

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département d'Agronomie



Mémoire de fin d'études

En vue d'obtention du Diplôme de Master en Agronomie
Spécialité : Protection des Plantes Cultivées

Thème

Étude comparative entre l'activité insecticide des huiles essentielles extraites à partir de deux espèces de la famille des Astéracées récoltées dans la région de Makouda et l'activité insecticide d'un pesticide organique de synthèse sur le ravageur secondaire du blé tendre stocké *Tribolium castaneum* (Coleoptera : Tenebrionidea).

Présenté par : M^{elle} TIRAKMET Samia.

Devant le jury :

Présidente : M^{me} MEDJDOUB-BENSAAD F. Professeur U.M.M.T.O

Promotrice : M^{elle} ABDELLAOUI K. MAA U.M.M.T.O

Examinatrices : M^{me} TALEB-TOUDERT K. MCB U.M.M.T.O

M^{me} LARBAOUI DAHOUMANE. A MAA U.M.M.T.O

Année universitaire : 2014-2015

❧ REMERCIEMENTS ❧

Le grand merci pour Allah, Grand et Miséricordieux pour le courage, la patience et la force qui m'a donné pour mener à bien ce travail.

Je tiens d'abord à remercier ma promotrice, M^{elle} ABDELLAOUI K., Maitre Assistante Classe A en Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques à l'U.M.M.T.O pour tous ses efforts, son savoir, ses idées, sa confiance et ses encouragements. Cela a été un privilège pour moi, de travailler sous sa direction.

Je tiens à exprimer ma vive reconnaissance et mes profonds remerciements à M^{me} TALEB-TOUDERT K. pour l'honneur qu'elle m'a fait en m'accueillant dans son laboratoire, pour les conditions techniques mises à ma disposition afin de réaliser ce travail, pour sa pleine disponibilité et ses précieux conseils.

Je remercie vivement les membres de ce jury

- M^{me} MEDJDOUB-BENSAAD F. Professeur en Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques à l'U.M.M.T.O. Je suis très honorée que vous ayez accepté la présidence du jury de ce mémoire. Trouvez ici l'expression de mes sincères remerciements.

- M^{me} LARBAOUI DAHOUMANE Maitre Assistante Classe A en Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques à l'U.M.M.T.O. Votre venue en tant qu'examinatrice m'honore, je vous suis très reconnaissante et je vous adresse mes vifs remerciements.

- M^{me} TALEB-TOUDERT K. Maitre de conférences Classe B en Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques à l'U.M.M.T.O. Merci pour avoir accepté de faire partie du jury de ce mémoire, pour l'intérêt que vous portez à mon travail et pour le temps consacré afin de l'évaluer.

Qui me soit permis d'exprimer ma gratitude Aux M^r TAIBI R. fonctionnaire au niveau de l'Institut Technique des Grandes Cultures et M^{me} TABI HADJ YUCEF H. Maitre Assistante classe A pour les efforts qui ont fait afin de me faire les analyses statistiques.

Que toute personne ayant participé de près ou de loin dans l'élaboration de ce travail, trouve ici l'expression de mes très vifs remerciements.

∞ *DÉDICASSES* ∞

À mes très chers parents

Aucune dédicace aussi parfaite et douce soit-elle, ne saurait exprimer mon affection, ma reconnaissance, ma gratitude, mon respect les plus profonds et tout l'amour que je vous porte.

Ce travail représente le fruit de votre soutien, vos sacrifices et vos encouragements.

À mon frère Mourad et mon frère Samy

Je vous dis merci pour votre soutien et votre amour fraternel.

À tous mes amis (es)

À tous ceux qui me sont chers

Samia

Liste des tableaux

Tableau 1. Composition nutritionnelle de blé tendre et de blé dur.

Tableau 2. Evolution de la production et de la consommation mondiales du blé tendre.

Tableau 3. Principales maladies fongiques du blé tendre.

Tableau 4. Principales caractéristiques des souches microbiennes testées.

Tableau 5. Pourcentage de répulsion selon le classement de Mc Donald et *al.*, (1970).

Tableau 6. Propriétés physico-chimiques de la Deltaméthrine.

Tableau 7. Rendement en huiles essentielles par rapport à la matière sèche.

Tableau 8. Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles étudiées.

Tableau 9. Les résultats du test de sensibilité d'*Aspergillus niger* à l'huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

Tableau 10. Principaux composés de l'huile essentielle de *Calendula arvensis*.

Tableau 11. Principaux composés de l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum*.

Tableau 12. Taux de répulsion sur papier filtre des HEs testées contre les adultes de *T. castaneum* et leur classement selon Mc Donald et *al.*, (1970).

Tableau 13. Taux de répulsion sur papier filtre de l'insecticide chimique testé contre les adultes de *T. castaneum* et son classement selon Mc Donald et *al.*, (1970).

Tableau 14. Taux moyen de mortalité (%) des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec les huiles essentielles de *C. arvensis* et *C. fuscatum* en fonction de la dose et la durée d'exposition.

Tableau 15. Taux moyen de mortalité (%) des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec l'insecticide de synthèse Aventis en fonction de la dose et la durée d'exposition.

Liste des figures

Figure 1. Principales caractéristiques botaniques du blé tendre.

Figure 2. Différents états de *Tribolium castaneum*.

Figure 3. Comparaison des adultes du *Tribolium castaneum* et du *Tribolium confusum*.

Figure 4. Trichome glandulaire pelté chez *Chrysanthemum morifolium* (Asteracée) observé sous microscope optique x 400.

Figure 5. Section transversale d'une tige de *Flourensia campestris* (Asteraceae) observés sous microscope optique (250 µm) et sous microscope électronique en transmission (75 µm) montrant des poches schizogènes.

Figure 6. Schéma des étapes de l'hydrodistillation.

Figure 7. Répartition de l'eau (E) et de l'huile essentielle (H) entre les phases liquide et vapeur en fonction de la pression lors de l'hydrodistillation.

Figure 8. Schéma général d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme.

Figure 9. Exemple de monoterpènes.

Figure 10. Quelques exemples de sesquiterpènes.

Figure 11. Exemples de composés aromatiques.

Figure 12. Situation géographique de la daïra de Makouda.

Figure 13. Diagramme ombrothermique de Bagnole et Gaussen pour la région d'étude pour la période (2005-2015).

Figure 14. Position de la région de Makouda (Tizi-Ouzou) dans le Climagramme d'Emberger

Figure 15. *Calendula arvensis*.

Figure 16. *Chamaemelum fuscatum*.

Figure 17. Séchage des plantes étudiées.

Figure 18. Montage de l'hydrodistillateur.

Figure 19. Séparation des phases aqueuses et organiques.

Figure 20. La double coloration vert de méthyle-rouge congo.

Figure 21. Dispositif expérimental du test de répulsivité.

Figure 22. Dispositif expérimental du test d'inhalation.

Figure 23. Insecticide de synthèse utilisé.

Figure 24. Structure moléculaire de la Deltaméthrine.

Figure 25. Pourcentage du Rendement en huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

Figure 26. Huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

Figure 27. Coupes transversales de feuilles de *Calendula arvensis* observées au microscope photonique (x400) montrant des trichomes peltés.

Figure 28. Coupe transversale d'une feuille de *Calendula arvensis* observée au microscope photonique (x400) montrant une poche sécrétrice schizogène.

Figure 29. Coupe transversale au niveau de la tige de *Chamaemelum fuscatum* observée au microscope photonique (x400) montrant des poches schizogènes.

Figure 30. Coupe transversale au niveau de la tige et de la feuille de *Chamaemelum fuscatum* observée au microscope photonique (x400) montrant des trichomes glandulaires linéaires.

Figure 31. Sensibilité d'*Aspergillus niger* vis-à-vis des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

Figure 32. Effet négatif des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* sur *Pseudomonas aeruginosa*.

Figure 33. Effet négatif des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *C. fuscatum* sur *Bacillus subtilis*.

Figure 34. Comparaison du pourcentage répulsif des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse.

Figure 35. Taux moyen de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par inhalation aux différentes doses des huiles essentielles de *C. arvensis* et *C. fuscatum*.

Figure 36. Taux moyen de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par inhalation aux différentes doses de l'insecticide de contact Aventis.

Figure 37. Comparaison de l'activité insecticide des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse.

Sommaire

SOMMAIRE

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale.....	01

Partie 1 : Étude bibliographique

Chapitre I : Présentation de la plante hôte *Triticum aestivum*

I.1. Origine et répartition géographique	03
I.2. Position systématique.....	03
I.3. Caractéristiques botaniques du blé tendre.....	03
I.4. Valeur agronomique.....	04
I.5. Valeur économique	04
I.6. Valeur alimentaire.....	05
I.7. Situation mondiale et algérienne de la culture du blé tendre	06
I.8. Les variétés de blé tendre cultivées en Algérie.....	06
I.9. Exigences et contraintes agro-écologiques	07
I.9.1. Exigences et contraintes abiotiques	07
I.9.2. Contraintes biotiques	08

Chapitre II. Présentation de l'insecte *Tribolium castaneum* (Herbest, 1797)

II.1. Etymologie.....	11
II.2. Position systématique	11
II.3. Origine et répartition géographique.....	11
II.4. Description morphologique des différents stades de développement du <i>T. castaneum</i>	11
II.5. Dimorphisme sexuel	13
II.6. Cycle biologique.....	13
II.7. Facteurs favorables au développement.....	14
II.8. Régime alimentaire et dégâts	14
II.9. Moyens de lutte	15
II.9.1. Lutte préventive	15
II.9.2. Lutte curative	15

Chapitre III. Huiles essentielles

III.1. Définition	17
III.2. Répartition et localisation	17
III.3. Principales techniques d'extraction des huiles essentielles	19
III.4. Méthodes d'analyses des huiles essentielles	
III.4.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)	22
III.4.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)	23
III.5. Variabilité des huiles essentielles	25
III.6. Composition chimique des huiles essentielles	25
III.7. Propriétés physico-chimiques	27
III.8. Rôle biologique	28
III.9. Huiles essentielles et protection des plantes cultivées	28
III.10. Toxicité et réglementation	31

Partie 2 : Matériels et méthodes

I. Présentation de la région d'étude	
I.1. Situation géographique	32
I.2. Climatologie	32
II. Extraction des huiles essentielles	
II.1. Matériel	
II.1.1. Matériel végétal utilisé	35
II.1.1. Matériel technique utilisé	35
II.1.3 Présentation des espèces végétales étudiées	
II.1.3.1. Présentation de <i>Calendula arvensis</i>	35
II.1.3.2. Présentation de <i>Chamaemelum fuscatum</i>	37
II.2. Méthode d'extraction des huiles essentielles	39
III. Etude histologique	42
IV. Evaluation de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles étudiées	43
VI. Tests bio-insecticides	
VI.1. Matériel biologique : Insecte <i>Tribolium castaneum</i>	46
VI.2. Elevage de masse	46
VI.3. Test de répulsivité des huiles essentielles sur les adultes de <i>Tribolium castaneum</i>	46

VI.4. Test d'inhalation sur les adultes de <i>Tribolium castaneum</i>	48
VI.5. Evaluation de l'activité insecticide d'un insecticide de synthèse	49
VI.6. Analyse statistique : Test ANOVA	51

Partie 3 : Résultats et discussion

I. Extraction des huiles essentielles	
I.1. Rendement des huiles essentielles	52
I.2. Propriétés organoleptiques des huiles essentielles	53
II. Résultats de l'étude histologique	53
II. Evaluation de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles	
III. 1. Activité antifongique des huiles essentielles de <i>Calendula arvensis</i> et <i>Chamaemelum fuscatum</i> contre le champignon <i>Aspergillus niger</i>	55
III. 2. Activité antibactérienne des huiles essentielles de <i>Calendula arvensis</i> et <i>Chamaemelum fuscatum</i>	59
III. Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles de <i>Calendula arvensis</i> et <i>Chamaemelum fuscatum</i>	
IV.1. Effet des huiles essentielles par répulsion	61
IV.2. Effet l'insecticide de synthèse par répulsion.....	64
IV.3. Comparaison du pourcentage répulsif des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse	65
IV.4. Effet biocide des huiles essentielles par inhalation	66
IV.5. Effet de l'insecticide de synthèse par fumigation	67
IV.6. Comparaison de l'activité insecticide des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse	69
Conclusion générale	76

Références bibliographiques

Annexe

Résumé

Abstract

Introduction générale

Nourrir neuf milliards d'humain à l'horizon 2050 tout en préservant notre planète : voilà le défi majeur auquel l'agriculture mondiale est confrontée aujourd'hui (Regnault-Roger, 2014). Par ailleurs, les céréales constituent la base de l'alimentation humaine dans la plupart des pays du monde, puisqu'elles fournissent 57 % de protéines consommées contre 23 % apportées par les tubercules et les légumineuses ainsi que 20 % par les produits d'origine animale (Godon, 1982). De plus, de toutes les céréales, le blé tendre est la plus répandue en termes de superficies mises en cultures au niveau mondiale (Xiaojie et *al.*, 2012). Néanmoins, la sécurité alimentaire mondiale est très fragile, parce que selon les prévisions des besoins pour l'alimentation humaine, animale et les utilisations industrielles, la production mondiale de blé devrait augmenter de près de 600 millions de tonnes à environ 760 millions de tonnes en 2020, avec une expansion limitée de la superficie ensemencée (Dixon, 2007).

Cependant, les pertes post-récolte, en quantité comme en qualité, empêchent les exploitants agricoles de tirer pleinement parti de leur travail. Ces pertes sont dues, d'une part aux activités après récolte (moissonnage, battage, transport) et d'autre part à la biodétérioration attribuables aux organismes nuisibles (insectes, moisissures, rongeurs et parfois oiseaux) (Ouédraogo et Kaboré, 2014). De plus, si en pays en voie de développement les insectes des grains stockés peuvent causer des pertes pondérales pouvant dépasser au cours du stockage jusqu'à 20% de la quantité récoltée (Phillips et Throne, 2010), en pays développé, c'est leur seule présence dans les lots de grains mis sur le marché qui constitue le principal dommage économique (Barrier-Guillot et *al.*, 2014). Dans le cas du blé, ces insectes peuvent occasionner des pertes considérables, allant jusqu'à 50 % (Kouassi, 2001).

Parmi les principaux insectes ravageurs des denrées stockés et des céréales dans le monde entier figure *Tribolium castaneum* (Herbst) (Syed Shayfur et *al.*, 2007). Ses dégâts conduisent à des dommages économiques et à un grave problème dans le stockage des grains (Garcia et *al.*, 2005). En effet, sa présence dans les grains entreposés affecte directement à la fois la quantité et la qualité de la marchandise (Rahman et *al.*, 2011 ; Sagheer et *al.*, 2011).

En raison de la grande importance économique de ce ravageur, de nombreuses études sont en cours pour son contrôle et différents types de mesures préventives et curatives sont utilisés. Parmi ces méthodes on trouve principalement la poursuite des applications d'insecticides liquides et gazeux. Bien qu'efficace, leur utilisation répétée pendant plusieurs décennies a perturbé le système de contrôle biologique par les ennemis naturels et conduit à des effets néfastes notamment à une flambée d'insectes ravageurs, le développement généralisé de la résistance, des effets indésirables sur les organismes non ciblés et sur les préoccupations de santé humaine et d'environnement (White et Leesch, 1995). À titre

d'exemple, l'utilisation intensive du Malathion dans la protection des grains a entraîné en 1961 le premier cas de résistance du *Tribolium castaneum* (Herbst.) (Arnaud et al., 2001 ; Haubruge et al., 2002).

De ce fait, en 1995, il a été recommandé l'élimination des fumigants classiques en 2005 pour les pays développés et 2015 pour ceux en développement (Ketoh et al., 2004), ce qui ouvre la voie à la recherche d'alternatives naturelles aux produits chimiques insecticides.

Dans ce contexte, le rôle que détiennent les huiles essentielles dans la recherche phytopharmaceutique dans certains pays du monde n'est plus à démontrer (Lahlou, 2004). En effet, ces huiles présentent diverses propriétés insecticides ; elles peuvent avoir une activité insecticide par fumigation (Shaaya et al., 1997) et par répulsion (Saim et Meloan, 1986). L'utilisation des fumigants est l'outil le plus économique pour la gestion des grains entreposés (Mueller, 1990). Cependant, les répulsifs pourraient être utilisés pour fournir des bandes de protection autour des chargements de grains ou incorporé dans les emballages pour inhiber l'invasion par ces ravageurs (Cox, 2004). De plus, les répulsifs sont des produits chimiques souhaitables, car ils offrent une protection avec un impact minimal sur l'écosystème (Maia et Moore, 2011).

L'Algérie, par sa situation géographique, offre une végétation riche et diverse. Un grand nombre de plantes aromatiques y pousse spontanément. L'intérêt porté à ces plantes n'a pas cessé de croître au cours de ces dernières années. À cet effet, on s'est intéressé à l'extraction des huiles essentielles de deux espèces de la famille des Astéracées : *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*, originaires de la région de Makouda (Tizi-Ouzou) et connues pour leur propriétés médicinales, dans le but d'évaluer leur activité biologique et insecticide en particulier à l'égard des adultes de *Tribolium castaneum*.

Pour cela, la présente étude comprend trois parties : la partie biobibliographique s'articule autour de trois chapitres. Dans le premier et le deuxième nous présentons la plante hôte *Triticum aestivum* et son ravageur *Tribolium castaneum*. Le troisième chapitre correspond à une synthèse bibliographique sur les huiles essentielles.

La partie expérimentale rassemble la présentation de la région d'étude et les matériels et méthodes utilisés. La troisième partie comprend les résultats obtenus et leurs discussions.

Enfin, la présente étude est clôturée par une conclusion générale et des perspectives de recherche.

Partie I :

Partie bibliographique

Chapitre I :

Présentation de la plante hôte *Triticum aestivum*

I. Présentation de la plante hôte *Triticum aestivum*

I.1. Origine et répartition géographique

Le blé tendre (*Triticum aestivum*) a pris naissance dans le couloir qui s'étend de l'Arménie, en Transcaucasie, jusqu'aux zones côtières du sud-ouest de la mer Caspienne en Iran. Il résulte de l'hybridation entre une espèce sauvage *Aegilops tauschii*, avec l'amidonnier, un type ancien de blé cultivé *Triticum turgidum* L. De nos jours, le blé tendre est cultivé dans presque toutes les régions du monde (Brink et Belay, 2006).

I.2. Position systématique

Selon Feillet (2000), le blé tendre occupe la position systématique suivante :

- ✓ Règne : *Plantae*
- ✓ Classe : Angiospermae
- ✓ Ordre : Poales
- ✓ Famille : *Poaceae*
- ✓ Sous-famille : *Festucoideae*
- ✓ Genre : *Triticum*
- ✓ Espèce : *Triticum aestivum*

I.3. Caractéristiques botaniques du blé tendre

Le blé tendre est une plante annuelle monocotylédone, en touffe, atteignant 150 cm de haut. Le chaume est cylindrique et lisse. Les feuilles sont alternes distiques, simples, comprenant une longue gaine arrondie et articulée. À sa jonction avec la gaine, se trouve une petite ligule membraneuse. Les fleurs sont groupées à l'extrémité des tiges en inflorescence couramment appelées épis. L'épi de blé est composé d'épillets (figure 1). Chaque épillet est formé de plusieurs fleurs entourées chacune par deux glumelles. Les glumes, au nombre de deux, entourent l'épillet. La glumelle inférieure porte une longue arête. Les deux glumes sont carénées et à courte pointe. Les racines sont fasciculées (Brink et Belay, 2006). Le fruit est le grain de blé (figure 1). C'est un fruit sec indéhiscent appelé caryopse (Feillet, 2000). Il est constitué de trois parties qui sont : l'albumen (82 % du grain), les enveloppes (13 à 15 % du grain) et le germe (3 % du grain). (Frédot, 2005 ; Brulé et *al.*, 2007).

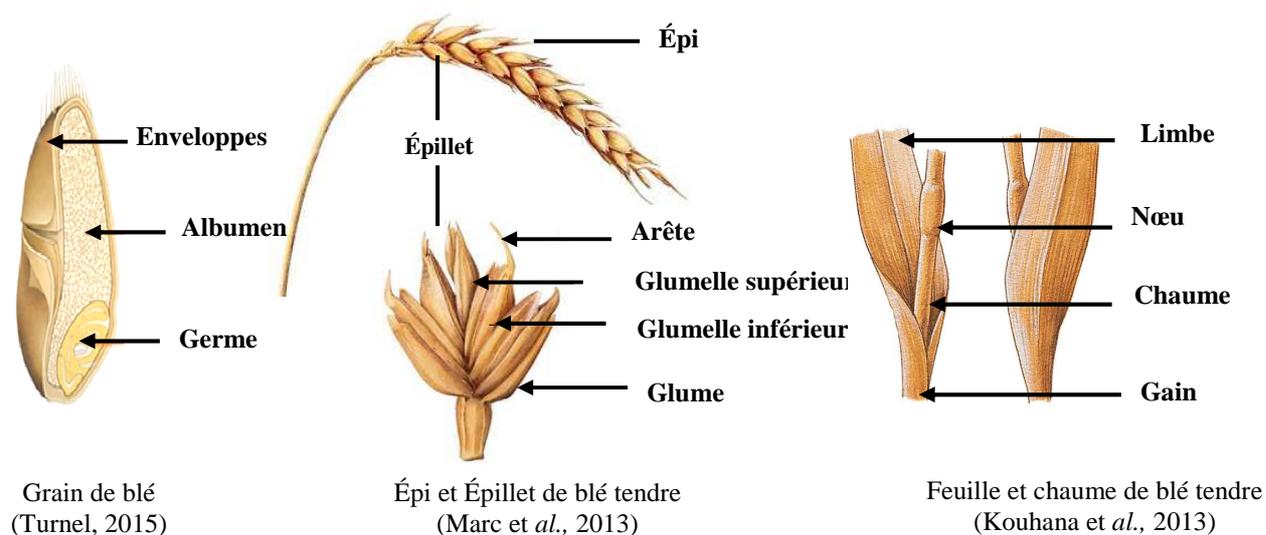


Figure 1. Principales caractéristiques botaniques du blé tendre.

I.4. Valeur agronomique

Dans les céréales, ce sont classiquement les grains que l'on utilise pour l'alimentation humaine et animale (Gondé et Jussiaux, 1980). Dans les pays d'Afrique du Nord, les résidus lignocellulosiques, particulièrement les chaumes de céréales après les pailles, représentent une importante ressource alimentaire pour les ovins. Durant la période estivale, les chaumes constituent l'essentiel de la ration de base pour les brebis en début de gestation (Houmani, 2007).

I.5. Valeur économique

Parmi toutes les espèces, le *Triticum aestivum* est la plus importante sur le plan économique. Dans l'alimentation humaine, le blé tendre est utilisé principalement en meunerie pour obtenir de la farine nécessaire à la production de pain, de viennoiseries ou de pâtisseries.

Outre ces utilisations classiques, de nouvelles utilisations à l'échelle industrielle apparaissent depuis quelques années telles que :

- ✓ La fabrication de bioplastiques à base de gluten ou d'amidon. Ces bioplastiques ont l'avantage d'être biodégradables et renouvelables ;
- ✓ L'amidonnerie, utilise l'amidon pour faire des épaississants alimentaires ;
- ✓ Dans l'industrie pharmaceutique, il est utilisé en tant que dragéifiant, liant ou encore principe actif tel que le sorbitol ;
- ✓ Dans de moindres proportions, l'amidon transformé peut être employé dans la fabrication de papier, de carton mais aussi de détergents (Bornet, 1992).

I.6. Valeur alimentaire

Selon Godon (1991), le grain de blé tendre est principalement constitué d'amidon (70%), de protéines (11 à 14 %) et de pentosanes (5-8%). Les autres constituants, pondéralement mineurs sont les lipides, la cellulose, les sucres libres, les minéraux et les vitamines. D'après Hébrard (1996), la composition nutritionnelle de blé tendre (pour 100 g de grains entiers) est présentée dans le tableau 1.

Tableau 1. Composition nutritionnelle de blé tendre et de blé dur (Pour 100 g de grains entiers) (Hébrard, 1996)

Composition	Blé tendre
Eau	13,5
Glucides (g)	67,3
Lipides (g)	2
Protides (g)	11,7
Fibres alimentaires (g)	9,6
Calcium (mg)	30
Magnésium (mg)	173
Phosphore (mg)	340
Sodium (mg)	5
Potassium (mg)	370
Fer (mg)	3,4
Vit B1 (mg)	0,45
Vit B2 (mg)	0,1
Vit pp (mg)	5
Vit E (mg)	2,5
Biotine (mg)	0,005
Acide folique (mg)	0,05
Vit B6 (mg)	0,04

I.7. Situation mondiale et algérienne de la culture du blé tendre

Au niveau mondial, le blé tendre est la céréale la plus répandue en termes de superficies mises en cultures. Il est largement cultivé dans le monde entier grâce à son adaptation à un large éventail de climats (Xiaojie et *al.*, 2012).

Basé sur les données moyennes des années 2007-09 (Conseil International du Grain, 2013), la superficie mondiale du blé tendre est de 221,7 millions d'hectares, avec un rendement moyen de 2977 kg/ha, et une production de 660 millions de tonnes.

La production mondiale du blé tendre (2007-2013) est présentée dans le tableau 2.

Tableau 2. Evolution de la production et de la consommation mondiales du blé tendre (millions de tonnes, IGC, 2013)

Campagnes	2007/08	2008/09	2009/10	2010/11	2011/12	2012/13
Production	611	685	679	653	695	693
Consommation	602	645	658	658	689	687

Il ressort de ces données que la production mondiale du blé tendre a évolué de 611 à 693 millions de tonnes, au cours de la période allant de 2007/08 à 2012/13. Ce niveau de production couvre largement les besoins de la population mondiale avec des stocks en hausse (IGC, 2013).

Selon MADR (2011), en Algérie, la production reste faible quoiqu'elle ait connu des augmentations significatives depuis les années 1960, affleurant les 0,9 millions de tonnes en 2010. Les raisons de cette stagnation sont nombreuses et la conséquence en a été un accroissement des importations et une baisse de la production des blés locaux collectés dans l'approvisionnement du marché interne. L'Algérie a importé plus de 2,1 millions de tonnes de blé tendre de la France en 2011, suite à la baisse de la production nationale.

I.8. Les variétés de blé tendre cultivées en Algérie

Selon l'institut technique des grandes cultures, 3 variétés sur une vingtaine de variétés de blé tendre inscrites sont cultivées en Algérie, il s'agit de :

- ✓ Mahon Démiás, c'est un blé introduit par les colons français en Algérie. Il est rustique et tardif. Doté d'une paille haute, cette variété est à semer en zones sèches et sur les sols légers.
- ✓ Anza, d'origine américaine (Californie), est la variété de blé tendre qui est connue en Algérie sous le nom de Ghriss 75. Introduite depuis 1978, elle est précoce et très productive, grâce à son tallage-épi élevé.

✓ Hidhab est une variété précoce à paille moyenne et à épi long. Elle est résistante à la verse et à la rouille brune. Hidhab présente de bonnes caractéristiques technologiques pour la panification (Zeghouane et *al.*, 2008 ; Fellahi et *al.*, 2013).

I.9. Exigences et contraintes agro-écologiques

I.9.1. Exigences et contraintes abiotiques

- **Sol** : le blé tendre prospère sur une gamme assez variée de sols et l'optimum semble être des terres neutres, profondes et de texture équilibrée (Boulal et *al.*, 2007).
- **Eau** : les blés ont des besoins en eau d'environ 550 mm en moyenne au cours de leur cycle de développement. De fortes pluies provoquent un engorgement du sol entraînant le pourrissement des semences (Giban, 2001) et la sécheresse retarde souvent les stades de développement de la plante à cause de l'inhibition de la croissance par de déficit hydrique (Blum, 1996 *in* Hargas, 2007).
- **Températures** : la fourchette optimale pour la croissance du blé tendre est de 10-24°C, avec des minima de 3-4°C et des maxima de 30-32°C. Une température moyenne d'environ 18°C est optimale en termes de rendement. Le blé ne pousse pas très bien sous des climats très chauds ou l'humidité relative est élevée (Brink et Belay, 2006).
- **Photopériode** : Le blé est adapté aux jours longs. Il faut que la durée d'éclairement soit d'environ 12 heures pour que l'épi commence à monter dans la tige (Simon et *al.*, 1989 *in* Boulal et *al.*, 2007).
- **Gelées** : les gelées de printemps sont provoquées par un refroidissement nocturne intense et leur gravité est due au fait qu'elles se produisent à une époque de reprise de la végétation (Vilain, 1997). Les dégâts foliaires constituent les premiers symptômes apparents des méfaits du gel. Ils se caractérisent d'abord par une teinte vert foncé ou un rougissement des feuilles et des gaines (Gate, 1995).
- **Vents violents** : on considère son rôle sur la dissémination des spores de champignons, des semences d'adventices, d'insectes parasites et éventuellement de polluants atmosphériques. Lorsque la vitesse du vent est élevée, le vent accroît considérablement la demande climatique en eau et augmente les besoins hydriques des cultures. À une fréquence et une vitesse encore plus élevées, il devient nettement préjudiciable, il entraîne la verse, provoque le bris des tiges (Vilain, 1997).

I.9.2. Contraintes biotiques

▪ **Plantes adventices**

Les adventices sont nuisibles pour diverses raisons :

- ✓ réduction du rendement de la culture,
- ✓ gêne à la récolte,
- ✓ support pour des pathogènes ou des insectes nuisibles ou comme contaminants des semences (Panneton et *al.*, 2000). Dans les hautes plaines constantinoises, l'une des grandes régions céréalières d'Algérie, Fenni (2003) signale 254 espèces réparties en 161 genres et 34 familles botaniques.

▪ **Oiseaux**

Les moineaux *Passer domesticus*, *Passer hispaniolensis* et leurs hybrides sont considérés comme un véritable fléau pour l'agriculture, à cause des dégâts qu'ils peuvent commettre (Guezoul et *al.*, 2006 in Behidj- Benyounes et Doumandji, 2007).

Les risques de pertes engendrés par les attaques des oiseaux nuisibles notamment le Moineau espagnol sont importants en Algérie sur les cultures des céréales en affectant jusqu'à 20 % de la production (Feradji et *al.*, 2007).

▪ **Rongeurs**

L'espèce la plus préjudiciable et la plus prépondérante à l'agriculture en Algérie est la Mérione de Shaw *Meriones shawi* (Belhebib et Oukaci, 2007).

D'après Adamou-Djerbaoui et *al.*, (2007), la Mérione de Shaw cause des dégâts considérables à de nombreuses cultures, notamment au blé. Depuis l'année 1992, elle est devenue un fléau alarmant dans une dizaine de régions du Nord de l'Algérie.

• **Maladies virales**

Les deux virus les plus connus pour leurs dégâts sur céréales sont : le virus de la mosaïque jaune (VMJO) et le Virus de la jaunisse nanisante de l'orge (VJNO). Selon Belkahla (2001), les virus associés à la jaunisse nanisante de l'orge sont présents en Algérie et entraînent de graves problèmes dans toutes les zones céréalières. En 1982, ces virus ont été signalés dans plusieurs zones céréalières d'Algérie telle que Guelma, Constantine, Annaba et Sidi Bel Abbes (Elyamani et *al.*, 1992 in Aid, 2004).

▪ **Maladies cryptogamiques**

Les dégâts causés par les maladies et les ravageurs sont multiples et affectent la qualité et la quantité de la récolte. En Algérie, les principales maladies rencontrées sont les rouilles et la septoriose sur les blés (Sayoud et *al.*, 1999 in Boulal et *al.*, 2007) (Tableau 3).

Tableau 3. Principales maladies fongiques du blé tendre (Baechler et al., 2014)

Maladie fongique et champignon responsable	Caractéristiques
Oïdium (<i>Blumeria graminis</i>)	Taches blanches cotonneuses éparses sur feuilles, tiges et épis qui deviennent brunes ou grises en vieillissant. 
Septoriose (<i>Septoria tritici</i>)	Sur feuilles : taches brunes rectangulaires ou ovales ponctuées de points noirs appelés pycnides. 
Helminthosporiose du blé (<i>Helminthosporium tritici-repentis</i>)	Taches ovoïdes entourées d'un halo chlorotique jaune et un point d'infection noir au centre sans pycnides. 
Rouille brune (<i>Puccinia recondita</i>)	Pustules brunes orangées dispersées de manière aléatoires sur la feuille. 
Rouille jaune (<i>Puccinia striiformis</i>)	Pustules jaunes parfois orangées alignées entre les nervures en dessinant des stries. 

▪ Nématodes

Les nématodes phytophages inféodés aux céréalières sont considérés parmi les principales contraintes qui affectent la production de blé à l'échelle mondiale. Les pertes de rendements causées par ces parasites sont de l'ordre de 7 % ce qui correspond à une perte annuelle d'environ 5,8 milliards de dollars (Sasser, 1987 in Mokabli, 2002).

Les symptômes non spécifiques des nématodes sur les parties aériennes rappellent ceux d'une carence en azote et en phosphore. Le système racinaire attaqué par les larves a une conformation noueuse et réduite. Les prospections menées dans quelques régions d'Algérie ont montré qu'il peut exister un mélange d'espèces de nématodes à Kystes des céréales à savoir : *Heterodera avenae*, *Heterodera latipons* et *Heterodera mani* (Lery, 1982).

▪ **Insectes**

- **Thrips** : les deux espèces *Haplothrips aculeatus* et *H. tritici* sont parmi les espèces nuisibles des céréales. Elles provoquent sur les feuilles des lésions superficielles qui se manifestent sous forme de taches, d'abord blanches, puis brunâtres. Les glumes prennent une coloration blanchâtre et il y a parfois un avortement des fleurs ou un léger flétrissement de grains, une diminution du poids des grains et de la qualité boulangère des farines (Bonnemaison, 1962 ; Appert et Deuse, 1982 ; Bar et *al.*, 1995).

- **Pucerons** : *Diuraphis noxia* (Mordvilko, 1913) (**Puceron russe du blé**) : le développement du puceron russe du blé *D. noxia* est déterminé par la température. Son potentiel maximal de reproduction est obtenu entre 15 et 22°C (Hein et *al.*, 1989). Cette espèce est responsable de la formation des raies chlorotiques longitudinales sur les feuilles de plusieurs espèces appartenant à la famille des *Poaceae*. Les feuilles attaquées s'enroulent et se plissent (Kiplagat, 2005).

- **Triboliums** : lorsque les grains entreposés s'échauffent, les insectes, particulièrement *Tribolium castaneum* et *Tribolium confusum*, se multiplient rapidement et causent des dommages importants. Une forte teneur en eau des grains accroît également le risque d'infestation par les insectes et provoque l'échauffement et la dégradation des grains (Abramson et *al.*, 2001).

Chapitre II :

Présentation de l'insecte *Tribolium castaneum*

- **Larve** : les larves sont vermiformes et mesurent environ 6 mm de long et 0,7mm de largeur. Elles sont de couleur jaunâtre avec des bandes brunes pâles à maturité (figure 2 b et c). Elles sont munies latéralement de quelques courtes soies jaunes. Le dernier segment abdominal est terminé par une paire d'urogomphes recourbés vers le haut, dans un plan perpendiculaire à celui du corps. Elle se distingue de la larve de *Tribolium confusum* par la pilosité du labre, réduite à deux touffes de soies latérales (Delobel et Tran, 1993 ; Badr, 2014).
- **Nymphe** : formée après la dernière mue larvaire, la nymphe ne se nourrit pas. Elle est d'abord blanche, puis change progressivement au jaune (figure 2.d). Durant sa vie nymphale, l'insecte subit une métamorphose interne et externe complète qui mène au stade adulte (Delobel et Tran, 1993).
- **Adulte** : l'adulte est un petit coléoptère brun rougeâtre d'environ 2,3 à 4,5mm de longueur (figure 2.e). Il est étroit, allongé à bords parallèles et à pronotum presque aussi large que les élytres (Delobel et Tran, 1993).

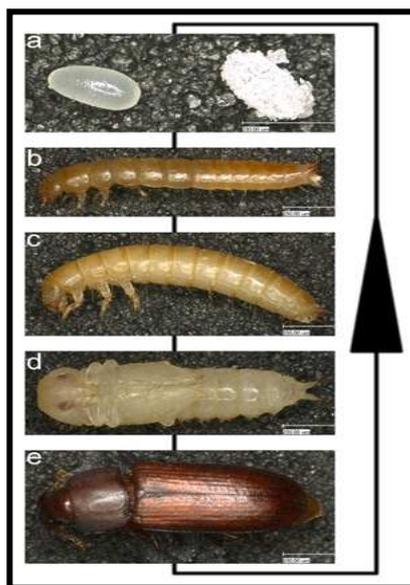


Figure 2. Différents états de *Tribolium castaneum* (a : œuf, b-c : larve, d : nymphe, e : adulte) (Knorr, 2014).

Au stade adulte, le Tribolium rouge de la farine est facilement confondu avec d'autres espèces du genre *Tribolium* et plus particulièrement avec *Tribolium confusum* (figure 3).

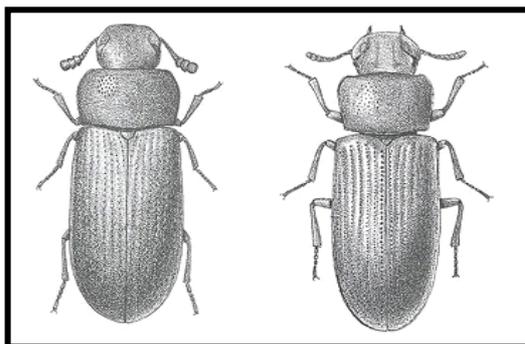


Figure 3. Comparaison des adultes du *Tribolium castaneum* (à gauche) et du *Tribolium confusum* (à droite) (Baldwin et Fasulo, 2014).

On distingue *Tribolium castaneum* de l'espèce voisine (*Tribolium confusum*) par les caractères suivants :

- les 3 derniers articles des antennes nettement plus gros que le précédent, formant une masse distincte ;
- absence de crêtes au-dessus de l'œil ;
- les yeux sont ovales, plus petits que chez *Tribolium confusum*. Ils sont séparés ventralement par une distance à peu près égale à leur propre largeur en vue ventrale.
- cuticule de la tête et du pronotum microréticulé, paraissant terne entre les points (Delobel et Tran, 1993).

II.5. Dimorphisme sexuel

Il existe un dimorphisme sexuel apparent entre le mâle et la femelle. La base du fémur antérieur possède chez le mâle, un tubercule pilifère arrondi qui est absent chez la femelle (Delobel et Tran, 1993).

II.6. Cycle biologique

Comme tous les coléoptères, *Tribolium castaneum* est un insecte à métamorphose complète (holométabole). Dès l'âge de trois jours, la femelle, qui vit en moyenne 8 à 20 mois, pond 300 à 500 œufs à raison de 2 à 10 œufs par jour. Contrairement à de nombreux autres insectes, les coléoptères rouges de la farine s'accouplent et pondent leurs œufs dans les aliments qu'ils contaminent. Il ne faut que 5 à 12 jours aux œufs pour éclore. Une fois qu'ils éclosent, ils vont immédiatement commencer à se nourrir de matières fines et les grains de céréales cassées et se développer en larves. On observe 5 à 8 stades larvaires dans les conditions optimales de développement, mais jusqu'à 13 lorsque les conditions sont défavorables. La durée de la période larvaire varie de 22 à plus de 100 jours. Les larves se

transforment en nymphes et l'adulte émerge de la nymphe six jours après sa formation (Cruz et al., 1988 ; Delobel et Tran, 1993).

Selon le régime alimentaire, la durée du cycle peut atteindre 120 jours à des températures comprises entre 35-38°C. La longévité moyenne est de 250 jours à 25°C, 200 jours à 30°C, 2 à 3 mois à 35°C sur graines de blé, plus d'une année sur farine (maximum observé 4 ans) (Delobel et Tran, 1993).

II.7. Facteurs favorables au développement

- **Température** : l'intervalle optimal de température pour le développement est de 25 à 38°C (Cruz et al., 1988)
- **Humidité** : l'humidité relative de l'air (HR) environ 70% (seulement quelques espèces capables de survivre en milieu très sec (Sinha et Watters, 1985).
- **Durée d'entreposage** : le risque de multiplication des ravageurs est élevé quand la durée d'entreposage est grande (Cruz et Diop, 1989).
- **Sources d'infestation** : les sacs, les cellules, la moissonneuse-batteuse et le matériel de manutention peuvent contenir des insectes au moment de la récolte, sur des restes des grains de l'année précédente (Cruz et al., 1988).

II.8. Régime alimentaire et dégâts

Tribolium castaneum est l'un des ravageurs les plus dangereux des grains stockés et des produits connexes (Rees, 1995). C'est un ravageur primaire de la farine et d'autres produits de mouture de céréales et un ravageur secondaire du blé stocké. La croissance la plus rapide est obtenue sur farine des céréales (dans l'ordre : blé dur, blé tendre, sorgho, mil, riz et maïs). Il peut infester pratiquement n'importe quel type de grain, des produits ou de la poudre de nourriture sèche pour animaux de compagnie, des fleurs séchées, des noix, des graines pour oiseaux, des arachides, des fruits secs, des épices, du cacao, des gâteaux à base de produits huileux et tous les produits céréaliers (Suresh et White, 2001). Ravageurs secondaires, les adultes comme les larves peuvent facilement infester les grains endommagés ou cassés (Cruz et Diop, 1989).

En effet, des lésions microscopiques suffisent pour permettre à la larve d'entamer le grain. Seul le germe est consommé dans la plupart des temps. En cas de pullulation, les larves et les adultes sont cannibales et se nourrissent de leurs propres œufs et nymphes (Delobel et Tran, 1993).

Lorsque ces tribolium sont présents en grand nombre, ils souillent les produits par une sécrétion nauséabonde qui donne une odeur et un goût de moisi et leur présence favorise la croissance de moisissures dans les céréales (Baldwin et Fasulo, 2014).

II.9. Moyens de lutte

Il existe plusieurs méthodes qui permettent de maintenir les populations des ravageurs à un niveau assez bas pour que les dégâts occasionnés soient économiquement tolérables.

II.9.1. Lutte préventive : selon De Groot (2004), il s'agit de toutes techniques destinées à réduire l'infestation au champ, au début du stockage ainsi que pendant le stockage. Les précautions à prendre au niveau du champ commencent par :

- ✓ le choix des variétés résistantes aux agressions (biotiques et abiotiques) ;
- ✓ l'utilisation des techniques culturales appropriées (rotation, désherbage, récolte au moment opportun).

En outre, d'autres précautions sont à entreprendre :

- ✓ traitement des locaux de stockage ;
- ✓ propreté de la céréale à stocker ;
- ✓ suivi régulier et contrôle rigoureux (de la teneur en eau des grains, la faculté germinative des semences, température, humidité de stockage et la présence éventuelle d'organismes nuisibles) (Ducomp, 1982).

II.9.2. Lutte curative

a- Lutte chimique : deux types de traitement sont généralement employés : traitement par contact (qui consiste à recouvrir les grains, l'emballage ainsi que les locaux de stockage d'une pellicule de produit insecticide qui agit par contact sur les déprédateurs, dont l'effet est plus ou moins rapide avec une persistance d'action plus longue) et le traitement par fumigation (qui consiste à traiter les grains à l'aide d'un gaz toxique qu'on appelle fumigant) (Cruz et *al.*, 1988).

Selon le même auteur, l'intérêt majeur de la fumigation est de faciliter la pénétration des gaz à l'intérieur du grain et donc de détruire les œufs, larves et nymphes qui s'y développent

b- Lutte physique

- **Stockage sous atmosphère inerte :** la technique de modification de l'atmosphère du milieu consiste à abaisser le taux d'oxygène de l'atmosphère inter-granulaire jusqu'à un taux létal pour les insectes (< 1 % d'O₂) (Cruz et *al.*, 1988).

En effet, les insectes des grains stockés ne survivent pas dans une atmosphère riche en gaz carbonique (60%) et en nitrogène (97 à 99%) en raison de la raréfaction de l'oxygène ce qui provoque l'asphyxie des insectes (Gwinner et *al.*, 1996).

- **Chaleur** : tous les adultes sont détruits après quelques minutes d'exposition à une température de 55°C, sans altérer le pouvoir germinatif des grains (Sinha et Watters, 1985).
- **Froid** : les basses températures ralentissent l'activité biologique et provoquent la mort de certains ravageurs. À une température inférieure à 8°C, la larve ne peut pas pénétrer à l'intérieur de la graine et à une température inférieure (-1°C), les insectes ne peuvent pas survivre plus d'un mois (Sinha et Watters, 1985).

c- **Lutte biologique** : elle consiste à utiliser des ennemis naturels (des micro-organismes, des prédateurs et des parasitoïdes) ainsi que des substances naturelles d'origine végétale afin de contrôler les populations de ravageurs (Auger et *al.*, 1999). À titre d'exemple *Bacillus thuringiensis* est efficace contre ce coléoptère (Sansinenea, 2012). De même, la phytothérapie joue un rôle très important dans la lutte contre les insectes des denrées stockées. Elle se base sur l'utilisation des parties actives des plantes appelées biopesticides qui remplacent les insecticides chimiques. Ils se trouvent sous plusieurs formes : les huiles essentielles, les extraits aqueux, les extraits organiques, les huiles végétales ainsi que les poudres végétales (Regnault-Roger et *al.*, 2008).

Chapitre III :

Huiles essentielles

III. Huiles essentielles

III.1. Définition

Les huiles essentielles appelées encore « essences » ou « essences aromatiques végétales » sont les substances odorantes, volatiles et de consistance huileuse, contenues dans les plantes. La plupart des végétaux renferment des huiles essentielles, mais habituellement en quantité infime. Seules les plantes dites « aromatiques » en produisent en quantité suffisante (Lardry et Haberkorn, 2003).

Pour la pharmacopée Européenne (6éd.01/2008 : 2098), une huile essentielle est « un produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. Une huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition » (Bruneton, 2009).

III.2. Répartition et localisation

Selon Franchomme et *al.*, (2003), les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules dites cellules à huile essentielle.

Suivant un ordre croissant dans le degré de spécialisation, on distingue les catégories suivantes de tissus sécréteurs :

* **Les cellules sécrétrices isolées** : elles peuvent se différencier dans tous les parenchymes. Elles sont généralement isolées et réparties irrégulièrement dans les tissus. Leur forme est habituellement arrondie (Camefort, 1986).

* **Les tissus sécréteurs externes (situés à l'extérieur de la plante)** : on distingue :

– **Les poils épidermiques** : ce sont des cellules épidermiques coniques sécrétrices d'huiles essentielles. Ils sont très variés. Ils peuvent être unicellulaires formés par le prolongement d'une cellule épidermique ou pluricellulaires formés par plusieurs cellules issues de la prolifération d'une cellule épidermique. Ce type est rencontré souvent chez les Lamiacées, Géraniacées et Verbénacées (Callow, 2000).

– **Les poils sécréteurs (trichomes glandulaires)** : ce sont des éléments du trichome spécialisés dans la sécrétion. Les « trichomes » sont définis comme les cellules spécialisées dérivées de l'épiderme. Elles sont des émergences dont certaines cellules secrètent des huiles essentielles ou des résines. La partie non sécrétrice du poil est le pédicelle et la partie

sécrétrice est la tête qui peut être unie, bi ou polycellulaire (2 à 12 cellules). L'huile sécrétée par les cellules de la tête, traverse la cellule de la paroi cellulosique et se collecte dans une cavité que crée la cuticule en se soulevant ; elle se distend et persiste. Ils se rencontrent sur les tiges et feuilles des Astéracées et des Lamiacées (Callow, 2000).

Deux types de trichomes glandulaires sont cités : les trichomes peltés et les trichomes capités.

- **Les poils capités** : appelés aussi poils glandulaires sont spécifiques aux Lamiacées. Ils sont constitués d'une seule cellule basale encreée dans l'épiderme de la feuille, d'un court stipe porteur unicellulaire ou bicellulaire et d'une large tête sécrétrice constituée d'une ou de huit cellules sécrétrices disposées en rosaces. Les cellules sécrètent l'huile biosynthétisée sous la cuticule protectrice. La récupération de son contenu en huile essentielle ne se fera que par rupture de la cuticule (Deysson, 1978).

- **Les trichomes peltés** : sont des poils glandulaires unicellulaires et à pied long (figure 4). Ils prédominent les surfaces abaxiales et se localisent sur les dépressions épidermiques. Ils sont composés d'une cellule basale épidermique, de deux à trois cellules constituant le pied qui porte à son bout, une cellule sécrétrice. Les modes de sécrétion et d'excrétion des huiles essentielles sont identiques à ceux rapportés précédemment pour les trichomes capités (Gershenzon et al., 1992 ; Turner et al., 1999 ; Wagner et al, 2004).

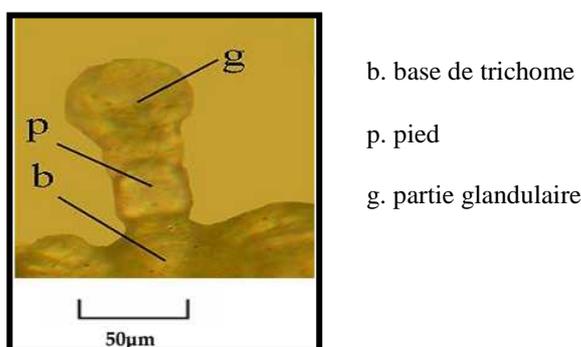


Figure 4. Trichome glandulaire pelté chez *Chrysanthemum morifolium* (Asteraceae) observé sous microscope optique (400x) (Florina et Monica, 2009).

※ **Les tissus sécréteurs internes** : on distingue :

- **Les poches schizogènes (ou poches sécrétrices)** : elles se trouvent par exemple dans l'épicarpe des différents types d'organe, principalement chez les Astéracées, Hypéricacées, Rosacées, Rubiacées et Rutacées. Un espace intercellulaire souvent sphérique se remplit du produit déversé par les cellules qui le bordent (Franchomme et al., 2003) (figure 5).

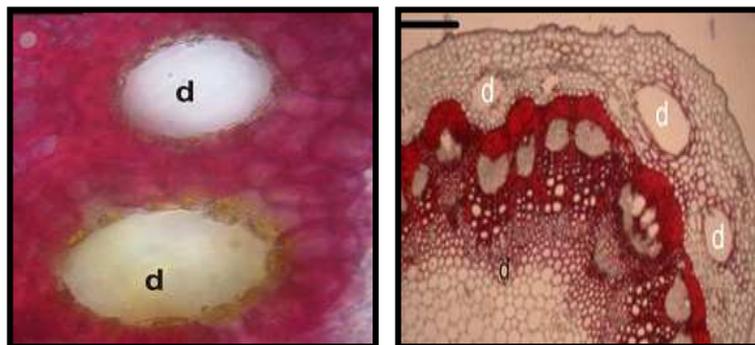


Figure 5. Section transversale d'une tige de *Flourensia campestris* (Asteraceae) observés sous microscope optique (250 μm) (à gauche) et sous microscope électronique en transmission (75 μm) (à droite) montrant des poches schizogènes (d) (Silva et al., 2015).

- **Les canaux sécréteurs (canaux glandulaires lysigènes) :** ils sont des petits canaux qui s'étendent parfois sur toute la longueur de la plante et dont les parois sont formées d'une assise de cellules sécrétrices. On les retrouve dans tous les bois résineux et en particulier chez les Abiétacées, les Cupressacées et les Apiacées (Franchomme et al., 2003).

III.3. Principales techniques d'extraction des huiles essentielles

Il existe plusieurs techniques d'extraction des huiles essentielles. Elles peuvent être conventionnelles ou nouvelles (Luque de Castro et Garcia-Ayuso, 1998). Parmi les techniques conventionnelles, on trouve par exemple l'entraînement à la vapeur (hydrodistillation) et l'extraction par Soxhlet. Dans la catégorie « techniques nouvelles » on peut citer l'extraction assistée par microondes et l'extraction avec des fluides supercritiques.

La technique qui va être décrite ci-dessous est l'hydrodistillation car c'est la méthode normée pour l'extraction des huiles essentielles (Bruneton, 2009).

▪ Hydrostillation (distillation à la vapeur)

La distillation peut être définie comme étant « la séparation des constituants d'un mélange de deux ou plusieurs composants en fonction de leur température de passage à l'état gazeux (ébullition ou sublimation) ». Suite à cette définition, la distillation des plantes aromatiques reposerait sur l'évaporation des constituants de l'huile. Or, la réalité est bien différente. Les huiles essentielles se trouvant à l'intérieur du tissu du végétal doivent d'abord passer à la surface de ce dernier avant une éventuelle évaporation et distillation. Ce passage de l'intérieur du tissu vers la surface du matériel végétal (feuille par exemple) est supposé se faire essentiellement par diffusion (Benjilali, 2001).

Cette méthode est réalisée en 2 étapes (figure 6) :

- La partie de la plante contenant la molécule à extraire est placée dans un ballon contenant de l'eau et quelques morceaux de pierre ponce pour assurer le brassage de la solution lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. L'opération est généralement conduite à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules sont aussitôt évaporées et forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique (eau + huile essentielle). En passant dans un réfrigérant, l'eau se condense et par différence de densité, se forme un système hétérogène constitué de deux phases bien distinctes : l'une aqueuse (l'eau aromatique chargée d'espèces volatiles contenues dans la plante et ayant une densité plus élevée et l'autre organique (souvent c'est la phase supérieure) représentant l'huile essentielle. En effet, lors de l'hydrodistillation, l'huile essentielle se sépare de l'eau du distillat mais une petite partie se solubilise dans l'eau et lui confère une odeur, on parle alors d'eau aromatique à ne pas confondre avec l'hydrolat, eau distillée aromatisée (parfois artificiellement) à laquelle on ajoute parfois de l'alcool, des stabilisants chimiques ou des conservateurs (Benjlali, 2001 ; Sawamura, 2011).
- On récupère les deux phases huile essentielle / eau aromatique dans une ampoule à décanter. Après avoir laissé reposer le contenu quelques secondes, il est possible d'éliminer totalement l'eau aromatique. Il ne reste alors plus que l'huile essentielle dans l'ampoule à décanter (Moro Buronzo, 2008).

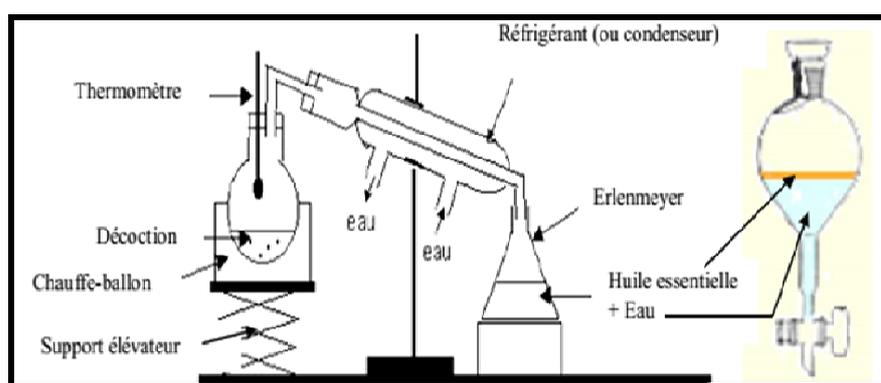


Figure 6. Schéma des étapes de l'hydrodistillation (Attou, 2011).

La distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage de la phase aqueuse obtenue lors de la décantation. Le principe de recyclage est communément appelé cohobage. En laboratoire le système équipé d'une cohobe qui est généralement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles en accord avec la Pharmacopée Européenne est le Clevenger. Son intérêt majeur réside dans l'utilisation du système de cohobation permettant une distillation en continue sans modifier la quantité en eau du ballon (Lucchesi, 2005).

• Principe de l'entraînement à la vapeur et propriétés physico-chimiques de l'hydrodistillation

Selon Pavida *et al.*, (1976), le procédé correspondant à une distillation hétérogène, met en jeu l'application de deux lois physiques :

- La loi de Dalton : dans laquelle la pression du mélange de vapeurs est égale à la somme des tensions de vapeur de divers constituants.

$$P_T = T_H + T_E$$

- La loi de Raoult : le rapport des quantités des entités distillées simultanément est fonction de la tension et des densités des vapeurs (donc des masses moléculaires) à la température de distillation choisie.

$$\frac{\text{MOLE H}}{\text{MOLE E}} = \frac{T_H}{T_E}$$

La relation de ces deux lois donne respectivement la pression totale et la composition des vapeurs en fonction des pressions partielles, d'où le calcul du taux de corps entraîné appelé également rapport d'entraînement :

$$R = \frac{T_H}{T_E} \times \frac{M^0_H}{M^0_{HE}} = \frac{P_H}{P_E}$$

H et E désignent respectivement l'huile essentielle et l'eau ;

P_T = Pression totale ; T = Tension de vapeur ; M^0 =masse molaire ; P = poids ; R = rapport d'entraînement.

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeurs de chacun des constituants est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange eau/huile essentielle distillée possède une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique (généralement proche de 100°C en raison de la faible tension des constituants odorants) alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées.

Pendant l'entraînement à la vapeur, les liquides non miscibles semblent distiller simultanément comme s'il s'agissait de deux compartiments séparés (figure 7), bien qu'en pratique, ils soient mêlés. Or leurs vapeurs constituent un gaz homogène. On parle alors de codistillation (Pavida et *al.*, 1976). Dans les deux cas, représentés dans la figure 7, si la pression partielle de l'eau est égale à celle de l'huile ($P^{\circ}E = P^{\circ}H$), nous avons respectivement :

I

II

Phase liquide : mole d'eau = mole d'huile

mole d'eau > mole d'huile

Phase vapeur : mole d'eau = mole d'huile

mole d'eau = mole d'huile

La pression totale (P_T) est indépendante des quantités d'eau et d'huile :

$$P_T = P^{\circ}_E + P^{\circ}_H$$

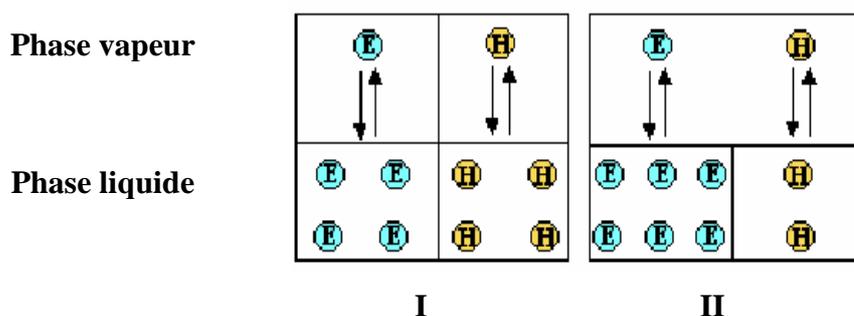
Où P° désigne la pression partielle.

Figure 7. Répartition de l'eau (E) et de l'huile essentielle (H) entre les phases liquide et vapeur en fonction de la pression lors de l'hydrodistillation (Daferera et *al.*, 2000).

III.4. Méthodes d'analyses des huiles essentielles

III.4.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

C'est la technique de séparation la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles, car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme en temps d'analyse assez court et avec des résultats fiables (Kováts, 1965 ; Bruneton, 2009).

- **Principe**

Le schéma général d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (FID ou DIF) est représenté au niveau de la figure 8. Il est constitué de trois modules : un injecteur, une colonne capillaire dans le four et un détecteur.

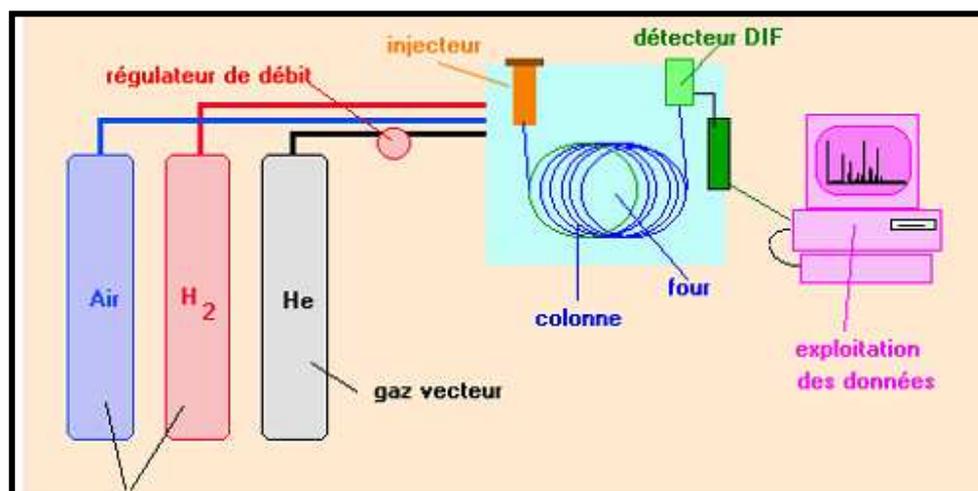


Figure 8. Schéma général d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (Teissier et Madet, 2004).

Le principe de la séparation repose sur la différence d'affinité entre les composés pour la phase mobile et la phase stationnaire. La phase mobile est un gaz inerte (Hélium, Azote, Argon ou Hydrogène), appelé gaz vecteur. Si la phase stationnaire est un liquide non ou peu volatil, possédant des propriétés de solvant vis-à-vis des composés à séparer, on parle de chromatographie gaz-liquide ou chromatographie de partage. Si la phase stationnaire est un solide absorbant (Silice, Alumine...), on parle de chromatographie gaz-solide ou chromatographie d'adsorption (Audigie et *al.*, 1995).

Le mode d'injection le plus répandu est le mode d'injection en « split » ou injection avec « division de flux ». L'injection se fait à haute température. L'échantillon est rapidement introduit dans l'injecteur où il est instantanément vaporisé et mélangé au gaz vecteur. Une électrovanne permet de régler le débit de fuite. Ce procédé permet de faire en sorte qu'une fraction importante du flux gazeux soit évacuée, diminuant ainsi la quantité d'échantillon qui pénètre dans la colonne et évitant de saturer la phase stationnaire (Bouchonnet, 2009).

Le four contient l'élément clé de la séparation chromatographique : la colonne analytique. Celle-ci peut être de deux types : colonne remplie ou capillaire. Cette dernière semble la plus adaptée dans le cas des huiles essentielles. Les substances traversent la totalité de la colonne où elle est placée la phase stationnaire (Audigie et *al.*, 1995).

L'élution est assurée par le flux du gaz inerte. Les constituants d'un mélange sont inégalement retenus par la phase stationnaire. Ils sont séparés en fonction de leur polarité si la phase stationnaire est polaire, ou de leur volatilité si cette dernière est apolaire. De ce phénomène appelé « rétention », les solutés injectés se déplacent avec une vitesse inégale entre eux et inférieure à celle de la phase mobile, ceci les conduit à sortir de la colonne les uns après les autres. On enregistre d'abord un signal dit ligne de base en présence du gaz vecteur seul, puis un pic au passage de chaque soluté séparé (Besombes, 2008).

III.4.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)

Dans le secteur particulier des huiles essentielles, le couplage CPG/SM est, aujourd'hui, la technique de référence (Bouchonnet, 2009).

- **Principe**

Lorsqu'on soumet un composé moléculaire à cette analyse, on déclenche un processus à plusieurs étages (Pradeau et Cohen, 1992).

a- Ionisation : il existe de nombreux types de spectromètre, ayant tous en commun 3 éléments : une source, un analyseur et un détecteur. La source est la partie du spectromètre de masse où sont produits des ions gazeux à partir de la molécule introduite. En couplage avec la chromatographie en phase gazeuse, où les composés élués arrivent au spectromètre à l'état gazeux, les sources utilisées sont dites « ionisations électriques » ou « ionisations chimiques » (Bouchonnet et Libong, 2004). L'ionisation électrique est la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles.

Selon Cavalli (2002), le bombardement de substances par un faisceau d'électrons d'énergie de 70eV provoque leur ionisation et leur fragmentation.

La source est maintenue à une température élevée (généralement comprise entre 100 et 250°C) pour éviter la condensation des substances. Les molécules présentes dans l'échantillon se volatilisent sous l'effet du vide et de la haute température, il en résulte un mélange d'ions issus de la fragmentation de l'échantillon de départ (Bouchonnet et Libong, 2004) ;

b- Accélération : les ions formés se dirigent vers la partie analytique de l'appareil sous l'effet d'un champ magnétique ou électrique augmentant ainsi leurs énergies cinétiques (Pradeau et Cohen, 1992) ;

c- Séparation : les ions seront distribués suivant leur rapport masse/charge (Pradeau et Cohen, 1992) ;

d- Détection : après séparation, les ions sont recueillis par un détecteur sensible aux charges électriques transportées (Pradeau et Cohen, 1992) ;

e- Traitement du signal : le signal de sortie de l'appareil conduit au spectre de masse qui constitue la représentation conventionnelle de l'abondance des ions en fonction de leurs rapports : masse/charge. Les spectres de masse ainsi obtenus sont comparés avec ceux des produits de références contenus dans des bibliothèques informatisées contenant plusieurs milliers de spectres (Bouchonnet et Libong, 2004).

III.5. Variabilité des huiles essentielles

Une huile essentielle est très fluctuante dans sa composition, sur laquelle intervient un grand nombre de paramètres, d'origine intrinsèque (génétique, stade végétatif, partie de la plante utilisée, chémotypes), d'origine extrinsèque (sol, climat, latitude) ou d'ordre technologique c'est-à-dire lié aux techniques d'exploitation du matériel végétal (Bruneton, 2009 ; Nogaret, 2011).

III.6. Composition chimique des huiles essentielles

Les constituants d'une huile essentielle appartiennent quasi-exclusivement, à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distincts : le groupe des terpènes et des terpénoïdes d'une part et le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane d'autre part (Bruneton, 2009). Les composés de la dégradation d'acides gras et les composés de la dégradation des terpènes sont aussi fréquemment retrouvés dans les huiles essentielles (Hopkins 2003).

III.6.1. Terpènes et terpénoïdes

Le terme terpènes rappelle la toute première extraction de ce type de composé dans l'essence de térébenthine (Seenivasan, 2006). Le terpène le plus simple est un hydrocarbure naturel, l'isoprène (C_5H_8) (Svoboda et Hampson, 1999). Ce dernier est émis en quantité significatives par les feuilles de plusieurs espèces végétales (Raven et *al.*, 2000). Leur formule brute est $(C_5H_x)_n$ dont x est variable en fonction du degré d'insaturation de la molécule et n peut prendre des valeurs de 1-8 sauf dans les polyterpènes qui peut atteindre plus de 100 (le caoutchouoc) (Husnu et *al.*, 2009). Ces composés sont subdivisés selon le nombre d'entités isoprènes en héli-terpènes formés d'un isoprène, en monoterpènes formés de deux isoprènes ($C_{10}H_{16}$), en sesquiterpènes, formés de trois unités d'isoprène ($C_{15}H_{24}$), en diterpènes formés de quatre isoprènes ($C_{20}H_{32}$) et en tétraterpènes (huit isoprènes) qui conduisent aux caroténoïdes (Hernandez-Ochoa, 2005).

a- Monoterpènes

Les monoterpènes sont des hydrocarbures aliphatiques, saturés ou insaturés (Kaloustian et Hadji-Minaglou, 2013). Ils sont constitués de deux unités d'isoprène (C_5H_8) (Rahal, 2004). Ils sont volatils entraînés à la vapeur d'eau, d'odeur souvent agréable et représentent la majorité des constituants des huiles essentielles, parfois plus de 90% (Bruneton, 2009).

Ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène), monocyclique (α - et γ -terpinène, p-cymène) ou bicyclique (pinène, sabinène) (figure 9).

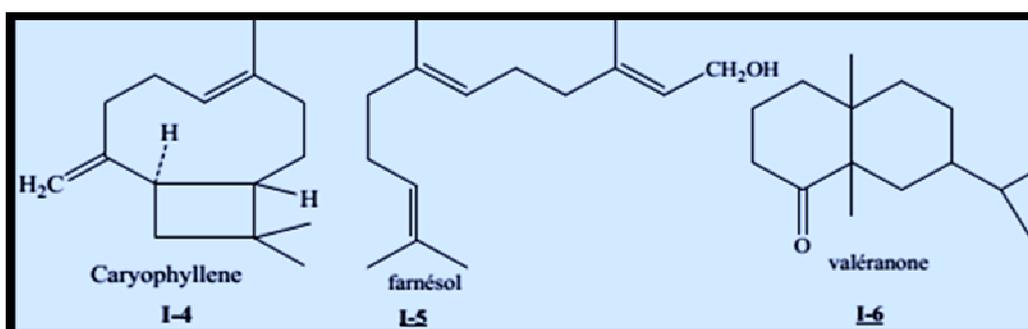


Figure 9. Exemple de monoterpènes (Chebrouk, 2009).

b- Sesquiterpènes

Selon Claude (2010), les sesquiterpènes sont des dérivés d'hydrocarbures. Ils comportent trois unités d'isoprène. Leur formule est $C_{15}H_{24}$ soit une fois et demie (sesqui) la molécule des terpènes. Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes.

Elle contient plus de 3000 molécules qui se divisent en plusieurs catégories structurales, acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, polycycliques (figure 10) (Bruneton, 2009). Ils se trouvent sous forme d'hydrocarbures ou sous forme d'hydrocarbures oxygénés. Ils sont particulièrement caractéristiques de la famille des Astéracées, mais ne se produisent sporadiquement dans d'autres familles (Evans, 2009).

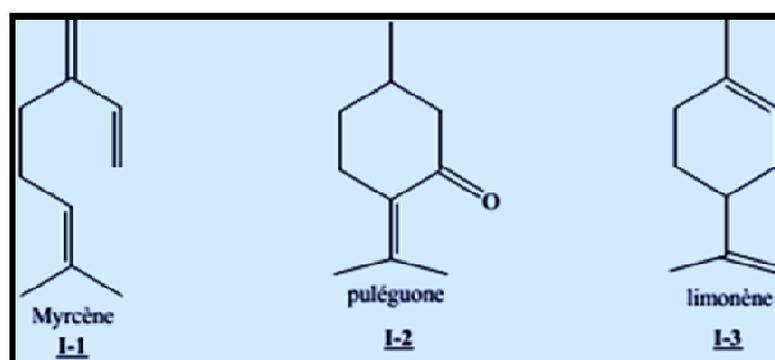


Figure 10. Quelques exemples de sesquiterpènes (Chebrouk, 2009).

III.6.2. Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (Figure 11). Cependant, ils sont moins abondants que les terpénoïdes et dont la biogenèse est totalement différente mais aussi d'une grande diversité de fonctions (Bruneton, 2009).

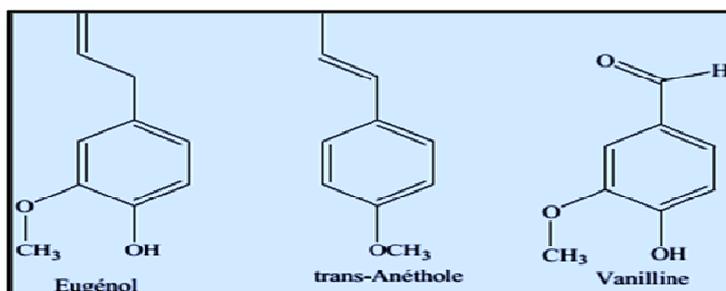


Figure 11. Exemples de composés aromatiques (El haib, 2011).

III.7. Propriétés physico-chimiques

Liquides à température ambiante, les huiles essentielles sont volatiles, ce qui les différencie des huiles fixes. De même, elles ont la propriété de ne pas laisser de tache durable sur le papier et elles n'ont pas le toucher gras et onctueux de ces dernières. Elles ne sont que très rarement colorées. Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau et sont entraînaibles à la vapeur d'eau (Djahra, 2014). Il existe cependant des exceptions telles que les huiles essentielles de Safran, de Girofle et de Cannelle dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Elles sont également solubles dans les alcools à titre alcoométrique élevé et dans la plupart des solvants organiques mais très peu solubles dans l'eau à laquelle elles communiquent leurs odeurs, cette eau est dite «eau distillée florale» (Bordeau, 2009 ; Bruneton, 2009 ; Duraffourd et *al.*, 1990).

Elles se caractérisent par une odeur aromatique très prononcée, plus ou moins forte, suave, piquante ou désagréable (Bruneton, 2009). Elles sont parfois solides ou en partie cristallisées. De plus, elles sont très altérables, sensibles à l'oxydation et ont tendance à se polymériser donnant lieu à la formation de produits résineux. Elles sont douées d'un pouvoir rotatoire puisqu'elles sont formées principalement de composés asymétriques (Duraffourd et *al.*, 1990 ; Salle et Pelletier, 1991).

III.8. Rôle biologique

Beaucoup de plantes produisent les huiles essentielles en tant que métabolites secondaires, mais leur rôle exact dans les processus de la vie de la plante est inconnu (Rai et *al.*, 2003). Cependant, plusieurs effets apparents utiles ont été décrits tels que la réduction de la compétition des autres espèces de plantes (allélopathie) par inhibition chimique de la germination des graines (Guignard, 2000). Certains auteurs pensent que les huiles essentielles pourraient avoir un rôle attractif vis-à-vis des insectes pollinisateurs et favoriseraient ainsi la pollinisation (Silvant, 2015). D'après Hopkins (2003), les essences constituent un moyen de défense contre les prédateurs (microorganismes, champignons, insectes, herbivores) en modulant les comportements de ceux-ci vis-à-vis des plantes. Les substances émises dans le cas de défense contre les microorganismes sont appelées « phytoalexines ». Ce type de toxine n'est produit qu'en cas d'infection et n'entre donc pas dans la composition d'une huile essentielle provenant d'une plante saine (Mann, 1987).

III.9. Huiles essentielles et protection des plantes cultivées

Les huiles essentielles ont été testées *in vitro* sur différentes cibles en protection des cultures : les insectes, les micro-organismes (champignons et bactéries), les adventices et aussi en traitement des semences (Furet et Bellenot, 2013). Cependant, la difficulté réside dans le choix de la méthode d'application des huiles essentielles au champ afin de permettre une plus longue durée d'action du traitement (Chavassieux et Vidal, 2014).

III.9.1. Micro-organismes

➤ **Bactéries phytopathogènes** : la grande majorité des études sur l'activité antibactérienne des huiles essentielles porte sur les micro-organismes pathogènes pour l'homme ou qui altèrent sa nourriture (Lang et Buchbauer, 2012). Les phénols (carvacrol, thymol) possèdent le coefficient antibactérien le plus élevé, suivi des monoterpénols (géraniol, menthol, terpinéol) et aldéhydes (néral, géranial) (Lamarti et *al.*, 1994).

Le mode d'action des huiles essentielles dépend en premier lieu du type et des caractéristiques des composants actifs, en particulier leur propriété hydrophobe qui leur permet de pénétrer dans la double couche phospholipidique de la membrane de la cellule bactérienne. Cela peut induire un changement de conformation de la membrane (Carson et *al.*, 2002 ; Cox et *al.*, 2000).

➤ **Champignons** : les huiles essentielles ont de nombreuses propriétés antifongiques. Un article récent (Nuzhat et Vidyasagar, 2013) fait le point sur les huiles essentielles ayant démontré, au laboratoire, des activités intéressantes contre des champignons pathogènes des cultures. Les champignons étudiés appartiennent aux genres : *Alternaria*, *Aspergillus*, *Bipolaris*, *Botrytis*, *Cladosporium*, *Colletotrichum*, *Curvularia*, *Fusarium*, *Lasiodiplodia*, *Penicillium*, *Phomopsis*, *Pythium*, *Pyricularia*, *Rhizoctonia*, *Rhizopus*... (Furet et Bellenot, 2013).

L'activité fongistatique des composés aromatiques semble être liée à la présence de certaines fonctions chimiques (Voukou et *al.*, 1988). Selon Utree et *al.*, (2002), l'activité antifongique décroît selon le type de fonction chimique :

(+) Phénols > Alcools > Aldéhydes > Cétones > Ethers > Hydrocarbures (-).

III.9.2. Adventices

Les études publiées sur l'activité des huiles essentielles comme herbicides sont nombreuses et recouvrent généralement des tests d'inhibition de germination de graines. Celles qui paraissent les plus actives sont des huiles essentielles à phénols (thymol, carvacrol), à cétones (carvone, pulégone) ou à étheroxydes (eucalyptol ou 18-cinéol) (Furet et Bellenot, 2013).

III.9.3. Insectes phytophages

Selon Regnault-Roger et *al.*, (2008), les activités des huiles essentielles décrites sur les insectes phytophages s'exerce sur plusieurs niveaux et limite le renouvellement des générations. Ainsi, les plantes aromatiques et leurs molécules allélochimiques exercent une double activité insecticide sur les adultes et sur les différentes phases du cycle reproductif.

D'autres auteurs rapportent que les mécanismes toxiques des huiles essentielles sont d'ordre physiologique ou physique.

a- Effets physiologiques : On peut distinguer :

✱ **Effets neurotoxiques**

Plusieurs travaux ont montré que la plupart des huiles agissent en perturbant la structure de la membrane cellulaire mais, pour certaines, des effets neurotoxiques ont pu être mis en évidence, dus à des interactions avec des neurotransmetteurs des Arthropodes (Chiasson et Beloin, 2007 ; Furet et Bellenot, 2013 ; Huignard, 2013).

- **Inhibiteurs de la croissance**

Selon Huignard (2013), certaines plantes produisent des substances qui agissent au niveau des glandes endocrines régulant la croissance des insectes. Elles provoquent un arrêt ou un ralentissement de la croissance larvaire. Et de ce fait, les huiles extraites à partir de ces plantes sont utilisées en tant qu'insecticides biologiques.

- *** Effets antiappétants**

Les huiles essentielles ont des effets antiappétants, affectant ainsi la croissance, la mue, la fécondité et le développement des insectes et acariens (Chiasson et Beloin, 2007).

- **b- Effets physiques**

Chiasson et Beloin (2007) indiquent que les huiles essentielles agissent directement sur la cuticule des insectes et acariens à corps mou. Isman (2000) émet cette hypothèse car plusieurs huiles essentielles sont plus efficaces sur les arthropodes à corps mou. C'est le cas du FACIN qui exerce une répression satisfaisante sur les thrips, les pucerons, les aleurodes et certains acariens et qui s'est avéré moins efficace avec des insectes à carapace dure tels que les coléoptères et les hyménoptères adultes et certains acariens prédateurs.

Il reste à déterminer le mécanisme par lequel les huiles essentielles dégradent l'enveloppe externe de certains insectes et acariens. En effet, la nature lipophile de l'huile essentielle peut dégrader la couche cireuse et causer des pertes en eau. Les trachées et les sacs d'air des insectes sont enduits de cette couche cireuse et sont affectés par l'huile essentielle ce qui peut entraîner l'asphyxie (Chiasson et Beloin, 2007).

III.10. Toxicité et réglementation

Malgré leur image de produits naturels, les huiles essentielles ne sont pas dépourvues de toxicité. Elles font donc l'objet de nombreuses réglementations, variables selon le secteur d'utilisation. En Europe, les huiles essentielles jusqu'à présent sont considérées comme des produits phytopharmaceutiques, elles doivent donc être approuvées au regard du règlement européen n°1107/2009 encadrant la mise sur le marché des produits phytopharmaceutiques. Les huiles essentielles pourraient être considérées comme des substances actives à faibles risques pour l'homme et l'environnement. Les critères d'approbation restent encore à être précisés car la commission Européenne travaille actuellement sur un guide permettant d'affiner la définition des Substances à Faible Risques. Ensuite, les huiles essentielles doivent disposer d'une Autorisation de Mise sur le Marché (A.M.M). Actuellement, seulement deux produits commerciaux à base d'huile essentielle disposent d'une Autorisation de Mise sur le Marché et sont autorisés France et vendus en tant que produits phytopharmaceutiques: Prevam ou Limocide, l'huile essentielle d'écorce d'orange (insecticide et fongicide sur légumes, fruits et vignes), et Biox-M, huile essentielle de menthe verte (anti-germinatif pomme de terre) (Chavassieux et Vidal, 2014).

Partie II :

Matériel & méthodes

I. Présentation de la région d'étude

I.1. Situation géographique

Notre région d'étude est la Daïra de Makouda (figure 12). Elle est située à 15 km au Nord de la wilaya de Tizi-Ouzou (Algérie) (Oakes, 2008). Elle s'étend sur 92.37 km² (ANIREF, 2010). Elle est délimitée au Nord par les communes de Mizrana et Tizirt, à l'Est par Timizart, au Sud par Ouaguenoun, Ait Aissa Mimoun et Sidi Naamane et à l'Ouest par la wilaya de Boumerdes. Elle est située à 458 mètres d'altitude entre la latitude 36° 46' 36" N et 36° 49' 18"N et la longitude : 3° 59' 13' E' et 4° 11' 19" E.

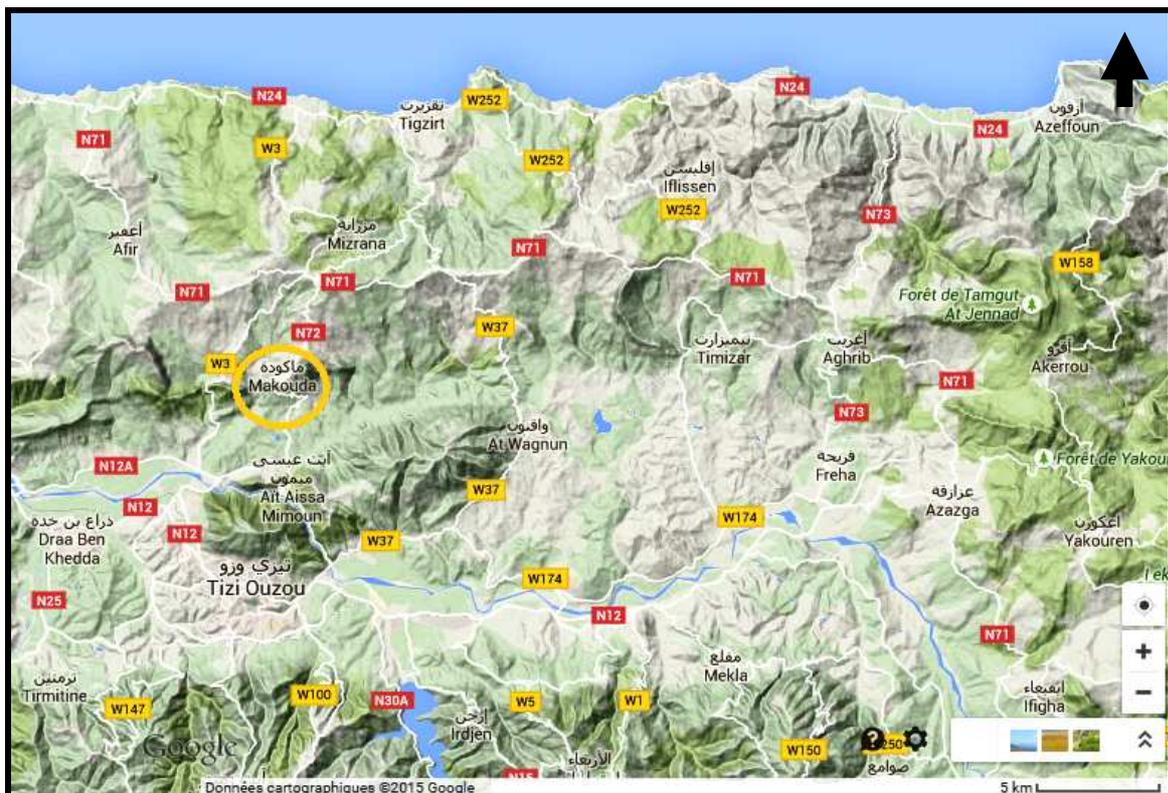


Figure 12. Situation géographique de la daïra de Makouda (Google Maps, 2015).

I.2. Climatologie

Le climat joue un rôle essentiel dans la répartition et le développement des plantes. Son analyse à l'échelle d'une région se base sur des données fournies par des stations météorologiques. L'étude du climat doit porter sur une longue série chronologique d'observations, afin d'intégrer les variations interannuelles qui sont essentielles pour la compréhension du bioclimat (Meddour, 2010).

Pour cette étude, le climat de la région de Makouda, en particulier la température et la pluviométrie, sont étudiées dans un but de tracer les diagrammes ombrothermiques et localiser notre région d'étude dans le climagramme d'Emberger. Pour cela

nous avons pris en considération les observations homogènes sur une période de dix ans (2005-2015).

Par ailleurs, d'après la carte pluviométrique de la Kabylie réalisée par Chaumont et Paquin (1971) pour la période allant de 1913 à 1963, Tizi-Ouzou et Makouda ont le même régime pluviométrique. De ce fait, vu l'absence des données climatiques pour la station de Makouda, nous avons décidé d'utiliser celles de l'ONM (Office Nationale de Météo) de Tizi-Ouzou dans l'étude climatique.

a- Diagramme ombrothermique de Bagnouls et Gausсен

Ce diagramme permet de déterminer les périodes sèches et humides de n'importe quelle région à partir de l'exploitation des données des précipitations mensuelles et des températures moyennes mensuelles (Dajoz, 2003).

D'après Bagnouls et Gausсен (1957) cité par Rebbas (2014) : un mois est considéré comme sec lorsque le total des précipitations P , exprimé en mm, est égal ou inférieur au double de la température moyenne (T) du mois ($P < 2T$), exprimée en degré centigrade.

Selon le diagramme de Bagnole et Gausсен de la période (2005-2015) (figure 13), la saison sèche et chaude à Tizi-Ouzou s'étend sur 4 mois qui sont : Juin, Juillet, Août et Septembre. Tandis que la saison humide englobe les mois de Novembre, Décembre, Janvier, Février et Mars où les pluies atteignent le maximum mensuel de 123 mm en Novembre.

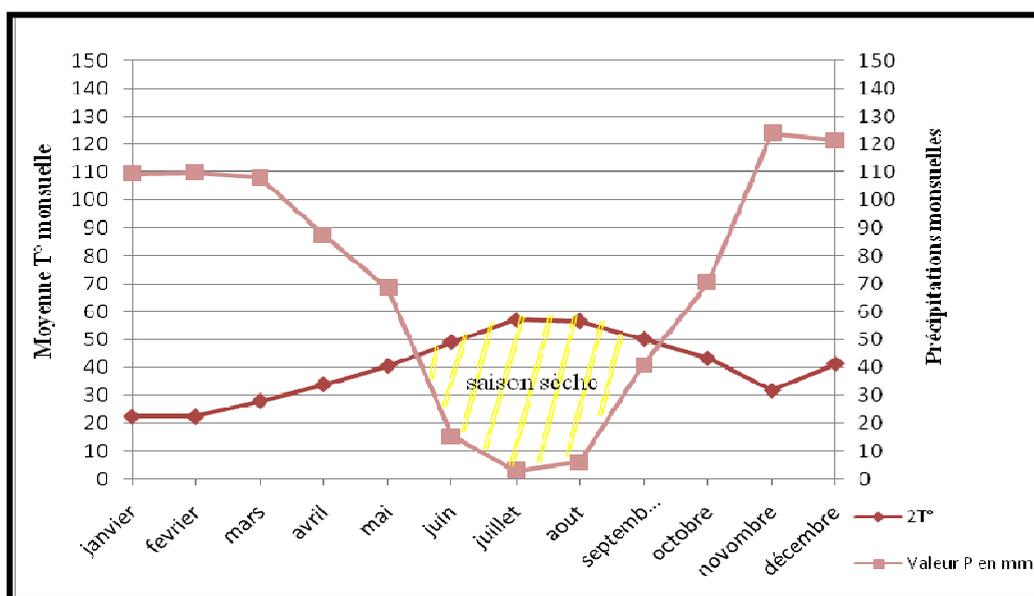


Figure 13. Diagramme ombrothermique de Bagnole et Gausсен pour la région de Tizi-Ouzou pour la période (2005-2015).

b- Quotient pluviothermique et climagramme d'Emberger

Le système d'Emberger permet la classification des différents climats méditerranéens (Dajoz, 2003). Cette classification fait intervenir deux facteurs essentiels : d'une part la sécheresse représentée par le quotient pluviométrique Q_2 en ordonnées et d'autre part la moyenne des températures minimales du mois le plus froid en abscisses.

Le quotient pluviométrique s'exprime par la formule suivante :

$$Q_2 = \frac{2000 P}{M^2 - m^2}$$

P : la moyenne des précipitations annuelles en mm ;

M : la moyenne des températures maximales du mois le plus chaud ;

m : la moyenne des minima du mois le plus froid.

Les températures étant exprimées en degré absolu ($0^\circ\text{C} = 273,16^\circ\text{K}$).

Les données météorologiques de la période 2005-2015 ont permis de situer la région de Makouda (Tizi-Ouzou) dans l'étage bioclimatique subhumide à variante tempéré (figure 14).

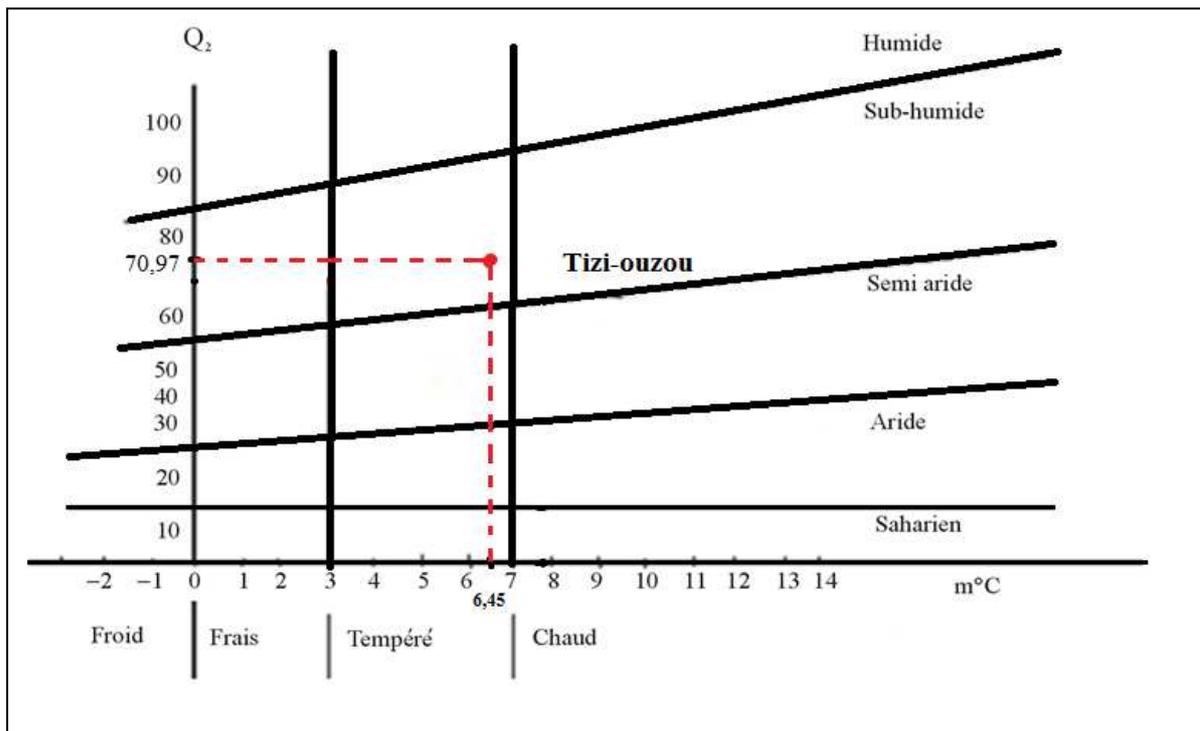


Figure 14. Position de la région de Tizi-Ouzou dans le Climagramme d'Emberger.

II. Extraction des huiles essentielles

II.1. Matériel

II.1.1. Matériel végétal utilisé

Les huiles essentielles étudiées sont extraites à partir de la partie aérienne de deux espèces appartenant à la famille des Astéracées : *Calendula arvensis* (Linné (L), (1763) et *Chamaemelum fuscatum* (Brot.) Vasc., (1967)

Le choix des deux espèces repose sur le fait qu'elles n'ont fait d'aucun sujet d'étude biologique en Kabylie de ce jour. L'importance de la famille des Astéracées du point de vue richesse en principes actifs a suscité notre attention pour mener cette étude.

II.1.2. Matériel technique utilisé

Le matériel technique utilisé est : balance, spatule, papier aluminium, entonnoir, ballon, Clevenger, chauffe ballons, statif, éprouvettes graduées, pince, flacons.

II.1.3. Présentation des espèces végétales étudiées

II.1.3.1. Présentation de *Calendula arvensis* (Linné, 1763)

❖ **Ethymologie** : le nom scientifique *Calendula* dérive directement du mot latin "*calendae*" qui signifie les calendes. Le calende, était chez les Romains, le premier jour du mois ; c'est également la période à laquelle fleurit le souci, et ce, tout au long de l'année. Le terme « *arvensis* » est un adjectif créé par les botanistes (*arvum*) qui désigne le champ cultivé ou qui pousse dans les champs cultivés (Couplan, 2012). Selon le même auteur, le nom de Souci est dérivé du latin "*solsequia*", signifiant "qui suit le soleil", car le capitule est calé sur le parcours de ce dernier entre 9h et 15h ou il commence à se fermer.

❖ **Noms vernaculaires**

- **Nom vernaculaires français** : souci sauvage, souci des champs, souci des vignes, ... etc. (Mérat et De lens 1831 ; Chaumeton et *al.*, 1832).
- **Nom vernaculaire anglais** : Field Marigold (Mills et Bone, 2005).
- **Nom vernaculaire arabe** : selon les régions : El Djemra (Tandji, 2005) ou El Djamir (Beniston, 1984).

❖ **Synonymes** : *Caltha arvensis* (Ratier et Henry, 1827).

❖ **Aire de répartition**: *Calendula arvensis* est une plante méditerranéenne, originaire de l'Europe du Sud (Sausserde et Kampuss, 2014). Elle est répandue surtout dans les champs de cultures céréalières, les vignes, les prairies et les terrains incultes (Jauzein, 2011).

Elle est très répandue dans l'Europe méridionale et de l'Ouest, l'Afrique du Nord, et le sud-ouest d'Asie (Heyn et Joel, 1983).

- ❖ **Floraison** : Mars - Octobre.
- ❖ **Partie utilisée** : toute la partie aérienne peut être utilisée (Smith et Boon, 2004).
- ❖ **Position systématique** : selon Quézel et Santa (1962) et Oscar (2007), *Calendula arvensis* appartient au :

Règne	<i>Plantae</i>
Embranchement	<i>Spermatophyta</i>
Sous-embranchement	Angiospermae
Classe	<i>Dicotyledoneae</i>
Ordre	Asterales
Famille	<i>Asteraceae</i>
Tribu	<i>Calenduleae</i>
Genre	<i>Calendula</i>
Espèce	<i>Calendula arvensis</i>

❖ **Description botanique** : le souci des champs (figure15) est une plante pubescente, annuelle, de 10 à 40 cm, poussant en touffes plus ou moins dressées ou diffuses (Ducerf, 2010). C'est une plante entièrement glanduleuse qui se reconnaît à son odeur caractéristique et chaleureuse, due à une HE (Jauzein, 2011). Les feuilles sont alternes, simples, sessiles ou demi-embrassantes, velues, plus ou moins dentées, mucronées, caulinaires, terminées par une pointe courte aiguë (Ducerf, 2010 ; Casha, 2014).

Les tiges sont dressées, ou plus ou moins couchées, ramifiées, couvertes de petits poils et à ramification étalées (Jauzein, 2011). Les fleurs sont jaunes ou oranges réunies en petits capitules de 10-27 mm, à disque parfois brun ou violet pourpre. Les bractées de l'involucre sont presque égales, velues, d'un vert pâle, très rarement orangées, rougeâtres ou pourprées à leur sommet, ovales-allongées et terminées en pointe (Jauzein, 2011 ; Casha, 2014).

Les fleurs renferment deux types de fleurs. Au centre des fleurs régulières en tube : ce sont des fleurs tubuleuses mâles (seulement staminées). À la périphérie des fleurs irrégulières à corolle ligulée : ce sont les fleurs ligulées (1 à 2 rangs) femelles (seulement pistillées) et à partir desquelles se formeront les fruits ou akènes). La surface du réceptacle est dépourvue de paillettes et d'écailles entre les fleurs (Roques, 1809).

Le fruit est un akène polymorphe sur le même réceptacle ; les akènes extérieurs avec un bec très incurvé vers le centre du capitule, épineux sur le dos, bordés d'une membrane entière, les akènes intérieurs lisses ou épineux, roulés en anneau (Jauzein, 2011).



Figure 15. *Calendula arvensis* (Originale 2015).

II.1.3.2. Présentation de *Chamaemelum fuscatum* (Brot.) Vasc., 1967

❖ **Ethymologie :** *Chamaemelum* trouve son origine dans le grec *chamai*, à terre, nain, et *mêlon*, fruit semblable à une pomme évoquant la petite de certaines camomilles, l'aspect de leurs capitules et l'odeur de ces derniers, rappelant la pomme, ou du moins un fruit (Couplan, 2012).

❖ **Noms vernaculaires**

- **Nom vernaculaire français :** camomille d'hiver (Lopez et al., 2011), camomille brunâtre (Boisduval, 1828), camomille précoce (Tandji, 2005), anthémis précoce, anthémis brunâtre (PIM, 2015).

- **Nom vernaculaire anglais :** Dark Chamomile (Casha, 2014).

- **Nom vernaculaire arabe :** el babounedj البابونج (Tandji, 2005 ; Khabbach et al., 2012).

❖ **Synonymes :** on peut citer : *Anthemis fuscata* Brot. (Lopez et al., 2011), *Perideraea fuscata* (Brot.) Webb et *Maruta fuscata* (Brot.) DC (Ladero Alvarez et al., 1985).

❖ **Aire de répartition :** plante très répandue dans les cultures annuelles, les vergers, les pâturages, les jachères. Préférence pour les sols argileux, lourds, ainsi que les sols limoneux à sablo-limoneux bien pourvus en eau, parfois inondés l'hiver (Ben harrath et al., 2009).

❖ **Partie utilisée :** partie aérienne (Khabbach et al., 2012).

❖ **Floraison :** janvier-juin (Ben harrath et al., 2009).

❖ **Position systématique** : Selon Ben harrath et *al.*, (2009), *C. fuscatum* appartient au :

Règne	Plantae
Embranchement	<i>Tracheophyta</i>
Sous-embranchement	<i>Equisetopsida</i>
Classe	<i>Dicotyledoneae</i>
Ordre	<i>Asterales</i>
Famille	<i>Asteraceae</i>
Tribu	<i>Anthemideae</i>
Genre	<i>Chamaemelum</i>
Espèce	<i>Chamaemelum fuscatum</i>

❖ **Description botanique**

La camomille brunâtre (figure16), est une plante annuelle, glabre à odeur caractéristique, de 10 à 50 cm (Lopez et *al.*, 2011).

Les feuilles sont moyennes, pennatiséquées ou bipennatiséquées à divisions étroites et terminées chacune par une petite pointe. Les radicales sont pétiolées et les caulinaires sont sessiles (Boisduval, 1828 ; Ben harrath et *al.*, 2009).

La tige est simple ou ramifiée dès la base. Les fleurs sont composées de capitules terminaux de 20 à 30 mm de diamètre, radiés. Les fleurs tubuleuses sont jaunes et ligulées sont blanches et assez grandes, à la fin réfléchies entourant le sommet de l'akène d'une coiffe régulière (Ben harrath et *al.*, 2009).

Les écailles et bractées internes à dos glabre. La plupart des écailles sont de moins de 1 mm de large, à sommet plus ou moins strié de brun. Les bractées sont en générale fortement colorées de brun à la périphérie de la zone herbacée, écartées les unes des autres à maturité (Jauzein, 2011).

Le fruit est un akène très petit, blanc, brun ou un peu verdâtre, d'environ 1.5 à 2 mm de long, tétragone, finement strié et chauve. Les paillettes centrales recouvrent les akènes et tombent avec ceux-ci à maturité (Ben harrath et *al.*, 2009).



Figure 16. *Chamaemelum fuscatum* (Originale 2015).

II.2. Méthode d'extraction des huiles essentielles

II.2.1. Récolte et identification

La récolte était entreprise manuellement et de manière aléatoire au mois d'Avril 2015 durant laquelle les plantes étaient en pleine floraison. L'identification des plantes a été faite par Mr Laribi et Mr Benghanem, enseignants chercheurs à la Faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques de l'université Mouloud Mammeri - Tizi-Ouzou.

II.2.2. Séchage et conservation

La partie aérienne de chaque espèce ainsi récoltée est mise à sécher sur du papier à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité (figure 17). Elle est régulièrement retournée. Une fois sèches, ces parties aériennes sont récupérées dans des sacs propres pour servir ultérieurement à l'extraction de l'huile essentielle.



Figure 17. Séchage des plantes étudiées (Originale, 2015)

II.2.3. Extraction des huiles essentielles

L'extraction et des huiles essentielles étudiées a été réalisée au laboratoire de CIV de la faculté des sciences biologiques et agronomiques de l'univers de l'université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

Le matériel végétal séché est soumis à une hydrodistillation au moyen d'un dispositif d'extraction type Clevenger (figure 18). Il est constitué d'un chauffe ballon qui permet la distribution homogène de la chaleur dans le ballon, un ballon en verre pyrex où l'on place le matériel végétal et de l'eau distillée, une colonne de condensation de la vapeur (réfrigérant) et un collecteur en verre pyrex également qui reçoit les extraits de la distillation.

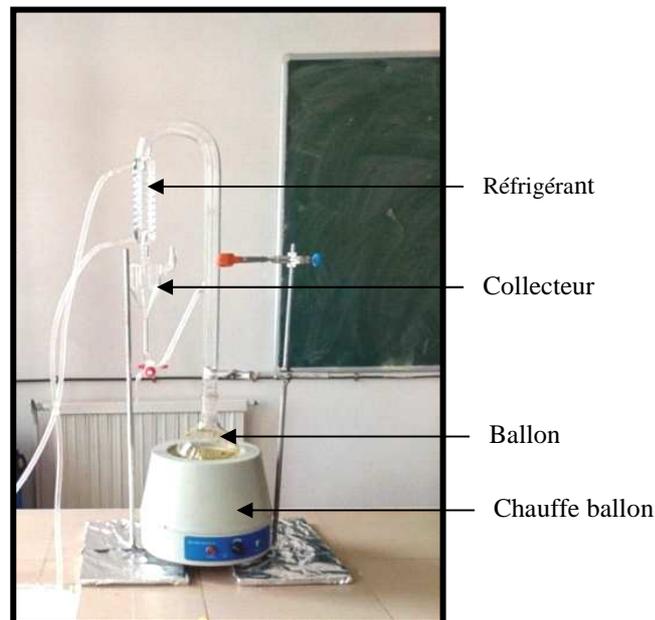


Figure 18. Montage de l'hydrodistillateur (Originale, 2015).

Le procédé d'extraction consiste à introduire 50 g de masse végétale séchée après avoir été découpée en petits morceaux, dans un ballon d'un litre de volume. On y ajoute une quantité suffisante d'eau distillée sans pour autant le remplir pour éviter les débordements de l'ébullition (environ 2/3 de sa capacité). Le réfrigérant est mis en fonction en réglant le débit d'eau.

Les vapeurs chargées d'huile essentielle passent à travers le tube vertical puis dans le serpentin de refroidissement où aura lieu la condensation. Les gouttelettes ainsi produites s'accumulent dans le collecteur rempli auparavant d'eau distillée. L'huile essentielle de faible densité par rapport à l'eau, surnage à la surface de cette dernière. L'opération d'extraction dure trois heures à partir du début d'ébullition.

Pendant l'étape d'extraction, certaines précautions ont été prises afin de protéger les polyphénols et d'autres biomolécules particulièrement sensibles à toute dégradation éventuelle, en particulier en les protégeant de la lumière. De ce fait, l'appareil d'extraction a été entièrement recouvert par du papier à aluminium.

II.2.4. Récupération de l'huile essentielle

Le distillat récupéré comporte deux phases, une phase aqueuse majoritaire qui contient des constituants hydrosolubles, sur laquelle surnagent quelques gouttes d'huiles essentielles représentant la deuxième phase. Si nous récupérons les gouttelettes surnageantes par simple décantation, nous obtenons une huile dite primaire.

La récupération de l'huile essentielle ou des constituants hydrosolubles existant dans la phase aqueuse, nécessite une extraction liquide-liquide (décantation) au moyen de l'éther diéthylique, nous obtenons une huile essentielle dite secondaire (figure 19).

En effet, il arrive souvent que la récupération de l'huile essentielle primaire s'avère très difficile, vu sa présence en faible quantité, pour cela nous rajoutons un peu d'éther diéthylique comme solvant avant d'effectuer la décantation et on le laisse s'évaporer complètement.

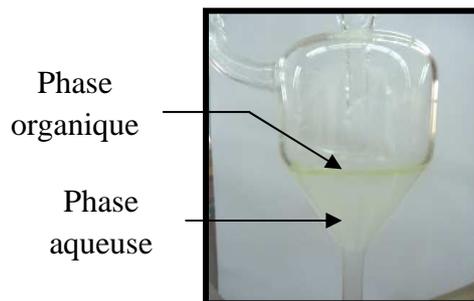


Figure 19. Séparation de la phase aqueuse et de la phase organique (Originale, 2015).

II.2.5. Détermination du rendement d'extraction

Selon la norme AFNOR (1986), le rendement en huile essentielle (R_{HE}) est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue après l'extraction (M') et la masse de la matière végétale utilisée (M). Le rendement est exprimé par la formule suivante :

$$R_{HE} (\%) = M'/M \times 100$$

R_{HE} : Rendement en huile essentielle en %.

M' : Masse d'huile essentielle en gramme.

M : Masse de la matière végétale sèche utilisée en gramme.

II.2.6. Conservation de l'huile essentielle obtenue

La conservation de l'huile essentielle exige certaines précautions indispensables (Burt, 2004). C'est pour cela nous avons conservé les huiles essentielles des plantes étudiées à une température voisine de 4°C, dans un flacon en verre stérile fermé hermétiquement pour la préserver de l'air et de la lumière (en utilisant le papier à aluminium).

III. Etude histologique

Pour déterminer et localiser les structures sécrétant les huiles essentielles des espèces étudiées, nous avons effectué des coupes histologiques microscopiques au niveau des parties aériennes des plantes (feuilles pour le souci des champs, tiges et feuilles pour la camomille brunâtre) qui ont été accomplies par la technique de la double coloration Vert de méthyle-Rouge Congo, selon le protocole emprunté à Deyson (1954).

Pour se faire, les parties des plantes sont conservées dans des flacons d'alcool à 70°. Ces derniers sont fermés hermétiquement pour éviter l'évaporation et toute contamination avec l'air. Il est nécessaire d'effectuer des coupes en sections transversales.

Pour cela, nous prenons un fragment de végétal frais entre le pouce et l'index d'une main et nous procédons à des coups à main levée à l'aide d'une lame de rasoir. Le mouvement doit être rapide, les coupes doivent être aussi minces que possible et le plan de la coupe doit être perpendiculaire au grand axe de l'organe pour les sections transversales. Seules les coupes minces sont retenues. On passe ensuite à la double coloration (Vert de Méthyle-Rouge Congo) dont la technique est décrite comme suite (figure 20) :

- ✓ Mettre les coupes réalisées dans l'eau de javel pendant 15 à 20 mn. Cette opération entraîne la destruction du contenu cellulaire tout en conservant les parois cellulaires ;
- ✓ Laver les coupes par l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer les traces de l'eau de Javel et favoriser la fixation des colorants dans les étapes à venir ;
- ✓ À l'aide d'une pipette mettre quelques gouttes de l'acide acétique (CH_3COOH) et laisser pendant 2 mn pour bien fixer les colorants ;
- ✓ Laver les coupes par l'eau distillée une seule fois pour éliminer les traces de l'acide acétique ;
- ✓ À l'aide d'une pipette mettre quelques gouttes de vert de méthyle et laisser pendant 10 mn au maximum ce qui entraîne la coloration des parois lignifiées en vert ;
- ✓ Laver les coupes par l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer les traces de vert de méthyle ;

- ✓ À l'aide d'une pipette mettre quelque goutte de rouge de Congo et laisser pendant 10 mn ce qui entraîne une coloration rose des parois cellulodiques ;
- ✓ Laver les coupes par l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer les traces de rouge de Congo.



Figure 20. La double coloration vert de méthyle-rouge congo (Originale, 2015).

Plusieurs coupes ont été examinées au laboratoire de CIV à la faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques - Université de Mouloud Mammeri à l'aide d'un microscope photonique.

IV. Evaluation de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles étudiées

IV.1. Matériels biologiques utilisés

Pour la mise en évidence de l'activité antimicrobienne, nous avons utilisé deux souches bactériennes (*Bacillus subtilis*, et *Pseudomonas aeruginosa*) et une souche fongique pure (*Aspergillus niger*).

IV.2. Origine et choix des souches

Le choix de bactéries a été porté sur deux souches fréquentes en pathologie humaine et végétale et connues par leur résistance aux divers agents antimicrobiens. La souche fongique a été choisie parce que c'est une espèce parmi les espèces les plus communes qui sont capables de produire des mycotoxines dans les produits alimentaires, ce qui va entraîner la détérioration de la qualité des aliments (Rassooli et Abyaneh, 2004).

Ces souches nous ont été fournies par le laboratoire de microbiologie de l'U.M.M.T.O.

IV.3. Conservation des souches

À partir des souches bactériennes, faire des repiquages de gélose de conservation en pique centrale et incubation à 37°C pendant 24h. Les tubes sont conservés dans le réfrigérateur à 6 ±1°C, jusqu'au moment de l'emploi.

IV.4. Principales caractéristiques des souches testées

Les principales caractéristiques sont récapitulées dans le tableau suivant

Tableau 4. Principales caractéristiques des souches microbiennes testées.

Souche	Caractéristiques
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Bacilles mobiles, à Gram (-), aérobies stricts. - Production d'un pigment bleu ou pyocyanine. - Fréquente à l'état saprophyte dans l'eau et le sol ou sur les végétaux. - Responsable de redoutables infections hospitalières surtout chez les malades affaiblis aux défenses diminuées ou ayant une affection sévère (Meyer et Zimmerman, 1993).
<i>Bacillus subtilis</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Bacille à Gram (+) de la famille des Bacillaceae, mobile, aérobie strict. - Elle vit sur divers substrats organiques (poussières, sol, lait, eau, plantes sèches... etc.). - Elle n'est pas considérée comme pathogène pour l'homme mais elle peut contaminer des aliments et peut exceptionnellement provoquer des intoxications alimentaires (Michiko et Peter, 1998).
<i>Aspergillus niger</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Ascomycète très petit d'une taille de 0,1 mm, de couleur claire subsphérique et sans ostiole. Il renferme de petits asques globuleux (10µm) contenant 8 ascospores incolores. - Cosmopolite se trouvant dans l'atmosphère d'une manière annuelle avec des recrudescences automna-hivernales (dans les lieux humides, le sol, les poussières de maison ...etc.) (Samson et al., 2001).

IV.5. Milieux de culture utilisés

Suivant les méthodes employées et selon les souches, nous avons utilisés les milieux de commerce suivants :

- **Muller Hinton (MH) (Muller et Hinton, 1941)** : c'est le milieu le plus employé pour les tests de sensibilité aux agents antibactériens (Gachkar et al., 2007).
- **Milieu Sabouraud (Sabouraud, 1892)** : les souches fongiques sélectionnées ont été cultivées sur milieu Sabouraud afin d'avoir suffisamment de spores.

IV.6. Méthode

L'étude de l'activité antibactérienne et antifongique vis-à-vis des souches utilisées est réalisée par la technique de diffusion sur gélose (méthode de puits). C'est la technique de base utilisée pour étudier la capacité d'une substance à exercer un effet antimicrobien. Elle repose sur le pouvoir migratoire des huiles essentielles sur un milieu solide à l'intérieur d'une boîte de Pétri.

Des boîtes de Pétri (témoins et essais) contenant du milieu Sabouraud (pour les champignons) et Mueller Hinton (pour les bactéries) sont ensemencées aseptiquement par une suspension de 10^6 cellules/ml qui provient d'une culture jeune de champignons ou de bactéries respectivement.

L'ensemencement de l'inoculum de 500 μ l est réalisé en surface sur milieu Sabouraud, et en trois secteurs sur le milieu MH. Après solidification des milieux géloses, celles-ci sont perforées au centre à l'aide de la partie supérieure d'une pipette Pasteur. Les cavités ainsi formées sont remplies d'huile essentielle à raison de 30 μ L. Après diffusion (20 min), les boîtes de Pétri (témoins et essais) sont mises à incubées dans une étuve à 25°C pendant 48h pour le champignon et à 37°C pendant 24h pour les bactéries.

L'action inhibitrice se manifeste par la formation d'une auréole autour des puits. La lecture des résultats s'effectue par mesure des diamètres des zones d'inhibitions. À la sortie de l'étuve, l'absence de la croissance microbienne se traduit par un halo translucide autour du puits, identique à la gélose stérile, dont le diamètre est mesuré à l'aide d'un pied à coulisse ou une règle en (mm) (y compris le diamètre du puits de 6mm). Les résultats sont exprimés par le diamètre de la zone d'inhibition.

L'échelle d'estimation de l'activité antimicrobienne est donnée par (Mutai et *al.*, 2009).

- Très fortement inhibitrice **$D \geq 30\text{mm}$**
- Fortement inhibitrice **$21\text{mm} \leq D \leq 29\text{mm}$**
- Modérément inhibitrice **$16\text{mm} \leq D \leq 20\text{mm}$**
- Légèrement inhibitrice **$11\text{mm} \leq D \leq 16\text{mm}$**
- Non inhibitrice **$D < 10\text{mm}$**

V. Tests bio-insecticides

Les tests bio-insecticides entrepris dans cette partie concernent des tests de toxicités classiques utilisés par de nombreux chercheurs afin d'évaluer la bioactivité de nombreuses substances à l'égard des principaux ravageurs des denrées stockées.

V.1. Matériel biologique : Insecte *Tribolium castaneum*

L'espèce étudiée est *Tribolium castaneum*, obtenue à partir des élevages de masse réalisés au niveau du laboratoire.

V.2. Eleveage de masse

Dans le souci d'obtenir une population homogène et suffisante d'insectes adultes pour les différents tests biologiques, un élevage de masse a été effectué avec des insectes adultes et dont l'identification a été confirmée par les entomologistes de l'Université de Tizi-Ouzou.

Cet élevage a été réalisé dans une étuve réglée à une température de 25 ± 1 °C et une humidité relative de $70 \pm 5\%$. Nous avons ainsi utilisés des bocaux en verre. Dans chaque bocal nous avons utilisé comme substrat alimentaire de la farine commerciale.

V.3. Test de répulsivité des huiles essentielles sur les adultes *Tribolium castaneum*

Ce test est utilisé pour calculer le pourcentage de répulsion d'une huile à l'égard de *Tribolium castaneum* par la méthode de la zone préférentielle sur papier filtre décrite par Jilani et Saxena (1990) (figure 21). Pour le réaliser nous avons suivi les étapes suivantes :

- Découpage en deux parties égales des disques de papier filtre Whatman N°2 de 9 cm de diamètre.
- Préparations de différentes dilutions de 5, 10, 15 et 20 µl dans 0,5ml d'acétone pour chaque huile essentielle, pour que la répartition d'huile soit homogène sur le papier filtre.
- À l'aide d'une micropipette, une quantité de chaque solution est uniformément répandue sur une moitié du papier, tandis que l'autre moitié reçoit uniquement de l'acétone.
- Après évaporation complète du solvant à l'air libre pendant 15mn, nous rassemblons les deux parties (partie traitée et non traitée) par une bande adhésive et nous les plaçons dans une boîte de Pétri de 9 cm de diamètre.
- Dix adultes de *Tribolium castaneum* sont libérés au centre de chaque papier filtre et les boîtes sont fermées.
- Trois répétitions ont été effectuées pour chaque concentration et pour chaque huile.
- Au bout de 3h, le dénombrement des insectes sur les demi-disques est réalisé. Le pourcentage de répulsion (PR) est ainsi calculé selon la formule utilisée par Nerio et *al.*, (2009).

$$PR (\%) = [(N_c - N_t) / [(N_c + N_t)] \times 100$$

N_c : nombre d'insectes présents sur le demi-disque traité avec l'acétone uniquement.

N_t : nombre d'insectes présents sur le demi-disque traité avec la solution huileuse.

Le pourcentage de répulsion moyen pour chaque huile est calculé et attribué à l'une des différents classes répulsives variant de 0 à V (Mc Donald et *al.*, 1970) qui sont indiqués dans le tableau 5.

Tableau 5. Pourcentage de répulsion selon le classement de Mc Donald et *al.*, (1970).

Classe	Intervalle de répulsion	Propriétés
Classe 0	$PR \leq 0,1\%$	Très faiblement répulsif
Classe I	$0,1 \% < PR \leq 20\%$	Faiblement répulsif
Classe II	$20\% < PR \leq 40 \%$	Modérément répulsif
Classe III	$40 \% < PR \leq 60 \%$	Moyennement répulsif
Classe IV	$60\% < PR \leq 80 \%$	Répulsif
Classe V	$80 \% < PR \leq 100 \%$	Très répulsif

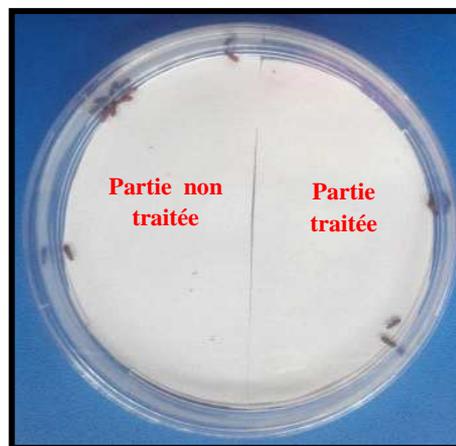


Figure 21. Dispositif expérimental du test de répulsivité (Originale, 2015).

V.4. Test d'inhalation sur les adultes de *Tribolium castaneum*

Ce test consiste à évaluer l'effet des huiles essentielles par fumigation sur la longévité des adultes de *Tribolium castaneum* en adoptant la méthode décrite par Papachristos et Stampoulos (2002).

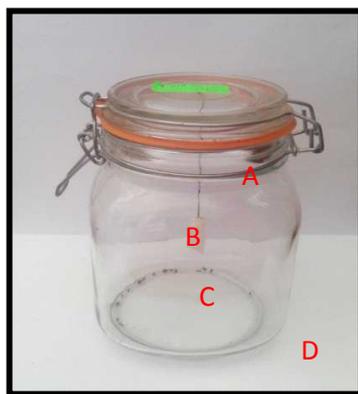
- Dans des bocaux en verre d'un litre de volume, des masses de papier filtre Whatman N°2 sont fixés par un fil à la face interne des couvercles. Des doses de 50, 100, 150 et 200 µl des huiles essentielles sont injectées séparément dans chaque masse du papier filtre. Parallèlement, un témoin n'ayant pas reçu d'huile est réalisé.
- Vingt adultes de l'insecte sont introduits rapidement dans chaque bocal qui sera ensuite fermé hermétiquement (figure 22). Trois répétitions ont été effectuées pour chaque dose et pour le témoin.
- Un dénombrement des individus morts est ensuite effectué après un temps d'exposition variable d'un jour à six jours.
- La mortalité a été calculée et corrigée selon la formule d'Abbott (1925) en tenant compte de la mortalité naturelle (M_t) observée sur le témoin :

$$M_c = \frac{M_0 - M_t}{100 - M_t} \times 100$$

M_c : mortalité corrigée ;

M_0 : mortalité de l'échantillon testé ;

M_t : mortalité dans le témoin non traité.



A : Couvercle muni d'un joint étanche

B : Fil

C : Masse de papier filtre + dose d'HE

D : Bocal d'un litre de volume contenant 20 adultes de *T. castaneum*.

Figure 22. Dispositif expérimental du test d'inhalation (Originale, 2015).

V.5. Evaluation de l'activité insecticide d'un insecticide de synthèse

Nous avons comparé l'efficacité des huiles essentielles tant que répulsives et adulticides avec un insecticide de synthèse (figure 23) composé d'une seule matière active « la deltaméthrine » (25g/l) qui appartient à la famille des pyréthriinoïdes. Ses caractéristiques et paramètres physicochimiques sont consignés dans le tableau 6. Sa structure moléculaire est présentée au niveau de la figure 24. Nous avons utilisé la même démarche expérimentale et les mêmes doses utilisées pour les bio-essais.



Figure 23. Insecticide de synthèse utilisé (Originale, 2015).

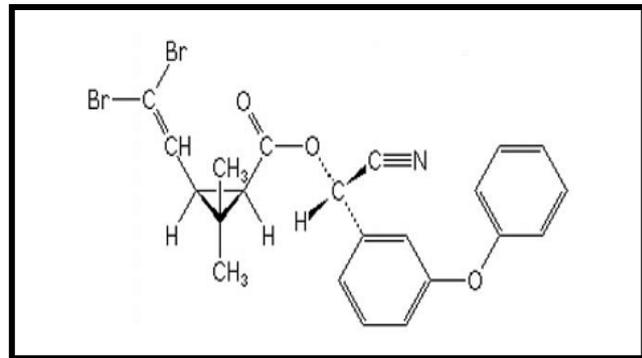


Figure 24. Structure moléculaire de la Deltaméthrine (Morolli et *al.*, 2006)

Tableau 6. Propriétés physico-chimiques de la Deltaméthrine
(Morolli *et al.*, 2006 ; Bavoux *et al.*, 2007).

Deltaméthrine	
Paramètre	Valeur
Formule chimique	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃
Nom chimique	(S)- α -cyano-3-phenoxybenzyl (1R,3R)-3-(2,2-dibromovinyl)-2,2-dimethylcyclopropane Carboxylate.
Solubilité dans l'eau	0.0002 à 25 °C et au pH de 7.5 à 7.9
	<0.005 à 20 °C et au pH de 6.2
Dissociation dans l'eau	Absence de dissociation
Vitesse d'hydrolyse (jour)	Temps de demi-vie : 2.5 jour(s) à 25 °C et au pH de 9
	Stable à 25 °C et au pH de 5 à 7
	Temps de demi-vie : 31 jour(s) à 23 °C et au pH de 8
Pression de vapeur (nPa à 25 °C)	12.4
Solubilités dans les solvants organiques (g/L) à 20 °C	Acétone : 300 - 600 DMSO : 200 - 300 Méthanol : 8.15 n-heptane : 2.47 Xylène : 175
Caractéristiques de photolyse	directement phototransformée e, DT50 = 48 jours
	Indirectement phototransformée, DT50 = 4 jours

V.6. Analyse statistique : Test ANOVA

Les résultats des différents essais ont été soumis au test de l'analyse de la variance (ANOVA) selon plusieurs critères de classification, suivi par le test de Newman et Keuls à 5%, en utilisant le logiciel Stat box version 5, lorsqu'il existe une différence significative entre les différents traitements. Selon la valeur de la probabilité (P) on a:

$P > 0,05$ il n'ya pas de différence significative ;

$0,01 < P \leq 0,05$, il ya une différence significative ;

$0,001 \leq P \leq 0,01$, il ya une différence hautement significative ;

$P \leq 0,001$, il ya une différence très hautement significative.

Partie III :

Résultats & discussion

I. Extraction des huiles essentielles

I.1. Rendement des huiles essentielles

Par hydrodistillation des plantes séchées, nous avons obtenu un rendement moyen en huile essentielle de 0.24 % pour *Calendula arvensis* et 0.36 % pour *Chamaemelum fuscatum* par rapport à la masse de végétal sec (tableau 7, figure 25). Le rendement le plus élevé en huile essentielle est celui de la camomille d'hiver avec 0.36 %.

Tableau 7. Rendement en huiles essentielles par rapport à la matière sèche (moyenne \pm écart type).

Plante	Partie utilisée	Rendement (% \pm écart type)
<i>Calendula arvensis</i>	Feuilles, fleurs	0.24 \pm 0.007
<i>Chamaemelum fuscatum</i>	Feuilles, fleurs et tiges	0.36 \pm 0.001

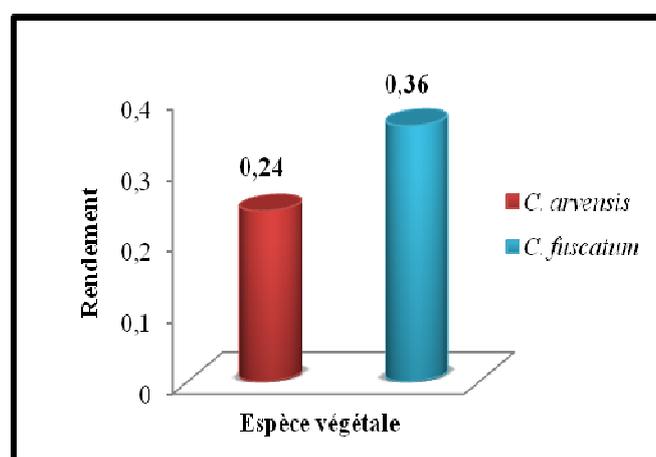


Figure 25. Pourcentage du Rendement en huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

En ce qui concerne l'huile essentielle de *Calendula arvensis*, les résultats obtenus dans ce travail sont différents par rapport aux autres résultats cités. En effet, Paolini et al., (2010) ont observé des rendements allant de 0.02-0.06% et Belabbes (2014) a obtenu un rendement de 0.22 % par rapport à la matière sèche.

Par ailleurs, à notre connaissance peu d'études ont été réalisées sur *Chamaemelum fuscatum*, de ce fait nous avons comparé les résultats obtenus aux autres espèces du genre *Chamaemelum*. À titre d'exemple, dans l'étude réalisée par Satrani et al., (2007), la distillation de *Chamaemelum mixtum* (L.) a fournit 0,47 \pm 0,02 % d'huile essentielle. De même, *Chamaemelum nobile* L. contient selon McKay et al., (2006) 0,24 à 2% d'huile essentielle.

Cette différence pourrait être expliquée, selon Kelen et Tepe (2008) par le choix de la période de récolte, car elle est primordiale en termes de rendement et qualité de l'huile essentielle, le climat, l'origine géographique, la génétique de la plante, la période de séchage, la méthode d'extraction employée, ...etc. Ce sont des facteurs qui peuvent avoir un impact direct sur les rendements en huiles essentielles.

I.2. Propriétés organoleptiques des huiles essentielles

Les différentes caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) des huiles essentielles étudiées ont été notées (tableau 8, figure 26).

Tableau 8. Caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles étudiées.

Evaluation sensorielle	HE de <i>Calendula arvensis</i>	HE de <i>Chamaemelum fuscatum</i>
Couleur	Vert clair	Jaune clair
Odeur	Fraîche, Herbacée	herbacée, aux notes florales et fruitées.
Aspect	Liquide mobile	Liquide mobile

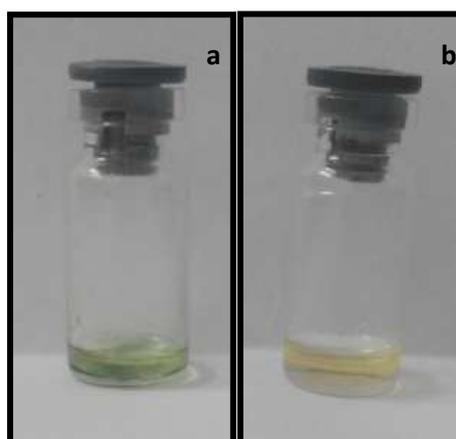


Figure 26. Huile essentielle de *Calendula arvensis* (a) et *Chamaemelum fuscatum* (b).

II. Résultats de l'étude histologique

Les observations des coupes histologiques au microscope photonique nous ont permis d'identifier et de localiser les sites sécréteurs caractéristiques des espèces végétales étudiées.

✓ *Calendula arvensis* : à l'échelle microscopique, les coupes transversales foliaires font apparaître la présence de deux types de sites sécréteurs :

- des poils sécréteurs superficiels à tête vésiculaire (sites exogènes) : ce sont les trichomes peltés. Ils prédominent les surfaces abaxiales et se localisent sur les dépressions épidermiques (figure 27).
- des poches sécrétrices schizogènes endogènes (figure 28).

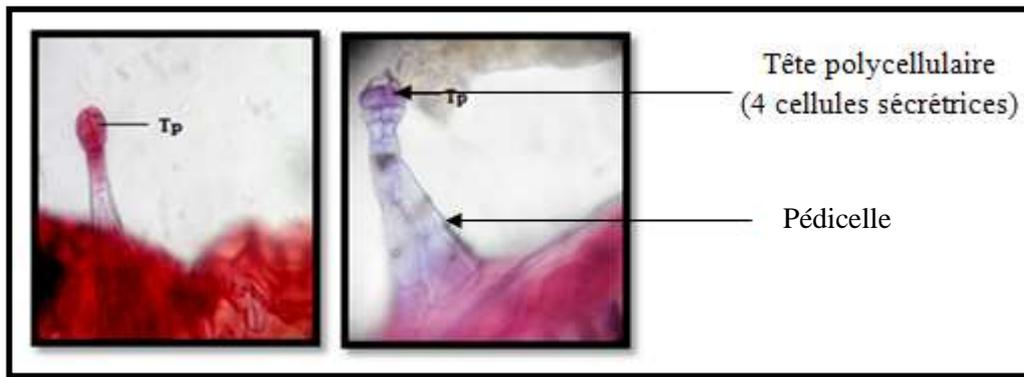


Figure 27. Coupes transversales de feuilles de *Calendula arvensis* observées au microscope photonique ($\times 400$) montrant des trichomes peltés (Tp) (Originale, 2015).

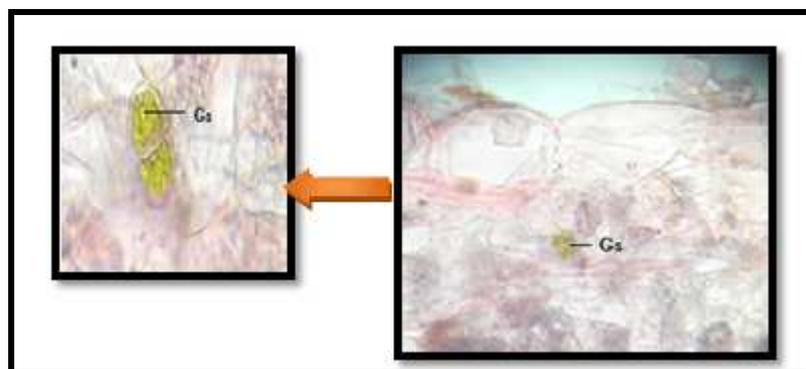


Figure 28. Coupe transversale d'une feuille de *Calendula arvensis* observée au microscope photonique ($\times 400$) montrant une poche sécrétrice schizogène (Gs) (Originale, 2015).

✓ *Chamaemelum fuscatum* : les tiges *Chamaemelum fuscatum* présente des structures sécrétrices endogènes sous forme de cavités dont les diamètres sont moyens. Elles sont nombreuses et localisées au niveau du parenchyme palissadique. Ce sont des poches schizogènes (figure 29).

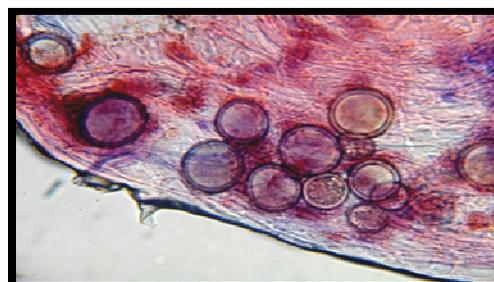


Figure 29. Coupe transversale au niveau de la tige de *Chamaemelum fuscatum* observée au microscope photonique ($\times 400$) montrant des poches schizogènes (Originale, 2015).

Au niveau des feuilles et des tiges de *Chamaemelum fuscatum* on a pu observer également un autre type de trichome. Il s'agit des trichomes glandulaires linéaires (LGT) (figure 30).

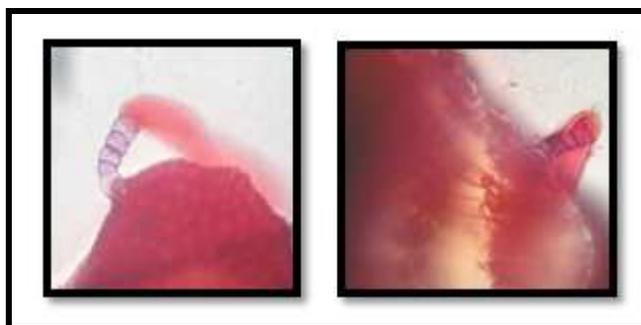


Figure 30. Coupes transversales au niveau de la tige (à gauche) et de la feuille (à droite) de *Chamaemelum fuscatum* observée au microscope photonique ($\times 400$) montrant des trichomes glandulaires linéaires (Originale 2015).

Les trichomes glandulaires linéaires (LGT) ont été observé au niveau des tiges, pétioles et feuilles de tournesol (en particulier sur les nervures) (Gopfert et *al.*, 2010 ; Spring et *al.*, 1992) ont montré la présence de sesquiterpènes stockée dans les LGT.

III. Evaluation de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles

III. 1. Activité antifongique des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* contre le champignon *Aspergillus niger*.

Les résultats du test de sensibilité d'*Aspergillus niger* à l'huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* sont regroupés au niveau du tableau 9 et présentés dans la figure 31.

Nous constatons que les huiles essentielles ont montré une activité antifongique intéressante. Une dose de 15 μ l de ces huiles essentielles été suffisante pour inhiber totalement la croissance de ce champignon. Il apparait également qu'il n'y a pas de différence significative dans les diamètres des zones d'inhibition. Selon l'échelle d'estimation de l'activité antimicrobienne donnée par Mutai et *al.*, (2009), nous pouvons dire que ces huiles essentielles sont fortement inhibitrices de la croissance d'*Aspergillus niger*.

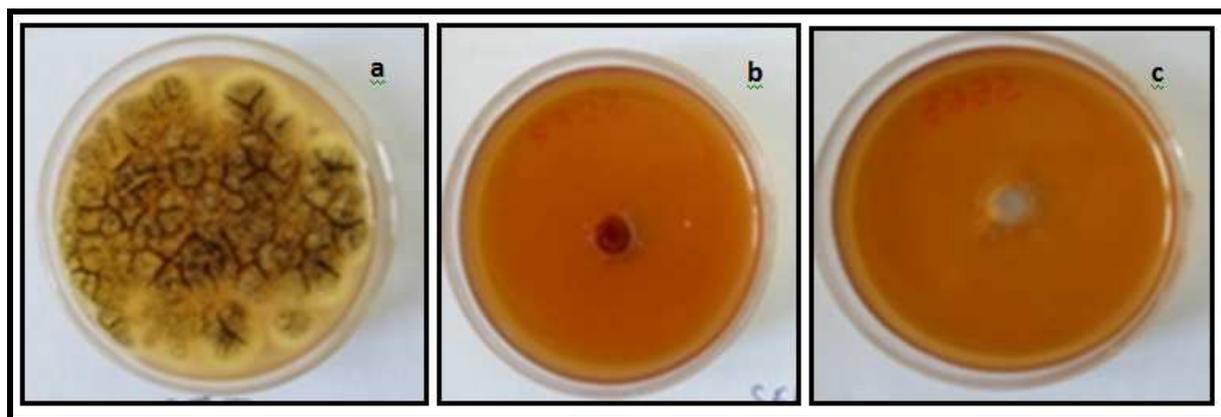


Figure 31. Sensibilité d'*A. niger* vis-à-vis des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* (Originale, 2015).

(a) *Aspergillus niger* (Témoin négatif) ; (b) huile essentielle de *Calendula arvensis* sur *Aspergillus niger* ; (c) huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* sur *Aspergillus niger*.

Tableau 9. Les résultats du test de sensibilité d'*Aspergillus niger* à l'huile essentielle de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

Champignon	<i>Aspergillus niger</i>	
Huile essentielle	<i>C. arvensis</i>	<i>C. fuscatum</i>
Dose (µl)	15	15
Zone d'inhibition (mm)	55	55

L'activité biologique d'une huile essentielle est à mettre en relation avec sa composition chimique, les groupes fonctionnels des composés majoritaires ainsi que les possibles effets synergiques entre les composants. Il est cependant probable que les composés minoritaires agissent de manière synergique. De cette manière, la valeur d'une huile essentielle tient à son « totum », c'est à dire dans l'intégralité de ses composants et non seulement à ses composés majoritaires (Griffin et *al.*, 1998 ; Lahlou, 2004).

Selon Utree et *al.*, (2002) l'activité antifongique décroît selon le type de fonction chimique: (+) Phénols > Alcools > Aldéhydes > Cétones > Ethers > Hydrocarbures (-).

La composition chimique des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* est répertoriée au niveau des tableaux 10 et 11.

Tableau 10. Principaux composés de l'huile essentielle de *Calendula arvensis*
(Belabbes, 2014)

Composés majoritaires	Principaux composés minoritaires
sesquiterpènes oxygénés	monoterpènes hydrocarbonés
zingiberenol (E, Z) farnesol τ - muurolol τ - cadinol	α - pinène β – Pinène γ – Terpinène p-cymène Limonène Myrcène
sesquiterpènes hydrocarbonés	
(E)- β - Caryophyllène β - sesquiphellandrene z-ingiberene	monoterpènes oxygénés Terpinèn - 4 -ol

Tableau 11. Principaux composés de l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum*.
(De Pascual et al., 1988 ; Stamopoulos et al., 2007)

Composés majoritaires
Esters aliphatiques
2-hydroxy-2-méthyl-3-but enyl methacrylate 2-hydroxy-2-méthyl-3-oxobutyl methacrylate 2-Méthyl-2E-butenyl methacrylate 2 Méthylène-3-oxobutyl methacrylate
sesquiterpènes hydrocarbonés
bisabolène-1,4-endoperoxide (-)-ar-curcumene
Limonène

Tenant compte de ces observations, l'activité importante de l'huile essentielle de *Calendula arvensis* peut être associée aux sesquiterpènes oxygénés fortement présents dans cette huile essentielle et connus par leur activité fongique intéressante, à savoir le E, Z farnesol (Lis-Balchin et al., 1998 ; Pauli, 2001).

Ces observations sont notés également par Medimagh et al., (2012) qui ont testé *in vitro* l'activité antifongique de l'huile essentielle des fleurs et des feuilles d'*Asteriscus maritimus* (L.) (*Asteraceae*) à l'égard d'*Aspergillus flavus*, *Aspergillus niger*, *Penicillium sp.*, *Botrytis cinerea* et *Fusarium sp.* Cette activité antifongique peut être également due à sa richesse en sesquiterpènes hydrocarbonés tels que le β -caryophyllène connu par ses propriétés antimicrobiennes (Cheng et al., 2004 ; Goren et al., 2011).

Les monoterpènes oxygénés présents comme composés minoritaires dans l'huile essentielle de *Calendula arvensis* sont également connus par leur forte activité antifongique. En effet, plusieurs travaux ont étudié l'efficacité de ceux-ci dans l'activité antifongique

(Pattnaik et al., 1997 ; Edris et Farrag, 2003 ; Kordali et al., 2005 ; Salamci et al., 2007). De même, selon certaines études, l' α -pinène a un pouvoir antifongique remarquable. Par exemple, l'étude réalisée par Bourkhiss et al., (2007) a montré que la richesse de l'huile essentielle en α -pinène peut conférer un pouvoir antifongique sur quelques champignons comme *Penicillium parasiticus* et *Aspergillus niger*.

Chu et kemper (2001) signalent que le pouvoir antifongique de l'huile essentielle de *Lavandula stoechas* est lié aux : 1,8 cinéole, β -pinène, p-cimène et α -pinène. Le β -pinène et le p-cimène se trouvent également dans l'huile essentielle de *Calendula arvensis* comme composants minoritaires. D'après Deba et al., (2008), les composés majoritaires ou minoritaires peuvent augmenter l'activité antifongique. L'effet synergique ou antagoniste de ces composants joue un rôle important dans l'inhibition des champignons.

L'activité antifongique de l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* pourrait être attribuée à la présence de composants antifongiques classés dans la liste des constituants à activité antifongique tels que le curcumène (aldéhyde salicylique) (Duke, 2009 ; Radulović et al., 2007).

Cependant, Inouye et al., (2001) ont rapporté que les esters peuvent aussi participer à l'effet antimicrobien. Les esters aliphatiques sont présents dans l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* (tableau 11).

Le mécanisme d'action des huiles essentielles contre les champignons jusqu'à maintenant, n'est pas totalement élucidé, mais quelques auteurs ont donné plusieurs suppositions selon leurs observations (Rasooli et Owlia, 2005 ; Pinto et al., 2006 ; Bajpai et al., 2008 ; Carmo et al., 2008 ; Koul et al., 2008; McEwan,1994 ; Yen et Chang, 2008 ; Bajpai et Kang, 2010) :

- ✓ Attaque de la paroi et de la membrane cellulaire par les composés actifs, affectant de ce fait la perméabilité et le dégagement des constituants intracellulaires ;
- ✓ Interférence avec la fonction de la membrane ;
- ✓ Effet antifongique des huiles essentielles par empêchement de la germination des conidies par les composés volatils des huiles essentielles ;
- ✓ Décomposition de la paroi cellulaire des conidies par l'action des enzymes lytiques telles que le chitinase et α et β -glucanases. Un déséquilibre dans l'un ou l'autre système d'enzymes mène à l'inhibition et/ou à l'empêchement de croissance ;
- ✓ Destruction du mycélium et des mitochondries ;
- ✓ Altération de la membrane plasmique.

III. 2. Activité antibactérienne des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*

D'après les résultats obtenus lors du test de l'activité antibactérienne des huiles essentielles étudiées par la méthode des puits, il s'est avéré qu'aucune zone d'inhibition autour des puits n'a été observée vis-à-vis des souches bactériennes testées (figure 32, figure 33). Ces bactéries possèdent donc un potentiel de résistance très élevé contre l'action antibactérienne de ces huiles essentielles.

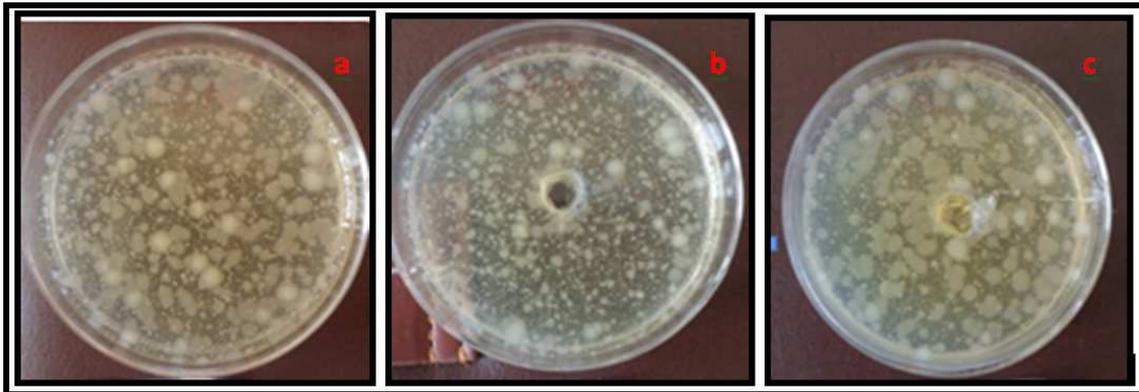


Figure 32. Effet négatif des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* sur *Pseudomonas aeruginosa* (Originale, 2015).

(a) *Pseudomonas aeruginosa* (Témoin négatif) ; (b) huile essentielle de *Calendula arvensis* sur *Pseudomonas aeruginosa* ; (c) huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* sur *Pseudomonas aeruginosa*.

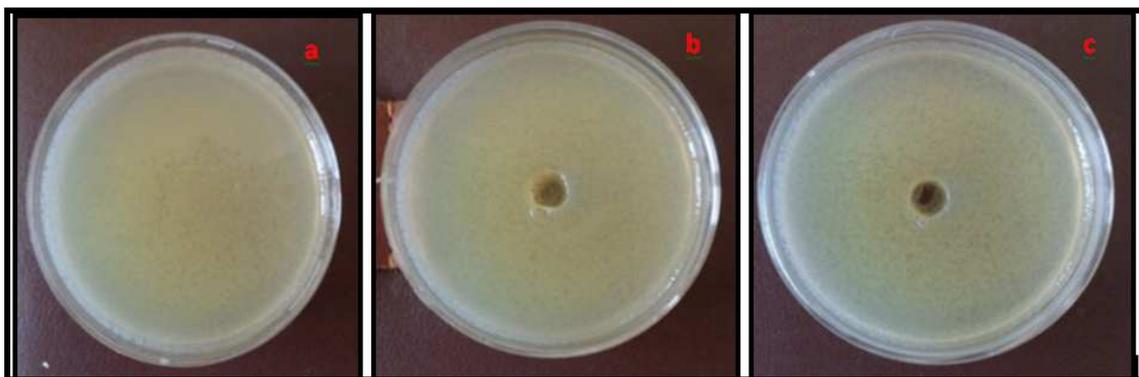


Figure 33. Effet négatif des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *C. fuscatum* sur *Bacillus subtilis* (Originale, 2015).

(a) *Bacillus subtilis* (Témoin négatif) ; (b) huile essentielle de *Calendula arvensis* sur *Bacillus subtilis*; (c) huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* sur *Bacillus subtilis*.

L'absence de l'activité antibactérienne des extraits aqueux des huiles essentielles testées pourrait être expliquée par la faible quantité d'ingrédients actifs. En effet, les composés chimiques les plus efficaces et qui possèdent un large spectre d'action antimicrobienne sont les phénols (thymol, carvacrol et eugénol), les alcools (α -terpinéol, menthol, géraniol, linalol), les aldéhydes (géraniol, citral et néral) et les cétones (carvone, pulégone et camphre) (Moleyar et narassimham, 1992 ; Oussalah et *al.*, 2006). De plus, selon Dorman et Deans, (2000) ainsi que Lambert et *al.*, (2001), les principaux composants actifs des huiles essentielles contre les agents pathogènes d'origine alimentaire contiennent généralement 1% de composés phénoliques.

En outre, Kurkin (2003) a montré que les flavonoïdes possèdent des propriétés antibactériennes en particulier à l'égard des organismes phytopathogènes. Or, les huiles essentielles testées ne possèdent pas de tels constituants dans leurs compositions chimiques. Dans le même contexte, Abudunia et *al.*, (2014) ont évalué l'activité antibactérienne des extraits méthanoliques et hexanoliques des fleurs de *Calendula arvensis* vis-à-vis de 6 bactéries Gram (+) et 7 bactéries Gram (-). Les résultats ont indiqué que les extraits méthanoliques de *Calendula arvensis* ont montré en général une forte activité inhibitrice contre la majorité des bactéries à Gram (-) et Gram (+) testées. Selon ces mêmes auteurs, les flavonoïdes, qui sont présents dans des extraits de *Calendula arvensis* pourraient être la cause de son efficacité en tant que substances antimicrobiennes. Cette propriété est due à l'inhibition des enzymes bactériennes, en raison de la réaction d'addition leurs amine ou thiol.

D'autre part, Celikel et Kavas (2008) ont souligné que la l'action des huiles essentielles volatiles a peu d'influence sur l'inhibition de la croissance des bactéries à Gram (-) et Gram (+).

Autre fait, l'absence d'activité antimicrobienne pourrait s'expliquer par la résistance développée par un nombre important de souches et qui réagissent différemment aux divers types d'huiles essentielles. Parmi les souches étudiées, *P. aeruginosa* s'est montrée résistante. En faite, cette bactérie possède une résistance intrinsèque aux agents biocides, en relation avec la nature de sa membrane externe. Cette dernière est composée de lipopolysaccharides qui forment une barrière imperméable aux composés hydrophobes. En présence d'agents perméabilisant de la membrane externe, des substances inactives contre *P. aeruginosa* deviennent actives (Mann et *al.*, 2000). Il semble que cette souche se révèle résistante à un très grand nombre d'huiles essentielles (Hammer et *al.*, 1999 ; Deans et Ritchie, 1987).

Il est à noter également que le limonène constitue le composé majoritaire de l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum*. Selon les résultats obtenus par Hellal (2011), le limonène n'a exercé aucune influence sur le potentiel antimicrobien des huiles essentielles de *Citrus sinensis* et *Citrus aurantium* vis-à-vis de *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis* et *Escherichia coli*.

Ces résultats rejoignent ceux obtenus par Inouye et *al.*, (2001). Les huiles essentielles contenant du phénol ou de l'alcool comme composé majoritaire étaient plus actives que celles contenant le limonène comme composé majoritaire. Ces mêmes observations ont été également partagées par Dorman et Deans (2000) qui ont montré que les hydrocarbures monoterpéniques abondant dans les huiles essentielles de *Citrus* contenant le limonène comme constituant principal sont faiblement inhibiteurs contre une panoplie de microorganismes.

Cependant la comparaison de l'efficacité des huiles essentielles à travers les différentes publications reste difficile à réaliser. Cette difficulté réside au niveau des différents paramètres externes incontrôlables comme : la composition chimique des huiles essentielles qui varie selon les conditions environnementales de la plante, même au sein d'une même espèce. Donc, les activités antimicrobiennes d'une huile essentielle peuvent changer selon sa composition chimique, les géotypes, les méthodes employées pour évaluer l'activité antimicrobienne, les choix et les conditions physiologiques des microorganismes, la période de l'exposition de ces derniers à l'huile essentielle, aux doses des huiles essentielles utilisées.

IV. Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*

IV.1. Effet des huiles essentielles par répulsion

Les pourcentages de répulsion des différentes doses des huiles essentielles testées sont récapitulés au niveau du tableau 12. Il en ressort, d'une part, que les deux huiles essentielles ont montré une activité répulsive importante à l'égard des adultes de *Tribolium castaneum* même à la plus faible dose (5µl).

D'autre part, on remarque que l'activité répulsive des huiles essentielles étudiées après une durée d'exposition de 3h est dépendante de la dose ; elle augmente au fur et à mesure que les doses des huiles essentielles augmentent jusqu'à la dose 15 µl à partir de laquelle la répulsion était persistante (100% de répulsion) (tableau 16).

Il est à noter également qu'à la dose de 5 μ l, l'huile essentielle de *Calendula arvensis* s'est montrée plus répulsive avec un taux de répulsion de 34% contre 26% pour l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum*, alors qu'à la dose de 10 μ l l'huile essentielle de *Chamaemelum fuscatum* s'est avérée plus répulsive avec un taux de répulsion de 66% contre 54% pour celle de *C. arvensis*.

L'analyse de la variance montre une différence très hautement significative pour le facteur dose ($p=0,00016$). Pour le facteur huile, il y en a aucune différence significative ($p = 0,05806$) (Annexe, tableau).

Le test de Newman et Keuls, au seuil de signification de 5%, classe le facteur dose dans trois groupes homogènes A, B et C (Annexe 1, tableau A1).

À la lumière de ces résultats, on peut noter également que les HEs des deux espèces étudiées appartiennent selon le classement de Mc Donald et *al.*, 1970 à la classe répulsive (classe IV) avec un taux de répulsion moyen de 72% pour *Calendula arvensis* et 73% pour *Chamaemelum fuscatum*.

Tableau 12. Taux de répulsion sur papier filtre des HEs testées contre les adultes de *T. castaneum* et leur classement selon Mc Donald et *al.*, (1970).

Huile	Dose	Moyen d'individus présents dans la partie		Répulsion (%)
		non traitée	traitée	
<i>Calendula arvensis</i>	5 μ l	6,7	3,3	34
	10 μ l	7,7	2,3	54
	15 μ l	10	0	100
	20 μ l	10	0	100
Taux moyens de répulsion				72
Classe répulsive				IV (répulsive)
<i>Chamaemelum fuscatum</i>	5 μ l	6,3	3,7	26
	10 μ l	8,3	1,7	66
	15 μ l	10	0	100
	20 μ l	10	0	100
Taux moyens de répulsion				73
Classe répulsive				IV (répulsive)

• Discussion

La présente étude montre que les HEs étudiées ont une activité répulsive importante à l'égard des adultes de *T. castaneum*. La dose de 15 μ l a été suffisante pour avoir 100% de répulsion.

Plusieurs travaux sont consacrés pour l'étude des effets répulsifs des huiles essentielles (Ndomo et *al.*, 2009 ; Al-Jabr, 2006 ; Taleb, 2015). Dans tous les cas étudiés, il

est important de souligner l'effet dose sur la répulsivité des substances testées. Plus la concentration est élevée, plus la substance est plus répulsive. Dans notre cas, on a remarqué que l'activité répulsive des HEs étudiées augmentait au fur et à mesure que les doses des HEs augmentaient jusqu'à la dose 15 μ l à partir de laquelle la répulsion était persistante (100% de répulsion).

Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par Ko *et al.*, (2009) qui ont testé l'activité répulsive de *Litsea cubeba* à l'égard de *Sitophilus zeamais* Motschulsky et *Tribolium castaneum* (Herbst). La répulsion était presque persistante pour *T. castaneum* où 100% de répulsion a été observée à partir de la plus faible concentration à la plus élevée à partir de 2-3 h après l'application.

Par ailleurs, d'autres ravageurs des denrées stockées ont fait l'objet d'études similaires. On peut citer les travaux de Aïboud *et al.*, (2011) qui ont montré un effet répulsif important des HEs extraites de trois espèces de la famille des *Myrtaceae* : *Syzygium aromaticum*, d'*Eucalyptus smithii* et de *Pimenta racemosa* sur l'insecte *Callosobruchus maculatus*. Utilisées aux doses de 5, 10, 15 et, 20 μ l diluées dans 0,5 ml d'acétone, ces huiles ont donné respectivement des taux de répulsion de 86%, 86% et 87% après une demi-heure d'exposition.

Les effets répulsifs de ces HEs pourraient dépendre de sa composition chimique et du niveau de sensibilité des insectes (Casida, 1999). Dans ce contexte, de nombreux travaux ont été réalisés pour évaluer l'effet de la composition chimique sur l'activité répulsive des HEs (Ko *et al.*, (2009) ; Taleb-Toudert, 2015). Dans la majorité des cas, le pouvoir répulsif a été attribué aux composés majoritaires des huiles essentielles.

Selon Kim (2002), les propriétés répulsives des HEs sont souvent associées à des monoterpénoïdes et des sesquiterpènes bien que les effets toxiques dépendent de l'espèce d'insecte, de la plante et du temps d'exposition à l'HE. De ce fait, l'activité répulsive de l'HE de *C. arvensis* peut être expliquée par sa richesse en composés sesquiterpéniques, et celle de l'HE de *C. fuscatum* est due à sa richesse en composé monoterpénique : le limonène.

Dans ce même contexte, Chaubey (2012), a testé l'activité répulsive de deux composés : α -pinène et β -caryophyllène à l'égard du tribolium rouge de la farine. Ceux-ci ont montré une activité répulsive significative même à la plus faible dose (0,025%). Ces observations peuvent nous permettre de supposer que le β -caryophyllène présents en quantité

majeur dans l'HE du souci des champs peut participer à son effet répulsif à l'égard de l'insecte étudié.

Il est également possible que des composants mineurs peuvent participer à cette activité répulsive. D'après plusieurs études telles que celles réalisées par McCarron et *al.*, (1995) et Tripathi et *al.*, (2001), les monoterpènes ont des activités répulsives contre les insectes des denrées stockées. Ainsi, dans l'HE de *C. arvensis*, les monoterpènes hydrocarbonés à savoir l' α -pinène, le β -pinène, le p-cymène et le limonène ont été souvent caractérisés par leurs effets répulsifs contre de nombreux insectes ravageurs des denrées stockées (Keïta et *al.*, 2000 ; Ketoh et *al.*, 2002 ; Kellouche et Soltani., 2004 ; Kellouche et *al.*, 2010).

Généralement, les composés des plantes aromatiques qui agissent comme des insectifuges agissent comme sémio-chimiques qui modifient le comportement de l'insecte par les sensilles olfactives des antennes. Les insectifuges agissent en fournissant une barrière à la vapeur et dissuadant l'arthropode de venir en contact avec la surface ou stimulus (Nerio et *al.*, 2010). Ainsi, selon Brown et Herbert (1997), les HEs agissent par répulsion en émettant des substances volatiles (terpènes) qui constituent une barrière empêchant les insectes et les autres arthropodes de se mettre en contact avec la surface de l'hôte.

Il ressort de ces observations que les HEs de la camomille d'hiver et du souci des champs sont caractérisées par une propriété répulsive considérable ce qui pourraient constituer un bon moyen de lutte biologique contre le tribolium rouge de la farine et peuvent être la base de formulations de répulsifs commerciaux.

IV.2. Effet de l'insecticide de synthèse par répulsion

Afin d'évaluer l'activité insecticide des HEs étudiées, nous les avons comparé avec celle d'un insecticide de synthèse.

Les pourcentages de répulsion des différentes doses de l'insecticide testé sont récapitulés dans le tableau 13. Il en ressort, que cet insecticide a montré une activité répulsive moyenne à l'égard des adultes de *T. castaneum* à faible dose (5 μ l). Ainsi, on remarque que l'activité répulsive de l'insecticide étudié après une durée d'exposition de 3h est dépendante de la dose ; elle augmente au fur et à mesure que les doses de cet insecticide augmentent.

L'analyse de la variance montre une différence très hautement significative pour le facteur dose ($p=0$) (Annexe, tableau 3).

Le test de Newman et Keuls, au seuil de signification de 5%, classe le facteur dose dans le groupe homogène A (Annexe, tableau 4).

Par ailleurs, selon le classement de Mc Donald et *al.*, 1970 à la classe moyennement répulsive (classe III) avec un taux de répulsion moyen de 58,5%.

Tableau 13. Taux de répulsion sur papier filtre de l'insecticide chimique testé contre les adultes de *T. castaneum* et son classement selon Mc Donald et *al.*, (1970).

Insecticide	Dose	Moyen d'individus présents dans la partie		Répulsion (%)
		non traitée	Traitée	
Aventis (deltaméthrine)	5µl	5,7	4,3	14 ^c
	10µl	7,3	2,7	46 ^b
	15µl	8,7	1,3	74 ^a
	20µl	10	0	100 ^a
Taux moyens de répulsion				58,5
Classe répulsive				III (Moyennement répulsive)

- **Discussion**

Dans cette étude, nous avons tenté d'évaluer l'effet répulsif de l'insecticide chimique sur les adultes de *Tribolium castaneum* en fonction des doses, après une exposition de 3h. La répulsivité totale de cet insecticide est obtenue à la dose de 20 µl, alors que chez les HES testées elle est obtenue dès la dose de 15µl.

D'après Combemale (2001), les répulsifs chimiques provoquent chez l'insecte une altération de la conduite de repérage de l'hôte, l'éloignant de sa cible potentielle.

IV.3. Comparaison du pourcentage de répulsion des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse

D'après les résultats présentés dans la figure 34, nous observons que les deux HES étudiées semblent plus répulsives que l'insecticide chimique utilisé.

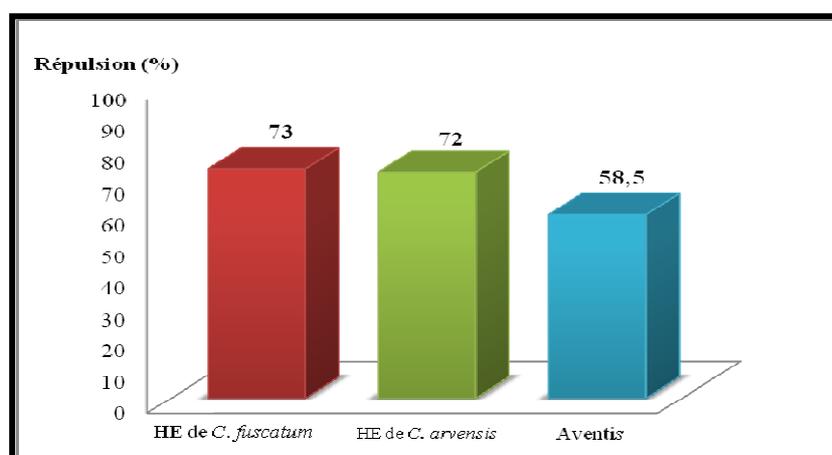


Figure 34. Comparaison du pourcentage répulsif des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse.

Les résultats de l'analyse de la variance obtenus à deux facteurs de classification (type de traitement et dose) révèlent une différence très hautement significative pour le facteur dose avec $p=0,00016$ et une différence significative pour le facteur type de traitement avec $p=0,04806$ (Annexe, tableau 5).

À la lumière de ces résultats, on peut suggérer que les huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* peuvent être recommandée comme insectifuge contre *T. castaneum*.

IV.4. Effet biocide des huiles essentielles par inhalation

Les résultats obtenus (figure 35, tableau 14) montrent que les huiles essentielles affectent significativement la survie des adultes. Dans les lots traités, la survie de *T. castaneum* s'échelonne entre un et six jours pour l'HE de *C. arvensis* et entre deux et six jours pour l'HE de *C. fuscatum*, alors que dans le lot témoin aucune mortalité n'a été observée. L'absence de mortalité au niveau du témoin montre que notre test reste fiable pour l'étude de l'effet insecticide des huiles essentielles testées.

On remarque d'après les résultats que la survie des adultes diminue graduellement du 1^{er} au 6^{ème} jour et proportionnellement à la concentration des huiles essentielles utilisée et la durée d'exposition.

L'effet fumigant de l'HE de *C. arvensis* s'observe dès la plus faible dose ($50\mu\text{l/l}$ d'air) et après 24h d'exposition avec 1.5 % de mortalité, alors que l'HE de *C. fuscatum* ne provoque aucune mortalité des adultes dans les mêmes conditions. Ainsi, après cinq jours d'exposition et à la dose $200\mu\text{l/l}$ d'air, l'HE de *C. arvensis* s'est montrée également la plus toxique avec un taux de mortalité de 95 % alors que l'HE de *C. fuscatum* provoque la mortalité de 73% des insectes. Le taux de mortalité maximale (100%) est enregistré après 168h d'exposition pour les deux huiles essentielles.

Tableau 14. Taux moyen de mortalité (%) des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec les huiles essentielles de *C. arvensis* et *C. fuscatum* en fonction de la dose et la durée d'exposition.

Huile	<i>Calendula arvensis</i>						<i>Chamaemelum fuscatum</i>						
	Durée	24h	48 h	96 h	120 h	144 h	168 h	24h	48 h	96 h	120 h	144 h	168 h
Dose ($\mu\text{l/l}$ d'air)													
50		1,5	5	11,5	21,5	35	50	0	1,5	5	11,5	23	36,5
100		5	11,5	21,5	36,5	53	71,5	3,5	8,5	15	26,5	41,5	58
150		6,5	15	26,5	40	58,5	78,5	5	13,5	23,5	38,5	55	73,5
200		11,5	26,5	46,5	70	95	100	6,5	20	35	51,5	73	100

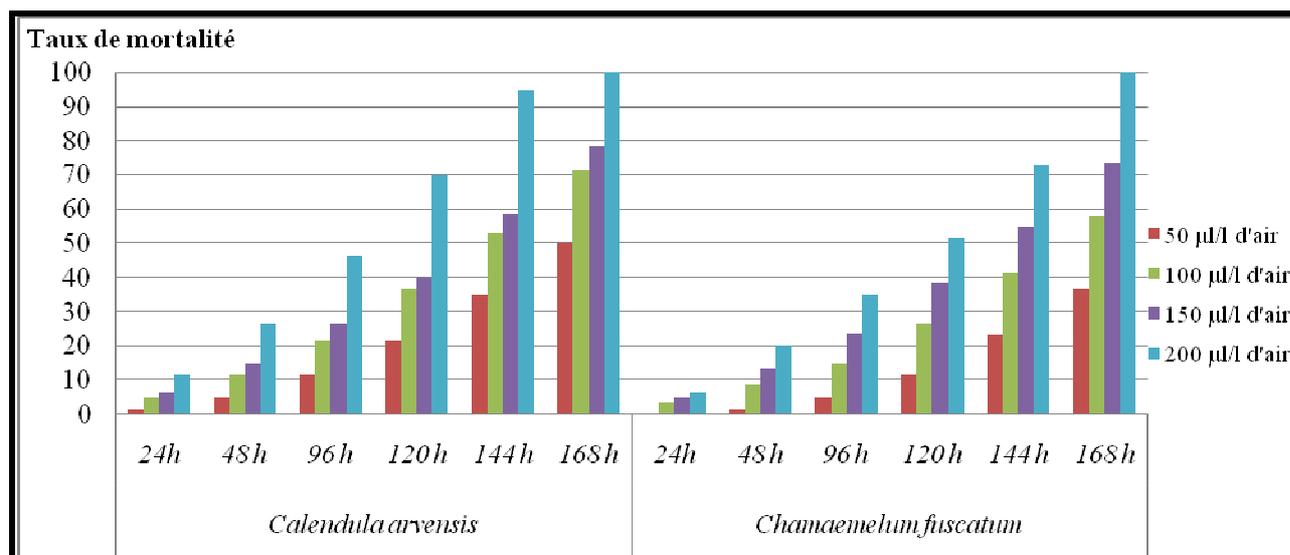


Figure 35. Taux moyen de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par inhalation aux différentes doses des huiles essentielles de *C. arvensis* et *C. fuscatum*.

Les tests statistiques nous ont permis de confirmer ces résultats. L'analyse de la variance pour les huiles testées a montré des différences très hautement significatives ($P=0$) pour les facteurs huile, dose et temps (Annexe, tableau 6).

Le test de Newman et Keuls, au seuil de signification 5%, classe le facteur huile dans deux groupes homogènes A et B. Le facteur dose est classé dans quatre groupes A, B, C et D et le facteur temps dans cinq groupes homogènes A, B, C, D et E (Annexe, tableaux 7-9).

IV.5. Effet de l'insecticide de synthèse par fumigation

La figure 36 et tableau 15 illustrent l'évolution des pourcentages des mortalités corrigés des adultes de *T. castaneum* en fonction de la concentration de l'insecticide et la durée d'exposition. L'effet fumigant se manifeste très vite, après 24h d'exposition et dès la plus petite concentration (50ul/l d'air) avec 10% de mortalité. Une mortalité de 100 % est observée à partir de la concentration de 100ul/l d'air après six jours d'exposition, à partir de 150 µl/l d'air après cinq jours d'exposition et dès le premier jour à la dose de 200 µl/l d'air.

Tableau 15. Taux moyen de mortalité (%) des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec l'insecticide de synthèse Aventis en fonction de la dose et la durée d'exposition.

Insecticide	Aventis (Deltaméthrine)				
Durée	24h	48 h	96 h	120 h	144 h
Dose					
50 µl/l d'air	10	25	42	62	85
100 µl/l d'air	15	34	53	75	100
150 µl/l d'air	20	45	75	100	100
200 µl/l d'air	100	100	100	100	100

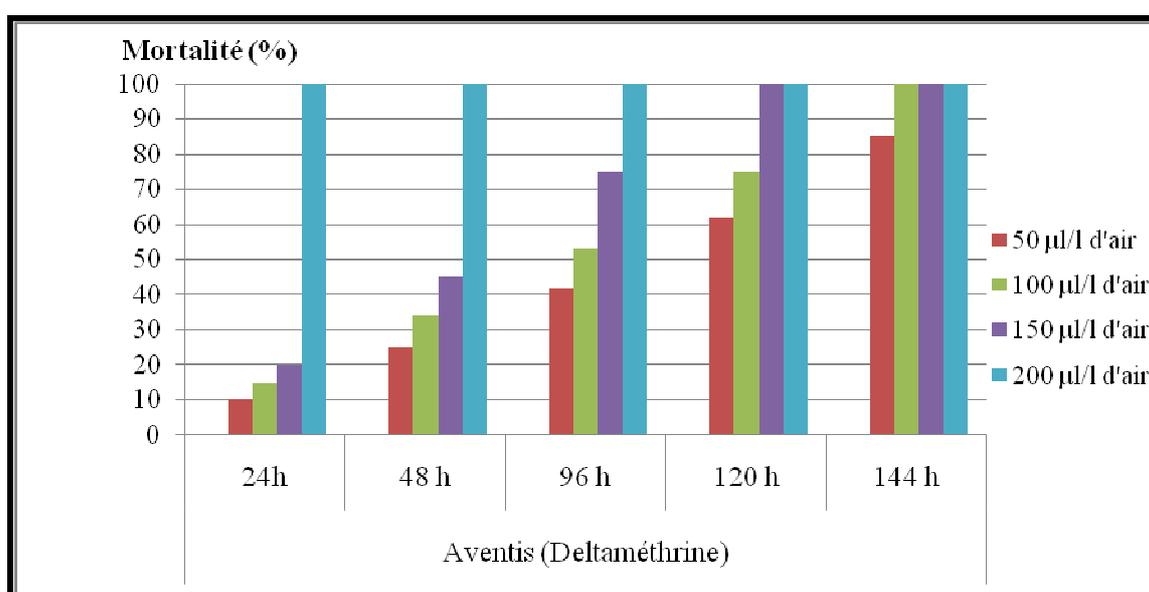


Figure 36. Taux moyen de mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* traités par inhalation aux différentes doses de l'insecticide de contact Aventis.

L'analyse de la variance pour l'insecticide testé a montré une différence très hautement significative ($P=0$) pour les facteurs dose et temps (Annexe, tableau 10).

Le test de Newman et Keuls, au seuil de signification 5%, classe le facteur dose dans quatre groupes A, B, C et E. Le facteur temps est classé dans cinq groupes A, B, C et D et E (Annexe, tableau 11-12).

• Discussion

Nos résultats montrent que l'insecticide utilisé est très toxique à l'égard des adultes de *T. castaneum* avec un taux de mortalité maximale de 100% à la dose 200 µl/l d'air et après 24h d'exposition, alors que l'huile essentielle de *C. arvensis* la plus efficace possède un taux de mortalité de 11.5% dans ces mêmes conditions.

Selon Lund et Narahashi (1983), la deltaméthrine agit en perturbant la cinétique d'inactivation du canal sodium, entraînant la paralysie puis la mort de l'insecte. Son efficacité insecticide puissante (effet knock-down) tue rapidement ceux qui entrent en contact avec les matériaux traités.

IV.6. Comparaison de l'activité insecticide des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse

La représentation graphique suivante regroupe les résultats obtenus des tests de fumigation réalisés en utilisant l'insecticide chimique et les huiles essentielles.

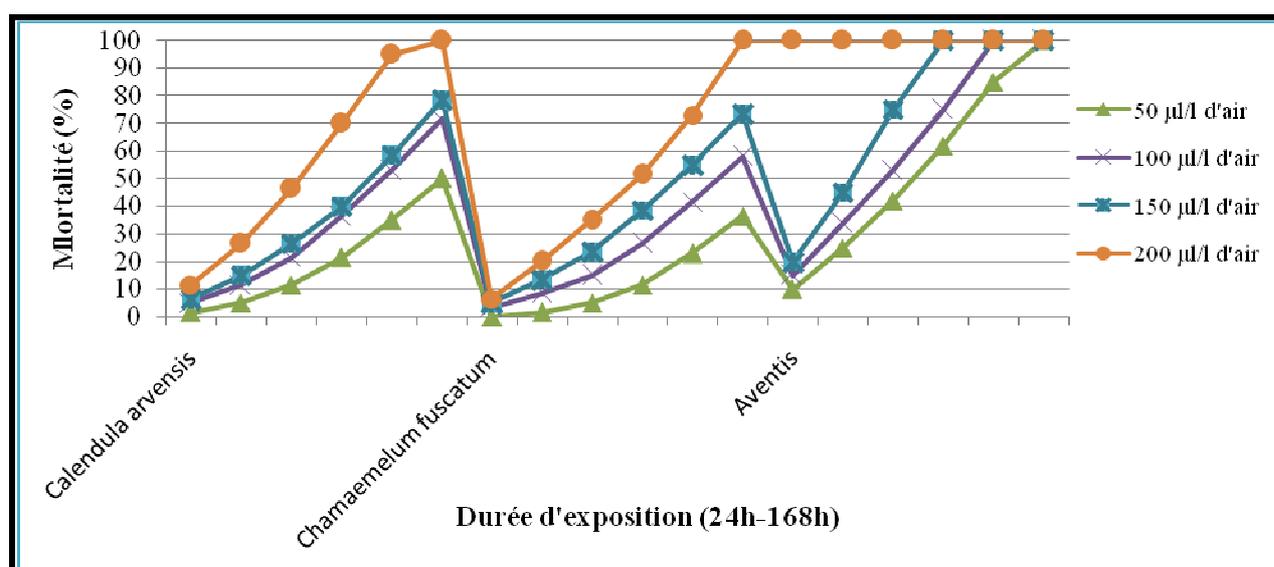


Figure 37. Comparaison de l'activité insecticide des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse.

L'analyse de la variance montre une différence très hautement significative pour les facteurs type de traitement, dose et durée avec $p=0$ (Annexe, tableau 13)

Le test de Newman et Keuls, au seuil de signification 5%, classe le facteur type de traitement (huile ou insecticide) dans 3 groupes A, B et C. Le facteur dose est classé dans 4 groupes A, B, C et D et le facteur durée est classé dans 3 A, B et C (Annexe, tableau 14-16).

• Discussion

Il apparait clairement que l'insecticide chimique provoque le plus grand pourcentage de mortalité suivi de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*. En effet, la deltaméthrine a été signalée pour donner de bons niveaux de protection contre un certain nombre de ravageurs des céréales entreposé, y compris *T. castaneum* (Yadav, 1986 ; Sinha et Saxena, 2000).

Selon l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (2014), la Limite Maximale de Résidus a été fixée à 0.05 mg/kg, et la DJA pour l'homme a été fixée par le comité mixte FAO - OMS à 0,01 mg/kg/jour. Cependant, les insecticides chimiques notamment le groupe des pyréthriinoïdes peuvent induire une intoxication chronique des consommateurs apparaissant dans les 30 minutes après l'exposition et intoxication aiguë réversible ou intoxication aiguë massive parfois mortelle (Bavoux et *al.*, 2007). De plus, la résistance des insectes aux pesticides de synthèse est l'un des principaux méfaits de l'application répétée des produits contre les ravageurs (Kao et Tzeng 1992).

Par contre, selon Regnault-Roger (2002), les biopesticides d'origine végétale présentent des caractères qui font d'eux des phyto-insecticides efficaces et respectueux de l'environnement et de la santé humaine, à condition que cela soit pratiquement faisable. Parmi ces caractères la spécificité, la biodégradabilité, la biodisponibilité et la sélectivité.

- **Discussion générale**

Dans cette étude, les deux huiles essentielles testées ont révélé une activité insecticide intéressante à l'égard de *T. castaneum*. Ainsi, l'activité des huiles varie selon les plantes considérées. À faible concentration, les HEs de *C. arvensis* et *C. fuscatum* ont eu un effet très significatif sur la survie de cet insecte, qui devient plus intéressant aux fortes concentrations. Toutefois, l'HE de *C. arvensis* s'est avérée la plus efficace avec un taux de mortalité de 95% au 5^{ème} jour d'exposition et de 100 % au sixième jour en utilisant 200µl/l d'air de cette huile. C'est qui nous amène à penser qu'une éventuelle activité insecticide intéressante est possible si on augmente la concentration.

Nos résultats concordent avec ceux obtenus par divers auteurs qui ont montré que de nombreuses huiles essentielles ont un effet insecticide par inhalation sur les adultes de *T. castaneum*. À titre d'exemple, l'étude réalisée par Majdoub et *al.*, (2014) qui ont testé l'activité de l'HE de *Ruta chalepensis* à l'égard des adultes et larves de *T. castaneum*. Pour cela différentes doses ont été utilisées (25, 50, 100 et 200 µl/l air) pendant 3, 6 et 24h. Le taux de mortalité maximale des adultes était de 60%, obtenu à la dose de 200µl et après 24h d'exposition.

La différence de sensibilité de *T. castaneum* à l'égard de ces deux huiles essentielles est être due à plusieurs facteurs dont la résistance de cette espèce à certains composés de ces HEs. En effet, des travaux récents (Shaaya et *al.*, 1997 ; Sékou Moussa et *al.*, 2000 ; Kim et *al.*, 2003 ; Ngassoum et *al.*, 2003 ; Ngamo et *al.*, 2001 ; Lee, 2002) révèlent que l'effet

des huiles sur les insectes n'est pas systématique car on observe des réponses différentes suivant l'espèce d'insecte et l'huile essentielle. Ainsi, d'après Shaaya et *al.*, (1997) *T. castaneum* (LC50=11,1 $\mu\text{l.l}^{-1}$) est plus résistant que *S. oryzae* (LC50=7,5 $\mu\text{l.l}^{-1}$) ou *Rhizopertha dominica* (LC50=9,6 $\mu\text{l.l}^{-1}$) à l'effet fumigant de l'huile essentielle de menthe, alors qu'il est deux fois plus sensible à l'huile essentielle d'*Eucalyptus nicholii* que *S. oryzae* (Lee, 2002).

Par ailleurs, l'activité insecticide pourrait dépendre également du sexe de l'insecte. En effet, plusieurs auteurs ont démontré que les mâles d'*Acanthoscelides obtectus* sont plus sensibles aux HEs par rapport aux femelles (Regnault-Roger et Hamraoui, 1994 ; Papachristos et Stamopoulos, 2002).

De plus, plusieurs auteurs ont rapporté que la différence des composés chimiques au sein des huiles essentielles influence considérablement sur l'activité insecticide de celles-ci. Citons Koul et *al.*, (2007) qui ont évalué l'effet insecticide de quelques composés : trans-anéthol, thymol, 1,8-cinéole, carvacrol, terpinéol et linalol à une concentration 300 $\mu\text{l/l}$ contre *T. castaneum*. Le seul composé qui a montré un effet significatif contre cet insecte était le trans-anéthol. Par contre, il semblait être moins sensible à la plupart des autres composés. De même, Chaubey (2012) a testé l'activité insecticide de deux composés purs (α -pinène et β -caryophyllène) vis-à-vis des larves et adultes de *T. castaneum*. Les résultats ont démontré que le β -caryophyllène était le plus efficace contre cet insecte.

En outre, l'effet biocide pourrait s'expliquer en partie par l'effet insecticide des composés majoritaires des HEs testées. Plusieurs chercheurs sont arrivés à ce résultat, notamment Ngamo et Hance (2007) qui rapportent que la toxicité des HEs sur les insectes est induite par l'action de leurs composés majoritaires. Ces derniers ont des efficacités insecticides soit singulière ou lorsqu'elles sont mises ensemble.

Ces observations ont été notées également par Asawalam et *al.*, (2008) qui ont testé la toxicité des composants majoritaires des HEs extraites de *Vernonia amygdalina* (Astéracées) sur *Sitophilus zeamais* (Coleoptera : Curculionidae), qui sont 1,8-cinéole, β -pinène, α -pinène, myrtenal, pinanol, L-carveol, transpinocarveol, et linalool. La dose létale minimale qui provoque une mortalité de 100% des adultes de *S. zeamais* par les HEs de *V. amygdalina*, elle provoque une mortalité de 63 \pm 2,1% par 1,8-cinéole, 37 \pm 2,4% par β -pinène, 00 \pm 00% par chacun des autres composants, et 100% par le mélange

des huit composants majoritaires. Les résultats montrent que l'action toxique combinée des composants majoritaires est plus remarquable que l'action individuelle de ces composants.

Certains auteurs ont montré que les terpènes étaient à l'origine de l'efficacité des huiles essentielles (Ketoh et al., 2004). Dans notre étude, l'HE de *C. arvensis* qui a été la plus toxique vis-à-vis des adultes de *T. castaneum* est majoritairement constituée de sesquiterpènes notamment les sesquiterpènes hydrocarbonés à l'instar du β -caryophyllène dont sa propriété insecticide a déjà été démontrée (Omolo et al., 2004 ; Rodilla et al., 2008). On peut donc penser que ces composés participent à l'activité insecticide de cette huile. Quant à l'HE de *C. fuscatum*, elle est composée principalement d'ar-curcumène et de limonène. Pandji et al., (1993) ont révélé activité insecticide d'ar-curcumène vis-à-vis des larves de *Spodoptera littoralis* (Lepidoptera). Par ailleurs, Prates et al., (1998) ont rapporté que le limonène exerce une activité insecticide vis-à-vis de *T. castaneum* et Ibrahim et al., (2001) ont montré son activité insecticide sur différents ravageurs des denrées stockées. Des effets similaires sur d'autres insectes ont été rapportés par plusieurs auteurs (Abdelgaleil et al., 2009; Papachristos et al., 2009).

Cependant, il serait difficile de penser que l'activité insecticide de ces HEs se limite uniquement à certains de ses constituants majoritaires ; elle pourrait aussi être due à certains constituants minoritaires ou à un effet synergique de plusieurs constituants. Les composants minoritaires connus pour leurs propriétés insecticides qui sont présents dans l'HE de *C. arvensis* sont des monoterpènes hydrocarbonés tels que p-cymène dont les propriétés insecticides ont déjà été démontrées vis-à-vis d'*Acanthoscelides obtectus* (Say) (Regnault-Roger et Hamraoui, 1995) et α -pinène qui a révélé un effet insecticide intéressant contre *Tribolium confusum* (Ojimelukwe et Alder, 1999).

C'est le cas également de γ -Terpinène dont les propriétés insecticides ont déjà été démontrées vis-à-vis de plusieurs insectes, entre autres *Tribolium confusum*, *T. castaneum*, *Sitophilus zeamais*, *Prostephanus truncatus*, *Rhyzopertha dominica*, *Callosobruchus maculatus* et *Ephestia kuehniella* Zeller (Obeng-Ofori et al., 1997 ; Prates et al., 1998 ; Regnault-Roger et Hamraoui 1995 ; Erler 2005 ; Tapondjou et al., 2005).

En outre, l'HE de *C. arvensis* contient des monoterpènes oxygénés comme le Terpinène-4-ol. Stamopoulos et al., (2007) ont constaté que celui-ci a révélé une activité insecticide importante vis-à-vis de *Tribolium confusum* suivi de limonène, 1,8 cineole et linalool.

Selon Pétiot (2011), un bon nombre d'insecticides chimiques sont réalisés avec des esters. Il rajoute que la camomille noble ou romaine (*Chamaemelum nobile*) se caractérise par une forte action perturbatrice d'insectes grâce à sa forte teneur en ester aliphatique et cétone. Ces esters ont une force de dégradation et agissent sur la chitine de l'insecte. Tenant compte de la présence des esters aliphatiques dans l'HE de la camomille d'hiver que nous avons étudié, on peut suggérer que son activité insecticide est en rapport avec ceux-ci.

Les modes d'action des HEs sont encore à confirmer malgré les études relativement nombreuses réalisées à ce sujet (Isman, 2000). Selon Furet et Bellenot (2013), les mécanismes toxiques des HEs sur les adultes sont d'ordre physiologique ou physique. Ainsi, il a été signalé également que l'action rapide des HEs ou de ses constituants contre les insectes ravageurs est un indicatif d'une action neurotoxique (Kostyukovsky et *al.*, 2002 ; Priesley et *al.*, 2003 ; Isman et *al.*, 2007).

En effet, les travaux récents montrent que les monoterpènes ont des effets physiologiques neurotoxiques et agissent sur différentes cibles en fonction de leur nature chimique (Huignard 2013). Regnault-Roger et *al.*, (2008), rapportent que les monoterpènes ont une action toxique rapide de type inhalatoire sur les adultes. De plus, les monoterpénoïdes sont généralement volatiles et plutôt des composés lipophiles qui peuvent pénétrer dans les insectes rapidement et interférer avec leurs fonctions physiologiques (Lee et *al.*, 2002). En raison de leur forte volatilité, ils ont une activité de fumigant qui pourrait être d'importance pour lutter contre les insectes dans les denrées entreposées (Ahn et *al.*, 1998).

Ainsi, Garcia et *al.*, (2005) suggèrent que ce sont les groupements hydroxyle des monoterpènes oxygénés qui sont responsables de l'activité biocide de ces composés vis-à-vis de *T. castaneum*. Ces groupements hydroxyle possèdent une spécificité électrostatique qui leur permet de générer des interactions récepteurs-substance répulsives et l'induction de la bioactivité des HEs.

Selon Nyamador (2009), les sites d'action des biopesticides sont localisés dans le système nerveux central. Les cibles préférentielles des biopesticides les plus importants sont le canal sodium « voltage dépendant » (CsVd), l'acétylcholinestérase (AChE) et le récepteur acide gamma-aminobutyrique (GABA_r) et le récepteur de l'octopamine.

En effet, lorsque les substances neurotoxiques se fixent sur les sites d'action du canal sodium qui est une protéine localisée sur la membrane plasmique des neurones, ceci empêchera la fermeture du canal ce qui va perturber la transmission synaptique. Ce

mécanisme se manifeste ensuite par une phase d'excitation intense de l'insecte, associée à une incoordination motrice. C'est l'effet Knock Down (KD). Ce dernier correspond à une paralysie de l'insecte et ne se produit que lors d'atteinte des ganglions nerveux centraux en premier. Cette paralysie n'est pas générale car les insectes paralysés conservent une activité respiratoire non négligeable. Après un certain délai, les insectes paralysés peuvent récupérer leurs fonctions motrices (Ehrhardt, 2006). Cela est observé avec les HEs testées ce qui démontre l'efficacité de ces substances naturelles par fumigation.

Par ailleurs, l'acétylcholinestérase (AChE) est une enzyme clé du système nerveux central de l'insecte. Elle se termine par l'influx nerveux catalysant l'hydrolyse de l'acétylcholine (López et Pascual-Villalobos, 2010). Celle-ci est un neurotransmetteur (Ach) ; elle transmet l'influx nerveux à travers les synapses (jonctions) entre certains types de cellules. L'inactivation de cette enzyme (AChE) empêche l'hydrolyse, normalement rapide de l'acétylcholine libérée par l'influx nerveux, et interfère par conséquent par la transmission normale de cet influx (Voet 2005).

En outre, le GABA_A, acide gamma-aminobutyrique, est le principal neurotransmetteur inhibiteur du système nerveux central (Roth et Draguhn, 2012). Il s'agit d'une protéine membranaire hétéropentamérique. Chaque sous-unité est composée de quatre hélices transmembranaires à extrémité N- et C- terminales extracellulaires (figure 38). La deuxième hélice transmembranaire de chaque sous-unité borde le canal chlore. L'activation de ce type de récepteur permet une entrée des ions chlore dans la cellule, Cl⁻ dépendante de la concentration du Cl en intracellulaire, entraînant une hyperpolarisation. Ainsi la probabilité de déclenchement d'un potentiel d'action est faible puisque le potentiel membranaire s'éloigne du seuil d'excitabilité neuronale. Ceci explique que le GABA est un neuromédiateur inhibiteur (Olsen et Tobin, 1990 ; Enz et Cutting, 1998). Les biopesticides se fixent sur les récepteurs de acide gamma-aminobutyrique et inhibent le fonctionnement du canal chlore qui lui est associé. L'ouverture de ce canal induit une hyperpolarisation de la membrane de la cellule nerveuse (neurone) et son inactivation. Lorsqu'elle se prolonge, cette inactivation perturbe l'ensemble du fonctionnement du système nerveux (Priestley et *al.*, 2003).

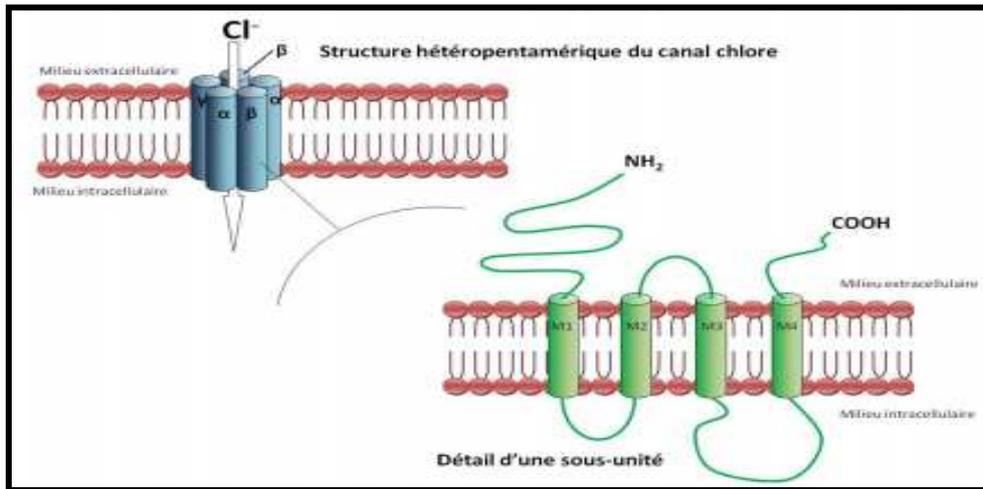


Figure 38. Structure du récepteur GABA-A (Olsen et Tobin, 1990 ; Enz et Cutting, 1998)

En ce qui concerne l'octopamine, il s'agit d'une neurohormone et un neuromédiateur chez les invertébrés. Elle a un effet régulateur sur les battements du cœur, la motricité, la ventilation, le vol et le métabolisme de ceux-ci (Reoder, 1999).

Enan (2005) a montré que les monoterpènes ayant de récepteurs de la tyramine (un précurseur de l'octopamine) influençant la production de l'AMPC et du calcium au niveau cellulaire ou intracellulaire.

Ces résultats peuvent confirmer que le traitement des denrées alimentaires par l'huile essentielle issue des plantes aromatiques et médicinales peut être très efficace pour lutter contre les ravageurs de ces denrées. Ces huiles contiennent des produits chimiques très intéressants au niveau activité. Du point de vue physico-chimique, les HEs ne laissent pas de résidus ou de déchets dans les produits traités, elles sont facilement biodégradables. Beaucoup d'entre elles agissent au niveau du neurotransmetteur octopamine spécifique aux invertébrés, elles sont donc en général moins toxiques pour les mammifères (Koul et *al.*, 2008).

Conclusion générale

Cette étude se voulait une contribution à l'évaluation des potentialités bioactives des huiles essentielles de deux plantes appartenant à la famille des Astéracées (*Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*) récoltées dans la région de Makouda (Tizi-Ouzou), dans le cadre de la recherche des solutions de rechange potentielles aux agents actuellement utilisés contre les insectes ravageurs des denrées stockées.

L'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation en utilisant un dispositif d'extraction type Clevenger est réalisée. La valeur du rendement en huile essentielle de la partie aérienne de *Chamaemelum fuscatum* était de 0.36 %, alors que le rendement en huile de la partie aérienne de *Calendula arvensis* était de 0.24%.

Parallèlement, une étude histologique des coupes anatomiques des feuilles et des tiges des espèces étudiées a été effectuée. L'observation au microscope photonique nous a permis de localiser les structures sécrétrices correspondant à chaque espèce végétale. Au niveau des feuilles de *C. arvensis*, des poils glandulaires superficiels peltés ont été localisés à la surface abaxiale sur les dépressions épidermiques et des poches sécrétrices schizogènes endogènes ont été localisées à la surface des feuilles. Au niveau des feuilles et des tiges de *C. fuscatum* on a pu observer également un autre type de trichome. Il s'agit des trichomes glandulaires linéaires situés à la surface épidermique. De même, les tiges de *C. fuscatum* présentent des structures sécrétrices endogènes sous forme de cavités. Elles sont nombreuses et localisées au niveau du parenchyme palissadique. Ce sont des poches schizogènes.

Nous avons également testé l'activité antimicrobienne de ces huiles essentielles vis-à-vis d'*Aspergillus niger*, *Bacillus subtilis* et *Pseudomonas aeruginosa*, ainsi que leur activité insecticide contre les adultes de *Tribolium castaneum* par inhalation et répulsion tout en comparant leur efficacité avec celle d'un insecticide de synthèse.

En matière d'activité antimicrobienne, les huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* sont montrées inactives vis-à-vis des souches bactériennes testées. Ceci est dû à la nature de leur composition chimique. Cependant, elles ont manifesté une forte activité antifongique sur *Aspergillus niger*. De ce fait, ces huiles essentielles pourraient être utilisées pour la gestion de ce phytopathogène comme source alternative de fongicides écologiques ou une alternative idéale pour contrôler les infections pendant le stockage.

Par ailleurs, les résultats des traitements par les tests de répulsion ont montré que les huiles essentielles testées ont une activité répulsive importante à l'égard des adultes de *T. castaneum*. Cette activité augmente au fur et à mesure que les doses des huiles essentielles augmentent jusqu'à la dose 15 µl à partir de laquelle la répulsion était persistante

(100% de répulsion). Le classement établi par Mc Donald et *al.*, (1970) a permis de classer ces huiles essentielles comme répulsives avec un taux moyen de répulsion de 73% pour *C. fuscatum* et 72% pour *C. arvensis*.

En revanche, les résultats des traitements par inhalation ont montré que les deux huiles essentielles sont efficaces. Les traitements ont entraîné une action effective par « Knock down » sur l'ensemble des adultes testés, puis un effet adulticides après six jours d'exposition a été observé. Ainsi, l'étude statistique montre que l'efficacité des huiles essentielles sur la mortalité des insectes varie selon la dose utilisée et la durée d'exposition et selon la plante utilisée. La mortalité maximale enregistrée est de 100% à la dose de 200 µl/l après six jours d'exposition pour les deux huiles essentielles. Tandis qu'aucune mortalité n'était enregistrée au niveau des témoins non traitées.

Cependant, la comparaison du pourcentage répulsif des huiles essentielles et de l'insecticide de synthèse testé a révélé que ce dernier est moins répulsif que ces huiles testées mais se caractérise avec un effet fumigant plus important que ceux-ci.

À la lumière de l'ensemble des résultats obtenus, on peut suggérer que les huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum* peuvent être recommandée comme fumigant et surtout comme insectifuge contre *T. castaneum*. Cette approche va présenter beaucoup d'avantages pour la santé de l'être vivant et pour son environnement par rapport aux produits de synthèse chimiques qui contaminent globalement la biosphère.

L'obtention de ces produits naturels nécessite beaucoup de professionnalisme et sans doute des dépenses élevées, puisque pour avoir quelques microlitres d'huile essentielle il faut des quantités considérables de la matière végétale qui est devenu pourtant de plus en plus demandée au marché mondiale. Mais les meilleurs résultats que l'on peut obtenir à court ou à long terme encouragent à préparer des produits naturels à des fins insecticides.

Sachant que ces résultats se révèlent prometteurs et que chaque plante se caractérise par des molécules particulièrement intéressantes, qui demandent d'être exploitées, nous proposons à l'avenir de :

- ✓ réaliser une étude phytochimique et toxicologique de ces huiles essentielles.
- ✓ réaliser des tests plus approfondies sur les activités insecticides *in vivo*. Les essais en milieu réel vont permettre d'évaluer l'efficacité pratique, car les composés de l'huile essentielle étant volatils, il est possible qu'appliqués seuls dans les structures traditionnelles de conservation des graines, ils puissent disparaître avant d'agir sur les

insectes. Il est donc impératif de rechercher des méthodes de stabilisation des huiles essentielles en vue d'accroître leur efficacité.

✓ réaliser une étude de la variabilité géographique des huiles essentielles afin de déceler une éventuelle spécificité régionale en vue d'une valorisation commerciale.

✓ réaliser des expériences complémentaires pour préciser la nature du (ou des) composé(s) responsable(s) de cette activité, pour optimiser les doses efficaces, il est bien connu que les composants isolés et purifiés agissent à faibles doses.

✓ tester l'activité de ces huiles essentielles sur des ravageurs primaires des céréales comme *Rhyzopertha dominica* et *Sitophilus oryzae* afin d'effectuer des tests comparatifs.

Références bibliographiques

- Abbot W.S. 1925.** A method of computing the effectiveness of an insecticide. *J. Econ. Ent.*, 18, pp 265-267.
- Abdelgaleil S., Mohamed M., Badawy M. et ElArami S., 2009.** Fumigant and contact toxicities of monoterpenes to *Sitophilus oryzae* (L.) and *Tribolium castaneum* (Herbst) and their inhibitory effects on acetylcholinesterase activity. *J Chem Ecol* 35, pp 518-525.
- Abudunia A.M., Ansar M., Taoufik J., Ramli Y., Essassi E.M., Ibrahimi A. et Khedid K., 2014.** Evaluation of antibacterial activity of extracts from *Calendula arvensis* flowers, *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 2014, 6(8), pp156-16.
- Abramson D., Demianyk C.J., Fields P.G., Jayas D.S., Mills J.T., Muir W.E., Timlick B. et White N.D.G., 2001.** Protection des céréales, des oléagineux et des légumineuses à grain entreposés à la ferme contre les insectes, les acariens et les moisissures. *Agriculture et Agroalimentaire Canada*, Publication 1851/F (éd. rev.), pp 1-59.
- Adamou-Djerbaoui M., Baziz B. et Djelail A., 2007.** Ecologie et infestation de *Meriones hawi* (Duvernoy) dans quelques localités du Nord de l'Algérie. Journées Internationales sur la Zoologie Agricole et Forestière, 8 au 10 avril 2007, Inst. Nat. Agro., El-Harrach, Alger, pp 1-5.
- AFNOR. 1986.** Recueil des Normes Françaises « huiles essentielles », AFNOR. Paris. 57 p.
- Ahn Y.J., Lee S.B., Lee H.S., Kim G.H., 1998.** Insecticidal and acaricidal activity of carvacrol and b-thujaplicine derived from *Thujopsis dolabrata* var. hondai sawdust. *Journal of Chemical Ecology* 24, pp 81-90.
- Aïboud K., 2011.** Etude de l'efficacité de quelques huiles essentielles à l'égard de bruche de niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae) et impact des traitements sur la germination des graines de *Vigna unguiculata*, Mémoire de Magister en Sciences biologiques. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 58p.
- Aid L., 2004.** Etude du comportement de plusieurs variétés et croisement de blé dur à l'égard des virus de la jaunisse nanisante de l'orge (BYDV 'S). Mémoire d'Ingénieur d'Etat. Inst. Nat. Agro., El Harrach, Alger, 30 p.
- Al-Jabr A.M., 2006.** Toxicity and Repellency of Seven Plant Essential Oils to *Oryzaephilus surinamensis* (Coleoptera: Silvanidae) and *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae), *Scientific Journal of King Faisal University (Basic and Applied Sciences)* Vol. 7 No.1 1427H, pp 49-60.
- ANIREF : Agence Nationale d'Intermédiation et de Régulation Foncière, 2010.** Rubrique Monographie Wilaya, wilaya de Tizi-Ouzou, 6 p.

- Arnaud L., Gage M.J.G. et Haubruge E. (2001).** The dynamic of second and third male fertilization precedence in *Tribolium casterneum*. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 99, pp 55 - 64.
- Appert J. et Deuse J., 1982.** Les ravageurs des cultures vivrières et maraîchères sous les tropiques. Ed. Maisonneuve et Larose, Paris, 413 p.
- Asawalam E.F., Emosairue S.O., et Hassanali A., 2008.** Essential oil of *Ocimum grattissimum* (Labiatae) as *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) protectant. *African Journal of Biotechnology*, 7, pp 3771-3776.
- Attou A., 2011.** Contribution à l'étude phytochimique et activités biologiques des extraits de la plante *Ruta chalepensis* (Fidjel) de la région d'Ain Témouchent. Thèse de magister en biologie, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen, 119 p.
- Audigie C.L., Dupon G. et Zongain F., 1995.** Principes des méthodes d'analyse biochimique, T1, 2^{ème} ED. Doin, Paris, p 44.
- Auger J., Cadoux F. et Thibout E., 1999.** *Allium* spp thiosulfinates as substitute fumigants for methyl bromide. *Pesticide de Science*, volume 55 Février 1999, pp 200-202.
- Baechler F., Cadoux F., Dufoix F., Feschet B., Goussault C., Terrier P., et Vannie E., 2014.** Guide technique protection des céréales. *Chambre d'Agriculture de Loir-et-Che*. Guide N° 3- Décembre 2014, pp 1-42.
- Badr F., 2014.** Aspects Techniques de Récoltes et Stockage : La qualité Sanitaire des denrées stockées et les techniques de préservation. *ACLIMAS*, 10 - 12 Juin 2014, 25 p.
- Balachowsky A.S., 1962.** Entomologie appliqué à l'agriculture, Tome 1 : Coléoptère. Ed. Masson, Paris, 564p.
- Baldwin R. et Fasulo T.R., 2014.** Confused Flour Beetle, *Tribolium confusum* Jacquelin du Val (Insecta: Coleoptera: Tenebrionidae) and Red Flour Beetle, *Tribolium castaneum* (Herbst) (Insecta: Coleoptera: Tenebrionidae). *UF IFAS EXTENSION university of Florida*. ENY289 (IN566). Février 2014, 5p.
- Bar Ch., Beaux M-F., Belly J.M., Bocquet A., Bris V., Delpancke D., Fischer J., Foucher Ch., Gabillard M., Hoffmann D., Kern F., Lebanc M.P., Lebras A., Mahaut B. et Martin G., 1995.** Contrôle de la qualité des céréales et des protéagineux. Ed. ITCF, ONIC, Paris, 253 p.
- Barrier-Guillot B., Dauguet S., Ducom P., Leblanc M.P., Crépon K., Frérot E., Losser E., Bonnery A., Ciesla Y. et Fleurat-Lessard F., 2014.** Economie et innovation en protection raisonnée des céréales contre l'infestation par les insectes au stockage. *Innovations Agronomiques* 34, pp 67 - 82.

- Bavoux C., Bonnard N., Jargot D., Pillière F. et Serre P., 2007.** Fiche toxicologique 193 « Deltaméthrine », *INRS, Institut National de Recherche et de Sécurité pour la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles*, Paris, 6p.
- Behidj-Benyounes N. et Doumandji S., 2007.** La fréquentation journalière de trois parcelles d'orge *Hordeum Vulgare L.* par le moineau hybride *Passer domesticus* et *P. hispaniolensis* à Boudoaou (Mitidja). *Rev. Recherche Agronomique*, n°19, juin 2007. Ed. INRA, Alger, pp 87 -93.
- Belabbes R., 2014.** Enquête ethnobotanique, caractérisation chimique et activités biologiques des volatils de deux plantes médicinales de l'ouest Algérien : *Calendula arvensis L* et *Carthamus sp L.* Mémoire de Master en Chimie. Université Abou Bekr Belkaïd - Tlemcen, 68p.
- Belhebib B. et Oukaci G., 2007.** Les rongeurs arvicoles en Algérie. Moyens de lutte. Journées Internationales sur la Zoologie Agricole et Forestière, 8 au 10 Avril 2007, Inst. Nat. Agro., El-Harrach, Alger.
- Belkahla H., 2001.** Les virus associés à la jaunisse nanisante de l'orge (BYD) des genres BYDV et CYDV, chez les céréales à paille en Algérie. Thèse Doctorat d'Etat, Inst. Nat. Agro., El-Harrach, Alger, 49 p.
- Ben harrath B., El mokni R. et Carême C., 2009.** Les adventices des cultures méditerranéennes en Tunisie, Leurs plantules, leurs semences *in* Appui à la Formation et au Développement <http://www.afd-ld.org/~adventices/index.html> page consultée le 19/02/2015.
- Beniston N.T. et Beniston S., 1984.** Fleurs d'Algérie. Ed. Entreprise Nationale du Livre, 359 p.
- Benjilali B., 2001.** Extraction des plantes aromatiques et médicinales : Cas particulier de l'entraînement à la vapeur d'eau et ses équipements, Département des sciences alimentaires et nutritionnelles, Institut agronomique et vétérinaire (I.A.V.) Hassan II, Rabat, Maroc, 43p.
- Besombes C., 2008.** Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermomécanique d'herbes aromatiques. Applications généralisées. Thèse de Doctorat. Université de la Rochelle. France, 290 p.
- Bajpai V.K., Shukla S. et Kang S.C., 2008.** Chemical composition and antifungal activity of essential oil and various extract of *Silene armeria L.* *Bioresource Technology* 99, pp 8903-8908.
- Bajpai V.K. et Kang S.C., 2010.** Antifungal activity of leaf essential oil and extracts of *Metasequoia glyptostroboides* Miki ex Hu. *J. Am. Oil. Chem. Soc.* 87, pp 327-336.

- Boisduval J.P., 1828.** Manuel complet de botanique. 2ème partie. Flore française. Ed. Roret, Libraire. 396p.
- Bonnemaison L., 1962.** Les ennemis animaux des plantes cultivées et des forêts. Tome II. Ed. S.E.P., 605 p.
- Bordeaux H., 2009.** Progrès en dermato-allergologie. Edition John Libbey Eurotext, 391p.
- Bornet F., 1992.** Le pain et produit céréaliers, alimentaire et nutrition humaines Ed. ESF. Paris, 1533 p.
- Bouchonnet S. et Libong D., 2004.** Le couplage chromatographique en phase gazeuse-spectrométrie de masse. *Actual. Chim.*, 275, 2004, pp 7-14.
- Bouchonnet S., 2009.** La spectrométrie de masse en couplage avec la chromatographie en phase gazeuse. ED. Lavoisier, 212 p.
- Boulal H., Zaghouane O., EL Mourid M. et Rezgui S., 2007.** Guide pratique de la conduite des céréales d'automne (blés et orge) dans le Maghreb (Algérie, Maroc, Tunisie). Ed. TIGC, INRA, ICARDA, Algérie, 176 p.
- Bourkhiss M., Hnach M., Bourkhiss B., Ouhssine M., Chaouch A., 2007.** Composition chimique et propriétés antimicrobiennes de l'huile essentielle extraite des feuilles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) du Maroc. *Afrique Science* 03(2), pp 232-242.
- Brink M. et Belay G., 2006.** Céréales et Légumes Sec, ressources végétales de l'Afrique tropicale 1. Ed. PROTA, 327 p.
- Brown M. et Herbert A.A., 1997.** Insect repellents: an overview. *J. Am. Acad. Dermatol.* 36, pp 243-249.
- Brulé G., Jeantett R., Shuk P. et Roguennec T., 2007.** Sciences Des Aliments, Technologie des Produits Alimentaires, Tome 2, Lavoisier, Paris, pp 137-180.
- Bruneton J., 2009.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Ed. TEC & TOC, Lavoisier, 1268 p.
- Burt S., 2004.** Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in Foods. *International Journal of Food Microbiology*, p 223-253.
- Casha A., 2014.** Flora of the Maltese Islands Volume 3. Ed. Lulu.com, 96 p.
- Callow J.A., 2000.** Advances in botanical research: Plant Trichomes, Ed. ACADAMIC PRESS, vol. 31, 311 p.
- Camefort A., 1986.** Morphologie des végétaux vasculaires : cytologie-Anatomie-Adaptations. Ed. Doin. 432p.

- Campbell J.F., Toews M.D., Arthur F.H. et Arbogast R.T., 2010.** Long-term monitoring of *Tribolium castaneum* in two flour mills: seasonal patterns and impact of fumigation. *Journal of Economic Entomology* vol 103, 13 June 2010, pp 991-1001.
- Carmo E.S., Lima E.D.O. et De Souza E.L., 2008.** The potential of *Origanum vulgare* L. (Lamiaceae) essential oil in inhibiting the growth of some food-related *Aspergillus* species. *Brazilian Journal of Microbiology* 39, pp 362-367.
- Casida J.H., 1990.** Pesticide mode of action, evidence for implications of a finite number of biochemical targets. In: Casida J.E. (ed.). Pesticides and alternatives. Innovative chemical and Biological Approaches to Pest Control. Amsterdam: Elsevier, pp. 11-22.
- Carson C.F., Rilley T.V. et Bosque F., 2002.** Antimicrobial activity of the major components of essential oil of *Malaleuca alternifolia*. *Journal of Applied Bacteriology*.78, pp 264-269.
- Cavalli J.F., 2002.** Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 des huiles essentielles de Madagascar. Thèse de doctorat, Université de PASCAL PAOLI. 275 p.
- Celikel N. et Kavas G., 2008.** Antimicrobial properties of some essential oils against some pathogenic microorganisms. *Czech J. Food Sci.*, 26, pp 174 - 181.
- Chaubey MK., 2012.** Acute, Lethal and Synergistic Effects of Some Terpenes against *Tribolium castaneum* Herbst (Coleoptera: Tenebrionidae), *Ecologia Balkanica*, vol.4, issue 1, juin 2012, pp 53 - 62.
- Chaumeton F.P., Panckoucke E. et François T., 1832.** Flore médicale, Volume 6, Ed. Panckoucke, 200 p.
- Chaumont M. et Paquin C. 1971.** Carte Pluviométrique de l'Algérie au 1/500.000. *Soc. Hist. nat. Afr. N.*, 1 vol., 24 p.
- Chavassieux D. et Vidal R., 2014.** Les huiles essentielles en protection des cultures. Analyse & Enquêtes. *Institut Technique de l'Agriculture Biologique*, février 2014, pp 1-4.
- Chebrouk F., 2009.** Caractérisations analytiques de quelques composés polyphénoliques et terpéniques issus de la plante *Marrubium deserti* de la région de Ghardaïa, thèse de magister, université Kasdi Merbah Ouargla, 89p.
- Cheng S.S., Wu C.L., Chang H.T., Kao Y.T., Chang S.T., 2004.** Antitermitic and antifungal activities of essential oil of *Calocedrus formosana* leaf and its composition. *J. Chem. Ecol.* 30, pp 1957-1967.
- Chiasson H et Beloin N., 2007.** Les huiles essentielles, des biopesticides « nouveau genre ». *Bulletin de la Société d'entomologie du Québec, Antennae* 2007, vol. 14, n°1.

- Chu C.J. et Kemper K.J., 2001.** Lavender (*Lavandula* spp.). *Longwood Herbal Task Force*. 32p.
- Claude L., 2010.** Les lipides dans le monde vivant : Introduction à la lipodominique. Ed. Lavoisier. 308p.
- Combemale P., 2001.** La prescription des répulsifs. *Med Trop*, 61, pp 99-103.
- Couplan F., 2012.** Les plantes et leurs noms: histoires insolites. Editions Quae. 223 p.
- Cox S.D., Mann C.M., Markham J.L., Bell H.C., Gustafson J.F., Warmington J.R. et Wyllie S.G., 2000.** The mode of antimicrobial action of the essential oil of *Malaleuca alternifolia* (tee tree oil). *Journal of Applied Microbiology* .88, pp 170-175.
- Cox P.D., 2004.** Potential for using semiochemicals to protect stored products from insect infestation. *Journal of Stored Products Research* 40, pp 1-2.
- Cruz J.F., Tronde F., Griffon D. et Heber J. P., 1988.** Conservation des grains en région chaudes « techniques rurale en Afrique, 2ed, Ministère de la coopération et du développement, Paris, 545 p.
- Cruz, J.F. et Diop, A. 1989.** Génie agricole et développement: techniques d'entreposage. *Food & Agriculture Org*, 126p.
- Dajoz R., 2003.** Précis d'écologie. Dunod - Sciences, Paris. 615 p.
- Daferera D.J., Ziogas B.N., et Polissiou M.G., 2000.** GC-MS analysis of essential oils from some greek aromatic plants and their fungitoxicity on *Penicillium digitatum*. *J. Agric. Food Chem.* 48, pp 2576-2581.
- Deans S.G. et Ritchie G. (1987).** Antibacterial properties of plant essential oils. *International Journal of Food Microbiology*, 5, pp 165-180.
- Deba F., Xuan T.D., Yasuda M. et Tawata S., 2008.** Chemical composition and antioxidant, antibacterial and antifungal activities of the essential oils from *Bidens pilosa* L. var. *Radiata*. *Food Control*, 19, pp 346-352.
- De Groot I., 2004.** Protection des céréales et des légumineuses stockées. ED. Fondation Agromisa, Wageningen, 74p.
- Delobel A. et Tran M., 1993.** Les coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes, IRD Editions, 424 p.
- De Pascual J., Teresa J.A., Caballero et Caballero M.C., 1988.** Sesquiterpene lactones a aliphatic ester from *Chamaemelum fuscatum*, *Phytochemistry*, Vol.27, No3, pp 855-860.
- Deyson G., 1954.** Eléments d'anatomie des plantes vasculaires. ED. SEDES, pp 5-13.
- Deysson G., 1978.** Organisation et classification des plantes vasculaires Tome II. Edition SEDES & CDVI. 381 p

- Dixon J., 2007.** The Economics of Wheat: Research challenges from field to fork, in H.T. Buck et al. (eds.), *Wheat Production in Stressed Environments*, pp 9 - 22.
- Dorman H.J.D. et Deans S.G., 2000.** Antimicrobial agents from plants: antibacterial activity of plant volatile oils. *Journal of Applied Microbiology*, 88, pp 308-316.
- Ducerf G., 2010.** L'ENCYCLOPEDIE des plantes bio-indicatrice alimentaires et médicinales : Guide de diagnostic des sols. Ed. Promonature, Vol 1, 351 p.
- Ducom P., 1982.** La protection phytosanitaire des grains après récolte. In *Rev. Phytoma. Def. Cul. N°133*.1982, pp 32-37.
- Duke J. 2009.** Phytochemical and Ethnobotanical Database. USDA-ARS-NGRI, Bels ville Agricultural research center (<http://www.Ars-grin.gov/duke/>)
- Duraffourd C., D'hervicourt L. et Lappraz J.C., 1990.** Cahiers de phytothérapie clinique. Examen de laboratoire galénique. Elements thérapeutiques synergiques. 2ème édition Masson (Paris), 87 pp.
- Edris A.E. et Farrag E.S., 2003.** Antifungal activity of peppermint and sweet basil essential oils and their major aroma constituents on some plant pathogenic fungi from the vapor phase. *Nahrung* 47, pp 117-121.
- Ehrhardt N., 2006.** Etude de l'activité d'une formulation à 50 de deltaméthrine sur *Stomoxys calcitrans* à la Réunion : résistance et rémanence. Thèse de doctorat d'Etat VETERINAIRE, Ecole nationale vétérinaire de Toulouse, 69 p.
- El haib A., 2011.** Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformation catalytique. Thèse de Doctorat en Science de la Matière. Université de Toulouse, 181p.
- Enan E., 2005.** Molecular and pharmacological analysis of an octopamine receptor from American cockroach and fruit fly in response to plant essential oils. *Arch Insect Biochemistry Physiology*, Jul 2005, 59(3), pp 161-171.
- Enz R. et Cutting G. R., 1998.** Molecular composition of GABA-C receptors. *Vision Res*, 38, pp 1431-1441.
- Erler, F. 2005.** Fumigant activity of six monoterpenoids from aromatic plants in Turkey against two stored product pests confused flour beetle, *Tribolium confusum*, and Mediterranean flour moth, *Ephestia kuehniella*. *J. Plant Dis. Prot.* 112, pp 602-611.
- Evans, W.C., 2009.** Trease and Evans Pharmacognosy. Ed. Elsevier Health Science, 616p.
- Feillet P., 2000.** Le grain De blé : Composition et Utilisation. Ed. INRA, Paris, 308 p.

- Fellahi Z., Hannachi A., Guendouz A., Bouzerzour H. et Boutekrabt A., 2013.** Genetic variability, heritability and association studies in bread wheat (*Triticum aestivum L.*) genotypes. *Electronic Journal of Plant Breeding*, 4, pp 1161-1166.
- Fenni M., 2003.** Etude des mauvaises herbes des céréales d'hiver des hautes plaines constantinoises Ecologie, Dynamique, Phénologie et Biologie des Bromes. Thèse Doctorat d'Etat. Ferhat Abbas, Sétif, 165 p.
- Feradji Z., Alili F. et Hezane K., 2007.** Evaluation et répartition du moineau espagnol *Passer hispaniolensis* en Algérie. Journées Internationales sur la Zoologie Agricole et Forestière, 8 au 10 avril 2007, Inst. Nat. Agro. El-Harrach, Alger.
- Florina P. et d Monica Ş., 2009.** Epidermal Formation -Trichomes. *Biharean Biologist*, Vol. 3, No.1, 2009, pp 27-32.
- Franchomme P., Penoël, D. et Jollois R., 2003.** L'aromathérapie exactement. Ed. Roger Jollois, 490 p.
- Frédot E. 2005.** Connaissance Des Aliments ; Base Alimentaires Et Nutritionnelles De La Diététique : Les Produits Céréaliers. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 397p.
- Furet A. et Bellenot D., 2013.** Les huiles essentielles dans la protection des cultures : une voie en cours d'exploration. *iteipmai (Institut technique interprofessionnel des plantes à parfums, médicinales et aromatiques)*, mars 2013, 8 p.
- Gachkar L., Yadegari D., Bagher Rezaei M., Taghizadeh M., Astaneh S.A. et Rasooli I. 2007.** Chemical and biological characteristics of *Cuminum cyminum* and *Rosmarinus officinalis* essential oils. *Food Chemistry*, 102, pp 898-904.
- Gate P., 1995.** Ecophysiologie du blé. Ed. Lavoisier, Paris, 429 p.
- García M., Donadel O. J., Ardanaz C.E., Tonn C.E., et Sosa M.E. 2005.** Toxic and repellent effects of *Baccharis salicifolia* essential oil on *Tribolium castaneum*. *Pest Management Science*, 61, pp 612-618.
- Gershenson J., Mccaskill D., Rajaonarivony J.I.M., Mihaliak C., Karp F. et Croteau R., 1992.** Isolation of secretory cells from plant glandular trichomes and their use in biosynthetic studies of monoterpènes and other gland products. *Anal. Biochem.*, Vol. 200, pp 130-138.
- Giban M., 2001.** Diagnostic des accidents du blé tendre. Ed. ITCF, France, 159 p.
- Godon B., 1982.** Valeur meunière et boulangère des blés tendres et de leurs farines, conservation et stockage des grains et produit dérivé céréales, oléagineuse protéagineux aliments pour animaux, pp 1009 - 1028.
- Griffin S. G., Leach D. N., Markham J., et Johnstone R., 1998.** Antimicrobial activity of essential oils from *Zieria*. *Journal of Essential Oil Research*. 10, pp 165-174.

- Godon B. 1991.** Biotransformation Des produits Céréaliers. Collection Sciences Et Techniques Agroalimentaire. Ed. Tec & Doc, Lavoisier. Paris, pp 4-30.
- Gondé R. et Jussiaux M., 1980.** Cours d'agriculture moderne. 9^{ème} édition, Ed. Maison Rustique, Paris, 628 p.
- Göpfert JC, Bülow AK, Spring O. 2010.** Identification and functional characterization of a new sunflower germacrene A synthase (HaGAS3). *Natural Product Communications* 5, pp 709 -715.
- Goren A.C., Piozzi, F., Akcicek E., Kılıç T., Çarıkçı, S.; Mozioglu, E., Setzer, W.N., 2011.** Essential oil composition of twenty-two Stachysspecies (mountain tea) and their biological activities. *Phytochem. Lett.* 4, pp 448-453.
- Guignard J.L., 2000.** Biochimie végétale. 2^{ème} Ed. Dunod, Paris, pp 177 - 185.
- Gwinner J., Hamisch R. et Muck O., 1996.** Manuel sur la manutention et la conservation des grains après récolte, Ed. GTZ, Eschborn, 368p.
- Hammer K.A., Carson C.F. and Riley T.V. (1999).** Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts, *Journal of Applied Microbiology* 86: 985–990.
- Hargas H., 2007.** Identification et sélection de caractères de résistance à la sécheresse chez le blé dur (*Triticum durum Desf.*) dans les conditions semi-arides des Hauts Plateaux de Sétif. Mém. Magister, Inst. Nat. Agro., El- Harrach, Alger, 73 p.
- Haubruge E., Amichot M., Cuany A., Berge J.P. et Arnaud L., 2002.** Purification and characteriation of a carboxylesterase involved in malathion-specific resistance from *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 32, pp 1118-1190.
- Hébrard J.P., 1996.** Blé dur : objectif qualité, nutrition : des pâtes épatantes. Document édité à l'occasion du colloque : perspectives blé dur, Toulouse, Labège, , *ITCF-ONIC-INRA- ITCF*, 26 Novembre 1996, pp 6-7.
- Hein G.L., Baxendale F.P., Walters M.C., Kriel C.F. et Fouche A., 1989.** Aspects of the ecology of the Russian wheat aphid, *Diuraphis noxia* Mord. Neb Guide G89-936A. Publ. of the cooperative Extension, Institute of Agriculture and Natural Resources, University of Nebraska, Lincoln, pp 1-15.
- Hellal Z., 2011.** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Thèse de Magister en Biologie. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 78p.

- Hernandez Ochoa L.R., 2005.** Substitution de solvants et matières actives de synthèse par un combine « solvant/actif » d'origine végétale. Thèse Doctorat Sciences des Agroressources, Université de Toulouse, 225 p.
- Heyn C.C. et Joel A. 1983.** *Reproductive relationships between annual species of Calendula (Compositae). Plant Systematics and Evolution.* Bd. 143, S. 1983, pp 11-329.
- Hopkins W.G, 2003.** Physiologie végétale. Ed. De Boeck, 514p.
- Houmani M., 2007.** Complémentation des chaumes de blé avec des blocs multinutritionnels : effets sur la valeur alimentaire des chaumes et intérêt pour des brebis gestantes. *Rev.Recherche Agronomique*, n°19, juin 2007. Ed. INRA, Alger, pp 56-64.
- Huignard J., 2013.** Les plantes et les insectes: une lutte permanente. *Bulletin trimestriel de la Société des amis du Muséum national d'histoire naturelle*, septembre 2012, n°251, pp 1-8.
- Husnu K., Baser C. et Buchbauer G., 2009.** Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications. Ed. CRC Press, 991p.
- Ibrahim M.A., Kainulainen P., Aflatuni A., Tilikkala K. et Holopainen, J.K. 2001.** Insecticidal, repellent antimicrobial activity and phytotoxicity of essential oils: with special reference to limonene and its suitability for control of insect pests. *Agricultural and Food Science in Finland*, 10(3), pp 243-259.
- IGC (Conseil International du Grain), 2013.** Grain market report.GMR, 420, www.igc.int
- Inouye S., Yamaguchi H. et Takizawa T., 2001.** Screening of the antibacterial effects of essential oils on respiratory tract pathogens, using a modified dilution assay method. *J. Infect. Chemother.* 7, pp 251-254.
- Isman M.B., 2000.** Plant essential oils for pest and disease management. *Crop Protection* 19, 2000, pp 603 - 608.
- Isman M., Machial C., Miresmailli S. et Bainard L., 2007.** Essential oil based pesticides: New Insights from Old Chemistry. In Ohkawa H., Miyagawa H. et Lee P.W., 2007. Pesticide Chemistry: Crop Protection, Public Health, Environmental Safety. Ed. John Wiley & Sons. 538p.
- Jauzein P., 2011.** Flore des champs cultivés. Edition Quae, 898p.
- Jilani G et Saxena R.C. 1990.** Repellent and feeding deterrent effects of turmeric oil, sweetflag oil, neem oil and a neem based insecticide against lesser grain border (Coleoptera, Bostrychidae). *Journal of Economic Entomology*, 83, pp 629-634.
- Jemaa J.M.B., Tersim N. et Toudert K.T., 2012.** Insecticidal activities of essential oils from leaves of *Laurus nobilis L.* from Tunisia, Algeria and Morocco, and comparative chemical composition. *Journal of stored product research*, 48, 2012, pp 97 - 104.

- Kaloustian J. et Hadji-Minaglou F., 2013.** La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie: Entre science et tradition pour une application médicale raisonnée. Ed. Springer Science & Business Media. Paris, 226 p.
- Kao SS, Tzeng CC., 1992.** A survey of the susceptibility of rice moth (*Corcyra cephalonica*) and Angoumois grain moth (*Sitotroga cerealella*) to malathion and phoxim. *Chinese Journal of Entomology*, 12(4), pp 239-245.
- Keïta S.M., Vincent C., Schmit J.P., Ramasway S. et Belanger A. 2000.** Effect of various essential oils on *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Products Research*, Stored Vol. 36, pp 355-364.
- Ketoh G. K., Glitho I. A., Koumaglo H. K. 2004.** Activité insecticide comparée des huiles essentielles de trois espèces du genre *Cymbopogon* (Poaceae). *J. Soc. Ouest-Afr. Chim.*, 18, pp 21 - 34.
- Kelen M. et Tepe B., 2008.** Chemical composition, antioxydant and antimicrobial proprieties of the essential oils of three *Salvia* species from Turkish flora. *Bioresource Technology*, 99, pp 4096 - 4104.
- Kellouche A., Soltani N., 2004.** Activité biologique des poudres de cinq plantes et de l'huile essentielle d'une d'entre elles sur *Callosobruchus maculatus* (F.). *International journal of Tropical Insect Science*, 24, 2, pp 184-191.
- Kellouche A., Ait Aider F., Labdaoui K., Moula D., Ouendi K., Hamadi N., Ouramdane A., Frerot B., Mellouk M., 2010.** Biological activity of ten essential oils against cowpea beetle *Callosobruchus maculatus* Fabricius (Coleoptera: Bruchidae). *International Journal of Integrative Biology*, 10, 2, pp 86- 89.
- Ketoh G.K., Glitho I.A. et Huignard J., 2002.** Susceptibility of the bruchid *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae) and its parasitoid *Dinarmus basalis* (Hymenoptera: Pteromalidae) to three essential oils. *J. Econ. Entomol.*, 95(1),pp 174-182.
- Khabbach A., Libiad M., Enabili A. et Bousta D., 2012.** Medicinal and cosmetic use of plants from the province of Taza, Northern Morocco. *Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas*. Vol. 11, n°1, pp 40-60.
- Kim S.I., Roh J.Y et Kim H., 2002.** Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus maculatus* development, *Fithotherapia*, Vol.77, pp 506 - 510.

- Kiplagat O.K., 2005.** The Russian Wheat Aphid (*Diuraphis noxia* Mord.) damage on Kenyan wheat (*Triticum aestivum* L.) varieties and possible control through resistance breeding. Thèse Doctorat, Uni. Aula of Wageningen, 141p.
- Ko K., Waraporn J. et Angsumarn C., 2009.** Repellency, Fumigant and Contact Toxicities of *Litsea cubeba* (Lour.) Persoon Against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium castaneum* (Herbst). *Kasetsart J. (Nat. Sci.)* 43, pp 56 - 63.
- Kordali S., Kotan R., Mavi A. et Cakir, A. 2005.** Determination of the Chemical Composition and Antioxidant Activity of the Essential Oil of *Artemisia dracuncululus* L. and of the Antifungal and Antibacterial Activities of Turkish *A. dracuncululus*, *A. absinthium* and *santonicum* Essential Oil. *J. Agric. Food Chem.*, 53, pp 9452 - 9458.
- Kostyukovsky M., Rafaeli A., Gileadi C., Demchenko N., Shaaya E., 2002.** Activation of octopaminergic receptors by essential oil constituents isolated from aromatic plants: possible mode of action against insect pests, *Pest. Manag. Sci.*, 58, pp 1101-1106.
- Kouassi, M., 2001.** Les possibilités de la lutte microbiologique emphase sur le champignon entomopathogène *Beauveria bassiana*. *Rev.Sci.Env* 2, 19 p.
- Kouhana C. 2015.** Blé. In LAROUSSE <http://www.larousse.fr/encyclopedie/divers/bl%C3%A9/27477> page consultée le 17 mars 2015.
- Koul O., Singh G., Singh, R. et Singh, J., 2007.** Mortality and reproductive performance of *Tribolium castaneum* exposed to anethole vapours at high temperature. *Biopestic. Int.*, 3, pp 126 - 137.
- Koul O., Walia S. et Dhaliwal G.S. 2008.** Essential oils as green pesticides: potential and constraints. *Biopesticides International*, 4(1), pp 63 - 84.
- Kováts E., 1965.** Gas Chromatographic characterization of organic substances in the retention index system, in *Advances in Chromatography, Chap. 7, 1965*, pp 229-247.
- Knorr E., 2014.** Functional characterisation of mirnas in LOEWE Center for Insect Biotechnology & Bioresources <http://www.insekten-biotechnologie.de/en/ng-knorr.html> page consultée le 08/05/2015.
- Kurkin VA., 2003.** Phenylpropanoids from medicinal plants: distribution, classification, structural analysis, and biological activity. *Chemistry of Natural Compounds*, 39 (2), pp 53-123.
- Ladero Alvarez M., Valle Gutiérrez C.J., Santos Bobillo M.T. Ruiz Tellez T. Fernandez-Arias M.I., 1985.** Estudio botánico de las manzanillas españolas. *Studia botánica*, pp 179-196.

- Lahlou M., 2004.** *Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils*, *Phytother.Res.* N°18, pp 435 - 448.
- Lambert R.J.W., Skandamis P.N., Coote P.J. et Nycs G.J.E., 2001.** A study of minimum inhibitory concentration and mode of action of oregano essential oil, thymol and carvacrol. *J Appl Microbiol* 91, pp 453 - 462.
- Lamarti A., Badoc A., Deffieux G et Carde J.P., 1994.** Biogénèse des monoterpènes. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, 133, 1994, pp 79 - 99.
- Lang G. et Buchbauer G., 2012.** A review on recent research results (2008–2010) on essential oils as antimicrobials and antifungals. *Flavour and Fragrance Journal*, 2012, pp 13-39.
- Lardry J.M. et Haberkorn V., 2003.** Les formes galéniques destinées à l’usage externe. *Kinésithérapie, Les Annales*, n° 16, avril 2003, pp 5-21.
- Lee S.E. 2002.** Biochemical mechanisms conferring cross-resistance to fumigant toxicities of essential oils in a chlorpyrifos-ethyl resistant strain of *Oryzaephilus surinamensis* L. (Coleoptera: Sylvanidae). *Journal of Stored Products Research*, 38, pp 157-166.
- Lery F., 1982.** L’agriculture au Maghreb pour une agronomie méditerranéenne. Ed. Maisonneuve et Larose, Paris, 338 p.
- Lis-Balchin M., Deans S.G. et Eaglesham E., 1998.** Relationship between the bioactivity and chemical composition of commercial plant essential oils, *Flavour Frag. J.*, 13, pp 98-1014.
- López M.D., Pascual-Villalobos M.J. 2010.** Mode of inhibition of acetylcholinesterase by monoterpenoid and implications for pest control, *Ind. Crop. Prod.*, 31 284-288.
- Lopez G.B., Romero M.C., Cabezudo B., Torres C.M. et Salazar C., 2011.** Claves de la flora vascular de Andalucía oriental. 2ème Edition corregida y aumentada. 802p.
- Lucchesi M.E., 2005.** Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l’extraction des huiles essentielles. Thèse de Doctorat en chimie, Université de la Réunion, France, 147 p.
- Lund A.E. et Narahashi T., 1983.** Kinetics of Sodium Channel Modification as the Basis for the Variation in the Nerve Membrane Effects of Pyrethroids and DDT Analogs. *Pesticide Biochemistry & Physiology*, 20, pp 203-216.
- Luque De Castro M.D. et Garcia-Ayuso L.E., 1998.** Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analytica Chimica Acta* 369, 1998, pp 1-10.

- MADR, 2011.** Annuaire statistique du Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural. Série B.
- Maia F.M. et Moore S.J., 2011.** Plant-based insect repellents: a review of their efficacy, *development and testing. Malar. J.*, 10, S11, pp 1-15.
- Mann J., 1987.** Secondary metabolism, Clarendon Press, Oxford, 374 p.
- Mann C.M., Cox S. D. et Markham J.L., 2000.** The outer membrane of *Pseudomonas aeruginosa* NCTC 6749 contributes to its tolerance to the essential oil of *Melaleuca alternifolia* (Tea tree oil). *Lett. Appl. Microbiol.*, 30, pp 294-297.
- Marc J.Y, Gaussen H. et Martin-Rolland V., 2013.** Botanique céréalière. La Garance voyageuse n° 109, pp 22-29.
- Meddour R., 2010.** Bioclimatologie, phytogéographie et phytosociologie en Algérie, exemple des groupements forestiers et préforestiers de la Kabylie Djurdjuréenne. Thèse doctorat d'états en sciences agronomiques. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. 368 p.
- Medimagh S., Daami-Remadi M., Jabnoun-Khiareddine H, Ben Jannet H et Ali Hamza M., 2012.** Chemical composition, Antimicrobial and antiacetylcholinesterase activities of essential oils from the Tunisian *Asteriscus maritimus* (L.) Less. *Mediterranean Journal of Chemistry* 2012, 2(2), pp 459 - 470.
- Mérat F.V. et De lens A.J., 1831.** Dictionnaire universel de matière médicale et de thérapeutique générale, Volume 3. Ed. J-B. Bailliere, Méquignon Marvis. 739 p.
- Meyer K.C et Zimmerman J., 1993.** Neutrophil mediators, *Pseudomonas*, and pulmonary dysfunction in cystic fibrosis. *J. Lab. Clin. Med.* 121, pp 654-661.
- McCarron M., Mills A.J. Whittaker D., Sunny T.P. et Verghese J., 1995.** Comparison of the monoterpenes derived from green leaves and fresh rhizomes of *Curcuma longa* L. from India. *J. Flav. Frag.*, 10, pp 355-357.
- Mc Donald L.L., Guy R.H et Speirs R.D., 1970.** Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants repellents and attractants against stored product insects. *Marketing Research. Report* n° 882. *Agriculture Research Services U S Department*, Washington, 138p.
- McEwan M. 1994.** The antifungal effects of plant essential oils and their production by transformed shoot culture. Thèse de Doctorat, Strathclyde Institute des Sciences Biomedical. University de Strathclyde, Glasgow.

- McKay DL and Blumberg JB., 2006.** A review of the bioactivity and potential health benefits of chamomile tea (*Matricaria recutita* L.). *Phytoterapy research*. 20, 519-530.
- Michiko M. et Peter Z., 1998.** Anaerobic growth of a 'strict aerobe" (*Bacillus subtilis*). *Annual Review of Microbiology*. Vol. 52, octobre 1998, pp 165-190.
- Mills S. et Bone K., 2005.** The Essential Guide to Herbal Safety. Ed. Elsevier Health Sciences. 684 p.
- Mokabli A., 2002.** Biologie des nématodes à Kystes (*Heterodera*) des céréales en Algérie. Virulence de quelques populations à l'égard de diverses variétés et lignées de céréales. Thèses Doctorat d'Etat, Int. Nat. Agro., El-Harrach, Alger, 66 p.
- Moleyar V. et Narassimham P., 1992.** Antibacterial activity of essential oil components. *International Journal of Food Microbiology*, 16, pp 337-342.
- Moro Buronzo A., 2008.** Le Grand Guide des huiles essentielles : Santé, Beauté, Bien être. Ed. HACHETTE PRATIQUE. 256p.
- Morolli C., Quaglio F., Della Rocca G., Malvisi J. et Di Salvo A., 2006.** Evaluation of the toxicity of synthetic pyrethroids to red swamp crayfish (*Procambarus clarkii*, girard 1852) and common carp (*Cyprinus carpio* L. 1758). *Bull. Fr. Pêche Piscic.* (2006) 380-381, pp 1381-1394.
- Muller J.H et Hinton J., 1941.** A protein-free for primary isolation of the gonococcus and meningococcus. *Pro. Soc. Exp. Biol. Med.* 48, pp 330-333.
- Mueller D.K., 1990.** Fumigation. In: Mallis A. (Ed.), Handbook of Pest Control. *Franzak and Foster, Cleveland, Ohio, USA*, pp. 901-939.
- Mutai C., Bii C., Vagias C., Abatis D. et Roussis V., 2009.** Antimicrobial activity of *Acacia mellifera* extracts and lupane triterpenes. *Journal of Ethnopharmacology*, 123, pp 143-148.
- Ndomo A.F., Tapondjou A.L., Tendonkeng F. et Tchouanguép F.M., 2009.** Evaluation des propriétés insecticides des feuilles de *Callistemon viminalis* (Myrtaceae) contre les adultes d'*Acanthoscelis obtectus* (Say) (Coleoptera: Bruchidae). *Tropicultura*, 27(3), pp 137-143.
- Nerio L.S., Olivero-Verbel J. et Stashenko E., 2009.** Repellent activity of essential oils from seven aromatic plants grown in Colombia against Motschulsky (Coleoptera). *Journal of Stored Products Research* 45, pp 212-214.
- Ngamo T.L.S., Ngassoum M.B., Jirovertz L., Ousman A., Nukenine E. et Moukala O.E. 2001.** Protection of stored Maize against *Sitophilus zeamais* (Motsch.) by use of essential oils of spices from Cameroon. *Medical faculty Landbouww University of Gent*, 66 (2a), pp 473-478.

- Ngamo L.S.T. et Hance T.H., 2007.** Diversité des ravageurs, des denrées et méthodes alternatives de luttés en milieu tropical. *Tropicultura*, 25(4), pp 215-220.
- Ngassoum M.B., Ngamo T.L.S., Maponmetsem P.M., Jirovertz L. et Buchbauer G., 2003.** Investigation of medicinal aromatic plants from Cameroon: GC/FID. GC/MS and olfactoric analyses of essential oils *Ocimum suave* Willd.(Lamiaceae). *Acta Pharmaceutica Turcica*, 45, pp 69-75.
- Nogaret A.S., 2011.** La phytothérapie : Se soigner par les plantes. Ed. EYROLLES, Paris, 192p.
- Nuzhat T. et Vidyasagar G.M., 2013,** Antifungal investigations on plant essential oils. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, Vol 5, 2013, pp 19 - 28.
- Oakes J., 2008.** Algeria. Ed. Bradt Travel Guides, 248p.
- Nyamador S.W., 2009.** Influence des traitements à base d'huiles essentielles sur les capacités de reproduction de *Callosobruchus subinnotatus* Pic. et de *Callosobruchus maculatus* F. (Coleoptera : Bruchidae) : mécanisme d'action de l'huile essentielle de *Cymbopogon giganteus* Chiov. Thèse de doctorat en sciences de la vie. Biologie de développement. Entomologie appliquée. Université de Lomé-Togo, 177p.
- Obeng-Ofori D., Reichmuth C.H., Bekele J. et Hassanali A., 1997.** Biological activity of 1,8-cineole, a major component of essential oil of *Ocimum kenyense* (Ayobangira) against stored product beetles. *Journal of Applied Entomology*, 121, pp 24- 237.
- Ojmelukwe P.C. et Adler C., 1999.** Potential of Zimtadehyde, 4-allyl-anisol, linalool, terpeneol and other phytochemicals for the control of confused Flour Beetle (*Tribolium confusum*) (Col: Tenebrionidae). *Journal of Pest Science*, 72, pp 81-86.
- Olsen R. W. et Tobin A.J., 1990.** Molecular biology of GABAA receptors. *Faseb J*, 4 - pp 1469- 1480.
- Omolo M.O., Okinyo D., Ndiege I.O., Lwande W.L., Hassanali A., 2004.** Repellency of essential oils of some Kenyan plants against *Anopheles gambiae*. *Phytochemistry*, 65, pp 2797-2802.
- Oscar F.C., 2007.** Flora of the Santa Ana River and Environs: With References to World Botany. Ed. Heyday Books. 495p.
- Ouédraogo S.J. et Kaboré W.T., 2014.** Etude prospective sur les pertes post récoltes en Afrique de l'ouest : cas de quelques pays côtiers et du sahel. *Institut du sahel*, Mars 2014, 44p.

- Oussalah M., Caillet S., Saucier L. et Lacroix M., 2006.** Antimicrobial effects of selected plant essential oils on the growth of a *Pseudomonas putida* strain isolated from meat. *Meat Science*, 73, pp 236 - 244.
- Papachristos D.P., Kimbaris A.C., Papadopoulos N.T, Polissiou M.G., 2009.** Toxicity of citrus essential oils against *Ceratitis capitata* (Diptera : Tephritidae) larvae. *Ann Appl Biol* 155, pp 381-389.
- Pattnaik, S., V.R. Subramanyam, M. Bapuji et C.R. Kole, 1997.** Antibacterial activity of aromatic constituents of essential oils. *Microbios*, 89, pp 39 - 46.
- Paolini J., Barboni T., Desjobert J.M., Djabou N., Muselli A. et Costa J.. 2010.** Chemical composition, intra species variation and seasonal variation in essential oils of *Calendula arvensis* L. *Biochemical Systematics and Ecology*. 38, pp 865-872.
- Pandji C., Grimm C., Wary V., Witte L. et Proksch P., 1993.** Insecticidal constituents from four species of the zingiberaceae. *Phytochemistry*, 34(2), pp 415-4190.
- Panneton B., Vincent C. et Fleurat-Lessard F., 2000.** Place de la lutte physique en phyto-protection. In Vincent Ch., Panneton B. et Fleurat-Lessard F. (Eds.), La lutte physique en phytoprotection. Ed. INRA, 347 p.
- Papachristos D.P. et Stampoulos D.C., 2002.** Reppelant, toxic and the production inhibitory effects of essential oil vapours on *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera : Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*. Vol.38, pp 117-128.
- Pauli A., 2001.**Antimicrobial properties of essential oil constituents, *International journal of Aromatherapy*, vol.11, issu3, septembre 2011, pp 133-126.
- Pavida D.L., Lampman G.M. et Kriz G.S., 1976.** Introduction to organic laboratory Techniques. *W.B. Sauders Co. Philadelphia, USA*. pp 567-573.
- Pétiot E., 2011.** Soigner les plantes par les huiles essentielles et les huiles végétales et minérales. Ed. de Terran, 136p <http://fr.calameo.com/read/002863375b290a5fbf1d2>
- Phillips T.W. et Thron J.E., 2010.** Biorational approaches to managing stored-product insects. *Annual Review of Entomology* 55, pp 375-397.
- PIM, 2015.** *Chamaemelum fuscatum* (Brot.) Vasc. in Initiative pour les petites îles de Méditerranée (PIM) <http://www.initiative-pim.org/> page consultée le 14/03/2015.
- Pinto E., Pina-Vaz C., Salgueiro L., Gonçalves M.J., Costa-de-Oliveira S., Cavaleiro C., Palmeira A., Rodrigues A. et Martinez-de-Oliveira J., 2006.** Antifungal activity of the essential oil of *Thymus pulegioides* on *Candida*, *Aspergillus* and dermatophyte species. *Journal of Medical Microbiology*, 55, pp 1367-1373.

- Pradeau D. et Cohen Y., 1992.** L'analyse pratique du médicament, Ed. Médicales internationales, pp 418-428.
- Prates H.T., Santos J.P., Waquil J.M., Fabris J.D., Oliveira A.B. & Foster J.E., 1998.** Insecticidal activity of monoterpenes against *Rhyzoperta dominica* (F.) and *Tribolium castaneum* (Herbst.). *Journal of Stored Products Research*, 34, 4, pp 243-249.
- Priestley C.M., Williamson E.M., Wafford K.A., Sattelle D.B., 2003.** Thymol, a constituent of thyme essential oil, is a positive allosteric modulator of human GABA receptors and a homo-oligomeric GABA receptors from *Drosophila melanogaster*. *British Journal of Pharmacology*, 140, pp 1363-1327.
- Quézel P. et Santa S., 1962.** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Volume 2. Éditions du Centre national de la Recherche scientifique, 1170 p.
- Radulović N., Misic M., Aleksic J., Dokovic D., Palic R. et Stojanovic G., 2007.** Antimicrobial synergism and antagonism of salicylaldehyde in *Filipendula vulgaris* essential oil. *Fitoterapia*, 78: 565-570.
- Rahal S., 2004.** Chimie des produits naturels et des êtres vivants. Ed. O.P.U. 162p.
- Rahman M.F., Karim M.R., Alam M.J., Islam M.F., Habib M.R., Uddin M.B. et Hossain M.T. 2011.** Insecticidal effect of oyster mushroom (*Pleurotus ostreatus*) against *Tribolium castaneum* (Herbst), *Natural Products An Indian Journal*, 7, pp 187-190.
- Rai M.K., Acharya D. et Wadegaonkar P., 2003.** Plant derived-antimycotics : potential of Asteraceous plants in plant-derived antimycotics : Current Trends and Future prospects, *Haworth press, N -York, Londin, Oxford*. pp 165-185.
- Rasooli I. et Owlia P., 2005.** Chemoprevention by thyme oils of *Aspergillus parasiticus* growth and aflatoxin production. *Phytochemistry*, 66, pp 2851 - 2856.
- Rasooli I. et Abyaneh M.R., 2014.** Inhibitory effect of thyme oil on growth and aflatoxin production by *Aspergillus flavus* and *Aspergillus parasiticus*. *Food control*, 15, pp 479-483.
- Ratier F.S. et Henry E.O., 1827.** Pharmacopée française ou Code des médicaments. Ed. J-B. Baillière. 556 p.
- Raven P.H., Evert R.F. et Eichhom S.E., 2000.** Biologie végétale. Ed. De Boeck, 944 p.
- Rebbas K., 2014.** Développement durable au sein des airs protégés algériens, cas du parc national du Gouraya et des sites d'intérêt biologique et écologique de la région de Bejaïa. Thèse de Doctorat d'Etat en science biologique. Université Ferhat Abbes Sétif. 114p.
- Rees D.P., 1995.** Coleoptera, *Integrated management of insects in stored products*). *Marcel Dekker, New York, USA*, 1995, pp 1-39.

- Regnault-Roger C. et Hamraoui A., 1994.** Reproductive inhibition of *Acanthoscelides obtectus* Say (Coleoptera) bruchid of kidney beans (*P. vulgaris* L.) by some aromatic essential oils, *Crop Protection*, 13, pp 624-628.
- Regnault-Roger C. et Hamraoui A., 1995.** Fumigant toxic activity and reproductive inhibition induced by monoterpènes on *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera), a bruchid of kidney bean (*Phaseolus vulgaris* L.). *J. Stored Prod. Res.* 31, pp 291-299.
- Regnault Roger C., 2002.** De nouveaux phyto-insecticides pour le troisième millénaire ? , 18-39, in « Biopesticides d'origine végétale » Regnault Roger C., Philogène B.J.R. et Vincent C. Lavoisier Tec et Doc, pp 19-40.
- Regnault-Roger C., Philogene A. et Vincent H., 2008.** Biopesticides d'origine végétale, 2^{ème} édition, Lavoisier, 576 p.
- Regnault-Roger C., 2014.** Produits de Protection des Plantes : Innovation et sécurité pour une agriculture durable. Ed. Lavoisier, 368p.
- Reoder T., 1999.** Octopamine in invertebrates. *Progres in Neurobiology*, Vol 59, pp 533-561
- Rodilla J.M., Tinoco M.T., Morais J.C., Gimenez C., Cabrera R., Martín-Benito D., Castillo L. et Gonzalez-Coloma A., 2008.** *Laurus novo canariensis* essential oil: Seasonal variation and valorization. *Biochem. Syst. Ecol.* 36, pp 167-176.
- Roth M., 1980.** Initiation à la morphologie, la systématique et la biologie des insectes. Ed. OESTOM, Paris, 328 p.
- Roth F.C et Draguhn., 2012.** GABA Metabolism and Transport: Effects on Synaptic Efficacy, Neural Plasticity, 12p.
- Sabouraud, R. 1892.** Contribution à l'étude de la trichophytie humaine. Etude clinique, microscopique et bactériologique sur la pluralité des trichophytons de l'homme. *Ann. Dermatol. Syphil.* 3, pp1061-1087.
- Sagheer M., Mansoor-ul-Hasan M.A., Latif M. Iqbal J., 2011.** Evaluation of some indigenous medicinal plants as a source of toxicant, repellent and growth inhibitors against *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae). *Pakistan Journal of Entomology*, 33, pp 87-91.
- Saim N. et Meloan E.C., 1986.** Compounds from leaves of bay (*Laurus nobilis* L.) as repellents for *Tribolium castaneum* (Herbst) when added to wheat flour. *Journal of Stored Products Research* 22, pp 141- 144.

- Salle J.L. et Pelletier J., 1991.** Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Ed. *Frison-Roche*, pp.19-45.
- Salamci E., Kordali S., Kotan R., Cakir A., Kaya Y., 2007.** Chemical compositions, antimicrobial and herbicidal effects of essential oils isolated from Turkish *Tanacetum aucheranum* and *Tanacetum chiliophyllum* var. *chiliophyllum*. *Biochemical Systematics and Ecology* 35, pp 569-581.
- Samson R.A., Houbraken J., Summerbell R.C., Flannigan B. et Miller J.D., 2001.** Common and important species of fungi and actinomycetes in indoor environments. *Microorganisms in Home and Indoor Work Environments*. New York: Taylor & Francis, pp 287-292.
- Sékou Moussa K., Vincent C., Schmit J-P., Ramaswamy S. et Belanger A. 2000.** Effect of various essential oils on *Callosobruchus maculatus*. *Journal of Products Research*, 36, pp 355-364.
- Sawamura M., 2011.** Citrus Essential Oils: Flavor and Fragrance. Ed. John Wiley & Sons, 398 p.
- Satrani B., Ghanmi M., Farah A., Aafi A., Fougrach H., Bourkhiss B., Bousta D., Talbi M., 2007.** Composition chimique et activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *Cladanthus mixtus*, *Bulletin de la Société de Pharmacie de Bordeaux*, 146, pp 85-89.
- Sausserde R. et Kampuss K., 2014.** Composition of carotenoids in *Calendula* (*Calendula officinalis* L.) flowers. *Institute of Agrobiotechnology, Faculty of Agriculture, Latvia University of Agriculture, Liela iela 2, Jelgava, Latvia*, 2014, 18p.
- Shayya E., Kostjukovski M., Eilberg J. et Sukprakarn C., 1997.** Plant oils as fumigants and contact insecticides for the control of stored-product insects. *Journal of Stored Products Research*, 33, pp 7-15.
- Seenivisan P., 2006.** Antibacterial activity of some plant essential oils. *Journal of complementary and Alternative Medicine*. Vol.9, 2006, pp 6-39.
- Silva M.P, Tourn G.M., López D., Galati B.G., Piazza L.P., Zarlavsky G., Cantero J.J., Scopel A.L., 2015.** Secretory Structures in *Flourensia campestris* and *F. oolepis*: Ultrastructure, Distribution, and (-)-Hamanasic Acid A Secretion. *American Journal of Plant Sciences*, 6, pp 925-942.
- Silvant C., 2015.** L'Aromathérapie : La nature au service de l'humanité. Ed. Publibook, Paris, 208 p.
- Sinha R.N et Watters F.L., 1985.** Insectes nuisibles des minoteries, des silos-élévateurs, des usines à provendes et méthodes de désinfection. Ed. Agriculture Canada. 311p.

- Sinha S.R. et Saxena J.D., 2000.** Evaluation of different bioassay techniques for the measurement of deltamethrin resistance in *Tribolium castaneum*. *Indian J. Ent.* 62(4): 341-345.
- Smith M. et Boon H., 2004.** The Complete Natural Medicine Guide to the 50 Most Common Medicinal Herbs. Ed. Robert Rose. 352p.
- Spring O., Rodon U. et Macias F.A., 1992.** Sesquiterpenes from noncapitate glandular trichomes of *Helianthus annuus* L. *Phytochemistry* 31, pp 1541-1544.
- Stamopoulos D.C., Damos P. et Karagiandou G., 2007.** Bioactivity of five monoterpenoid vapours to *Tribolium confusum* (du Val) (Coleoptera: Tenebrionidae). *Journal Of Stored Products Research*. Vol.43. 2007, pp 571-577.
- Suresh S. et White N.D.G., 2001.** Mortality resulting from interactions between the red flour beetle and the rusty grain beetle. *Proceedings of the Entomological Society of Manitoba* 57, 2001, pp 11-18.
- Svoboda K.P. et Hampson J.B., 1999.** Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants : antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and other related pharmacological activities. *Plant Biology Department, SAC Auchincruive, Ayr, Acotland, UK., KA6 5H, 1999, 17 p.*
- Syed Shayfur R., Md. Mizanur R., Mohammad Mizanur R.K., Shameem A.B., Balaram R. et Fakruddin Shahed S. M. 2007.** Ethanolic extract of melgota (*Macaranga postulata*) for repellency, insecticidal activity against rice weevil (*Sitophilus oryzae*). *African Journal of Biotechnology*, 6 (4), 2007, pp 379-383.
- Taleb-Toudert K. 2015.** Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien). Evaluation de leur effet sur la bruche de niébé *Callosobruchus Maculatus* (Coleoptera : Bruchidae). Thèse de Doctorat d'Etat en Sciences Biologique. U.M.M.T.O.160p.
- Tandji A., 2005.** Adventices du blé et de l'orge au Maroc. Ed. INRA, Rabat, 448 p.
- Tapondjou L.A., Alder C., Fontem D.A., Bouda H., et Reichmuth C., 2005.** Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* Motschulsky and *Tribolium confusum* du Val. *Journal of Stored Products Research*, 41, pp 91 - 102.
- Teissier T. et Madet N., 2004.** Compte-rendu de TP de chromatographie: Chromatographie en Phase Gazeuse CPG. Licence IUP SIAL. Université de Créteil-Paris XII. 11p.

- Tripathi A.K.V., Prajapati K.K., Aggarwal S.P.S., Khanuja et Kumar S., 2001.** Repellency and toxicity of oil from *Artemisia annua* to certain stored product beetles. *J. Econ. Entom.*, 93, pp 43-47.
- Turnel C., 2015.** Démystifier les farines in canalvie <http://www.canalvie.com/> page consultée le 19.05/2015.
- Turner G., Gershenzon J., Nielson E.E., Froehlich J.E. et Croteau R., 1999.** Limonene Synthase, the Enzyme Responsible for Monoterpène Biosynthesis in Peppermint, Is Localized to Leucoplasts of Oil Gland Secretory Cells. *Plant Physiology*, July 1999, Vol. 120, pp 879-886.
- Utree A., Slump R.A, Steging G. et Smid E.J., 2002.** Antimicrobial activity of carvacrol on rice. *Journal of food protection*, 63, pp 620-624.
- Vilain M., 1989.** La production végétale. Volume 2 : La maîtrise technique de la production. 1ère édition, Ed. Lavoisier, Tec & Doc, Paris, 361 p.
- Voet D et Voet J.G., 2005.** Biochimie, Ed. De Boeck Supérieur, 2^{ème} Ed
- Wagner G.J., Wang E. et Shepherd R.W., 2004.** New Approaches for Studying and Exploiting an Old Protuberance, the Plant Trichome. *Ann. Bota.* Vol. 93 N°1, pp 3-11.
- White N.D.G. et Leesch J.G. 1995.** Chemical control. In: Subramanyam, B., Hagstrum, D.W. (Eds.), Integrated Management of Insects in Stored Products. *Marcel Dekker, New York*, pp 287 - 330.
- Xiaojie C., Donghong M., Tauqeer A.Y. et Yin-Gang H., 2012.** Evaluation of 14 morphological, yield-related and physiological traits as indicators of drought tolerance in Chinese winter bread wheat revealed by analysis of the membership function value of drought tolerance (MFVD). *Field Crops Research*, 137, 2012, pp 195-201.
- Yadav T.D., 1986.** Efficacy of deltaméthrine against insect infestation in wheat stored under rural Storagesystem. *Pesticides*. 20(10), pp 12-13.
- Yen T.B., et Chang S.T., 2008.** Synergistic effects of cinnamaldéhyde in combination with eugenol against wood decay fungi. *Bioresource Technology* 99, pp 232 - 236.
- Zeghouane O., Boufenar-Zeghouane F. et Yousfi M., 2008.** La technologie semencière: La production de semence des céréales à paille en Algérie. Edition ITGC, 138 p.

Annexe

Tableau 1. Analyse de la variance à trois critères de classification au seuil 5% pour le taux de répulsion des adultes de *T. castaneum* traités par les huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var.residuelle 1	331,333	6	55,222			7,431	10,96%
Var.facteur 1	524,667	2	262,334	4,751	0,05806		
Var.facteur 2	10819,67	3	3606,556	65,31	0,00016		
Var.totale	11675,67	11	1061,424				

Tableau 2. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur dose sur la répulsion des les huiles essentielles vis-à-vis des adultes de *T. castaneum*.

F2	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes		
4.0	D4	100	A		
3.0	D3	91,333	A		
2.0	D2	55,333		B	
1.0	D1	24,667			C

Tableau 3. Analyse de la variance à un critère de classification au seuil 5% pour le taux de répulsion des adultes de *T. castaneum* traités par l'insecticide de synthèse Avertisis.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var. dose	10819,67	3	3606,556	65,31	0,00016***		

Tableau 4. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur dose sur la répulsion de l'insecticide vis-à-vis des adultes de *T. castaneum*.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes
1.0	D1	5	A
2.0	D2	5	A
3.0	D3	5	A
4.0	D4	5	A

Tableau 5. Analyse de la variance deux critères de classification au seuil 5% pour le taux de répulsion des adultes de *T. castaneum* traités par l'insecticide et les huiles essentielles.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var.residuelle 1	331,333	6	55,222			7,431	10,96%
Var 1. Traitement	524,667	2	262,334	4,751	0,04806		
Var2.dose	10819,67	3	3606,556	65,31	0,00016		
Var.totale	11675,67	11	1061,424				

Tableau 6. Analyse de la variance pour le paramètre mortalité des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec les huiles essentielles de *Calendula arvensis* et *Chamaemelum fuscatum*.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var.residuelle 1	18	80	0,225			0,474	21,89%
Var.facteur 1	7,5	1	7,5	33,333	0		
Var.facteur 2	75,467	3	25,156	111,802	0		
Var.facteur 3	90,417	4	22,604	100,463	0		
Var.inter f1*2	1,7	3	0,567	2,519	0,06291		
Var.inter f1*3	0,75	4	0,188	0,833	0,50998		
Var.inter f2*3	2,117	12	0,176	0,784	0,66598		
Var.inter f1*2*3	0,717	12	0,06	0,265	0,99		
Var.totale	196,667	119	1,653				

Tableau 7. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur huile sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes	
1.0	<i>Calendula arvensis</i>	2,417	A	
2.0	<i>Chamaemelum fuscatum</i>	1,917		B

Tableau 8. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur dose sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles.

F2	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
4.0	d 200 µl	3,367	A			
3.0	d 150 µl	2,233		B		
2.0	d 100 µl	1,9			C	
1.0	d 50 µl	1,167				D

Tableau 9. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur temps sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles.

F3	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes				
6.0	J5	3.501	A				
5.0	J5	3,458	A				
4.0	J4	2,75		B			
3.0	J3	2,083			C		
2.0	J2	1,542				D	
1.0	J1	1					E

Tableau 10. Analyse de la variance pour le paramètre mortalité des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec l'insecticide de synthèse Aventis.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var.residuelle 1	20	89	0,3			0,474	21,89%
Var.facteur 1	9,5	1	7,5	20,36	0		
Var.facteur 2	77,467	3	25,156	111,602	0		

Tableau 11. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur dose sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par l'insecticide de synthèse Aventis.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
4.0	d 200 µl	4,367	A			
3.0	d 150 µl	3,233		B		
2.0	d 100 µl	2,9			C	
1.0	d 50 µl	2,166				D

Tableau 12. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur temps sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par l'insecticide de synthèse.

F3	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
6.0	J6	3,601	A			
5.0	J5	3,558	A			
4.0	J4	2,95		B		
3.0	J3	2,089			C	
2.0	J2	1,655				D
1.0	J1	1				E

Tableau 13. Analyse de la variance pour le paramètre mortalité des adultes de *T. castaneum* traités par inhalation avec les huiles essentielles et l'insecticide de synthèse.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var.totale	1361,66 1	179	7,607				
Var.facteur 1	120,844	2	60,422	350,839	0		
Var.facteur 2	63,661	3	21,22	123,215	0		
Var.facteur 3	35,633	4	8,908	51,726	0		
Var.inter f1*2	17,556	6	2,926	16,99	0		
Var.inter f1*3	237,267	8	29,658	172,21	0		
Var.inter f2*3	258,367	12	21,531	125,016	0		
Var.inter f1*2*3	607,667	24	25,319	147,016	0		
Var.residuelle 1	20,667	120	0,172			0,415	15,21%

Tableau 14. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur type de traitement sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles et l'insecticide.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes		
3.0	AV	3,85	A		
1.0	CA	2,417		B	
2.0	CF	1,917			C

Tableau 15. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur dose sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles et l'insecticide.

F2	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
4.0	D4	3,578	A			
3.0	D3	2,822		B		
2.0	D2	2,6			C	
1.0	D1	1,911				D

Tableau 16. Résultats du test de Newman et Keuls concernant l'effet du facteur durée sur la mortalité des adultes de *T. castaneum* après traitement par les huiles essentielles et l'insecticide.

F3	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
6.0	J6	3,115	A			
5.0	J5	3,111	A			
1.0	J1	3,083	A			
4.0	J4	3,028	A			
3.0	J3	2,417		B		
2.0	J2	2				C