farine de fruit à pain augmente, plus la surface de la tranche diminue, plus elle est foncée, plus la structure de la mie paraît régulière, et plus les alvéoles sont petites.

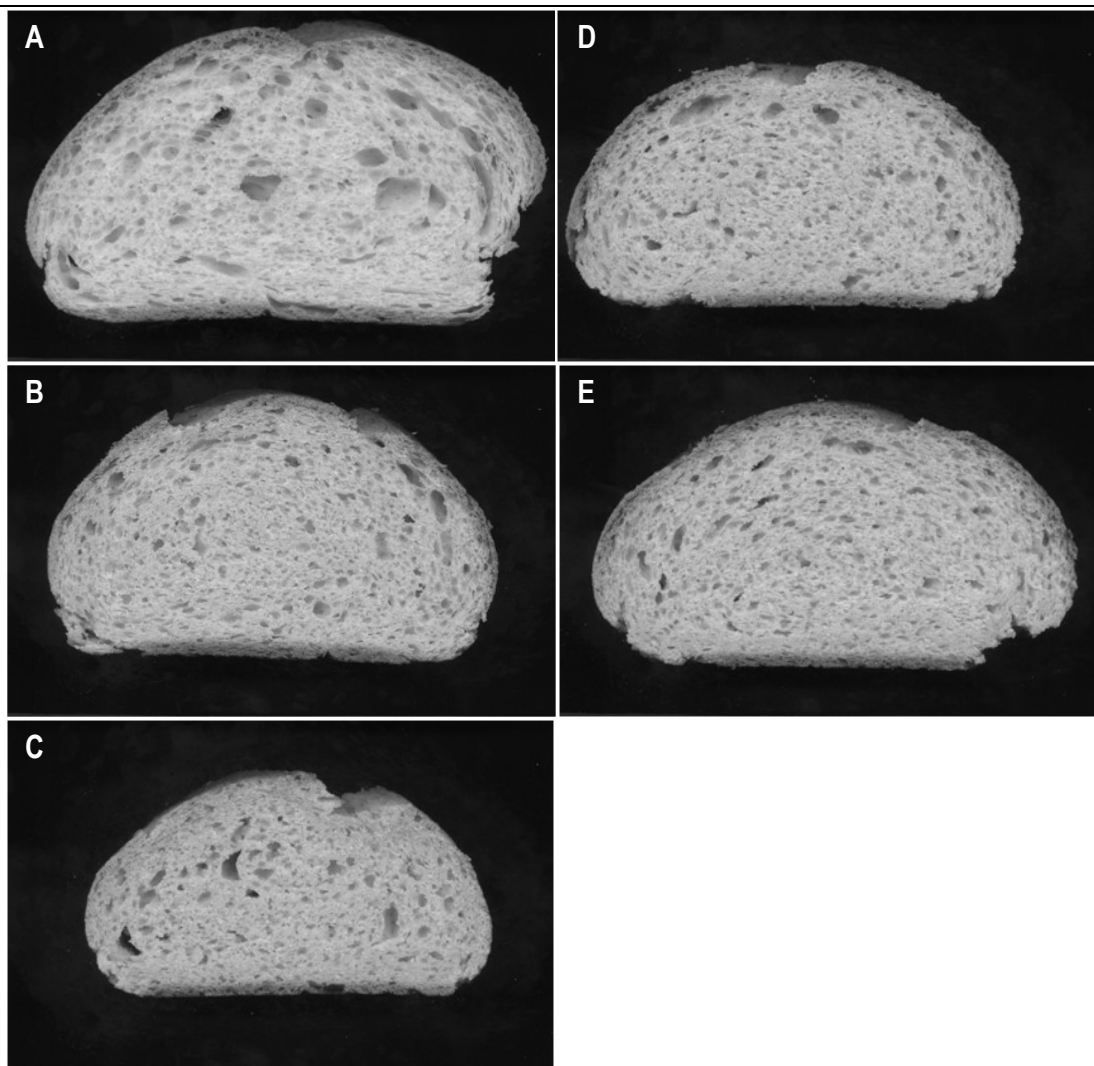


Figure 91 : Imagerie des pains au beurre retenus

(A) Témoin pain au beurre, (B) 22 %, (C) 30 %, (D) 30 % + enzyme, (E) 35 % + enzyme

La figure 91 nous montre les effets de l'incorporation de farine de fruit à pain dans la fabrication du pain au beurre. Nous pouvons observer les mêmes effets négatifs sur la valeur boulangère par rapport au pain traditionnel. Plus le taux de farine de fruit à pain incorporé augmente, plus la surface de la tranche diminue, plus la structure de la mie paraît régulière, et plus les alvéoles sont petites avec des parois plus épaisses. Nous notons cependant pour les essais avec ajout de 30 et 35 % de farine de fruit à pain et incorporation d'enzyme (Figures 91D et 91E), une amélioration de la valeur boulangère ramenée à l'équivalence de l'essai avec ajout de 22 % de farine de fruit à pain.

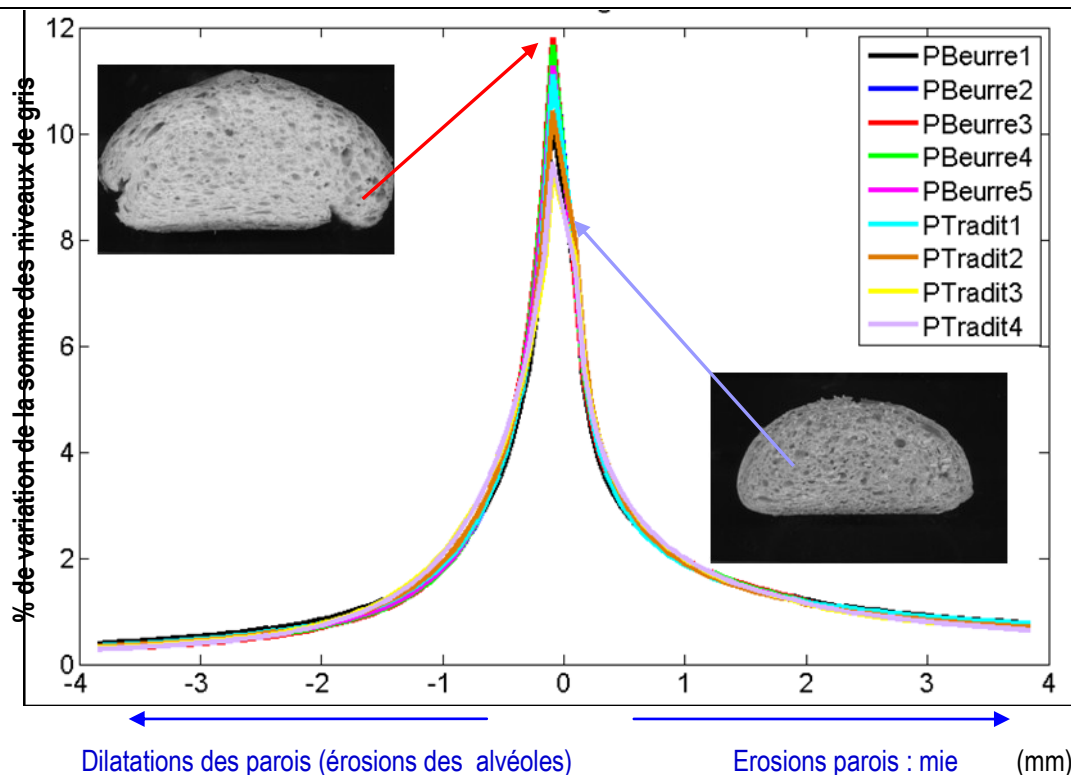


Figure 92 : Courbes moyennes de texture granulométrique en niveaux de gris
 (PBeurre1) Témoin pain au beurre, (PBeurre2) 22 %, (PBeurre3) 30 %, (PBeurre4) 30 % + enzyme,
 (PBeurre5) 35 % + enzyme, (PTradit1) Témoin pain traditionnel, (PTradit2) 11 %, (PTradit3) 22 %, (PTradit4) 30 %

La figure 92 permet de constater le résultat d'érosions et de dilatations successives sur les images traitées. La partie droite correspond à l'érosion des parois, c'est-à-dire la mie, et celle de gauche aux dilatations, c'est-à-dire à la disparition des alvéoles.

Plus le pic a un fort pourcentage de variation aux premières étapes, plus la texture de l'image est fine (selon l'opération considérée, parois ou alvéoles fines).

Nous comparons les 2 courbes extrêmes, l'échantillon n°4 du pain traditionnel (PTradit4) et l'échantillon n°3 du pain au beurre (PBeurre 3). L'échantillon n°4 correspondant à 30 % d'ajout de farine de fruit à pain a des alvéoles plus petites et la mie la plus régulière avec des parois fines que l'échantillon n°3 dont la formulation comprend 30 % de farine de fruit à pain et des enzymes.

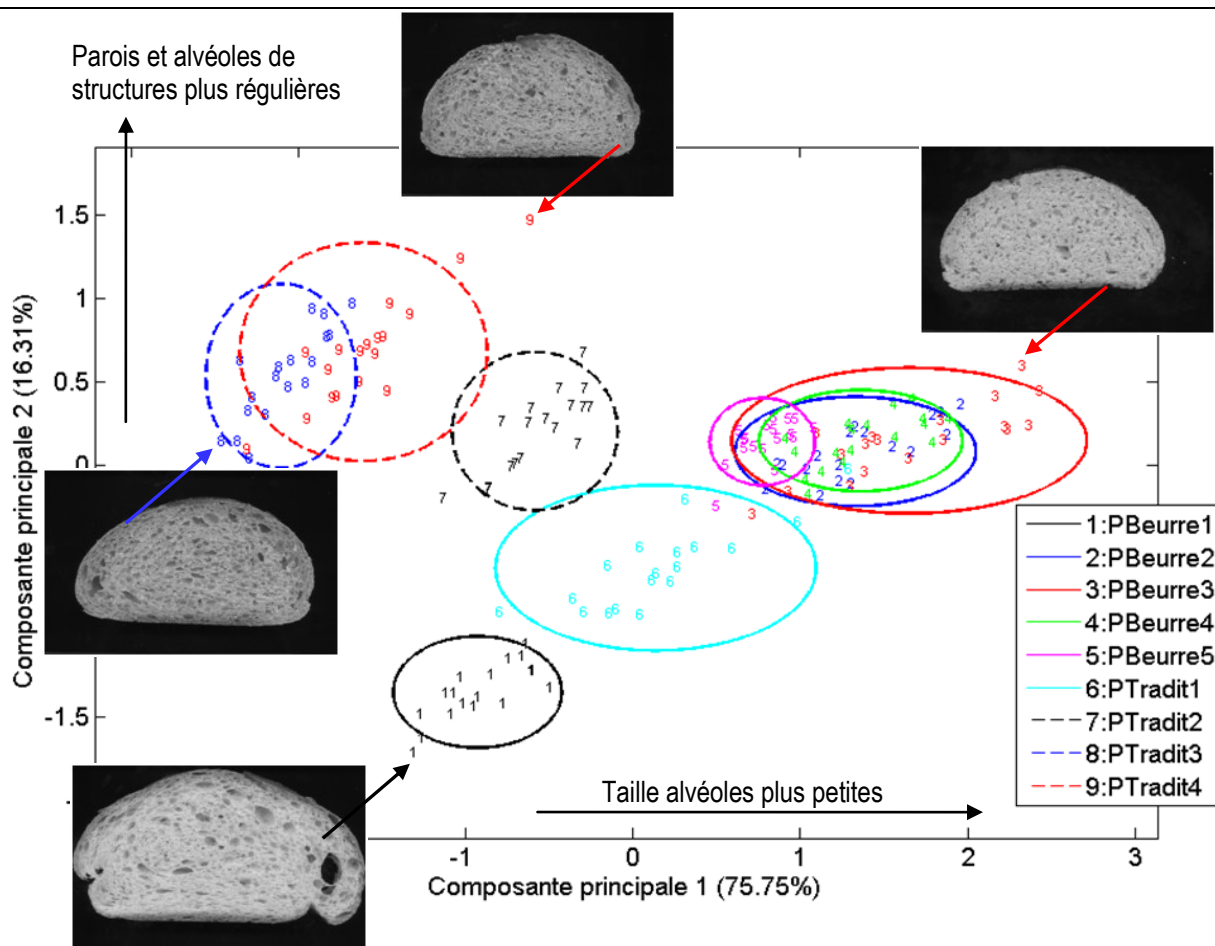


Figure 93 : Carte de ressemblance des pains retenus

(1) Témoin pain au beurre, (2) 22 %, (3) 30 %, (4) 30 % + enzyme, (5) 35 % + enzyme

(6) Témoin pain traditionnel, (7) 11 %, (8) 22 %, (9) 30 %

La carte de ressemblance (Figure 93) montre les relations entre les différents pains analysés. Les Axes 1 et 2 représentent 92,06 % de l'information. L'axe 1 place les images selon la finesse des alvéoles. Elles sont petites à droite de la carte, opposées à la présence d'alvéoles moyennes à gauche. L'axe 2 est lié à la régularité de la structure des alvéoles et des parois.

Les profils des vecteurs propres, dont découle la carte de ressemblance montrent les types de morphologies des textures à la figure 94.

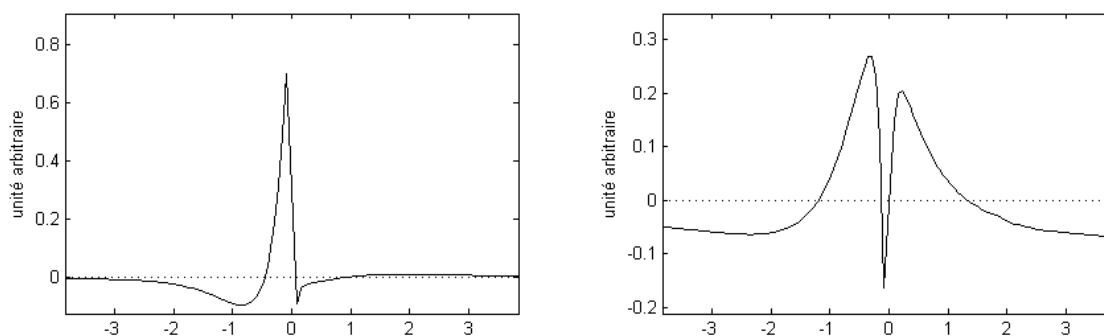


Figure 94 : Profils des vecteurs propres de la carte de ressemblance

Le premier profil montre que la composante principale 1 est liée à la taille des alvéoles. La partie de gauche de cette composante, en négatif, montre la présence de beaucoup d'alvéoles de largeur autour de 1 mm, c'est à dire moyennes à grosses. A l'opposé, la partie de droite de la composante, les structures ont des alvéoles fines.

Le second profil associe la présence concomitante d'alvéoles moyennes et de parois moyennes. Nous observons que les images en haut de la carte, au-dessus de 0, présentent une structure régulière avec un aspect plus épais des parois. Celles du bas ont des parois plus distinctes, d'aspect plus lisse.

En observant la figure 94, nous constatons une grande dissemblance au niveau des pains au beurre entre le pain au beurre témoin (100 % de farine de blé) et ceux avec ajout de farine de fruit à pain. En regardant les pains traditionnels, le bilan semble similaire, cependant le pain traditionnel avec 11 % d'ajout de farine de fruit à pain se retrouve à l'intermédiaire des 2 groupes dont la texture se rapprocherait de celle de son témoin. Nous constatons également que les pains au beurre supplémentés en farine de fruit à pain se rapprochent visuellement du pain traditionnel.

Le pain au beurre témoin a des alvéoles moyennes. La structure de ses alvéoles et de sa mie sont les moins régulières due à la structure plus aérée de la mie, des parois épaisses, contrairement aux pains traditionnels avec 22 – 30 % d'ajout de farine de fruit à pain (PTradit 8-9). Le pain au beurre avec 30 % d'ajout de farine de fruit à pain (Pbeurre 3) a une structure alvéolaire et une structure de mie plus régulières, ainsi que les alvéoles les plus petites, lui donnant un aspect semblable à un gâteau.

IV.5.2.3.3 Analyse Enthalpique Différentielle des produits de panification

Les grains d'amidon de tous les types de pains étudiés et quelle que soit la partie prélevée sont complètement dégradés, il n'y a aucun pic de gélatinisation.

IV.5.2.3.4 Diffraction des rayons X des produits de panification

Les figures 95 et 96 présentent les diagrammes de diffraction des amidons persistants après cuisson des pains traditionnels et des pains au beurre.

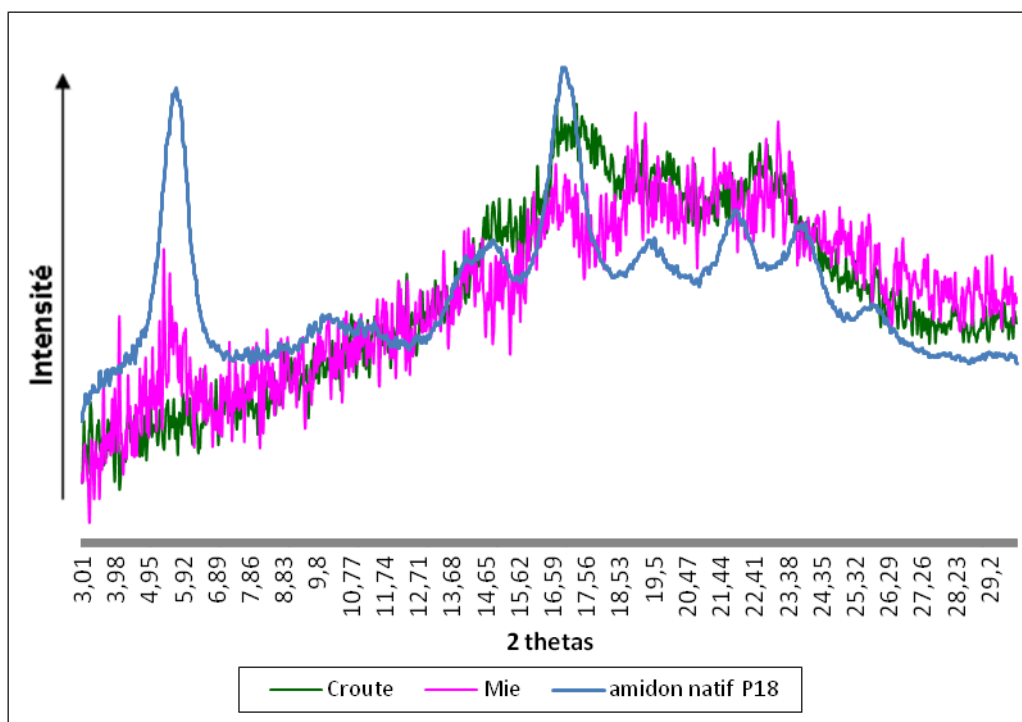


Figure 95 : Diagrammes de diffraction des rayons X pour un pain traditionnel

Au niveau de la croûte du pain traditionnel, les amidons ont une cristallinité de type A. Cette transition du type B vers le A pourrait être due à l'insuffisance d'eau pour gélatiniser l'amidon dans la croûte.

Au niveau de la mie du pain traditionnel, les amidons ont une cristallinité de type B. Une rétrogradation des amidons a pu s'opérer avant la mesure de diffraction aux rayons X, de plus quelques pics peu intenses caractéristiques du type V_h et de la complexation de l'amylose avec des lipides sont observés alors qu'il n'y a pas de matière grasse ni dans la formulation et ni dans la farine initiale.

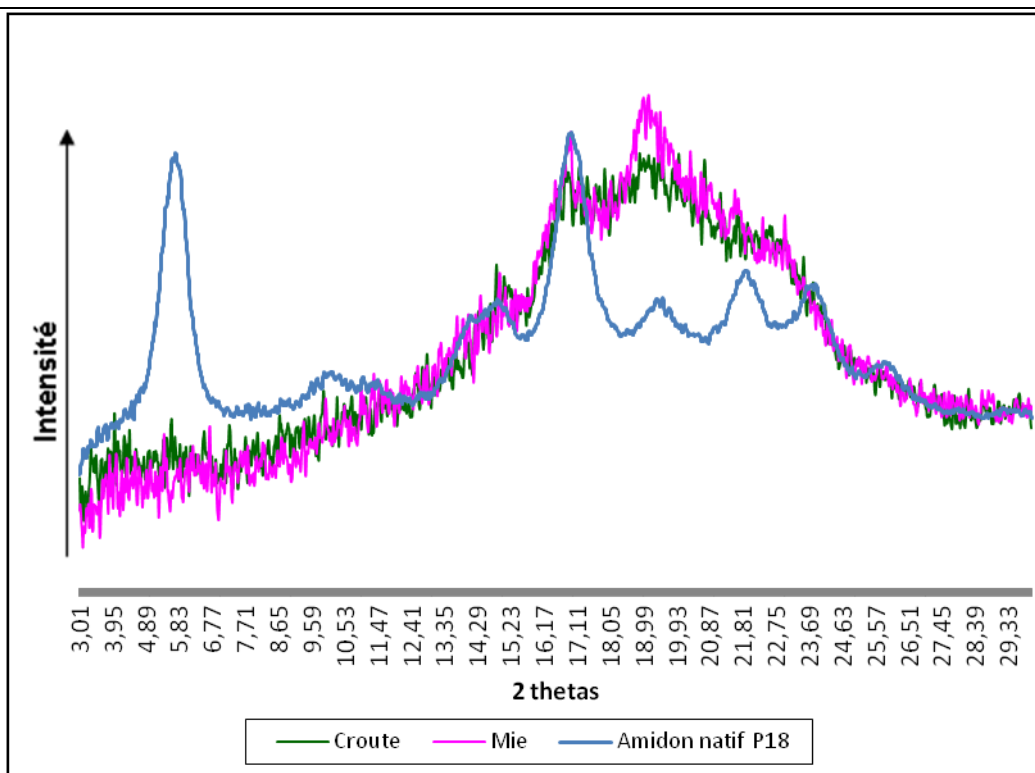


Figure 96 : Diagrammes de diffraction des rayons X pour un pain au beurre

Dans le cas du pain au beurre, les 2 parties analysées (croûte et mie) sont de types cristallin B et Vh. Les pics caractéristiques de la forme Vh et notamment celui qui apparaît à $2\theta = 19,9^\circ$ sont beaucoup plus intenses ce qui démontre que la complexation est beaucoup plus importante dans le pain au beurre ce qui est en accord avec la présence dans la formulation de lipides ajoutés (margarine). Le type B peut être dû à la rétrogradation des amidons. Il n'y a pas de type A au niveau de la croûte car la teneur en eau utilisée pour la panification du pain au beurre ne l'avantage pas, contrairement au pain traditionnel.

IV.5.3 CONCLUSION

En application alimentaire de type crackers les résultats n'ont pas été satisfaisants avec 100 % de farine de fruit à pain. Dans ce type d'application, il est semble nécessaire d'utiliser des mélanges de farines à différents stades de substitution pour obtenir un produit plus expansé.

En panification l'incorporation de farine de fruit à pain est possible jusqu'à 25 – 30 % mais a un impact négatif sur la valeur boulangère corroboré par les propriétés des mélanges de farines. Des essais de pains traditionnels supplémentaires devront être réalisés. Il s'agira de sélectionner le niveau de substitution optimal (22 % à 30 %), d'affiner le taux d'hydratation, de tester un niveau de granulométrie moindre de la farine de fruit à pain et l'ajout d'améliorants de panification.

Tout comme le pain traditionnel, l'ajout de farine de fruit à pain n'améliore pas la panification des pains au beurre. Des essais de pains au beurre supplémentaires devront être réalisés. Il s'agira de sélectionner le niveau de substitution optimal (30 % à 35 %), d'affiner le taux d'hydratation, de tester un niveau de granulométrie moindre de la farine de fruit à pain et des améliorants de panification tel que des enzymes ou des hydrocolloïdes tel que le xanthane, la gomme de guar ou de caroube (Huang, 2009) pour palier à l'absence de gluten qui permet une panification acceptable.

Cependant le format de « pain court » est attrayant dans un positionnement des pains spéciaux, et la farine a pain pourrait être utilisable pour de nouveaux produits accompagnant l'apéritif ou les salades et les soupes (crouton aromatisés par exemple) ... Il est également important d'envisager son positionnement pour la réalisation de produits alimentaires à effet santé, de par l'absence de gluten et son index glycémique moyen, qui en font un atout majeur pour les personnes atteintes de maladie cœliaque ou de diabète. Une orientation vers un pain sans gluten, à 100 % de farine de fruit à pain est alors envisageable avec un améliorant adapté (cité précédemment) pour aider la panification.

CONCLUSION GENERALE

V. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Le fruit de l'arbre à pain est avec les bananes un des rares fruits amyliacés. Il est consommé en tant que légume, présente une productivité élevée et est climactérique. Sa vie post-récolte très courte sous le climat tropical, une meilleure connaissance de sa composition et de sa physiologie pourrait permettre de la prolonger et la gérer, comme c'est le cas pour la banane. Les résultats de nos travaux sur la composition du fruit à pain et les propriétés de son amidon contribuent à promouvoir sa consommation sous de nouvelles formes en frais ou en produits transformés et ou fonctionnels. L'amidon étant la substance de réserve de ce fruit et le nutriment majeur pour le consommateur, nous avons mis l'accent sur sa teneur et ses propriétés. Nos résultats montrent que la teneur en amidon est influencée par la pluviométrie, mais pas par la zone de récolte sur un territoire à caractères agropédoclimatiques contrastés comme celui de la Martinique. La teneur en amidon qui apparaît beaucoup plus élevée pour les fruits à pain développés durant la saison la plus sèche est un résultat très original. En parallèle, les teneurs en eau des fruits ne sont pas significativement différentes. Auparavant, seule l'étude de Worrell et *al.* (1998) avait rapporté des résultats sur la dynamique du développement du fruit à pain. Une réaction physiologique de la synthèse de réserves glucidiques dans des conditions environnementales difficiles de faible pluviosité pourrait expliquer cette plus grande quantité d'amidon dans le fruit, alors que la masse des fruits était légèrement plus faible. En effet une plus grande exposition au soleil durant la saison la plus sèche peut causer une photosynthèse plus active, ce qui conduit à une plus grande synthèse de glucides, et donc plus d'amidon. La saison sèche a également affecté la fermeté de la peau (+ 23 %), l'appétence (la palatabilité, + 112 %) et le pH (+ 0,2 pH) (Tableaux 16 et 18). La zone de récolte n'a pas eu d'influence significative sur la masse et la taille à maturité, mais sur la couleur, la fermeté de la peau, la teneur en glucides, le pH et la palatabilité. Ces paramètres pourraient dépendre des conditions environnementales telles que la nature du sol, la spécificité du climat local ou des facteurs génétiques.

La réalisation d'un répertoire des différents phénotypes de l'unique cultivar, de fruits à pain en Martinique (nom, descriptions arbre et fruit, zone géographique) nous semble être utile : un travail qui serait similaire à celui réalisé par Mme Roberts-Nkrumah à St-Vincent en 1997. Le développement de nouveaux produits alimentaires transformés, correspondant aux attentes qualitatives des consommateurs est essentiel, afin d'accroître la demande en fruit à pain. Il y a un réel potentiel pour que le fruit à pain redevienne un fruit d'intérêt mondial, après le grand intérêt qu'avaient manifesté les puissances coloniales françaises et britanniques, au XVIII^e siècle, en montant des expéditions maritimes restées historiques, pour récupérer des boutures dans le Pacifique et les naturaliser aux Amériques afin de nourrir à moindre coût les esclaves d'origine africaine dans les plantations (Spary, 2000). Des botanistes français et britanniques, à

cette même époque, envisagèrent le fruit à pain comme une alternative au blé dans une Europe en situation de disette (Spary et White, 2004).

En ce qui concerne le développement du fruit à pain et l'accumulation de l'amidon, nos résultats révèlent un profil de développement moyen du fruit similaire à celui de l'étude de Worrell et *al.* (1998), étude de référence de la dynamique de la croissance du fruit à pain, qui a été réalisée à la Barbade (13°50' N, 59°37' W). Nos travaux confirment le modèle de développement en courbe sigmoïde des diamètres des fruits et de leur poids. Néanmoins, certains résultats sont différents de ceux de Worrell et *al.*, (1998). Le développement des fruits a été plus court : 18 semaines au lieu de 19. Le développement du fruit maximum a été atteint dans la 16^{ème} semaine, soit plus tard que pour l'étude de Worrell et *al.*, (1998) La teneur en amidon a augmenté jusqu'à la fin du cycle de développement du fruit, avec le maximum à la 18^{ème} semaine. Les résultats de l'étude de Worrell et *al.*, (1998) ont montré un « plateau » maximum à la fin du cycle de croissance (de 16 à 20 semaines). Les fruits à pain étudiés ici étaient plus lourds et plus volumineux que ceux de Worrell et *al.*, (1998) avec un diamètre de 3 cm de plus (équatoriales et polaires). Ces données sur le développement du fruit et l'évolution de sa composition sont particulièrement utiles pour une gestion optimale de la récolte du fruit à pain sur un territoire avec des conditions environnementales variables et les saisons marquées en termes de pluviométrie. Il a montré que la saison la plus sèche est plus appropriée pour l'accumulation élevée d'amidon. En outre, la connaissance du cycle de développement des fruits à pain à la Martinique a été décrite pour une première fois, permettant de déterminer une période de récolte optimisée par rapport à la floraison : la 16^{ème} semaine pour une croissance maximale, ou la 17^{ème} semaine pour une plus haute teneur en amidon.

En Martinique où le fruit à pain a été naturalisé à la fin du XVIII^e siècle, l'étude de la diversité génétique, par AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism), que nous avons réalisée montre que les fruits à pain récoltés en Martinique constituent un seul groupe à l'opposé de ceux récoltés en Guadeloupe qui constituent 2 sous-groupes proches. En s'appuyant sur le fait qu'une seule variété a été introduite dans les colonies françaises, au 18^{ème} siècle, nous devrions observer un seul groupe dans la représentation phylogénétique quelle que soit l'île. Nous pouvons supposer qu'il y a eu d'autres introductions « sauvages » et ultérieures par des échanges entre les îles anglophones et francophones des Antilles. Pour étudier plus finement la structure génétique de la population il paraît nécessaire d'augmenter les nombres de couple d'amorces AFLP permettant d'explorer une plus grande partie du génome.

La ressource en fruit à pain est plus abondante dans le Nord de la Martinique, mais la récolte est rendue difficile à cause de la hauteur très élevée des arbres. Une culture plus structurée et raisonnée permettrait un accès plus régulier et constant au fruit à pain d'autant plus qu'il ne

souffre pas de maladies sur le territoire de la Martinique, et que la croissance ainsi que la floraison ne nécessitent pas de soins particuliers.

Les résultats obtenus sur l'amidon extrait des différents fruits à pain étudiés ont permis de tirer quelques conclusions. L'extraction à l'eau donne un meilleur rendement que celle utilisant la soude. Les amidons de fruit à pain sont peu susceptibles à l'hydrolyse enzymatique, ce qui est en relation avec leur type B et leur haute cristallinité. Leurs propriétés de résistance sont similaires à l'amidon de pomme de terre ou de banane verte.

Parmi les facteurs agroclimatiques, l'humidité a eu un rôle actif sur la qualité de l'amidon, car la fois la quantité d'amylose et la masse molaire de l'amylopectine diminuent. D'un point de vue fonctionnel, l'amidon de fruit à pain a montré des pics de gélatinisation et de rétrogradation élevés, avec un gel final transparent et lisse. Bien que ces résultats soient moins marqués que ceux obtenus avec l'amidon de maïs waxy, souvent utilisé dans les industries agro-alimentaire, textile ou la papeterie, il est semblable aux amidons tels que ceux de la pomme de terre, de blé ou de maïs. Ces caractéristiques sont intéressantes comme additif alimentaire tel que gélifiant ou épaississant, ou pour l'encapsulation pour les médicaments (Adebayo et Itiola, 2003), ou pour les cosmétiques. Il peut être un bon substitut des amidons généralement étudiés. Pour que les particularités de cet amidon soit évaluées à leur juste valeur, la période de récolte, le mode d'extraction, le mode de traitement doivent être améliorés et maîtrisés pour avoir des grains de bonnes qualités.

Les travaux préliminaires réalisés sur l'aptitude de la farine de fruit à pain à l'extrusion, la panification ou la réalisation de crackers ont principalement montré qu'elle présentait une très bonne extrudabilité et pouvait se substituer à la farine de blé jusqu'à 30 % dans les formulations de pain traditionnel ou pain au beurre, malgré un impact sur la valeur boulangère. En conséquences, des essais supplémentaires devront être réalisés, en affinant le taux d'hydratation, en testant un niveau de granulométrie moindre de la farine de fruit à pain et des améliorants de panification tel que des enzymes ou des hydrocolloïdes pour les 2 modèles choisis. Cependant, quel que soit le niveau de substitution de la farine de blé, ce pain devra répondre à des critères boulangers corrects que ce soit pour la mie ou la croûte, mais aussi pour rassissement, ainsi que sur l'acceptabilité organoleptique des produits. La difficulté de panification peut être également contournée par un positionnement en produit à touche locale : un pain spécifique en en format « pain court » pour lequel les valeurs de masse volumique seraient améliorées, ou des croutons aromatisés pour accompagner les apéritifs (snacks apéros par extrusion), les salades ou les soupes. L'index glycémique moyen est un des atouts de l'amidon ou de la farine de fruit à pain pour un positionnement santé, destiné aux personnes diabétiques notamment. L'absence de gluten est également un atout qui pourrait être exploité à condition d'ajouter des améliorants tels que les enzymes ou des hydrocolloïdes pour aider à la

production de pain contenant essentiellement de la farine de fruit à pain et destiné aux personnes allergiques souffrant de maladie cœliaque.

En application alimentaire de type crackers les résultats n'ont pas été satisfaisant avec 100 % de farine de fruit à pain. Il serait nécessaire de faire des mélanges de farines à différents stades de substitution pour obtenir un produit plus expansé.

BIBLIOGRAPHIE

- Aalbersberg, W.G.L., Lovelace, C.E.A., Madhoji, K., et Parkinson, S.V. 1988. Davuke, the traditional Fijian method of pit preservation of staple carbohydrate foods. *Ecology of Food and Nutrition*, 21, 173–180.
- Abdel-Baki, M.M., El-Samahy, S.K., Seleha, H., et Morad, M.M. 1980. Cake-mix supplementation with soybean, sweet potato or peanut flours. I. Chemical, microbiological and rheological studies. *Bakers digest*, 28-30.
- Adebayo, A.S., et Itiola, O.A. 2003. Effects of breadfruit and cocoyam starch mucilage binders/on disintegration and dissolution behaviors of paracetamol tablet formulations. *Pharmaceutical Technology*, 3, 78–90.
- Adebowale, K.O., Olu-Owolabi, B.I., Olawumia, E.K., et Lawal, O.S. 2005. Functional properties of native, physically and chemically modified breadfruit (*Artocarpus altilis*) starch. *Industrial Crops and Products*, 21, 343-351.
- Amani, N.G., Dufour, D., Mestres, C., Buléon, A., et Kamenan, A. 2003. Amidon d'igname de Côte d'Ivoire (*Dioscorea* sp) : diversité biologique et variabilité des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles. s.l. : s.n., p. 122-130. *Symposium of the International Society for Tropical Root Crops-Africa Branch*. 8, 2001-11-12/2001-11-16, Ibadan, Nigeria.
- Andrews, L. 1990. Breadfruit varieties in the Windward Islands. *Tropical Fruit Newsletter*, 1, 3–4.
- Andrews, L. et Mason, G. 1992. Production of breadfruit (*Artocarpus altilis*) in the Eastern Caribbean. In : D. Walmsley (ed.), *Postharvest management of tropical fruits and ornamentals in the Caribbean region*. CTA, Wageningen, pp. 86-94.
- Andrews, L., 1991. Breadfruit varieties in the Windward Islands. *Tropical Fruits News* 1., 1, 3-4.
- Atchley, J. et Cox, P.A. 1985. Breadfruit fermentation in Micronesia. *Economic botany*, 39, 3, 326-335.
- Aubert, A. et Jeulin, D. 2000. Classification morphologique de surfaces rugueuses. *Revue de la métallurgie – CIT/Science et génie des matériaux*.
- Australian New Crops, consulté le 04 décembre 2008. www.newcrops.uq.edu.au/listing/species_pages_A/Artocarpus_aitilis.htm
- Baker, A.A., Miles, M.J., et Helbert, W. 2001. Internal structure of the starch granule revealed by AFM. *Carbohydrate Research*, 330, 2, 249-256.
- Baldwin, P.M. 2001. Starch-granule associated proteins and polypeptides. *Starch*, 53, 475-503.

- Banks W., Greenwood C.T., Muir D.D. 1974a. The characterization of starch and its components. Part 6. A critical comparison of the estimation of Amylose-content by colorimetric determination and potentiometric titration of the iodine complex. *Die Starke*, 3, 73-77.
- Banks W., Greenwood C.T., Muir D.D. 1974b. Studies on the biosynthesis of starch granules. Part 9. The starch granules from wrinkled-seeded peas. *Die Starke*, 2, 46-50.
- Barnes, S. 1993. 200 years of breadfruit cookery in the West Indies. *Extension Newsletter*, 24, 2, 6-8.
- Barrau, J. 1957. L'arbre à pain en océanie. *J. d'Agric. Trop. et de Botanique Appliq.*, 4, 117-123.
- Barrau, J. 1963. Plants and the Migrations of Pacific Peoples. Bishop Museum Press, Honolulu, HI, USA.
- Barrau, J. 1976. Breadfruit and relatives. In: Evolution of Crop Plants. (N.W. Simmonds, ed.). Longman, London, pp. 201-202.
- Barss, P., Dakulala, P., et Doolan, M. 1984. Falls from trees and tree associated injuries in rural Melanesians. *British Medical Journal*, 289, 6460, 1717-1720.
- Bates, R.P. Graham, H.D. Matthews, R.F. et Clos, L.R. 1991. Breadfruit chips: preparation, stability and acceptability. *Journal of food science*, 56, 6, 1608-1610.
- Bennett, F.D. et Nozzolillo, C. 1987. How many seeds in a seeded breadfruit ? *Economic Botany*, 41, 370-374.
- Bertoft, E. 1991. Investigation of the fine structure of alpha-dextrins derived from amylopectin and their relation to the structure of waxy maize starch. *Carbohydrate Research*, 212, 229-244.
- Bertoft, E. 2004. On the nature of categories of chains in amylopectin and their connection to the super helix model. *Carbohydrate Research*, 57, 211-224.
- Bertoft, E. 2007. Composition of building blocks in clusters from potato amylopectin. *Carbohydrate Polymers*, 70, 173-136.
- Bertoft, E. 2011. Structures of clusters in sweet potato amylopectin. *Carbohydrate research*, 346, 1112-1121.
- Beyer, R. 2007. Breadfruit as a candidate for processing. 1st IS on Breadfruit Research & Development Eds.: D. Ragone and M.B. Taylor Acta Hort. 757, ISHS.
- Biale, J.B., et Barcus, D.E., 1970. Respiratory patterns of tropical fruits of the Amazon Basin. *Tropical Science*. 12, 93-104.

- Biliaderis, C., Page, C., Maurice, T., et Juliano, B. 1986. Thermal characterization of rices starches: a polymeric approach to phase transitions of granular starch. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 34, 6-14.
- Blanshard, J.M.V. 1987. Starch granule structure and function : a physicochemical approach. In : *Starch : Properties and Potential*. Galliard T. London, John Wiley & Sons Inc. 13, pp. 16-54.
- Blanco, F.M. 1880-1883. Flora de Filipinas / por el P. Fr. Manuel Blanco, agustino calzado, adicionada con el manuscrito inédito del P. Fr. Ignacio Mercado, las obras del P. Fr. Antonio Llanos y de un apéndice con todas las nuevas investigaciones botánicas referentes al Archipiélago Filipino. Gran edicion / hecha á expensas de la provincia de agustinos calzados de Filipinas bajo la direccion científica del P. Fr. Andrés Naves ; Atlas II, pp. 267.
- Bligh, W. 1792. A Voyage to the South Sea, Undertaken by Command of His Majesty, for the Purpose of Conveying the Bread-Fruit Tree to the West Indies, in His Majesty's Ship the Bounty, commanded by Lieutenant William Bligh. George Nicol, London, UK.
- Bougainville, L-A. 1772. Voyage autour du monde. Edition critique par Michel Bideaux, Sonia Faessel. Presses de l'Université de Paris-Sorbonne 2001.
- Bowers, R.D., 1981. Breadfruit – a low energy requirement source of carbohydrate for the wet tropics. *Entwicklung Länlicher Raum*, 2, 11-13.
- Buck, P.H. 1930. Samoan Material Culture. B.P. Bishop Museum Bull. 75, Honolulu.
- Buléon, A., Delage, M.M. Brisson, J., et Chanzy, H. 1990. Single crystals of V amylose complexed with isopropanol and acetone. *Int. J. Biol. Macromol.*, 12, 25-33.
- Buléon, A., Colonna, P., Planchot, V., et Ball, S. 1998. Starch granules : structure and biosynthesis. *Biological macromolecules*, 23, 85-112.
- Buléon, A., Le Bail, P., Colonna, et Bizot, H. 1998. In : *The Properties of Water in Foods – ISOPOW 6*, D. S. Reid (ed.). London: Blackie, pp. 160-178.
- Buléon, A. et Colonna, P. *The chemical physics of food*. Blackwell Publishing: Oxford, U.K., 2007, pp 20-59.
- Camargo, C, P. Colonna, A. Buléon et D. Richard-Molard. 1988. Functional properties of sour cassava (*Manihot utilissima*) starch : polvilho azedo. *Journal of the Science of Food Agriculture*, 45, 273-289.
- Cameron, R. E. et Donald, A.M. (1993). A Small-Angle X-Ray-Scattering Study of the Absorption of Water into the Starch Granule. *Carbohydrate Research*, 244, 225-236.

- Cerighelli, R. Cultures tropicales Tome I plantes vivrières. (ed.) JB Baillière & fils. 1955. pp. 290-375, 385-390, 425-426, 485-612.
- Cerning-Béroard, J. et Le Dividich, J. 1976. Valeur alimentaire de quelques produits amylicés d'origine tropicale : Etude *in vitro* et *in vivo* de la patate douce, de l'igname, du malanga, du fruit à pain et de la banane. *Ann. Zootech.*, 25, 2, 155-168.
- Champagne, E.T. 1996. Rice starch composition and characteristics. *Cereal foods world*, 41, 11, 833-838.
- Cheftel, J-C, et Cheftel, H. 1976. Fruits et légumes. In : Technique et documentation – Entreprise moderne (ed.), Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Paris, France. Vol.1, pp. 154-155.
- Coenen, J. et J. Barrau. 1961. The breadfruit tree in Micronesia. *South Pacific Bulletin*, 11, 37–39, 65–67.
- Collado, L.S. et Corke, H. 1996. Use of wheat-sweet potato composite flours in yellow-alkaline and white-salted noodles. *Cereal chemistry*, 73, 4, 439-444.
- Colonna, P., Buléon, A., Lemaguer, M., et Mercier, C. 1982. Pisum sativum and vicia faba carbohydrates: Part IV -- Granular structure of wrinkled pea starch. *Carbohydrate Polymers*, 2, 43-59.
- Colonna, P. et Mercier, C. 1984. Macromolecular structure of wrinkled- and Smooth-pea starch components. *Carbohydrate Research*, 126, 233-247.
- Commissiong, E. 1993. Breadfruit processing. *Fruits*, 6, 9.
- Cordain L. 1999. Cereal Grains: Humanity's Double-Edged Sword. *World Rev Nutr Diet*. Basel, Karger, 1999, vol 84, pp 19–73. Simopoulos AP (ed): Evolutionary Aspects of Nutrition and Health. Diet, Exercise, Genetics and Chronic Disease.
- Coronel, R.E. 1983. Rimas and kamansi. Promising fruits of the Philippines. College of Agriculture, University of the Philippines at Los Banos. Pp. 379-396.
- Cox, P.A. 1980. Two Samoan technologies for breadfruit and banana preservation. *Economic Botany*, 34, 2, 181-185.
- Crane, J.H. et Campbell, C.W. 1990. Origin and Distribution of Tropical and Subtropical Fruits. Pp. 1-65 in *Fruits of Tropical and Subtropical Origin. Composition, Properties and Uses* (S. Nagy, P.E. Shaw and W.F. Wardowski, eds.). Florida Science Source, Inc., Lake Alfred, Florida.
- Croft, J.R. 1987. The other products from the forest. *Klinkii* 3(3):35-52.
- Dadie, A. Aboua, F. et Coulibaly, S. 1998. Caractéristiques physico-chimiques de la farine et de l'amidon de la patate douce (*Ipomoea batatas*). *Ind. Alim. Agr.*, 32-36.

- Dampier, W. 1697. A new voyage round the world. London : printed for James Knapton. Marsden Collection J7/46.
- Daramola, B., et Adegoke, G.O. 2007. Production and partial characterization of food grade breadfruit acetylated starch. *International Journal of Food, Agriculture and Environment*, 5, 2, 50–54.
- Dekler, M. Inc. (ed.) Jr. Harvey T. Chan. 1983. pp. 33, 87-97, 556.
- Delpeuch, F., Favier, J.C., Charbonnière, R. 1979. Caractéristiques des amidons de plantes alimentaires tropicales. *Ann. Tech. Agric.*, 27, 809-826.
- Devaux, M. F., Robert, P., Melcion, J. P., et Le Deschault de Monredon, F. 1997. Particle size analysis of bulk powders using mathematical morphology. *Powder Technology*, 90, 141–147.
- Donald, A. M., Kato, K. L., Perry, T.A., et Waigh, T.A. 2001. Scattering studies of the internal structure of starch granules. *Starch-Starke*, 53, 504-512.
- Donovan, J.W. 1979. Phase transitions of the starch-water system. *Biopolymers*, 18, 2, 263-275.
- Dongar-Julienne, R. 2006. Le fruit à pain. Université des Antilles et de le Guyane (faculté de médecine). Thèse.
- Durnerin, A. 2008. Les grandes expéditions botaniques du XVIIe au XIXe siècle et le transport des plantes. In : *Le voyage des plantes : Les jardins acteurs culturels de la biodiversité*, pp. 9.
- Duprat, F., Gallant, D., Guilbot, A., Mercier, C. et Robin, J-P. 1980. L'amidon. In : *Les polymères végétaux, polymères pariétaux et alimentaires non azotés* (Ed B. Montiers).Gauthiers-Villars, pp. 176-231.
- Ellis, J. 1775. A Description of the Mangosteen and the Bread-fruit. In: The Log of H.M.S. Providence. 1791-1793, facsimile ed. 1976 (William Bligh). Genesis Publications, Surrey, England, pp. 35-87
- Elödi P., Mora S., Krysteva M. 1972. Investigation of the active center of porcine pancreatic amylase. *European Journal of Biochemistry*, 24, 577-582.
- Emiola, L.O. et Delarosa, L.C. 1981. Physicochemical characteristics of yam starches. *Journal of food biochemistry*, 5, 115-130.
- Englberger, L., Lorens, A., Alfred, J., et Iuta, T. 2007. Screening of Selected Breadfruit Cultivars for Carotenoids and Related Health Benefits in Micronesia. Proc. Ist IS on Breadfruit Research & Development (eds.): D. Ragone and M.B. Taylor Acta Hort. 757, ISHS.

- Englyst, H.N., Kingman, S.M., et Cummings, J.H. 1992. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. *European Journal of Clinical Nutrition*, 46, suppl.2, S33-S50.
- Esparagoza, R.S. et Tangonan, J.G. 1993. Instant baby food using banana and breadfruit flour as food base. *Univ. Southern Mindanao College of Agriculture Research J.* (Philippines), 4, 2, 175-177.
- Esuoso, K.O., et Bamiro, F.O. 1995. Studies on the baking properties of non-wheat flours - I. Breadfruit (*Artocarpus artilis*). *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 46, 3, 267-273.
- Faboya, O.O.P. et Asagbra, A.A. 1988. The physico-chemical properties of starches from some Nigerian cultivars of white yam, (*Dioscorea rotundata*, Poir). *Tropical Science.*, 30, 51-57.
- Fahrasmane L., Ganou B., et Aurore G. 2007. Harnessing the health benefits of plant biodiversity originating from the american tropics in the diet. *Fruits*, 62, 4, 213-222.
- FAO. 2004. Cereals and other starch-based staples : are consumption patterns changing ? Committee on commodity problems. <http://www.fao.org/DOCREP/MEETING/007/J1183E/J1183E00.HTM>
- Favier, J-C., Ireland-Ripert, J., Laussucq, C., et Feinberg, M. Répertoire général des aliments – Tome 3 – Table de composition des fruits exotiques, fruits de cueillette d’Afrique. Tec&Doc, INRA, ORSTOM, CIQUAL / CNEVA (eds). 1993, pp 131.
- Fasano, A., Berti, i., Gerdarduzzi, T., Not, T., Colletti, R.B., Drago, S., Elitsur, Y., Green, P.H., Guandalini, S., Hill, I.D., Pietzak, M., Ventura, A., Thorpe, M., Kryszak, D., Fornaroli, F., Wasserman, S.S., Murray, J.A., Horvath, K. 2003. Prevalence of celiac disease in at-risk and not at-risk groups in the United States: a large multicenter study. *Archives of Internal Medicine*, 163, 3, 286–292.
- Ferguson, T.U. 1980. Breadfruit – a potentially important food crop in the Caribbean. In Seminar on Research and Development of Fruit Trees (*Citrus* excluded), Jamaica, pp. 54-58, 26 June 1920.
- Flory, P.J. 1953. Principles of Polymer Chemistry. Ithaca: Cornell University Press.
- Forster, J.R. et Forster, G. 1776. Characteres Generum Plantarum 1. Plates 71–72. Londini: B. White, T. Cadell, & P. Elmsly, pp. 344–346.
- Fosberg, F.R. 1939. Nomenclature proposals for the 1940 Botanical Congress. *American Journal of Botany*, 26, 229–231.
- Fosberg, F.R. 1941. Names in *Amaranthus*, *Artocarpus*, and *Inocarpus*. *Journal of the Washington Academy of Sciences*, 31, 93–96.

- Fosberg, F. R. 1960. Introgression in *Artocarpus* in Micronesia. *Brittonia*, 12, 101–113.
- Fournet, J. 2002. Flore illustrée des phanérogames de la Guadeloupe et de la Martinique. Nouvelle édition revue et augmentée, 1, Cirad. Gondwana editions. France
- French, D. 1972. Fine structure of starch and its relationship to the organisation of starch granules. *Journal of the Japanese Society of Starch Science*, 19, 8-25.
- Genkina, N.K., Wikman, J., Bertoft, E., et Yuryev, V. 2007. Effects of structural imperfection on gelatinization characteristics of amylopectin starches with A- and B-type crystallinity. *Bimacromolecules*, 8, 2329-2335.
- Gérard, C., Planchot, V., Colonna, P., et Bertoft, E. 2000. Relationship between branching density and crystalline structure of A- and B-type maize mutant starches. *Carbohydrate Research*, 326, 130–144.
- Gérard, C., Colonna, P., Buléon, A., et Planchot, V. 2001. Amylolysis of maize mutant starches. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81, 1281-1287.
- Gerlach, W.W.P. et F. Salevao. 1984. Fruit rot of breadfruit, *Artocarpus altilis*, caused by *Phytophthora palmivora* Western Samoa. *Alafua Agric. Bull.*, 9, 2, 21-22.
- Gnakri, D. et Kamenan, A. Degré de maturité et conservation de la banane plantain (*Musa* sp). Qualité physico-chimique de l'amidon. IAA. 1990, pp. 251-256.
- Goodman, Richard A. 1972. Plants and man in Samoa. *Pacific Discovery*, 25, 12.
- Graham, H.D. et Negrón de Bravo, E. 1981. Composition of the breadfruit. *Journal of Food Science*, 46, 535–539.
- Greenwell, P., Evers, A. D., Gough, B. M., et Russell, P.L. 1985. Amyloglucosidase-catalysed erosion of native, surface-modified and chlorine-treated wheat starch granules. The influence of surface protein. *Journal of Cereal Science*, 3, 4, 279-293.
- Guilbot, A., et Mercier, C. Starch In: *The polysaccharides*, Volume 3, Edited by Gerald O. Aspinall, New York, Academic Press. 1985.
- Guillaume-Antoine, O. 1794. Observations sur la culture de l'arbres-à-Pain et des épiceries. *Journal d'Histoire Naturelle*, 2, 72-80.
- Gunaratne, A. et Hoover, R. 2002. Effect of heat-moisture treatment on the structure and physicochemical properties of tuber and root starches. *Carbohydrate polymers*, 49, 425-437.
- Hanashiro, I., Abe, J-I., et Hizukuri, S. 1996. A periodic distribution of chain length of amylopectin as revealed by high-performance anionexchange chromatography. *Carbohydrate Research*, 283, 151–159.

- Handy, E., Craighill, S., Elizabeth, G. et Mary Kawena Pukui, H. 1972. Native Planters in Old Hawaii. Their Life, Lore and Environment. B.P. Bishop Museum Bull. 233, Honolulu.
- Hasan, S.M.Z. et Razak, A.R. 1992. Parthenocarpy in seedless breadfruit (*Artocarpus incircus* (Thumb.) L.). *Acta Horticulturae*, 321, 648–652.
- Henry, T. 1928. Ancient Tahiti. B.P. Bishop Museum. Bull. 48, Honolulu.
- Hizukuri, S., Takeda, Y., Abe, J. 1997. Analytical development molecular and macromolecular characterization. In: Frazier, P.J., Richmond, P. & Donald, A.M. (eds) *Starch: Structure and functionally*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, pp. 121-128.
- Hizukuri, S. 1985. Relationship between the distribution of the chain length of amylopectin and the crystalline structure of starch granules. *Carbohydrate. Research*, 141, 295-305.
- Hizukuri, S. 1986. Polymodal distribution of the chain lengths of amylopectins, and its significance. *Carbohydrate Research*, 147, 342–347.
- Hooker, J.D. 1828. Curtis Botanical Magazine, 55, 2869-2871.
- Howard, R.A. 1953. Captain Bligh and the breadfruit. *Scientific Am.*, 188, 3, 88-94.
- Huang, C-C. 2009. Physicochemical, pasting and thermal properties of tuber starches as modified by guar gum and locust bean gum. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 50-57.
- IPGRI (International Plant Genetic Resources Institute), 2004. conseving and increasing the Use of Negmlected and Underutilized Crop Species. Examples of NUS in the Regions. URL: <http://www.ipgri.cgiar.org/nus/home.htm>.
- Imberty, A., Chanzy, H., Pérez, S., Buléon, A., et Tran, V. 1987. New threedimensional structure for A-starch. *Macromolecules*, 20, 10, 2634-2636.
- Imberty, A., Chanzy, H., Perez, S., Buleon, A., et Tran, V. 1988a. The double-helical nature of the crystalline part of A-Starch. *Journal of Molecular Biology*, 201, 365-378.
- Imberty, A. et Perez, S. 1988b. A revisit to the three-dimensional structure of B-type starch. *Biopolymers*, 27, 1205-1221.
- Imberty, A., Buléon, A., Tran, V., et Pérez, S. 1991. Recent advances in knowledge of starch structure. *Starch-Stärke*, 43, 375–384.
- Inouchi, N., Glover, D.V., Sugimoto, Y., et Fuwa, H. 1991. DSC characteristics of gelatinization of starches of single, and triple mutants and their normal counterpart in the inbred Oh43 maize (*Zea mays* L.) background. *Starch-Starke*, 43, 468-472.

- International Board for Plant Genetic Resources. Breadfruit, In: Directory of Germplasm Collections. 6.1 *Tropical and Subtropical Fruits and Tree Nuts* (E. Bettencourt, Th. Hazekamp and M.C. Perry (eds.)). IBPGR, Rome. 1992, pp. 79-87.
- Jacob John, P. et Narasimham, P. 1998. Shelf-life and acceptability of minimally processed breadfruit pieces. *Journal of Food Science and Technologie*, 35, 68-71.
- Jambrak, A.R., Herceg, Z., Šubarić, D., Babić, J., Brnčić, M., Brnčić, S.R. Bosiljkov, T., Čvek, D., Tripalo, B. et Gelo, J. 2010. Ultrasound effect on physical properties of corn starch. *Carbohydrate Polymers*, 79, 91-100.
- Jane, J. et Robyt, J. 1984. Structure studies of amylose-V complexes and retrograded amylose by action of alpha amylases, and a new method for preparing amyloextrins. *Carbohydrate Research*, 132, 105-118.
- Jane, J-L. 2006. Current understanding on starch granule structures. *J. Appl. Glycosci.*, 53, 205-213.
- Jarrett, F.M. 1959a. Studies in Artocarpus and allied genera, I. General considerations. *Journal of the Arnold Arboretum*, 40, 1-29.
- Jarrett, F. M. 1959b. Studies in Artocarpus and allied genera, III. A revision of Artocarpus subgenus Artocarpus. *Journal of the Arnold Arboretum*, 40, 114–155, 327–368.
- Jarrett, F. M. 1960. Studies in Artocarpus and allied genera, IV. A revision of Artocarpus subgenus Pseudojaca. *Journal of the Arnold Arboretum*, 41, 73–140.
- Jarrett, F.M. 1976. The syncarp of Artocarpus - a unique biological phenomenon. *Gardener's Bull. Singapore*, 29, 35-39.
- Jenkins, J.P.J., Cameron, R.E., Donald, A.M. 1993. A Universal Feature in the Structure of Starch Granules from Different Botanical Sources. *Starch-Starke*, 45, 417-420.
- Jenkins, P.J.et Donald, A.M. 1995. The influence of amylose on starch granule structure. *International Journal of Biological Macromolecules*, 17, 315-321.
- Jones, A.M.P., Ragone, D., Aiona, K., Lane W.A., et Murch S.J. 2011. Nutritional and morphological diversity of breadfruit (*Artocarpus, Moraceae*): Identification of elite cultivars for food security. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24, 1091–1102.
- Kamenan, A. *et al.* Composition and physico-chemical properties of yam (*Dioscorea* species) flour prepared using different processes. *Journal of food processing and preservation*. 1987, Vol. 11, pp. 299-308.
- Kandra L., Gyemant G., Farkas E., Liptak A. 1997. Action pattern of porcine pancreatic alpha-amylase on three different series of beta-maltooligosaccharide glycosides. *Carbohydrate Research*, 298, 237-242.

- Kasarda, D. D. Celiac disease: malabsorption of nutrients induced by a toxic factor in gluten. In *Protein Nutritional Quality of Foods and Feeds*; Friedman, M. (ed.). Dekker: New York, 1975, Part 2, pp 565-593.
- Kayisu, K. Hood, L.F. et Vansoest, P.J. 1981. Characterization of starch and fiber of banana fruit. *Journal of food science*, 46, 1885-1890.
- Kingler, RW, et Zimblaski, M. In: Meuser F, Manners DJ, Seibel W, (eds). *Progress in Plant Polymeric Carbohydrate Research*. Behr's Verlag, 1995, pp. 54–56.
- Knudsen, I., Søborg, I., Eriksen, F., Pilegaard, K., Pedersen, J. 2008. Risk management and risk assesment of novel plant foods: Concepts and principles. *Food and Chemical Toxicology*, 46, 1681-1705.
- Koch, K., Andersson, R., et Åman, P. 1998. Quantitative analysis of amylopectin unit chains by means of high-performance anion-exchange chromatography with pulsed amperometric detection. *Journal of Chromatography A*, 800, 199–206.
- Kochummen, K. M. 2000. *Artocarpus* J. R. & G. Forster, nom. conserv. Pp. 187–212 in Tree flora of Sabah and Sarawak, eds. E. Soepadmo, and L. G. Saw. Kuala Lumpur: Sabah Forestry Department, Forest Research Institute Malaysia, and Sarawak Forestry Department.
- Koshihara, Y., Y. Fujimoto et H. Inoue. 1988. A new 5-lipoxygenase selective inhibitor derived from *Artocarpuscommunis* strongly inhibits arachidonic acid-induced ear edema. *Biochem. Pharmacol.*, 37, 11, 2161-2165.
- Kotecha, P. M., Kadam, S. S. Minor vegetales. Breadfruit. In: *Handbook of Vegetable Science and Technology: Production, Composition, Storage, and Processing*. D. K. Salunkhe, Salunkhe, S. S. Kadam. CRC Press. 1998, pp 683-685.
- Kpodo, K.A. et Plahar W.A. 1992. Effects of extrusion variables and starch modification on the puffing characteristics of yam (*Dioscorea alata*) flour. *Food control*, 3, 4, 200-204.
- Krauss, B.H. 1993. Plants in Hawaiian Culture. University of Hawaii Press, Honolulu.
- Kubo, A., Akdogan, G., Nakaya, M., Shojo, A., Suzuki, S., Satoh, H. et Kitamura, S. 2010 Structure, Physical, and Digestive properties of Starch from wx ae Double-Mutant Rice. *Journal of agricultural and food chemistry*, 58, 4463-4469.
- Lancaster, P.A., Coursey, D.G. 1984. Traditional post-harvest technology of perishable tropical staples. *FAO Agricultural services bulletin*, 59, 2.
- Lassoued, N., Babin, P., Della Valle, G., Devaux, M-F., et Réguerre, A-L. 2007. Granulometry of bread crumb grain : Contributions of 2D and 3D image analysis at different scale. *Food Research International*, 40, 1087-1097.

- Laville, E. 1994. Physiologie des fruits. In : CIRAD – COLRACP (Eds), La protection des fruits et légumes tropicaux. Montpellier, France. pp. 11-13.
- Le Bellec, F. et Le Bellec, V. 2007. Le verger tropical. Cultiver les arbres fruitiers. [ed.] Orphie. pp. 90-91, 128-129.
- Leloup, V.M., Colonna, P., et Buléon, A. 1991. Influence of amylose-amylopectin ratio on gels properties. *J. Cereal Sci.*, 13, 1.
- Leloup, V. M., Colonna, P., et Marchismouren, G. 1992. Mechanism of the Adsorption of Pancreatic Alpha-Amylase onto Starch Crystallites. *Carbohydrate Research*, 232, 367-374.
- Leakey, C.L.A. 1977. Breadfruit reconnaissance study in the Caribbean Region: Monograph of CIAT, Inter-American Development Bank, Cali, Colombia.
- Lehmann, U. Jacobasch, G. et Schmiedl, D. 2002. Characterisation of resistant starch type III from banana (*Musa acuminata*). *Journal Agricultural Food and chemistry*, 50, 5236-5240.
- Lii, C-Y. Chang, S-M et Young, Y-L. 1982. Investigation of the physical and chemical properties of banana starches. *Journal of food science*, 47, 1493-1497.
- Lintner, C.J. 1886. Studien über die Diastase. *J. Prak. Chem.*, 34, 378-386.
- Longuefosse, J-L. Plantes médicinales de la Caraïbe. (ed.) Gondwana. 2003. pp. 128-129 212-213.
- Loos, P.J. Hood, L.F. et Graham, H.D. 1981. Isolation and characterization of starch from breadfruit. *Cereal chemistry*, 58, 4, 282-286.
- Mc Gregor, E.A. et Mc Gregor, A.W. 1985. A model for the action of cereal alpha amylases on amylose. *Carbohydrate research*, 142, 223-236.
- Mc Intoch, C. et Manchew, P. 1993. The breadfruit in nutrition and health. *Fruits*, 6, 5.
- Mc Pherson, W. 1996. Breadfruit production systems in the Caribbean. In St. C. Forde (ed.), Marketability of Caribbean minor fruits. Proceedings of the CARDI/CTA workshop (pp. 120–125). Trinidad: Caribbean Agricultural Research and Development Institute.
- Maharaj, R., Sankat, C.K., 1990. The shelf-life of breadfruit stored under ambient and refrigerated conditions. *Acta Horticulturae*, 269, 411–424.
- Mangelsdorf, P. C. 1966. Genetic potentials for increasing yields of food crops and animals. *Proc Natl. Acad. Sci*, 56, 370–375.
- Manners, D.J. 1979. The enzymic degradation of starches. Polysaccharides in food. London, 75-91.

- Marchini, J.S., Faisant, N., Champ, M., Ranganathan, S., Azoulay, C., Kergueris, M.F., Philoquet, H., et Krempf, M. 1998. Effects of an acute raw resistant potato starch supplement on postprandial glycemia, insulinemia, lipemia in healthy adults. *Nutrition Research*, 18, 7, 1135-1145.
- Markham, C. Sir. 1904. The Voyages of Pedro Fernandez de Quiros, 1595-1606. Vol. I. Hakluyt Society, London.
- Marriott, J., Perkins, C., et Been, B.O. 1979. Some factors affecting the storage of fresh breadfruit. *Scientia Horticulturae*, 10,177-181.
- Marte, R. 1986. Nontraditional fruit crops in the Windward Islands. *Proceedings Interamerican Society Tropical Horticulture*, 30, 15–24.
- Mazur A. K. 1984. Mathematical models of depolymerisation of amylose by α -amylases. *Biopolymers*, 23, 1735-1756.
- Mazur, A. K. et Nakatani, H. 1993. Multiple Attack Mechanism in the Porcine Pancreatic Alpha-Amylase Hydrolysis of Amylose and Amylopectin. *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 306, 29-38.
- Merlin, M., R. Taulung et J. Juvick. 1993. Plants and Environments of Kosrae. East West Center, Honolulu.
- Merrill, E.D. 1954. The botany of Cook's voyages and its unexpected significance in relation to anthropology, biogeography, and history. Waltham: Chronica Botanica Co.
- Miao, M. Zhang, T. Mu, W., et Jiang, B. 2010. Effect of controlled gelatinization in excess water on digestibility of waxy maize starch. *Food chemistry*, 119, 41-49.
- Miles, M., Morris, V.J., Orford, P.D., et Ring, S.G. 1985. The roles of amylase and amylopectin in the gelation and retrogradation starch. *Carbohydrate research*, 135, 271-281.
- Millan-Testa, C.E., Mendez-Montealvo, M.G., Ottenhof, M-A., Farhat, I.A., et Bello-Pérez, I.A. 2005. Determination of the molecular and structural characteristics of okenia, mango, and banana starches. *Journal Agricultural Food and chemistry*, 53, 495-501.
- Moore, C. 2004. International treaty comes into force. *Geneflow*, 20-21.
- Morrison W. R. et Coventry A. M. 1985. Extraction of Lipids from Cereal Starches with Hot Aqueous Alcohols. *Starke*, 37, 83-87.
- Morrison, W.R. et Karkalas, J. 1990. P.M. Dey (ed.), Starch. Methods in plants biochemistry. Vol.2, pp. 323-352.
- Morrison W. R., Law R.V., et Snape C.E. 1993a. Evidence for Inclusion Complexes of Lipids with V-Amylose in Maize, Rice and Oat Starches. *J. Cereal Sci.(URD)*, 18, 107-109.

- Morrison W. R., Tester R. F., Snape C.E., Law R., et Gidley M.J. 1993b. Swelling and Gelatinization of Cereal Starches .4. Some Effects of Lipid-Complexed Amylose and Free Amylose in Waxy and Normal Barley Starches. *Cereal Chemistry*, 70, 385-391.
- Morton, J. F. 1987. Breadfruit. In: Fruits of warm climates. Published by Julia F. Morton. Miami, pp 50-58
- Nägeli, C. W. 1874. Beiträge zur näheren Kenntnis des Stärkegruppe. *Annalen der Chemie*, 173, 218–227.
- Nakasone, H.Y., et Paull, R.E. 1999. Tropical fruits. Banana. CABI Publishing. Wallingford UK, New York, USA, pp. 103-131.
- Nochera, C et Caldwell, M. 1992. Nutritional evaluation of breadfruit-containing composite flour products. *Journal of food science*, 57, 6, 1420-1422/1451.
- Nwokocha, L.M. et Williams, P.A. 2011. Comparative study of physicochemical properties of breadfruit (*Artocarpus altilis*) and white yam starches. *Carbohydrate polymers*, 85, 294-302.
- Olaoye, O. A., et Onilude, A. A. 2008. Microbiological, proximate analysis and sensory evaluation of baked products from blends of wheat-breadfruit flours. *African Journal of Food Agriculture Nutrition and Development*, 8, 2, 192-203.
- Olatunji, O. et Akinrele, I.A. 1978. Comparative rheological properties and bread qualities of wheat flour diluted with tropical tuber and breadfruit flours. *Cereal chemistry*, 55, 1, 1-6.
- Olivier, G.-A. 1794. Observations, sur la culture de l'arbre-à-pain et des épiceries de la Guyane Française. *Journal d'histoire naturelle*, 2, 72-80.
- Olsson, G. 1991. The socio-economic importance of non-timber forest products in the South Pacific: focus on Vanuatu. *Unasylva*, 165, 42, 24-30.
- Ong, M.H., Jumel, K., Tokarczuk, P.F., Blanshard, J.M.V., et Harding, S.E. 1994. Simultaneous determinations of the molecular weight distributions of amyloses and the fine structures of amylopectins of native starches. *Carbohydrate Research*, 260, 99–117.
- Oostergetel, G.T., Van Bruggen, E.F.J. 1989 "On the origin of a low angle spacing in starch.", *Starch-Stärke*, 41, 9, 331-335.
- Oostergetel, G.T. et Van Bruggen, E.F.J. 1993. The Crystalline Domains in Potato Starch Granules Are Arranged in a Helical Fashion. *Carbohydrate Polymers*, 21, 7-12.
- O'Sullivan, A.C., et Pérez, S. 1999. The relationship between internal chain length of amylopectin and crystallinity in starch. *Biopolymers*, 50, 381–390.

- Osundahunsi, O.F., Fagbemi, T.N., Kesselman, E., et Shimoni, E. 2003. Comparison of the physicochemical properties and pasting characteristics of flour and starch from red and white potato cultivars. *Journal Agricultural Food and Chemistry*, 51, 2232-2236.
- Ouensanga, C. Plantes médicinales et remèdes créoles. Tome I Plantes médicinales. (ed.) Emile Désormeaux. 1983. pp. 31, 38-39, 60, 76, 89, 101, 118, 146, 148.
- Passam, H.C., D.S. Maharaj and S. Passam. 1981. A note on freezing as a method of storage of breadfruit slices. *Tropical Science*, 23, 1, 67-74.
- Pérez, E. Lares, M. et Gonzalez, Z. 1997. Some characteristics of sagu (*Canna edulis* Kerr) and zulu (*Maranta* sp.) rhizomes. *Journal of agricultural and Food chemistry*, 45, 2546-2549.
- Pérez, S., et Bertoft, E. 2010. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. *Starch-Stärke*, 62, 389-420.
- Petard, P. 1986. Plantes Utiles de Polynésie Raau Tahiti. Haere Po No Tahiti, Papeete.
- Planchot, V., Colonna, P. et Saulnier, L. Dosage des glucides et des amylases. In *Guide Pratique d'Analyses dans les Industries des Céréales*, Ed by Godon B and Loisel W. Lavoisier, Paris, France, 1997, pp. 341-398.
- Popenoe, W. 1920. The Breadfruit and its Relatives. In: Manual of Tropical and Subtropical Fruits. Hafner Press, New York. Pp. 406-414
- Popov, D., Buleon, A., Burghammer, M., Chanzy, H., Montesanti, N., Putaux, J.L., Potocki-Veronese, G., et Riekkel, C. 2009. Crystal Structure of A-amylose: A Revisit from Synchrotron Microdiffraction Analysis of Single Crystals. *Macromolecules*, 42, 1167-1174
- Powell, D. 1977. Voyage of the Plant Nursery, HMS Providence. 1791-1793. *Economic Botany* 31, 387-431.
- Powell, J.M. 1976. Ethnobotany. Pp. 106-184 in New Guinea Vegetation. Part III. (K. Pajmans, ed.). Elsevier, Amsterdam.
- Purcell, A.E. Walter, W.M.Jr et Giesbrecht, F.G. 1978. Protein and amino acids of sweet potato (*Ipomoea batatas* (L.) Lam) fractions. *Journal of agricultural and Food chemistry*, 26, 3, 699-701.
- Purseglove, J.W. 1968. *Artocarpus altilis*. In: Tropical Crops. *Dicotyledons*. Longman. London, pp. 379-384
- Ragone, D. 1988. Breadfruit varieties in the Pacific atolls. Suva: Integrated Atoll Development Project, United Nations Development Programme.
- Ragone, D. 1991a. Collection, Establishment, and Evaluation of a Germplasm Collection of Pacific Island Breadfruit. PhD Dissertation. University of Hawaii, Honolulu.

- Ragone, D. 1991b. Ethnobotany of breadfruit. In: Islands, Plants, and Polynesians. (P.A. Cox and S.A. Banack, eds.). Dioscorides Press, Portland, Oregon. Pp 203-220
- Ragone, D. 1997. Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops series, vol. 10: Breadfruit, *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg. Rome: International Plant Genetic Resources Institute.
- Ragone, D. 2001. Chromosome numbers and pollen stainability of three species of Pacific Island breadfruit (*Artocarpus*, *Moraceae*). *American Journal of Botany*, 88, 693–696.
- Ragone, D. Breadfruit *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg. [ed.] International Plant Genetic Resources Institute. 1997, pp. 1- 77.
- Rajendran, R. 1992. *Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg. In: Plant Resources of South-East Asia. No. 2. Edible Fruits and Nuts (E.W.M. Verheij and R.E. Coronel, eds.). PROSEA foundation, Bogor, Indonesia, pp. 83-86.
- Ramdath, D.D., Isaac, R.L.C., Teelucksingh, S. et Wolever, T.M.S. 2004. Glycaemic index of selected staples commonly eaten in the Caribbean and the effects of boiling v. crushing. *British J. Nutrition*, 91, 971-977.
- Ramlochan, R. 1991. Transient cooling and storage of breadfruit in refrigerated and controlled atmosphere environment. M.Phil. Thesis, University of the West Indies, St. Augustine, Trinidad.
- Rasper, V. 1969. Investigations on starches from major starch crops grown in Ghana. I. – Hot paste viscosity and gel-forming power. *Journal of Sciences and Food Agriculture*, 20, 165-171.
- Ravindran, V., Ravindran, G., Sivakanesan, R., et Rajaguru, S.B. 1995. Biochemical and nutritional assessment of tubers from 16 cultivars of sweetpotato (*Ipomoea batatas* L.). *Journal of agricultural and Food chemistry*, 43, 2646-2651.
- Raynor, W.C. and J.H. Fownes. 1991. Indigenous agroforestry of Pohnpei. 2. Spatial and successional vegetation patterns. *Agroforestry Systems*, 16, 159-165.
- Reeve, R., M. 1974. Histological structure and commercial dehydration potential of breadfruit. *Economic Botany*, 28, 82-96.
- Rees, T., Dixon, W.L., Pollock, C.J., Franks, F. 1981. Low temperature sweetening of higher plants. In: Friend, J., Rhodes, M.J.C. (Eds.), Recent Advances in the Biochemistry of Fruits and Vegetables. Academic Press, London, New York, Toronto, Sydney, San Francisco, pp. 41–61.
- Région Martinique/ Région Guadeloupe. L'inventaire du patrimoine culinaire de la France – Martinique/Guadeloupe produits du terroir et recettes traditionnelles. [ed.] Albin Michel /

- CNAC. 1997-1998. pp. 126-129, 160-164, 167-171, 173-179, 181-184, 186-187/142-145, 197-200, 206-207, 211-215, 216-225, 234-235.
- Ridout, M. J., Parker, M. L., Hedley, C.L., Bogracheva, T.Y., et Morris, V.J. 2003. Atomic force microscopy of pea starch granules: granule architecture of wild-type parent, r and rb single mutants, and the rrb double mutant. *Carbohydrate Research*, 338, 2135-2147.
- Rinçon A. M., Padilla F. C. 2004. Physicochemical properties of breadfruit (*Artocarpus altilis*) starch from Margarita island, Venezuela. *Archivox Latinoamericanos de Nutrición*, 54, 4. 449-456.
- Roberts-Nkrumah, L.B. 1993. Breadfruit in the Caribbean: a bicentennial review. Extension Newsl.. Dept. of Agric., Univ. of the West Indies (Trinidad and Tobago) 24(2):1-3.
- Roberts-Nkrumah, L.B. 1997. Towards a description of the breadfruit germplasm in St. Vincent. *Fruits*, 52, 27-35.
- Roberts-Nkrumah, L.B., Badrie, N. 2005. Breadfruit consumption, cooking methods and cultivar preference among consumers in Trinidad, West Indies. *Food quality and preference*, 16, 267-274.
- Roberts-Nkrumah, L.B. 2007. An overview of breadfruit (*Artocarpus altilis*). In the Caribbean Symposium, ISHS, 51-60.
- Robin, J. P., Mercier, C., Duprat, F., Charbonniere, F., Guilbot A. 1975. Lintnerized starches. Chromatographic and enzymatic studies of insoluble residues from acid hydrolysis of various cereals, particularly waxy maize starch. *Starch-Starke*, 2, 36-45.
- Roca, W. M., Ynouye, C., Manrique, I., Arbizu, C., et Gomez, R. 2007. indigenous Andean root and tuber crops : New foods for the new millenium. *Chronica Horticulturae*, 47, 4, 13-19.
- Rodriguez I.R., Taravel F.R., et Whelan W.J. 1987. Identification of the Enzymes Responsible for the Conversion of Starch into Glucose in the Mammalian Digestive - Tract. *Crc Critical Reviews in Biotechnology*, 5, 243-258.
- Roger, P. et Colonna, P. 1996. Molecular weight distribution of amylose fractions obtained by aqueous leaching of corn starch. *International Journal of Biological Macromolecules*, 19, 1, 51-61.
- Rolland-Sabaté, A, Amani, N.G., Dufour, D., Guilois, S., Colonna, P. 2003. Macromolecular characteristics of ten yam (*Dioscorea* spp) starches. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83, 927-936.
- Rosenthal, F. R. T., Nakamura, T., Espindola, A. M. C., Jochimek, M. R. 1974. Structure of starch granules. *Stärke*, 26, 50-55.

- Rouillard, G. et J. Gueho. 1985. History of the horticultural, medicinal, and economic plants of Mauritius. *Revue Agricole et Sucrière de l'île Maurice*, 64, 151–167.
- Rousseau, J., C. Baehni, H. W. Rickett, W., et Robyns, J. Lanjouw, F. A. Stafleu et M. Pichon. 1955. Huitième congrès international de botanique section nomenclature. *Taxon*, 4, 162.
- Russel, P.L. 1987. Gelatinisation of starches of different amylose / amylopectin content. A study by differential scanning calorimetry. *J. Cereal Sci.*, 6, 133-145.
- Sankat C.K., Maharaj R. 2007. A review of postharvest storage technology of breadfruit. Proceedings of the 1st international Symposium on Breadfruit Research and Development. Nadi, FIJI, Apr 16-19, 2007.
- Sauerborn J. 2002. Site productivity, the key to crop productivity. *Journal of Agronomy and Crop Science*, 188, 363-367.
- Schofield J.D. 1994. Wheat Proteins: structure and functionality in milling and breadmaking. In *Wheat Production, Composition and Utilization*. Blackie, Glasgow, Bushuck, W. & Rasper, V., pp 73 - 78.
- Seguchi M. et Yamada Y. 1989. Study of Proteins Extracted from the Surface of Wheat- Starch Granules with Sodium Dodecyl-Sulfate. *Cereal Chemistry*, 66, 193-196.
- Seib, P. et Woo, K.S. 1998. Food grade starch resistant to alpha-amylase. Patent no. WO98/54973.
- Seidemann, J. 1966. Stärke atlas. Paul Parey, Berlin.
- Smith, B. 1985. European vision and the south Pacific, 1768-1850, 2nd edn, Yale University Press.
- Spary, E. C. 2000. Utopia's Garden : French Natural History from old regime to revolution, University of Chicago Press, 128-130.
- Spary, E., White, P. 2004. Food of paradise: Tahitina breadfruit and the autocritique of European consumption. *Endeavour*, 28, 2, 75-80.
- Sreekumar, V.B., Binoy, A.M., et George, S.T. 2007. Genetic and morphological variation in breadfruit (*Artocarpus altilis* (Park.) Fosberg) in the Western Ghats of India using AFLP markers. *Genet. Resour. Crop Evol.*, 54, 1659-1665.
- Stade, L. et Levine, H. 1988. Nonequilibrium of native granular starch. Part I: Temperature location of the glass transition temperature associated with gelatinization of a-type cereal starches. *Carbohydrate Polymers*, 8, 183-191.
- Stoddard, F.L. 1999. Survey of starch particle-size distribution in wheat and related species. *Cereal chemistry*, 76, 1, 145-149.

- Swinkels, J.J.M. 1985. Composition and properties of commercial native starch. *Starch*, 37, 1-5.
- Takahashi, Y., Kumano, T., et Nishikawa, S. 2004. Crystal Structure of B-Amylose. *Macromolecules*, 37, 6827-6832.
- Takeda, Y. Hizukiri, S. et Juliano, B.O. 1986. Purification and structure amylose from rice starch. *Carbohydrate Research*, 148, 299-308.
- Takeda, Y. Hizukiri, S. et Juliano, B.O. 1987. Structures of rice amylopectins with low and high affinities for iodine. *Carbohydrate Research*, 168, 79-88.
- Takeda Y., Shitaozono T., Hizukuri S. 1990. Structures of sub-fractions of corn amylose. *Carbohydrate Research*, 199, 207-214.
- Tang, H. J., Mitsunaga, T. H., Kawamura, Y. 2006. Molecular arrangement in blocklets and starch granule architecture. *Carbohydrate Polymers*, 63, 555-560.
- Tawil, G., ViksØ-Nielsen, A., Rolland-Sabaté, A., Colonna, P., et Buléon, A. 2011. In depth study of new highly efficient raw starch hydrolyzing α -amylase from *Rhizomucor* sp. *Biomacromolecules*, 12, 34-42.
- Tawil, G., ViksØ-Nielsen, A., Rolland-Sabaté, A., Colonna, P., et Buléon, A. 2012. Hydrolysis of concentrated raw starch : A new very efficient α -amylase from *Anoxybacillus flavothermus*. *Carbohydrate Polymers*, 87, 46-52.
- Tetchi, F.A., Rolland-Sabaté, A., Amani, N.G., et Colonna, P. 2007. Molecular and physicochemical characterisation of starches from yam, cocoyam, cassava, sweet potato and ginger produced in the Ivory Coast. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87, 1906-1916.
- Thompson, A.K., Been, B.O., Perkins, C., 1974. Storage of fresh breadfruit. *Tropical Agriculture* 51, 407-415.
- Thompson, D.B. 2000. On the non-random nature of amylopectin branching. *Carbohydrate Polymers*, 43, 223-239.
- Thunberg, C.P. 1776. *Radermachia incisa*. *Vetenskapsakademins Akademiska Handlingar*, 37, 253.
- TNS irlles, consulté le 25 mars 2009 : www.tns-ilres.com/cms/Home/WikiStat/La-boite-a-moustaches.
- Tramil. Pharmacopée végétale caribéenne. (ed.) Désormeaux 2^{de} éd. Actualisée. 2007, pp. 194-196 276-279 306-309.
- Trujillo, E.E. 1971. The Breadfruit Diseases of the Pacific Basin. South Pacific Commission Information Document 27. Noumea.

- Tucker, G. A., et Grierson, D., 1987. Fruit ripening. In : Davies, D. D. (Ed.), The biochemistry of plants. A comprehensive treatise, vol. 12. Physiology of metabolism. Academic Press, London, pp. 265-318.
- Tumaalii, F., et Wootton, M. 1988. Properties of starches isolated from western Samoan breadfruit using a traditional method. *Starch-Stärke*, 40, 1, 7-10.
- Valetudie, J.C. Modifications structurales et physicochimiques de tubercules amyliacés tropicaux au cours de la cuisson. Relation avec la structure de leurs amidons. Université de Nantes. 1992. Thèse.
- Vandeputte, G.E. et Delcour, J.A. 2004. From sucrose to starch granule to starch physical behavior : a focus on rice starch. *Carbohydrate polymers*, 58. 245-266.
- Vermeulen, R., Goderis, B., Reynaers, H., et Delcour, J.A. 2004. Amylopectin molecular structure reflected in macromolecular organization of granular starch. *Biomacromolecules*, 5, 1775–1786.
- Waigh, T.A., Kato, K. L., Donald, A.M., Gidley, M.J., Clarke, C.J. et Riekkel, C. 2000. Sidechain liquid-crystalline model for starch. *Starch-Starke*, 52, 450-460.
- Wakelin, J.H., Virgin, H.S., Crystal E. 1959. Development and comparison of two X-Ray methods for determining the cristallinity of cotton cellulose. *Journal of applied Physics*, 30, 1654-1662.
- Walter, W.M. Jr., Truong, V.D., Wiesenborn, D.P. et Carvajal, P. 2000. Rheological and physicochemical properties of starches from moistand dry-type sweetpotatoes. *Journal Agricultural Food and chemistry*, 48, 2937-2942.
- Whistler, W.A. 1992. Polynesian Herbal Medicine. National Tropical Botanical Garden, Lawai, Kauai, Hawaii.
- Wilder, G. P. 1928. Breadfruit of Tahiti. Bishop Museum Bulletin 50. Honolulu: The Bernice Pauahi Bishop Museum.
- Williams, O. J., Golden, K. D. 2002. Purification and characterization of ACC oxidase from *Artocarpus altilis*. *Plant Physiology and Biochemistry*. 40, 273- 279.
- Woolfe, J.A. Sweet potato an untapped food resource. (ed.) Cambridge university press. 1992, pp. 24-25.
- Wootton, M., et Tumaalii, F. 1984. Breadfruit production, utilisation and composition. *Food Technology in Australia*, 36, 10, 464–465.
- Worrell, D.B., Carrington, C.M.S., et Huber, D.J. 1998. Growth, maturation and ripening of breadfruit, *Artocarpus altilis* (Park.) Fosb. *Scientia Horticulturae*, 76, 1-2, 17-28.

- Worrell, D.B., Carrington, C.M.S., et Huber, D.J. 2002. The use of low temperature and coatings to maintain storage quality of breadfruit, *Artocarpus altilis* (Parks.) Fosb. *Postharvest Biology and Technology*, 25, 33-40.
- Worrell, D.B. 1994. A study of fruit development and post-harvest storage of breadfruit grown in Barbados, West Indies. PhD Thesis, University of the West Indies, Cave Hill, Barbados.
- Wu, H.C.H., et Sarko, A. 1977. The crystal structure of A-starch. *Carbohydrate Research*, 54, C3-C6.
- Yamaguchi, M., Kainuma, K., et French, D. 1979. Electron microscopic observations of waxy maize starch, *Journal of Ultrastructure Research*, 69, 249-261.
- Yen, D.E. 1974. Arboriculture in the subsistence of Santa Cruz, Solomon Islands. *Economic Botany*, 28:247-284.
- Zerega, N.J.C., Mori, S., Lindqvist, C., Zheng, Q., et Motley, T.J. 2002. Using amplified fragment length polymorphism (AFLP) to identify black cohosh (*Actaea racemosa*). *Economic Botany*, 56, 154–164.
- Zerega, N.J.C., Ragone, D. et Motley, T. J. 2004. Complex origins of breadfruit: Implications for human migrations in Oceania. *American Journal of Botany*, 91, 760–766.
- Zerega N.J.C., Ragone, D. et Motley, T.J. 2005. Systematics and Species Limits of Breadfruit (*Artocarpus*, *Moraceae*). *Systematic Botany*, 30, 3, 603–615.
- Zerega, N.J.C., Ragone, D. et Motley, T.J. Breadfruit origins, diversity, and human-facilitated distribution. In: T. J. Motley, N. Zerega, and H. Cross (Eds.), *Darwin's harvest: New approaches to origins, evolution, and conservation of crop plants*. Columbia University Press, New York. 2006, pp. 213-238
- Zhang, P., et Whistler, R.L. 2002. Isolation of starch and hemicelluloses from green bananas. Boston, MA: 224th American Chemical Society National Meeting.
- Zhang, P., Whistler, R.L., BeMiller, J.N., et Hamaker, B.R. 2005. Banana starch: production, physicochemical properties, and digestibility. *Carbohydrate Polymers*, 59, 443-458.
- Zhu, F., Corke, H., et Bertoft, E. 2011. Amylopectin internal molecular structure in relation to physical properties of sweetpotato starch. *Carbohydrate Polymers*, 84, 907-918.
- Zobel, H.F. 1984. Gelatinization of starch and mechanical properties of starch pastes. In: *Starch: Chemistry and Technology*, R.L. Whistler, E.F. Paschall, and J.N. Bemiller Editors, Academic Press: London, 285-307.
- Zobel H. F. 1988a. Molecules to granules: a comprehensive starch review. *Starch-Starke*, 40, 44-55.

Zobel H. F. 1988b. Starch crystal transformations and their industrial importance. *Starch-Starke*, 40, 1-7

ANNEXES

ANNEXE 1 : Noms vernaculaires d'*Artocarpus altilis*

	Noms vernaculaires
Pays francophones	Fruit à pain Antilles françaises : fouyapen, friyapen, foubap Haïti : celipi, véritable
Anglais	Bread fruit, meat fruit
Pays hispanophones	Fruta de pan, pan de pobre, mazapán, lavapán, panapén, lavapén, pan Cuba : Guempen, Mapén, Rép. Dominicaine : Buenpán, Guenpán, Castaño Puerto-Rico : Panapén, Palo de pan, pana, Mapén Vénézuéla : pan de año, pan de poao, pan de mano, to pan Pérou : marure Yucatan : pana forastera
Portugais	Fruta de pão, pão de massa, fruta pão selvagen, fruta pão
Italien	Artocarpo
Allemand	Brood wucht, Brotfruchtbaum, Brotfrucht, Echter brotfruchtbaum
Néerlandais	Brood boom, Broodvrucht Surinam : broodboom
Suédois	Brödfrukträd
Malaisie	Indonésie : Sukun, Soekoen, Timbul Java : Suku, Sukin Bali : Sukun, Timbul
Philippines	Rima
Tahiti	Uru, maiore
Iles Fidji	Buco ni vité, Uto dina
Iles Tonga, Futuna, Tuvalu, Marquises	Mei
Iles Cook	Kuru
Hawaï, Samoa	Ulu
Thaïlande, Vietnam	Sa Kè
Japonais	Pannoki

ANNEXE 2 : Liste des collections des fruits à pain *Ex situ*

Extrait de "Summit Report - First International Symposium On Breadfruit Research And Development - April 16-19, 2007"

Genebank	Country	No. Acc.	Notes
America Samoa Community College	American Samoa	4	Planted 1989. Local germplasm.
Etty Bay Exotics	Australia	5	Private collection. Some evaluation. Further introductions needed to spread crop.
Kamerunga Research Station	Australia	6	Closed
Sigatoka Research Station	Fiji	12	Established 2006 in conjunction with a marketing project. Needs characterization and further collecting. Should be duplicated at NTB?G?
Naduruloulou Research Station	Fiji	5	Old trees. Not clear whether same varieties as Sigatoka.
Legalega Research Station	Fiji	10	Duplicate of material at Sigatoka.
SPC Regional Germplasm Centre	Fiji (regional org)	10	2 Samoan, 10 Fijian varieties in tissue culture. NTB?G collection to be duplicated here in vitro and cryopreservation once protocols finalized.
Pohnlangas Pilot Farm	FSM	13	On-farm conservation seen as main strategy. This collection will concentrate on rare and threatened material. No duplication elsewhere yet.
Pohnpei Botanical Garden	FSM	30	Old trees, Pohnpei and Chuuk varieties, including 2 from South Pacific. Not labeled, no provenance data.
PGRRI, Bunso	Ghana	8	Need characterization, evaluation, new introductions.
Kosrae Agriculture Dept.	FSM	20	Old trees. Local and Pohnpei varieties. Not labeled, no provenance data.
University of the West Indies, Mona Campus	Jamaica (regional org)	10	Material from NTB?G planted 1992-3. Need human resources for maintenance, data collection, propagation.
Central Nursery, Bikenibeu	Kiribati	8	21 varieties introduced from NTB?G in 1993. 5 of these remain.
Arrak Agricultural Research Station	Marshall Islands	6	Need safety duplication at NTB?G?
Station de Recherches Fruitières de Pocquereux	New Caledonia	5	From NTB?G, planted 2000.
NARI, Keravat	PNG	Few	New collections being made by EU funded atoll project. Will need characterization, evaluation, and duplication at NTB?G.
Atele Research Station	Samoa	13	Still collecting. Characterization ongoing.
Grande Anse Research Station	Seychelles	Few	Old trees.
Fote Field Experiment Station	Solomon Islands	16	Collection threatened due to virtual abandonment of research station. Need rehabilitation and safety duplication at NTB?G.

Tenaru Field Experiment Station	Solomon Islands	13	2 accessions duplicated at NTBГ.
Newi Field Experiment Station	Solomon Islands	13	
HORDI	Sri Lanka	4	Need evaluation. Not a priority crop. Not duplicated.
Sokoine University of Agriculture	Tanzania	2	Need characterization, evaluation, new introductions.
University of the West Indies, St Augustine Campus	Trinidad & Tobago (regional org)	33	Some accessions from NTBГ + local varieties from Trinidad, Jamaica and St Vincent. NTBГ accessions sent in 1990, some of these were sent on to Mona campus.
NTBГ, Maui, Hawaii (Kahanu Garden)	USA	200	Some accessions need replanting. Entire collection needs duplication and long-term tree management strategy.
NTBГ, Kauai, Hawaii (McBryde Garden)	USA	35	27 accessions duplicates of NTBГ Kahanu Garden collection
USDA, Hilo, Hawaii	USA	40	32 accessions duplicates of NTBГ Kahanu Garden collection
Mark Greenwell, Hilo, Hawaii	USA	20+	From NTBГ.
VARTC, Vanuatu	Vanuatu	69	36 established in 2005. Further collecting needed. Will need safety duplication at NTBГ in due course.

ANNEXE 3 : Recommandations pour maintenir la qualité après récolte

Extrait de [http://postharvest.ucdavis.edu/frutasetmelons/Arbre %C3%A0 pain fruit de I/](http://postharvest.ucdavis.edu/frutasetmelons/Arbre%C3%A0painfruitdeI/), consulté le 04 mars 2008.

Auteur : Adel A. Kader

Department of Plant Sciences, University of California, Davis, CA 95616

Traduit par Shady S. Atallah

International Programs, CA&ES University of California, Davis, CA 95616

1. INDICES DE MATURITÉ ET QUALITÉ

Indices de Maturité

Les fruits complètement mûrs sont de couleur vert foncé et leurs segments sont plus ronds et plus mous en surface que les fruits moins mûrs. Des taches de latex peuvent être présentes sur la peau des fruits mûrs. Le jaunissement de la peau indique une maturité de récolte avancée (maturité physiologique partielle). Les fruits sont récoltés au stade de pleine maturité physiologique et de goût sucré s'ils sont destinés à la préparation de desserts.

Indices de Qualité

Les fruits de l'arbre à pain sont de bonne qualité s'ils sont mûrs-verts, fermes, à queue intacte, sans défauts (comme les imperfections de la peau, échaudure solaire, fissurations, contusions, et dégâts d'insectes) et sans pourriture. L'uniformité de la forme, de la taille, et du poids sont aussi des facteurs de qualité importants. La pulpe du fruit de l'arbre à pain (partie comestible) contient 25 – 30 % (masse fraîche) de sucres dont l'amidon constitue la moitié. La pulpe est bouillie, cuite au four, frite, ou rôtie mais jamais mangée crue. Elle est aussi moulue pour former une farine utilisée à faire du pain.

2. TEMPÉRATURE ET L'ATMOSPHÈRE CONTRÔLÉE

Température Optimale

13 ± 1 °C (56 ± 2 °F); durée d'entreposage = 2 - 4 semaines selon le cultivar et le stade de maturité.

Humidité Relative Optimale

85 – 95 %

Taux de respiration

Le taux de respiration à 20 °C (68 °F) varie entre 38 (pré - pic climactérique) et 178 (pic climactérique) mL CO₂ / kg•h.

Pour calculer la production de chaleur, il faut multiplier mL CO₂ / kg•h par 440 pour obtenir BTU / tonne (britannique) / jour ou par 122 pour avoir kcal / tonne (métrique) / jour.

Taux de production d'Éthylène

Le taux de production d'éthylène à 20 °C (68 °F) varie entre 0,1 (pré - pic climactérique) et 1,6 (pic climactérique) µL / kg•h.

Réponse à l'Éthylène

L'exposition des fruits de l'arbre à pain à des concentrations d'éthylène égales ou supérieures à 50 ppm pendant 24 heures à 20 °C (68 °F) accélère leur maturation (virement de la couleur verte à la couleur jaune et ramollissement) et réduit leur durée de vie après récolte.

Réponses aux Atmosphères Contrôlées (AC)

Une AC de 5 % O₂ + 5 % CO₂ ou l'utilisation d'emballage à atmosphère modifiée (5 – 8 % O₂ + 8 – 10 % CO₂) peuvent aider à retarder la maturation (ramollissement du fruit) et à allonger la vie après récolte des fruits mûrs-verts gardés sous conditions optimales de température et d'humidité relative.

3. DÉSORDRES

Les Désordres Physiologiques

Dégâts dus au Froid. Les fruits gardés à des températures inférieures à 12 °C (54 °F) avant leur transfert à des températures plus élevées, développent les symptômes suivants : coloration brune de la peau, brunissement de la pulpe, développement d'arômes indésirables et susceptibilité accrue au pourrissement.

Maladies

Les désordres pathologiques résultent normalement des dégâts mécaniques et des dégâts dus au froid. La pourriture peut être causée par *Phytophthora palmivora* ou *Rhizopus artocarp* ou *Botryobasidium salmonicola*.

ANNEXE 4 : Répertoire des amylacées tropicales en Martinique et Guadeloupe

1. Banane

Famille	Groupe	Sous groupes	Noms vernaculaires	Synonymes (Guad., Mart.)	Origine	Description	
Musacées Genre Musa Section Eumusa	<u>Espèces sauvages à graines :</u> Musa acuminata Colla (AA) <i>M. chinensis</i> Sweet, <i>M. corniculata</i> Kurz, <i>M. rumphiana</i> Kurz, <i>M. simiarum</i> Kurz ou <i>M. seminarium</i> Rumph., <i>M. malaccensis</i> Ridl., <i>M. truncata</i> Ridl.				SE Asie (Ouest Birmanie) et Papouasie Nouvelle Guinée		
	Musa balbisiana Colla (BB) <i>M. brachycarpa</i> Back., <i>M. liukuensis</i> (Matsum.) Makino, <i>Musa</i> × <i>sapientum</i> var. <i>liukuensis</i> Matsum., <i>M. sapientum</i> L. var. <i>liukuensis</i> Matsum. <i>M. sapientum</i> L. var. <i>pruinosa</i> ou <i>M. sapientum</i> (L.) Roxb., <i>M. seminifera</i> Lour., <i>M. paradisiaca</i> , ssp. <i>seminifera</i> (Lour.) Baker		Balbisiana, banane balbis, banana féculent, banane repas, banane à graines, banane du diable, banane farineuse.		SE Asie du Sri Lanka aux Philippines		
	<u>Espèces parthénocarpiques</u>		Bananier-figue				Bananes consommées crues, en dessert.
	AA	Sucrier	Figue sucrée	Figue musquée / figue des oiseaux (Gua.) Fraissinette / frécinette (Mart.)	Malaisie	Fruit court, de 5-10cm de longueur sur 2-3cm de diamètre. Pulpe très sucrée. Peau fine empêchant l'exportation.	
AAA	Gros michel	Gros michel	Makanguia / figue Baudin (Mart.)	Colombie Mexique	Fruit de 18-24cm de longueur sur 4-5cm de diamètre, pesant 110-120g.		

			Figue Raimbaud (Gua.)		La peau de 3-4mm, jaune verdâtre à maturité s'enlève facilement. La chair est jaune crème, fondante, et sucrée.
	Red	Figue rose	Figue créole rouge / figue d'or / banane de Cuba / figue bacove (Mart.) Figue violette / bacove violette (Gua.)	Afrique Antilles Amérique du Sud	Fruit épais et trapu, de 15-20cm de longueur sur 5-6cm de diamètre. Il est pourpre foncé puis bordeaux à maturité.
		Bananier nain, bananier de chine, bananier des Canaries			Bananes consommées crues, en dessert.
	Cavendish	<u>Type nain</u> : Dwarf chinese, dwarf cavendish, chinese, cavendish, canary banana (<i>M. cavendishii</i> Lamb., <i>M. cavendishii</i> Lamb. & Paxt., <i>M. cavendishii</i> Paxt., <i>M. nana auct. non</i> Lour., <i>M. sinensis</i> Sweet ex Sagot)	Petite naine (Mart.)	Antilles Amérique centrale Canaries	Fruit plus ou moins courbé et à section ronde de 12-18cm de long sur 3-4cm de diamètre. Sa chair est très parfumée.
		<u>Type semi-géant</u> : Giant chinese, giant cavendish	Grande naine (Mart.) Nain géant (Gua.)		Fruit plus ou moins arqué, de 18-20cm de longueur sur 4-4,5cm de diamètre. Il a la même saveur que la petite naine.
		<u>Type semi-géant</u> : Congo dit Poyo, Robusta	Banane verte / figue verte Figue / figue jaune à maturité (Gua.) Ti-nain / banane naine / figue naine (Mart.)	Antilles Côte d'Ivoire Cameroun	Consommée crue à maturité, et cuite à immaturité.
		<u>Type géant</u> : Lacatan,	Grande naine de la		

			giant fig, Pisang masak hijau	montagne (Mart.)		
AAB		Figue-pomme / Silk <i>M. sapientum</i> L., <i>M. paradisiaca</i> L. ssp. <i>sapientum</i> (L.) Kuntze var. <i>cubensis</i> , <i>M. berteri</i> Colla, <i>M. berteroi</i> Colla, <i>M. berteroniana</i> von Steudel	Figue-pomme	Figue courte (Mart.)	Antilles	Fruit à section ronde, à peau peu épaisse (2-3mm d'épaisseur). Saveur aigrelette (acidulée) de la pulpe rappelant la pomme reinette.
		Banancier plantain, banane à cuire, banane-cochon				Bananes consommées en légume.
		Plantain <i>M. discolor</i> Horan ou <i>Musa paradisiaca</i> L. <i>M. paradisiaca</i> var. <i>normalis</i> O. Kuntze, <i>M. sapientum</i> var. <i>paradisiaca</i> Baker	Banane créole / french plantain (<i>M. paradisiaca</i> L., <i>M. paradisiaca</i> L. var. <i>viridis</i> De Wild., <i>M. purpureo-tomentosa</i> De Wild., <i>M. × paradisiaca</i> auct. non L.)	Banane jaune (Mart.) Banane franche (Gua.)	Costa Rica Equateur Colombie Martinique Côte d'Ivoire	Fruit de 20-25cm de longueur sur 4-5cm de diamètre. Saveur peu sucrée.
			Banane St-Pierre	Banane colossale / banane quatorze-pattes (Mart.)		
ABB	Buggloe	Cacambou / kakambou / cacambourg	Poteau / Poto (Gua.) Sept-semaines (Maman iche Mart.)			Fruit grand, droit, anguleux, à longs pédoncules. 4 à 7 mains sur un régime. Banane consommée cuite.

2. Dachine / madère / taro, Chou caraïbe / malanga

Famille	Nom	Nom vernaculaire	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Aracées	<i>Colocasia esculenta</i> L. Schott	Taro	Dachine, chou de chine, chou d'atchine (Mart.) Madère (Gua.)	Région indo-malaise	Rhizome tubéreux de forme bulbeuse (≈ chou-rave) pesant 2-3Kg
	<i>Xanthosoma sagittifolium</i> L. Schott	Chou caraïbe	Malanga	Amérique	Rhizome tubéreux produisant des tubercules secondaires allongés, en massue, ou courts.

3. Dictame, Topinambour

Famille	Nom	Noms vernaculaires	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Marantacées	<i>Maranta arundinacea</i> Linn. Syn. <i>M. Indica.</i> , <i>M. ramosissima</i>	Arrow-root Arrow-root de la Barbade Racine à flèche	Dictame Dictame barbade Moussache Barbade Envers blanc / envè blanc	Amérique tropicale	Rhizome vivace allongé et pointu, comprimé, charnu et recouvert de larges écailles
	<i>Calathea allouia</i> Aubl. Lindl. Syn. <i>Maranta allouya</i>	Topinambour Arrow-root de Guinée	Topinambou, topinanbouc, topitambou (Gua.) Topinambour, topitambour, alléluia (Mart.)	Antilles	Rhizome pédonculé, léger, arrondi, ou légèrement allongé. Il naît du renflement des racines issues d'une souche rhizomateuse

4. Patate douce

Famille	Nom	Nom vernaculaire	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Convolvulacées	<i>Ipomea batatas</i> L.	Patate douce	Patate	Polynésie	Racine tubéreuse de taille et de forme diverses. Son épiderme et sa chair sont de couleur variable : blanc, jaune, orangé, rougeâtre.

5. Toloman

Famille	Nom	Noms vernaculaires	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Cannacées	<i>Canna indica</i> L. Syn. <i>Canna edulis</i> Ker. Gawl.	Arrow-root de Queensland, balisier rouge, balisier à chapelet	Toloman, tous-les-mois	Amérique tropicale	Rhizome tubérisé vivace de couleur pourpre, assez volumineux, un peu allongé et plus ou moins ramifié

6. Igname

Famille	Nom	Noms vernaculaires	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Dioscoréacées	<i>Dioscorea trifida</i> L.	Igname couche-couche	Couscouche / cousse-couche / couche-couche	Guyane, Brésil	Tubercules de petites tailles, de formes variables (souvent piriforme), pédonculés, surface liégeuse avec des traces de départ de racinelles (chair blanche, rosée ou violacée)
	<i>Dioscorea alata</i> L.	Igname ailée, Grand igname, Igname de Chine Guyana arrowroot	Igname de Noël (comprend pakala, saint-vincent, sainte-catherine, taïti, etc.)	Asie	Tubercules de plus de 500g, de formes variées, de surface liégeuse, avec les traces de départ de racinelles.
	<i>Dioscorea bulbifera</i> L.	Igname bulbifère, Pousse-en-l'air	Adon / ado (Gua.)	Asie Afrique	Tubercules aériens ou bulbilles naissant aux aisselles foliaires, taille d'un poing, de couleur beige argenté, de 300-500g
	<i>Dioscorea altissima</i> Lam.	Igname bois	En-bas-bon (Mar.)		
	<i>Dioscorea tuberosa</i>	Patte-à-cheval	Igname coco-bourrique (Mar.)		
	<i>Dioscorea cayenensis</i> Type <i>cayenensis</i> Lam.	Igname de Guinée jaune	Poule blanc Poule jaune	Afrique	Tubercules de plus de 500g, de forme allongée avec digitations, de surface liégeuse craquelée, sans départ de racinelles (chair jaune)
	Type <i>rotundata</i> Poir.	Igname de Guinée blanche	Grosse caille Grosse tête La guinée (Gua.)		Idem (chair blanche)
	<i>Dioscorea esculenta</i> (Lour.) Burkill	Igname des blancs, Petit igname	Pas possible (Gua.)		Petite igname, surface lisse, jaunâtre, couvertes de petits pores

7. Manioc

Famille	Nom	Noms vernaculaires	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Euphorbiacées	<i>Manihot utilissima</i> Pohl (<i>Manihot esculenta</i> Crantz, <i>Jatropha manihot</i> L.)	Arrow-root du Brésil	Manioc	Nord Est Amérique du Sud, Mexique au Guatemala	Racines tubérisées groupées en nombre variable suivant les variétés et en direction oblique, à la base de la tige.
	<i>M palmata</i> Mueller, <i>M. aipi</i> Pohl, <i>M. dulcis</i> Baill.	Manioc	Camanioc / kamanioc / manioc doux		

8. Fruit à pain

Famille	Nom	Nom vernaculaire	Synonymes (Guadeloupe, Martinique)	Origine	Description
Moracées	<i>Artocarpus altilis</i> Fosberg (<i>A. incisa</i> L.f., <i>A communis</i> Forst.) • Var. <i>apyrena</i> Hort. = non seminifera (<i>A. rima</i> Blanco)	Fruit à pain	Fouyapen (Gua.-Mart.) Friyapen (Mart.) Foubap (Gua.)	Archipel de la Sonde, Indonésie, Polynésie	Fruit charnu , rond ou ovoïde, pesant 300g à 3-4Kg et <u>dépourvu de graines</u>
	• Var. <i>seminifera</i> Hort. (<i>A. esculenta</i> Raoul)	Châtaigne	Châtaigne-pays		Fruit rond à pulpe peu épaisse, blanche, fibreuse et farineuse, plus jaune à maturité. Renferme 50-80 graines. Pèse 1,5-2,5Kg
	<i>Artocarpus heterophyllus</i> Lamk. (<i>A. integrifolia</i> L. f., <i>A. jaca</i> Lamk., <i>A. integra</i> (Thunb) Merr.)	Jacque		Inde	Fruit ovale, hérissé de petites pointes, de 30Kg, renferme beaucoup de graines, naissant sur le tronc

RESUME

Les résultats de cette étude de la composition du fruit à pain récolté sur un territoire contrasté du point de vue agropédoclimatique, et de son amidon, montrent que la teneur en amidon du fruit à pain apparaît comme étant influencée par la saison, mais pas par la zone de récolte. La teneur en amidon beaucoup plus élevée pour les fruits à pain développés durant la saison la plus sèche est un résultat très original. La connaissance du cycle de développement des fruits à pain à la Martinique a été décrite pour une première fois, permettant de déterminer une période de récolte optimisée par rapport à la floraison : la 16^{ème} semaine pour une croissance maximale, ou la 17^{ème} semaine pour une plus haute teneur en amidon. L'étude de Worrell et *al.*, (1998), la seule publiée actuellement, menée à la Barbade, a montré un cycle plus long de 2 semaines environ.

Du point de vue de la diversité génétique, les fruits à pain récoltés en Martinique constituent un seul groupe, à l'opposé de ceux récoltés en Guadeloupe qui constituent 2 sous-groupes proches.

En ce qui concerne l'amidon, nos résultats montrent que les dimensions des grains d'amidon de fruits matures sont comprises entre 9 et 12 μm . Leur taille augmente avec la croissance du fruit puisque dans un fruit immature leur diamètre moyen était de 7,5 μm . Il s'agit d'amidons de type B à très haute cristallinité, dont les températures d'empesage sont autour de 75 °C. Parmi les facteurs agropédoclimatiques, l'humidité a eu un rôle actif sur la qualité de l'amidon puisque à la fois la quantité d'amylose et la masse molaire de l'amylopectine diminuent. L'amidon a une solubilité et un gonflement faible du même ordre de grandeur que les amidons classiques et une forte viscosité à la gélatinisation et à la rétrogradation, lui conférant une aptitude à l'utilisation comme gélifiant.

Des essais d'applications alimentaires ont été effectués en panification et en extrusion. Des transformations en produits de type crackers ont donné des résultats moyennement satisfaisant avec 100 % de farine de fruit à pain. En panification l'incorporation de farine de fruit à pain a des actions délétères sur la valeur boulangère. L'acceptabilité d'un goût « nature, vert » conféré par la farine de fruit à pain devra notamment être évaluée lors de travaux ultérieurs.

Le développement de produits à base de fruit à pain permettra plusieurs choses, dont répondre à la demande croissante de diversification des aliments.

Mots clés : *Artocarpus altilis*, fruit à pain, composition physico-chimique, AFLP, amidon, extrusion, expansion, panification

ABSTRACT

The results of this study the composition of breadfruit harvested in an area of agro climatic soil contrasting views, and its starch, show that the starch content of breadfruit appears to be influenced by season, but not by collection area. The starch content is much higher for breadfruit developed during the driest season is a very original result. Knowledge of the development cycle of breadfruit in Martinique has been described for the first time, to determine an optimal harvest period compared to flower: the 16th week for maximum growth, or the 17th week for higher starch content. The study by Worrell et *al.*, (1998), the only currently published, conducted in Barbados, showed a longer cycle of about 2 weeks.

From the perspective of genetic diversity, breadfruit harvested in Martinique as a single group, in contrast to those collected in Guadeloupe that are close to two subgroups.

With regard to starch, our results show that the sizes of starch granules of mature fruits are between 9 and 12 μm . Their size increases with the growth of the fruit as an immature fruit in their mean diameter was 7.5 μm . This is B-type starches with very high crystallinity with temperatures of gelatinization are around 75 °C. Agro climatic soil factors, humidity took an active role on the quality of starch, since both the amount of amylose and amylopectin molecular weight of the decline. The starch has a solubility and low swelling of the same order of magnitude as the conventional starches and high viscosity to gelatinization and retrogradation, giving it suitability for use as a gelling agent.

Testing of food applications were made in bakery and extrusion. Changes in products like crackers gave moderately satisfactory results with 100 % breadfruit flour. Incorporation into bread flour breadfruit has deleterious actions on the baking. The acceptability of a taste "nature green" conferred by the breadfruit flour will be particularly assessed in future work.

Product development based breadfruit allows several things, which meet the growing demand for food diversification.

Keywords : *Artocarpus altilis*, breadfruit, physico-chemical composition, AFLP, starch, extrusion, expansion, breadmaking