

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
المدرسة الوطنية العليا للفلاحة بالحراش – الجزائر
ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE D'EL HARRACH-
ALGER

DEPARTEMENT DE ZOOLOGIE AGRICOLE ET FORESTIERE

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat d'Etat

Spécialité : Protection des Végétaux

Thème

*Efficacité insecticide de quelques huiles essentielles sur
Sitophilus oryzae L. (Coleoptera; Curculionidae), et
contribution à la mise au point d'une formulation.*

Par : Mme SAHEB - BOURIAH DALILA

JURY

Président :	MME B. DOUMANDJI	Professeur (ENSA, El-Harrach)
Directeur de thèse :	MME F. MOUHOUCHE	Professeur (ENSA, El-Harrach)
Examineurs :	MME F. SAHIR- HALOUANE	Professeur (Univ. M'Hamed Bougara, Boumerdes)
	MR. M. HAMMACHE	Maître de conférences (A) (ENSA, El-Harrach)
	MLLE S. SETBEL	Maître de conférences (A) (Univ. Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou)
	MME F. MARNICHE	Maître de conférences (A) (ENSV, El-Alia)

Année universitaire 2017-2018

Remerciements

Je tiens sincèrement à remercier ma directrice de thèse, Mme MOUHOUCHE Fazia., professeur à l'Ecole nationale des sciences agronomiques d'EL-HARRACH, d'avoir accepté de diriger mes travaux de recherche de thèse, pour ses conseils, sa patience, sa disponibilité, sa sympathie et son attitude positive et encourageante tout au long de ce travail. J'apprécie les longues heures qu'elle a passées à corriger les premières versions de cette thèse et des travaux publiés dans ce cadre.

Je remercie également Madame DOUMANDJI-MITICHE Bahia. Professeur à l'Ecole nationale des sciences agronomiques d'EL-HARRACH de bien vouloir présider ce jury.

J'adresse aussi mes vifs remerciements à Monsieur HAMMACHE Miloud, maître de conférences (A) dans le même établissement, ainsi qu'à Mademoiselle SETBEL Samira, maître de conférences (A) à l'université Mouloud MAMMARI de TIZI OUZOU. à Madame MARNICHE Faiza, maître de conférence (A) à l'Ecole nationale supérieure vétérinaire d'EL-ALIA et à Madame SAHIR-HALOUANE Fatma, professeur à l'université M'HAMED BOUGARA – Faculté des sciences, BOUMERDES ; d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer mon travail.

J'exprime mes remerciements à Monsieur YAHIA Yahia, chimiste au CRD d'Aldar de m'avoir aidé et conseillé, Monsieur Mustapha, technicien au laboratoire de pédologie de l'INRA, BARAKI, pour son aide, le personnel du CRD d'Aldar et de l'ENSA pour leur sympathie ainsi que toutes mes amies pour leurs soutiens constants, leurs conseils, et pour tous les bons moments que nous avons passés ensemble.

Et enfin, je témoigne ma profonde gratitude à ma famille pour leur soutien et surtout mon autre moitié Adel qui m'a tant aidé, encouragé, soutenu mais aussi supporté pendant les moments difficiles rencontrés durant ce parcours. Sans oublier les prunelles de mes yeux, mes deux adorables enfants Lina et Bilel qui, bien que petits soient-ils, ils ont tout partagé avec moi.

MERCI INFINIMENT A VOUS TOUS

Sommaire

Introduction générale

Partie bibliographique

Chapitre I aperçu bioécologique sur *Sitophilus oryzae* (L.)

Introduction

Le charançon du riz *sitophilus oryzae* (L.)

I. Position systématique	1
I.1.1. Taxonomie	1
I.1.2. Synonymie	2
I.2. Origine et répartition géographique	2
I.3. Morphologie de <i>S.oryzae</i> : description des différents états de développement.....	2
I.3.1. L'œuf.....	2
I.3.2. La larve.....	3
I.3.3 La nymphe.....	4
I.3.4. L'imago	4
I.3.5. Le dimorphisme sexuel chez <i>S.oryzae</i>	6
I.4. Biologie et cycle de développement.....	6
I.5.Importance économique et dégâts	8

Chapitre II Les Huiles Essentielles

Généralités sur les huiles essentielles

II. 1.Historique	10
II .2.Définition	11
II.3. Localisation des huiles essentielles	12
II.4. Eléments de synthèse des huiles essentielles.....	13
II.5.Rôle des huiles essentielles chez les plantes	15

II.6. Caractéristiques physico-chimiques	16
II.7. Composition chimique.....	17
II.7.1. Les terpénoïdes.....	17
a- Classification des terpènes.....	17
b- Constituants terpéniques des huiles essentielles.....	17
b.1. les monoterpènes.....	18
b.2. les sesquiterpènes	19
II.7.2. Composés d'origines variées.....	20
II.7.3. Composés aromatiques.....	21
II.8. Biosynthèse des constituants des huiles essentielles.....	22
Origine biosynthétique des terpènes	22
II.9. facteurs de variabilité des huiles essentielles	24
II.9.1. facteurs extrinsèques.....	24
II.9.2. facteurs intrinsèques.....	25
II.9.2.1. Origine botanique et organe végétal.....	25
II.9.2.2 les chémotypes.....	25
II.9.2.3. Sites producteurs.....	26
II.9.2.4. Cycle biologique.....	26
II.9.2.5. Conservation du matériel végétal.....	27
II.10. les huiles essentielles entant que biopesticides	27
II.10.1. Dans les denrées stockées.....	27
II.10.1.1. Activité insecticide.....	27
II.10.1.2. Activité acaricide.....	31
II.10.2. Activité biologique contre les bioagresseurs des cultures.....	31
II.10.2.1. Activité insecticide	31
II.10.2.2. Activité acaricide.....	32
II.10.2.3. Activité fongicide et bactéricide.....	33
II.10.3. Utilisation des huiles essentielles en Hygiène publique	
Et parasitologie.....	33
II.11. Site d'action des huiles essentielles chez les insectes.....	34

II.12. Toxicité des huiles essentielles : impact sur l'environnement et la santé humaine.....	35
---	----

Chapitre III Généralités sur les plantes étudiées

III.1. Le Romarin : <i>Rosmarinus officinalis</i>	39
III.2. Le Thym : <i>Thymus vulgaris</i>	40
III.3. La Menthe verte : <i>Mentha viridis</i>	41
III.4. L'Eucalyptus : <i>Eucalyptus globulus</i>	42
III.5. Le Clou de girofle : <i>Syzygium aromaticum</i>	43
III.6. Le Gingembre : <i>Zingiber officinale</i>	44

Chapitre IV Les argiles et la bentonite

IV.1. Les argiles	46
IV.1.1 Définition	46
IV.1.2 Minéralogie.....	46
IV.1.3. Le phénomène d'adsorption des argiles	47
IV.1.4. Les principaux adsorbants argileux	48
IV.1.4.1. La kaolinite.....	48
IV.1.4.2. Lillite.....	49
IV.1.4.3. La smectite.....	49
IV.2. La bentonite.....	51
IV.2.1. Historique et définition.....	51
IV.2.2. Structure de la bentonite	51
IV.2.3. Type de bentonite.....	53
IV.2.3.1. La bentonite naturelle.....	53
IV.2.3.2. La bentonite activée.....	54
IV.2.3.2.1. Activation acide.....	54

IV.2.3.2.2. Activation alcaline.....	56
IV.2.4. Composition chimique de la bentonite	56
IV.2.5. Propriétés et caractéristiques de la bentonite.....	57
IV.2.6. Domaines d'application de la bentonite.....	58
IV.2.7. Toxicité de la bentonite.....	59
IV.2.7.1. évaluation des risques de la bentonite sur l'homme.....	59
IV.2.7.2. effet sur l'environnement.....	59
IV.2.7.3. effet sur d'autres organismes au laboratoire et sur terrain.....	59
IV.2.7.4. Génotoxicité.....	60
IV.2.7.5. Effet sur la reproduction.....	60
IV.2.7.6. Informations sur la toxicité toxicologique et écologique de la bentonite.....	60
IV.3. Utilisation des argiles dans les denrées stockées.....	61

Chapitre V Matériel et méthodes : Essai d'efficacité de six huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* (L), mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur ce ravageur

V.1. Essai d'efficacité des six huiles essentielles sur

***Sitophilus oryzae* (L)**

V.1.1. objectif.....	62
V.1.2. Matériel et méthodes expérimentale	62
V.1.2.1. Matériel.....	62
▶ Matériel végétal	62
▶ Matériel animal	62
V.1.2.2. Méthodes expérimentales	63
V.1.2.2.1. Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation.....	63
V.1.2.2.2. Etude de la composition chimique des huiles essentielles.....	64
V.1.2.2.3. Bioessais.	65
V.1.2.2.3.1. Préparation des doses.....	65

V.1.2.2.3.2. Mode opératoire.....	65
a- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact	65
b- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion.....	66
c- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation	66
V.2. Mise au point d'une formulation et étude de son activité	
insecticide sur <i>S.oryzae</i> (L.)	
V.2.1. Objectif	67
V.2.2. Matériel et méthodes expérimentales	67
V.2.2.1. Préparation de la formulation poudreuse.....	67
V.2.2.1.1. Activation acide de la bentonite.....	67
V.2.2.1.2. Préparation de la formulation poudreuse.....	69
V.2.2.2. Activité insecticide de la formulation poudreuse.....	69
V.2.2.2.1. Matériel et méthodes expérimentales	69
V.2.2.2.1.1. Matériel.....	69
V.2.2.2.1.2. Méthodes expérimentales.....	69
a-Test d'efficacité insecticide des formulations Poudreuses.....	69
b-Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1.....	70
c-Etude de la rémanence des formulations poudreuses	70
V.3. Exploitation des résultats.....	70
V.3.1. Résultats des bioessais.....	71
V.3.2. Résultats de la mise au point d'une formulation et étude de son activité	
insecticide sur <i>S.oryzae</i> (L.)	72
V.3.3. Analyse statistique	72

VI Résultats et discussion

VI. 1. Essais d'efficacité des six huiles essentielles contre *Sitophilus oryzae* (L.)

VI.1.1. Etude de la composition chimique des huiles essentielles :

Résultats et Discussion	73
VI.1.2. Bioessais	84
VI.1.2.1. Résultats	84

VI.1.2.1.1. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact.....	84
VI.1.2.1.1.1. Classement des produits selon les DL50 et les TL50.....	95
VI.1.2.1.1.2. Analyse de la variance.....	95
VI.1.2.1.2. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion.....	96
VI.1.2.1.2.1. Classement des produits selon les DL50	104
VI.1.2.1.2.2. Analyse de la variance.....	105
VI.1.2.1.3. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation.....	106
VI.1.2.1.3. 1. Classement des produits selon les TL50.....	109
VI.1.2.1.3. 2. Analyse de la variance	109
VI.1.3. Discussion	111
VI.1.3.1. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact	111
VI.1.3.2. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion	115
VI.1.3.3. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation	116

VI.2. Mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur

***Sitophilus oryzae* (L.)**

VI.2.1. Résultats	120
VI.2.1.1. Efficacité insecticide des formulations poudreuses.....	120
▶ Analyse de la variance	121
VI.2.1.2. Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1	122
▶ Analyse de la variance	123
VI. 2.1. 3. Etude de la rémanence des formulations poudreuses.....	125
▶ Analyse de la variance	127
VI.2.2. Discussion	128
VI. 2.2. 1. Efficacité insecticide des formulations poudreuses.....	128
VI. 2.2. 2. Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1	129
VI. 2.2. 3. Etude de la rémanence des formulations poudreuses.....	132

Conclusion générale.....	135
Perspectives	136
Références bibliographiques.....	137
Annexe	

Liste des figures

Figure 1	<i>Sitophilus oryzae</i>	1
Figure 2	Larves de <i>Sitophilus oryzae</i>	3
Figure 3	nymphe de <i>Sitophilus oryzae</i> dans un grain de blé.....	4
Figure 4	adulte de <i>S.oryzae</i> : vue dorsale.....	5
Figure 5	élytres de <i>S.oryzae</i> Caractérisé par la présence de quatre tâches rousses.....	5
Figure 6	Pronotum de <i>S.oryzae</i>	5
Figure 7	Pièces génitales de <i>S.oryzae</i> : Mâle :a-édéage vue dorsale, b-lame basale du tegmen, c-édéage vue latérale . Femelle : d-8ème sternite.....	6
Figure 8	Cycle de développement de <i>S.oryzae</i> .alb : albumen; ge :germe; la : larve apode; Lm. tampon mucilagineux; tr. d. n. : trou de nourriture.....	7
Figure 9	<i>S. oryzae</i> sur céréales stockées.....	9
Figure 10	Représentation schématique d'une coupe de poil glandulaire.	14
Figure 11	Poils sécréteurs uniséries.....	14
Figure 12	quelques exemples de molécules monoterpéniques Caractéristiques des huiles essentielles.....	19
Figure 13	quelques exemples de molécules sesquiterpéniques Présents dans les huiles essentielles.....	20
Figure 14	Quelques exemples de dérivés du phénylpropane rencontrés dans les huiles essentielles.....	21
Figure 15	Schéma général de la biosynthèse des Terpénoïdes.....	24
Figure 16	Le Romarin.....	39
Figure 17	le Thym.....	40
Figure 18	Menthe verte.....	41
Figure 19	Arbre d' <i>Eucalyptus globulus</i>	42
Figure 20	feuilles, bourgeon floral et fleur d' <i>Eucalyptus globulus</i>	43
Figure 21	Le giroflier.....	43
Figure 22	fleurs du giroflier.....	44
Figure 23	le gingembre.....	45
Figure 24	Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1.....	47
Figure 25	Structure de la montmorillonite.....	50
Figure 26	Structure de la montmorillonite d'après Hoffman et Endelet Wilm (1933).....	52
Figure 27	Représentation de l'effet de l'activation acide.....	55
Figure 28	Bentonite.....	56

Figure 29	Dispositif d'extraction par hydrodistillation.....	64
Figure 30	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Romarin (Essai contact)	84
Figure 31	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	85
Figure 32	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	85
Figure 33	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E de la Menthe verte (Essai contact)	85
Figure 34	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	86
Figure 35	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	86
Figure 36	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E d' <i>Eucalyptus globulus</i> (Essai contact).....	87
Figure 37	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide d' <i>E. globulus</i> à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	87
Figure 38	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide d' <i>E. globulus</i> à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	88
Figure 39	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Thym (Essai contact).....	89
Figure 40	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Thym à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	89
Figure 41	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Thym à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	90
Figure 42	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Gingembre (Essai contact).....	91
Figure 43	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Gingembre à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	91
Figure 44	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Gingembre à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	92

Figure 45	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E de Clou de girofle (Essai contact).....	93
Figure 46	Droite de régression de la relation log dose/probit probit de l'activité insecticide du Clou de girofle à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	93
Figure 47	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Clou de girofle à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai contact).....	94
Figure 48	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Romarin (Essai ingestion).....	97
Figure 49	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	97
Figure 50	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E de la Menthe verte (Essai ingestion).....	98
Figure 51	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	99
Figure 52	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	99
Figure 53	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E d' <i>E.globulus</i> (Essai ingestion).....	100
Figure 54	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide d' <i>E. globulus</i> à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	100
Figure 55	Droite de régression de la relation log temps/probit probit de l'activité insecticide d' <i>E. globulus</i> à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	101
Figure 56	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du <i>Thym</i> (Essai ingestion).....	102
Figure 57	Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du <i>Thym</i> à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai ingestion).....	102
Figure 58	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Gingembre (Essai ingestion).....	103
Figure 59	évolutions dans le temps des mortalités de <i>S.oryzae</i> traité par H.E du Clou de Girofle (Essai ingestion).....	104
Figure 60	évaluations de la toxicité des huiles essentielles par inhalation sur <i>S.oryzae</i> à la dose 0,24 µl / Cm ³	107

Figure 61	Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide des six huiles essentielles à l'égard de <i>S. oryzae</i> (Essai inhalation)	108
Figure 62	Efficacité insecticide des formulations poudreuses sur <i>Sitophilus oryzae</i>	121
Figure 63	Effet des formulations poudreuses sur la réduction de l'émergence de la F1 de <i>Sitophilus oryzae</i>	123
Figure 64	Rémanence des formulations poudreuses testées sur <i>Sitophilus oryzae</i>	126

Liste des tableaux

Tableau 1	Caractéristiques physico-chimiques de la bentonite utilisée dans la formulation.....	68
Tableau 2	Caractéristiques minéralogiques de la bentonite utilisée dans la formulation.....	68
Tableau 3	Composition chimique des huiles essentielles du Romarin, Thym et Menthe verte établie par GC /MS (présentation des composés majoritaires).....	73
Tableau 4	Composition chimique des huiles essentielles du <i>E. globulus</i> , Gingembre et Clou de girofle établie par GC /MS (présentation des composés majoritaires).....	78
Tableau 5	classement des huiles essentielles selon les DL50 (Test de toxicité par contact vis-à-vis de <i>S. oryzae</i> après 144h de traitement)	95
Tableau 6	classement des huiles essentielles selon les TL50 de la D4 (20µl/ml).....	95
Tableau 7	Analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles par contact vis-à-vis de <i>S.oryzae</i>	96
Tableau 8	classement des huiles essentielles selon les DL50 (Test de toxicité par ingestion vis-à-vis de <i>S. oryzae</i> après 144h de traitement)	104
Tableau 9	Analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles par ingestion vis-à-vis de <i>S.oryzae</i>	105
Tableau 10	classement des huiles essentielles selon des TL50 (Test de toxicité par inhalation vis-à-vis de <i>S. oryzae</i> après 1440 min.(24h) de traitement).....	109
Tableau 11	Test d'homogénéité des variances (test d'inhalation).....	110
Tableau 12	Analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles par inhalation vis-à-vis de <i>S.oryzae</i>	110
Tableau 13	Analyse de la variance de la toxicité insecticide des formulations poudreuses vis-à-vis de <i>S.oryzae</i>	122
Tableau 14	Test d'homogénéité des variances (effet des formulations sur l'émergence de la F1 de <i>S.oryzae</i>).....	123
Tableau 15	Analyse de la variance de l'effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1 de <i>S.oryzae</i>	124
Tableau 16	Test d'homogénéité des variances (test de l'effet de la rémanence des formulations poudreuses appliquées sur <i>S.oryzae</i>).....	127
Tableau 17	Analyse de la variance de la rémanence des formulations poudreuses appliquées sur <i>S.oryzae</i>	127

Abréviations

HE : Huile essentielle

PPL₃ : pyrophosphate d'isopentényle 3-méthylbut-2-ényl

PPL₂ : pyrophosphate de 3-méthylbut-2-ényl

PPG : pyrophosphate de géranyle

PP farnésyle : pyrophosphate de farnésyle

Mo : mortalité enregistrée dans les lots traités (%)

Me : mortalité enregistrée chez le témoin (%)

Mc : mortalité corrigée (%)

DL50 : Dose létale qui provoque 50 % de mortalité

TL50 : Temps létale par lequel 50 % de mortalité sont provoquées

M_{HE} : masse d'huile essentielle

M_{argile} : masse d'argile

Cn : nombre des nouveaux émergents dans le bocal non traité (témoin)

Tn : nombre des nouveaux émergents dans le bocal traité

M.M. : mortalité moyenne

%M.T : pourcentage de mortalité témoin

%M.M : pourcentage de mortalité moyenne

%M.C : pourcentage de mortalité corrigée

Introduction générale

Le stockage des céréales et des légumineuses constitue une étape importante qui rend possible la disponibilité quasi permanente de ces denrées sur les marchés et assure les semences pour les campagnes agricoles à venir (Ngamo et Hance, 2007). Toutefois, les attaques ravageuses des insectes aux denrées stockées sont responsables de déperditions importantes, selon Rajendran et Sriranjini (2008), plus de 600 espèces de ravageurs coléoptères, 70 espèces de mites et environ 355 espèces d'acarien menacent les produits en entreposage, la réduction de leur qualité et leur quantité est occasionnée principalement par les coléoptères du genre *Bruchidae* et *Curculionidae* (Tapondjou et al., 2002). D'après Benayad (2008) et Guèye et al. (2010), ces pertes peuvent dépasser 30% et atteindre 35% de la production agricole mondiale, mais également, elles peuvent exposer le producteur à l'insécurité et à la précarité (M'ella, 2011). A titre d'exemple, une étude récente menée par Guèye et al. (2012) a montré que les dégâts et pertes causés par *Sitophilus zeamais* Motschulsky (*Coleoptera:Curculionidae*) sont respectivement de l'ordre de 20% et 40% en quatre mois de stockage sur du maïs non traité. Face à cette menace, si aucune protection n'est faite, après sept mois de stockage, la perte des denrées peut être totale (Papachristos et Stamopoulos, 2002).

Les agriculteurs soucieux de conserver leurs produits en stocks à cause de la gravité des pertes post-récolte qu'occasionnent les insectes, mettent en œuvre un budget assez lourd pour la protection de leur produits. Des méthodes préventives articulées autour de l'hygiène des emballages et des locaux restent incapables devant ce fléau, dé alors, des moyens de lutte curatifs sont essentiellement articulés autour de l'utilisation de pesticides de synthèse. Dans des conditions optimales, leur efficacité à contrôler les nuisibles des stocks est certaine ; leur coût peut être relativement faible, leur facilité de mise en œuvre et leur durée de protection peut se prolonger sur plusieurs mois (Cissokho et al., 2015). Toutefois, beaucoup de griefs leur sont portés, parmi lesquels l'accoutumance des insectes et la sélection de souches résistantes (Benhalima et al., 2004), intoxications, pollution de l'environnement et désordres écologiques à cause de leur propriétés toxiques et non biodégradables, en addition, leurs résidus dans le sol, l'eau et les produits cultivés affectant ainsi la santé humaine (Regnault-Roger, 2002 ; Koul et al., 2008 ; Blair et al., 2014). Afin de faire face à la problématique de

synthétiser de façon permanente de nouvelles molécules insecticides et minimiser la dépendance aux produits phytosanitaires puisqu'ils ne peuvent pas être abandonnés, c'est la gestion intégrée qui est encouragée (**Azaizeh et al., 2002 ; Ketoh et al., 2005, Deravel et al., 2014**). Ceci rend obligatoire la découverte d'alternatives moins polluantes et toxiques. Dans cette optique, la matière première est recherchée dans la nature : une agriculture bio s'impose, sans oublier qu'une des plus anciennes pratiques existant dans le domaine de la phytoprotection est celle de l'utilisation des extraits végétaux et substances botaniques contre les bioagresseurs des cultures. Les scientifiques de la protection des végétaux, tout particulièrement des pays en développement et des pays émergent se focalisent aujourd'hui sur la valorisation des flores endémiques et des pharmacopées traditionnelles dans la lutte contre les bioagresseurs, (**Regnault-Roger, 2016**). la valorisation des plantes à effet insecticide semble être le centre d'intérêt de plusieurs chercheurs dans le monde particulièrement les huiles essentielles, Ainsi, plusieurs organes et parties des plantes sont exploités pour limiter les pertes post-récolte (**Gueye et al., 2011**) , Cette nouvelle approche à pris de l'ampleur. Les huiles essentielles sont réputées par leur faible toxicité envers les animaux à sang chaud, leur volatilité mais aussi, par leur toxicité contre les insectes des denrées stockées (**Shaaya et al., 1991 ; Regnault-Roger et al., 1993 ; Shaaya et al., 1997**), la fumigation représente le moyen de lutte le plus utilisée dans les denrées stockées. Les huiles essentielles et grâce à leurs composés volatiles sont des bio fumigants par excellence.

Dans ce même contexte plusieurs travaux ont été réalisés sur leur efficacité contre les principaux ravageurs des denrées stockées, prouvée par les trois modes de pénétration, par fumigation, les huiles essentielles du *Thymus vulgaris*, du *Rosmarinus officinalis* , *Menthis viridis* , *Eucalyptus globulus* , *Syzygium aromaticum*, *Zingiber officinale*, *Cymbopogon citratus* , *Cuminum cyminum* , *Piper nigrum* et *Artemisia campestris* , ont manifesté une action insecticide foudroyante sur *S. oryzae* (**Benazzeddine, 2010 ; Zahout ,2011 ; Roveré Franz et al.,2011 ; Chaubey, 2011 ; Derradji-Heffaf, 2013**), les bruches telles que *Acanthoscelides obtectus*, *Callosobruchus maculatus*, et les Ténébrionides *Tribolium confusum* et *Tribolium castaneum* se sont montrée très sensibles au film toxique ses huiles essentielles de la Menthe poivrée , de la lavande, d'Eucalyptus et du thym, Clou de girofle , du Bois d'inde, le Myrte , l'origan,

Gingembre, le basilic et la lavande (*Ayvaz et al., 2010 ; Saheb et al., 2012 ; Goucem-Khelfane, 2014 ; Taleb-Toudert, 2015*) .

En dépit de leur pouvoir insecticide prometteur, la manipulation des huiles essentielles cependant est jugée difficile à cause de leur grande volatilité, leur rémanence décroît très rapidement (**Regnault-Roger, 2002**), dans le but de prolonger l'activité des huiles essentielles, on se propose l'usage d'un support inerte qui permet la fixation des huiles essentielles, et qui soit en mesure des les relarguer par la suite, le choix est porté sur les argiles connues pour leur grand pouvoir adsorbant, ainsi, ces matériaux naturels ou modifiés ont fait l'objectif de plusieurs travaux (**Nguemtchouin et al., 2009 ; Camara, 2009 ; Ndomo et al., 2010 ; Fogang et al., 2012 ; Nguemtchouin, 2012 ; Nguemtchouin et al., 2013**). Les formulations poudreuses obtenues ont montré une amélioration de la rémanence comparée à celle des huiles essentielles brutes.

Notre travail est mis sur les rails de cette voie pour mettre en exergue les propriétés insecticides de six huiles essentielles dont la plupart sont extraites de plante d'origine algérienne sur *S. oryzae* selon les trois modes de pénétration : contact, ingestion et inhalation, et de contribuer à la mise au point d'une formulation issue d'une mixture entre l'huile essentielle ayant le plus grand pouvoir insecticide et une argile : la bentonite à l'état naturel et activée par un acide. Les formulations feront l'objet d'essais biologiques qui porteront sur l'efficacité insecticide, l'effet sur l'émergence de la FI ainsi que sur la rémanence.

Introduction

Sitophilus oryzae (L.) ce ravageur primaire, est considéré comme étant l'insecte le plus destructif des denrées stockées ; s'attaquant au blé, maïs, riz et l'orge (Atwal and Dhaliwal, 2002), il occasionne des pertes importantes au niveau des structures de stockage des denrées, touchant aussi bien leur qualité que leur quantité. En effet, la larve de ce charançon consomme 10 mg de grains pendant son développement alors que l'adulte consomme 0,49 mg par jour (Kehe, 1975 ; Fleurat-Lessard, 1984 ; Yadi, 1987).

La réussite d'un traitement contre un déprédateur quel qu'il soit, exige la connaissance des dégâts qu'il provoque pour mieux diagnostiquer les pertes qu'il occasionne ; et sa biologie ainsi que son développement permettent le choix du traitement et du moment opportun de son application, c'est dans ce contexte que, dans ce chapitre, nous aborderons ces différents points pour *Sitophilus oryzae*.

Le charançon du riz *sitophilus oryzae* (L.)

I-1- Position systématique de *Sitophilus oryzae* (L.)

I-1-1- Taxonomie

Selon Lapesme (1944) *Sitophilus oryzae* appartient à :

Embranchement:	Arthropoda.
Classe	: Insecta.
Ordre	: Coleoptera.
Sous ordre	: Heterogastra.
Famille	: Curculionidae.
Sous famille	: Calandrinae.
Genre	: <i>Sitophilus</i>
Espèce	: <i>Sitophilus oryzae</i> (Linnaeus 1763.)



Figure 1 : *Sitophilus oryzae* (1mm)
(Sikes, 2011)

Selon **Hoffmaan (1954)** et **Borror et al. (1981)**, les Rhynchophorinae est la sous famille à laquelle ce petit coléoptère appartient, d'autres auteurs le classent parmi les coléoptères de la famille des Dryophtoridae (**Jourdan and Mille 2006, Gomy 2000**)

I-1-2- Synonymie

Sitophilus oryzae(L) présente plusieurs synonymes dont :

- *Calandra oryzae* (Linnaeus 1763.) selon **Meurgey (2011)**.
- *Curculio oryzae* Linnaeus, 1758 selon **Wikipédia (2013)**.
- *Sitophilus sasakii* Takahashi, 1928 **Wikipédia (2013)**.

I-2- Origine et répartition géographique de *Sitophilus oryzae*

Selon **Balachowski (1962)**, *Sitophilus oryzae* est d'origine indienne, il vit dans les pays chauds, et se rencontre en Afrique du nord, dans les légumineuses telles que le pois chiche et le niébé, il peut se développer dans les mêmes grains de blé que le charançon du blé (**Duget, 1986**).

Actuellement ; cet insecte est devenu cosmopolite et sa répartition dans le monde a prit de l'ampleur à cause des échanges internationaux.

I-3- Morphologie de *Sitophilus oryzae* : description des différents états de développement

I-3-1- L'œuf

D'après **Steffan (1978)**, l'œuf de *S.oryzae* mesure 0,5-0,8 mm de grand axe et 0,2-0,3 de petit axe, de forme ovale ou piriforme, sa couleur est d'un blanc opaque et brillant il porte une protubérance à son extrémité qui lui permet de se fixer au substrat, elle se trouve à l'intérieur des trous de ponte.

La durée de développement embryonnaire varie avec la température: de 6 jours à 28°C, elle atteint 10°jours à 20°C et 15 jours à 16°C. En dessous de 16°C, l'évolution de l'oeuf est arrêtée (**Lepesme, 1944**).

I-3-2- La larve

La larve de *S.oryzae* est Blanchâtre et globuleuse, elle se caractérise aussi par sa forme ramassée, épaisse avec un profil dorsal semi- circulaire et un profil ventral presque rectiligne (**Lepesme, 1944**), Sa tête, d'un brun- clair, porte des mandibules plus sombres, fortes et triangulaires. Sur le plan morphologique, elle se distingue des larves des autres coléoptères des denrées stockées par l'absence de pattes (**Fig.2**), sur le plan physiologique, la différence s'établit par le nombre à la fois constant et très peu élevé de ses mues; on compte, au total, 3 mues correspondant à 4 stades larvaires (**Lacoste, 1970 ; Steffan, 1978**), que l'on peut identifier par la longueur de la capsule céphalique (**Steffan, 1978**). D'après **Lepesme (1944)**, Une larve âgée mesure 2,5 à 3 mm de long.

Selon **Lepesme (1944)** et **Steffan (1978)**, la longueur de la larve du 4^{ème} stade atteint, environ, celle de l'adulte peu avant la métamorphose, l'évolution larvaire est variable et s'étend sur un à quatre mois suivant la température et d'autres facteurs ambiants d'élevage.

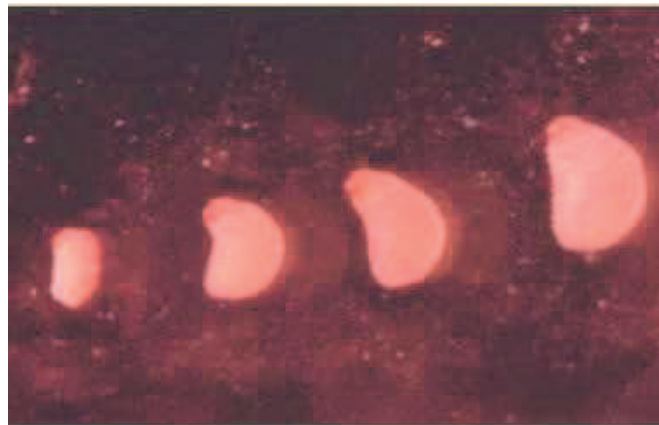


Figure 2 : Larves de *Sitophilus oryzae* (Jadhav, 2006)

I-3-3- La nymphe

A la fin de son développement, la larve aménage une sorte de chambre de nymphose où Elle passe par un stade prénymphe. Après une période d'immobilisation de 50 heures environ, la prénymphe se transforme en une nymphe de forme cylindrique et de couleur Blanchâtre qui brunit à mesure qu'elle évolue, sa taille mesure 3,75 à 4 mm de long (**Lepesme, 1944**) La durée de ce dernier stade varie de 6 jours (à 22°C) à 15 jours (de 16° à 18°C). Après la métamorphose, la nymphe, morphologiquement identique à l'adulte, reste repliée, le rostre tourné vers l'abdomen (**Fig.3**), se transforme en un imago d'aspect clair, qui demeure à l'intérieur du grain, en attendant que durcissent ses téguments.

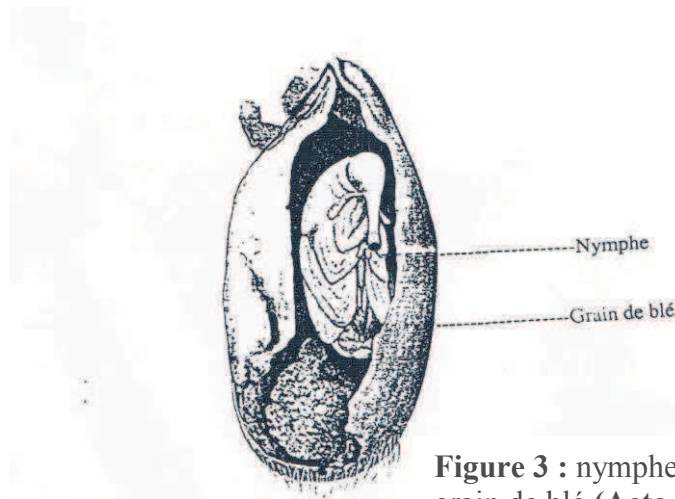


Figure 3 : nymphe de *Sitophilus oryzae* dans un grain de blé (**Acta, 1982**)

L'imago perce, en suite l'enveloppe du grain et s'échappe à l'extérieur par l'extrémité opposée au trou où l'adulte a déposé l'œuf. Les téguments brunissent, alors, progressivement, au contact de l'air pour donner au charançon sa couleur définitive.

I-3-4- L'imago

L'imago de *S.oryzae* est d'un brun foncé au noir, mesurant 2,5 à 4 mm de longueur ; il se caractérise par la présence de quatre taches rousses aux coins des élytres, et par son long rostre (1mm) qui occupe presque le 1/3 de la longueur ; la tête avec le rostre est aussi longue que le prothorax ou les élytres (**Fig. 4 ; Fig. 5**).

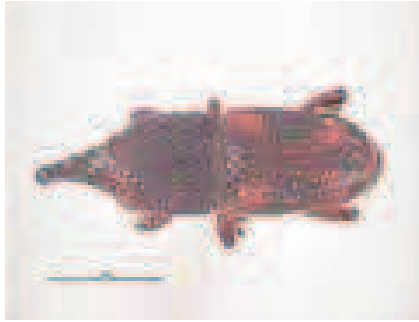


Figure 4 : adulte de *S.oryzae* : vue dorsale (1mm).
(Walker and Hinkley, 2009).

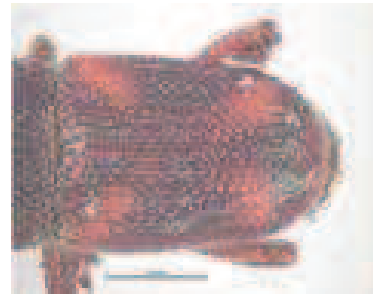


Figure 5 : élytres de *S.oryzae* (0.5mm)
Caractérisé par la présence de quatre taches
rousses
(Walker and Hinkley, 2009).

Sur le plan taxonomique, *S.oryzae* la présence de fortes ponctuations elliptiques sur le prothorax, précisément sur le pronotum (**Fig. 6**), où elles sont séparées par une zone médiane plate dépourvue de ponctuations. Moins de 20 de ces ponctuations s'étalent du cou au scutellum tout au long de la ligne médiane, Les élytres sont également fortement ponctués et ont des sillons longitudinaux (**Koehler, 2012**).



Présence de ponctuations sur
le pronotum

Figure 6 : Pronotum de *S.oryzae* (0.5 mm)
(Walker and Hinkley, 2009)

I-3-5- Le dimorphisme sexuel chez *S. oryzae*

Un dimorphisme sexuel existe entre les deux sexes ; le rostre du mâle est plus court , plus épais et moins lisse que celui de la femelle, la face ventrale de l'abdomen est concave à l'apex chez le mâle, chez la femelle, elle est à peu près plane. Au niveau des armatures génitales ; chez les mâles, l'édéage a la face dorsale régulièrement convexe. Chez les femelles, le 8e sternite est en forme de Y aux branches écartées et aux extrémités arrondies (Delobel et Tran, 1993). (Fig. 7)

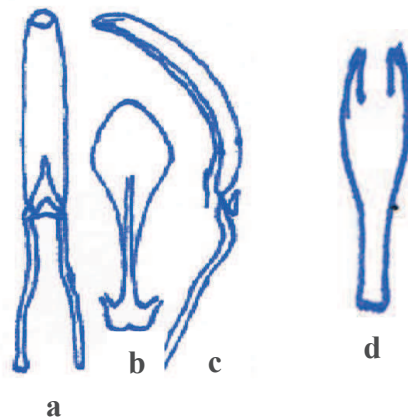


Figure 7 : Pièces génitales de *S.oryzae*
Mâle : a-édéage vue dorsale, b-lame basale du tegmen,
c-édéage vue latérale . Femelle : d-8ème sternite
(Delobel et Tran, 1993).

I-4- Biologie et cycle de développement de *Sitophilus oryzae*

Après leur émergence, les adultes s'accouplent, leur copulation dure 15 min à 1 h30 min et se répète à maintes reprises au cours de leur existence (Lepesme, 1944).

Une à deux semaines après l'accouplement, la ponte s'effectue à une certaine profondeur du grain. Les observations, montrent que les femelles choisissent les grains avant de pondre. Elles sont capables de déceler la présence d'un oeuf ou d'une larve déjà en place dans un grain. Elles ne pondent jamais dans un grain déjà occupé (Paulian, 1988).

La femelle creuse une cavité dans le grain et y dépose un oeuf, par la suite elle bouche le trou de ponte avec des sécrétions au moyen de son oviducte (Koehler, 2012).selon Delobel et Tran (1993), cette sécrétion est gélatineuse. Elle pond en moyenne 4 œufs par jour qui éclosent en 3 jours, et sa durée de vie s'étale de 4 à 5 mois. La durée du

cycle de développement peut varier selon la température, en effet, elle atteint 26 jours à 30°C sur le blé, et 30 jours sur le sorgho, à 27°C et 25°C elle arrive à 37 et 40 jours successivement, l'hygrométrie idéale est comprise entre 70% et 80%. Selon **Yevoor (2003)**, la période d'incubation des œufs sur le maïs est de 5 jours à une température qui varie entre 14°C et 34°C et une hygrométrie de 55 à 88%.

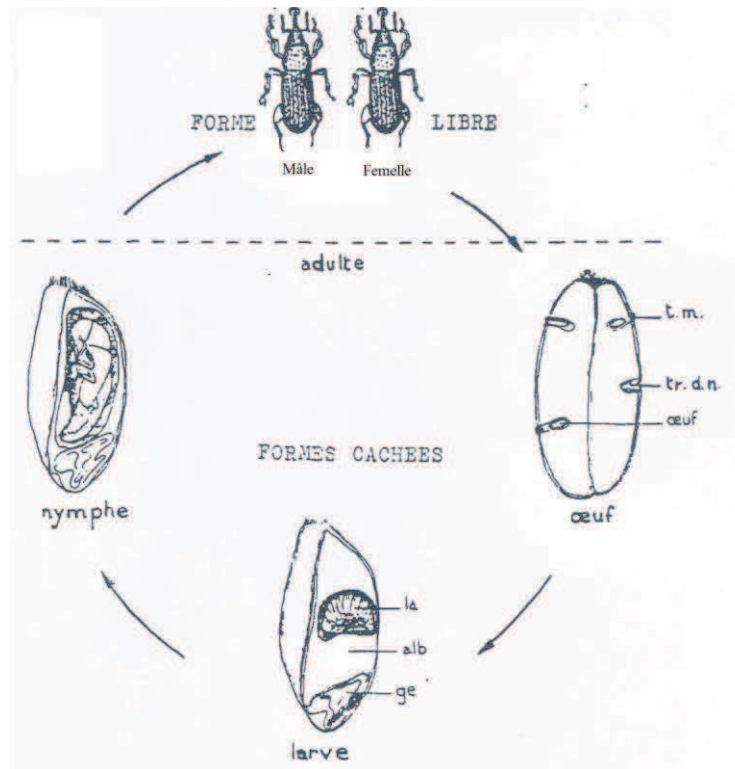


Figure 8 : Cycle de développement de *S.oryzae*
alb : albumen; ge :germe; la : larve apode; Lm. tampon mucilagineux; tr. d. n. :
trou de nourriture.(Fleurat-Lessard, 1982a).

Après éclosion de l'œuf, la larve se nourrit à l'intérieur du grain pendant 18 jours, le stade nymphal est d'une durée moyenne de 6 jours, l'imago reste à l'intérieur du grain pendant 3 à 4 jours, temps d'atteindre la maturité et le durcissement de son tégument (Koehler, 2012).

I-5- Importance économique et Dégâts

Les denrées stockées infestées par les insectes connaissent une baisse importante de leur valeur commerciale. Leur poids, qualité et la fiabilité des grains sont également réduits (**Vinäuela et al., 1993**).

Sitophilus oryzae L., ce petit coléoptère est un ravageur redoutable d'une grande importance économique étant donnée les dégâts qu'il occasionne, d'abord par son développement interne qui incite l'ingestion de l'intérieur du grain, par conséquent, les adultes se nourrissant d'endosperme provoquent une réduction des réserves en carbohydrates des grains, en suite, les larves dans leur préférence alimentaire sélectionnent le germe des graines, ce qui enlève à ces derniers un grand pourcentage de leur réserves en protéines et vitamine ; et fait perdre aux graines leurs pouvoir germinatif (**Dal Bello et al., 2001**).

Ce curculionide s'alimente régulièrement et consomme par semaine un poids de blé égal à son propre poids (**Ratcliffe, 1941**). Il est muni d'ailes bien développées et peut de ce fait voler, et donc se disséminer dans les champs (**Benayad, 2008**).

D'après **Appert, (1985)**, l'aliment de prédilection chez cette espèce est constitué par les grains de blé, d'orge, de maïs et de riz. Parfois même ils fréquentent le millet, les châtaignes, les patates séchées, les figes sèches et le tabac en feuilles ou manufacturé.

Egalement, peut être rencontrée sur l'orge, sarrasin, sorgho, lentilles, graines de moutarde, graines de *Coix lachryma-jobi*, graines de *Ceratonia siliqua*. *Cicer arietinum*. *Pisum sativum*, *Vigna anquularis*. *V. radiata*. Seules certaines souches possèdent génétiquement la faculté de se développer sur légumineuses (**Delobel et Tran, 1993**). **Yevoor (2003)** observa qu'en présence d'aliments, les femelles peuvent vivre 115.76 jours tandis que les mâles vivent 97.42 jours, alors qu'en absence de nourriture, la longévité des femelles est de 9.50 jours et celle des mâles est de 7.32 jours.

Les mâles de cette espèce produisent une phéromone d'agrégation appelée ((4S, 5R)-5-Hydroxy-4-methylheptan-3-one) par laquelle mâles et femelles sont attirés alors que les femelles produisent une phéromone qui n'attire que les mâles (**Wikipedia, 2014**).



-a-



-b-

Figure 9 : *S. oryzae* sur céréales stockées

- a- Sur blé tendre : les dégâts sont visibles par les trous qu'il occasionne (**original**)
- b- Adulte présent sur le riz (**Paulian, 1995**)

Généralités sur les Huiles essentielles

II-1-Historique

Le terme « huile essentielle » est une contraction de l'expression « huile Quintessentielle ». Son origine provient de l'idée aristotélicienne selon laquelle la matière est constituée de quatre éléments, à savoir : le feu, l'air, la terre et l'eau. Le cinquième élément, autrement nommé quintessence, était alors considéré comme étant l'esprit ou la force vitale.

Dans le passé, les anciens assimilaient la distillation et l'évaporation, comme des procédés permettant d'extraire l'esprit de la plante.

Au début du XVII^{ème} siècle, un médecin réformateur suisse du nom de Philippus Theophrastus Aureolus Bombastus Von Hohenheim - dit Paracelse (1493-1541), étudia l'extraction de « l'âme » des végétaux sous forme de «Quintessence» à laquelle le nom d'esprit a été donné. Puis, on lui attribua le nom « d'essence » et finalement «d'huile essentielle» (**Lafon *et al.*, 1988**).

L'histoire des huiles essentielles commence cependant 2000 à 3000 ans avant cette époque. Chez les Egyptiens, l'essence de térébenthine était déjà utilisée et tout porte à penser que certains parfums étaient obtenus sous forme d'huiles distillées. L'art de la distillation, Initié par les Egyptiens, Indiens et Perses, s'améliora au cours du IX^{ème} siècle sous l'impulsion des Arabes avec, notamment, le développement de l'alambic attribué à Avicenne (980-1037) (**Hellal, 2011**). La science des huiles essentielles s'étend ou gagne l'Europe au cours des croisades durant le XIII^{ème} siècle. Le développement des procédés de production et des connaissances de ces extraits fut alors majoritairement mené par des pharmaciens. Durant les siècles qui suivirent, les huiles essentielles étaient principalement utilisées pour leurs vertus thérapeutiques et ne nécessitaient qu'une production minimale, ce qui n'est plus le cas de nos jours.

Les huiles essentielles et malgré l'hétérogénéité de leur composition chimique, elles ont des propriétés marquées qui les ont fait utiliser de longue date en pharmacie (aromathérapie), dans l'industrie chimique (produits d'hémisynthèse), et plus récemment comme biopesticides (**Regnault- Roger, 2016**).

II-2 -Définition

Selon **Durvelle (1930)**, les essences ou huiles essentielles, connues également sous le nom d'huiles volatiles, de parfums, etc., sont des substances odorantes huileuses, volatiles, peu solubles dans l'eau, plus ou moins solubles dans l'alcool et dans l'éther, incolores ou jaunâtres, inflammables, s'altèrent facilement à l'air en se résinifiant. Elles sont ordinairement liquides à la température ordinaire, quelques unes sont solides ou en partie cristallisées ; elles n'ont pas le toucher gras et onctueux des huiles fixes dont elles se distinguent par leur volatilité, leur odeur plus ou moins forte, suave, piquante ou désagréable, et par la propriété qu'elles ont de ne pas laisser de tache durable sur le papier. Elles se trouvent, pour la plus grande partie, toutes élaborées par l'organisme végétal ; mais il en est qui ne prennent naissance qu'au moment où les parties végétales sont mises en contact avec de l'eau, telle est l'essence d'amande et de moutarde.

D'après **Naves (1976)**, aucune des définitions des HE n'a le mérite de la clarté, ni celui de la précision, les HE sont des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale, ces mélanges passent avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau.

Cette définition peut être étendue aux HE obtenues par expression à froid de l'écorce ou zeste des fruits de Citrus, à cause de l'intervention de l'eau dans les procédés mécaniques pour entraîner le produit libéré des alvéoles oléifères.

AFNOR, (2000 a, b et c), a défini les huiles essentielles comme étant : « Des produits obtenus soit à partir de matières premières naturelles par distillation à l'eau ou à la vapeur d'eau, soit à partir des fruits de Citrus par des procédés mécaniques et qui sont préparés de la phase aqueuse par des procédés physiques ».

L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques pour les deux modes d'obtention. Elle ne doit pas subir de traitements physiques qui pourraient entraîner des changements significatifs de sa composition (par ex redistillation, aération, déterpénation), Cette définition spécifique est restrictive ; en effet, elle exclut les produits obtenus par extraction à l'aide de solvant et ceux obtenus par tout autre procédé (gaz sous pression, enfleurage) (**Figueredo, 2007**).

L'Encyclopédie **Funk et Wagnalls, (2004)** décrit les huiles essentielles comme étant des « *liquides volatils, la plupart du temps insolubles dans l'eau, mais librement*

soluble dans les alcools, éthers et huiles végétales et minérales. Elle sont habituellement non huileuses au contact ».

Selon la **Pharmacopée Européenne, (2011)** les huiles essentielles sont définies comme étant 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. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition.

Les HE sont connues par les Terpénoïdes qu'elles contiennent principalement des mono- et sesquiterpènes bien que des Diterpènes puissent être également présents (**Benabdelkader, 2012**).

En outre, elles peuvent contenir des :

- hydrocarbures, tels que le limonène dans l'huile de citron;
- alcools, tels que le bornéol dans le camphre du Bornéo;
- les esters, tels que le salicylate méthylique dans l'huile de wintergreen;
- aldéhydes, tels que l'aldéhyde benzoïque dans l'huile des amandes amères;
- cétones, telles que la menthone dans l'huile de menthe poivrée;
- lactones et oxydes, tels que la coumarine des haricots de tonka .

Le terme « huile » provient du fait que les substances volatiles contenues dans le végétal sont visqueuses et hydrophobes. Elles ont la propriété de se solubiliser dans les huiles et les graisses. Le terme «essentielle» ; reflète le caractère principal des plantes à dégager des odeurs agréables (**El Abed et Kambouche, 2003**).

II-3 - Localisation des huiles essentielles

Ces essences peuvent se rencontrer dans divers organes à citer : les fleurs (ex : origan) ; les feuilles (citronnelle, Eucalyptus) ; les racines (ex:vétiver) ; les rhizomes (gingembre, acore) ; les graines (ex : carvi) ; les fruits (ex : badiane) ; les écorces (ex : cannellier) ; le bois (ex : bois de rose ou santal) ; la sève (ex : encens, myrte) ; les bourgeons (ex : le pin) (**Bruneton, 1999**).

Elles sont souvent plus concentrées dans les brindilles, les fleurs et les graines. Dans une même plante, ces huiles peuvent exister à la fois dans différents organes.

La composition chimique pouvant varier d'un organe à un autre. Ainsi dans le cas du citronnier, la fleur et le fruit fournissent des essences de composition chimique différente (**Baaliouamer, 1987**). L'oranger amer (*C. aurantium* L. ssp. *aurantium*, Rutaceae) fournit le par le péricarpe frais du fruit, l'huile essentielle d'orange amère ou "essence de Curaçao", la fleur fournit "l'essence de Néroli" et l'hydrodistillation de la feuille, des ramilles et des petits fruits conduit à "l'essence de petit grain bigaradier". Ainsi, la composition de ces 3 huiles essentielles est différente (**Figueredo, 2007**).

II-4- Eléments de synthèse des huiles essentielles :

La synthèse des huiles est liée à des cellules spécialisées, rarement isolées (feuilles de *Laurier, Gingembre*), le plus souvent regroupées en poches (**Rutacées, Myrtacées**) ou en canaux sécréteurs (**Apiacées, Astracées**), l'excrétion de l'huile essentielle dans la cavité des poches ou canaux est réalisée par exocytose (**Myrtacées**) ou lyse des cellules bordant la cavité (**Rutacées**) (**Guignard.1996**). Les cellules sécrétrices sont souvent localisées sur ou à proximité de la surface de la plante ce qui facilite leur émission. En effet, lorsque la température est assez élevée, les essences traversent la paroi cellulaire et la cuticule sous forme de vapeur vers l'extérieur d'où le dégagement des parfums des fleurs (**Brunton, 1999**), Plusieurs catégories de tissus producteurs et sécréteurs peuvent coexister simultanément chez une même espèce, voire dans un même organe (**Fahn, 1979**). Chez la plupart des plantes, les huiles essentielles sont synthétisées dans des trichomes glandulaires spéciaux (poils) à la surface des feuilles. Leur forme est variable et souvent caractéristique d'une famille. (**Fig.10 et Fig.11**) (**Gershenson et al., (1992) ; MC Caskill et al., (1992) ; Turner et al., (1999) ; Sharma et al., (2003) ; Wagner et al., (2004)**).

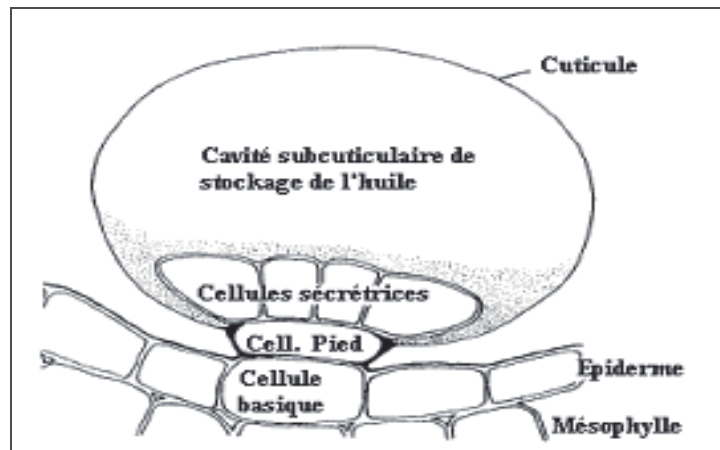


Figure 10 : Représentation schématique d'une coupe de poil glandulaire. Les huiles essentielles sont produites dans les cellules sécrétrices puis accumulées dans la cavité qui se forme entre les cellules sécrétrices et la cuticule qui les recouvre (Turner *et al.*, (1999), Wagner *et al.*, (2004)).

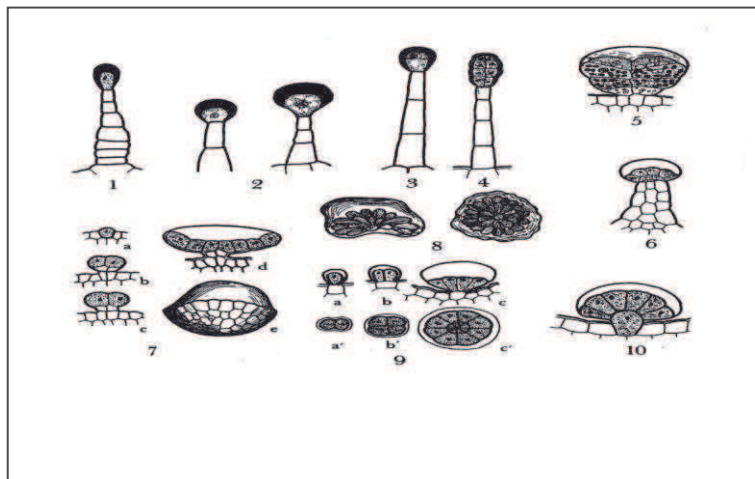


Figure 11: Poils sécréteurs unisériés : 1. *Cistus* ; 2. *Primula siensis* ; 3. *Pelargonium zonale* ; 4. *Hyoscyamus*. 5. Poil sécréteur massif de Pyrèthre ; 6. Poil sécréteur à tête pluricellulaire de Chanvre ; 7.a, b, c, Stades successifs du développement d'une glande à lupulin ; d, glande en coupe verticale. L'HE soulève la cuticule ; e, glande entière ; 8. Poils sécréteurs de Kamala. 9. Stades successifs du développement d'un poil sécréteur de Labiée, en coupe verticale a, b, c et en projection horizontale : a', b', c'. 10. Poil sécréteur de Thym (Deysson, 1978).

II-5-Rôle des huiles essentielles chez les plantes

Les huiles essentielles émises par les plantes sous forme de vapeur ont des fonctions multiples dans la nature. Actuellement, il est souvent difficile de les préciser dans tous les cas, néanmoins, il semble probable qu'elles aient un rôle écologique. En effet ; expérimentalement il a été établi qu'elles interviennent dans les interactions 'végétaux animaux'. Ainsi, elles constituent un moyen de communication (langage chimique) (**Bruneton, 1997**). Selon **Al Mousawi et Al Naib (1975)**, ce sont les monoterpènes qui jouent un rôle dans les interactions végétaux comme agent allélopathiques où ils sont inhibiteurs de la germination , et la croissance (**Richter, 1993**) mais aussi des interactions (végétale- animal) comme agent de protection contre les prédateurs tels que les insectes, les herbivores, les micro-organismes , ou autres (**Bruneton, 1997**). à titre d'exemple, le 1,8-cinéole et le camphre inhibent la germination des organes responsables de la prolifération des infections ou la croissance des agents pathogènes issus de ces organes (**Razafindrakoto, 1988**).

Capo et al., (1990) ont démontré que les propriétés toxiques et anti appétantes des substances de certaines huiles peuvent paralyser les muscles masticateurs des agresseurs. Pour d'autres végétaux, leur réponse de défense s'exprime au moment de l'attaque par le ravageur ; les racines de certaines variétés de maïs sauvages sont consommées par les larves de la Chrysomèle du maïs. Les racines réagissent en émettant des composés terpéniques qui attirent des nématodes entomophages présents dans le sol qui dévorent les larves de chrysomèle. Les feuilles et les racines de maïs émettent notamment, lorsqu'elles sont attaquées, du (E)- β -caryophyllène. Ce composé terpénique volatil est synthétisé grâce à l'activité d'un gène appelé « terpènesynthétase TPS23 » qui ne s'exprime que lorsque les feuilles ou les racines commencent à être mangées par les larves de ces deux insectes phytophages (**Huignard, 2013**).

Pour d'autres, l'attrait des insectes pour les plantes à fleurs en vue de la pollinisation est également crédité aux huiles essentielles que ces plantes contiennent (**Bruneton, 1999**), la fécondation est ainsi assurée par ces insectes qui favorisent la dispersion de pollens et graines (**Bakkali et al., 2008**).

Des études ont montré que les composants volatils produits du métabolisme secondaire auraient un rôle mobilisateur d'énergie lumineuse et de régulateur thermique au profit de la Plante. Elles réguleraient la transpiration diurne en absorbant les rayons

ultraviolets par leurs constituants insaturés. La présence et la teneur en huiles essentielles dans les plantes seraient donc en rapport avec la photochimie. (**Croteau 1977 ; Croteau et Hooper 1978**).

Il convient enfin de signaler que pour les plantes des régions désertiques, les vapeurs de l'huile saturent l'air autour de la plante et permettent de maintenir une certaine humidité qui empêche la température d'augmenter d'une manière excessive pendant le jour et de baisser au cours de la nuit (**Belaiche, 1979**).

II-6- Caractéristiques physico-chimiques

Les huiles essentielles diffèrent des huiles grasses, par leurs propriétés physiques et leurs compositions, du fait qu'elles se volatilisent à la chaleur et que leurs taches sur le papier sont passagères (**Sallé, 1991**). Autrefois, les essences étaient appréciées pour leurs propriétés organoleptiques (odeur, goût, couleur et aspect), vu l'usage qui en était fait comme matières aromatisantes et parfumantes.

Aujourd'hui les propriétés physico-chimiques (densité, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, solubilité dans l'alcool, indice d'acide, d'ester...) sont exigées pour leurs évaluations commerciales (**Badjah Hadj Ahmed, 1978**).

Les huiles essentielles sont des substances caractérisées par une forte odeur aromatique liée à leur volatilité et sont généralement incolores ou faiblement colorées (jaune pâle). Cependant, on rencontre quelques-unes d'entre elles qui sont colorées comme l'essence de cannelle, d'absinthe et de camomille qui sont respectivement colorées en rouge, vert et bleu.

La plus part d'entre elles sont plus légères que l'eau. Il existe toutefois des huiles plus lourdes comme par exemple les essences de cannelle, girofle et de sassafras.

Leur densité varie de 0,8 à 1,08, leur température d'ébullition est de 160°C à 240°C Elles ont des indices de réfraction élevés et elles sont le plus souvent optiquement actives car elles contiennent des molécules asymétriques.

Ces substances sont solubles dans les solvants organiques usuels et les huiles grasses. Elles sont liposolubles et très peu solubles dans l'eau à laquelle toutefois elles communiquent leur odeur. On parle alors d'eau aromatique (**Bruneton, 1997**).

Elles se caractérisent par des indices chimiques qui permettent d'évaluer approximativement la quantité de fonctions chimiques (acides, ester, alcools...)

présentes dans les composants de l'essence. De plus, elles sont sensibles à l'oxydation et ont tendance à se polymériser pour former des produits résineux.

II-7-Composition chimique

La composition chimique des huiles essentielles est généralement très complexe d'un double point de vue, à la fois par le nombre élevé de constituants présents et surtout par la diversité considérable de leurs structures. En effet, elles comprennent deux classes de composés caractérisés par des origines biogénétiques bien distincts : le groupe des Terpénoïdes, le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane et les constituants d'origines diverses (El Abed et Kambouche, 2003).

II-7-1- Les Terpénoïdes (ou terpènes) sont des hydrocarbures de structure très diverses : acycliques, monocycliques, bicycliques...portant parfois différentes fonctions, ils représentent les constituants principaux des huiles essentielles.

a- Classification des Terpènes:

Leur formule brute est $(C_5H_8)_n$, de ce fait et d'après Finar (1994), la valeur de n permet de les classer comme suit:

N=1 les héli terpènes en C_5 ;

N=2 les mono terpènes en C_{10} ;

N=3 les sesquiterpènes en C_{15} ;

N=4 les terpènes en C_{20} ;

N=5 les ses terpènes en C_{25} ;

N=6 le tri terpènes en C_{30} , N=8 les caroténoïdes en C_{40} ;

N= ∞ les poly terpènes en $C_{>40}$.

b-constituants Terpéniques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles contiennent principalement des terpènes, Les mono terpènes constituent les composés principaux suivis de sesquiterpènes et rarement des Diterpènes (Bruneton, 1997).

b-1-- les mono terpènes : leurs variations structurales sont très diverses : hydrocarbures, alcools, cétones, etc....

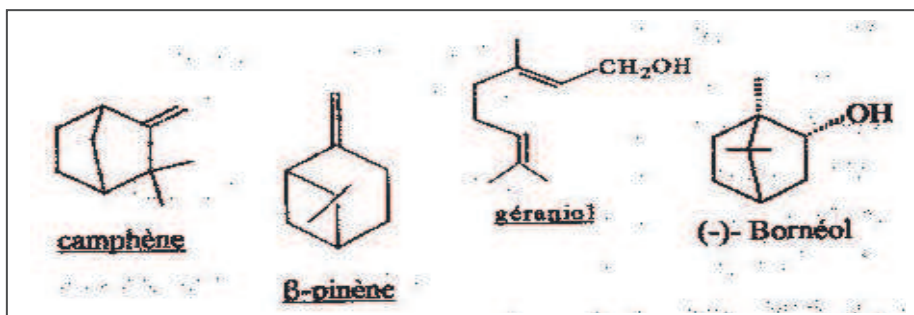
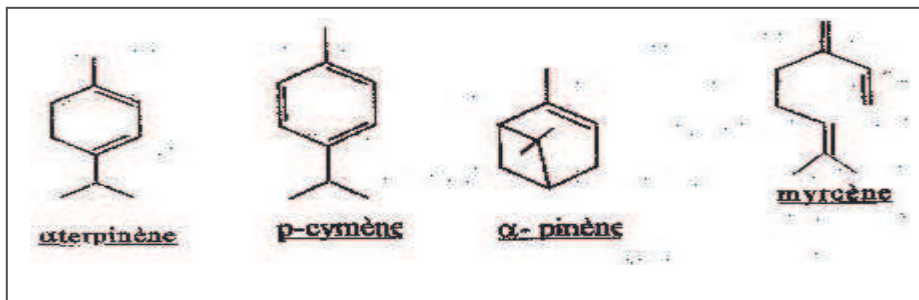
Les hydrocarbures : les carbures sont presque toujours présents. Ils présentent dans certains cas plus de 90% de l'huile essentielle, ils peuvent être : Acycliques (myrcène, ocimène) Monocycliques (p-cymène, α et γ terpinène) bicycliques (α - et β -pinène, carène, camphène, sabinène).

- **les alcools :** les alcools eux aussi peuvent être : Acycliques (géraniol, linalol, citronellol) Monocycliques (menthol, α terpinéol) bicycliques (bornéol, fenchol).

-**les aldéhydes et les cétones :** les dérivés carbonylés sont le plus souvent acycliques : Géraniol, néral, citronelle, tagétone. Ils peuvent être monocycliques (menthone, carvone, puégone), bicycliques (camphre, fenchone, thuyone).

- **Les esters :** on retrouve des esters acycliques : acétate ou propionate de linalyle, acétate de citronellyle, acétate de géranyle, et monocycliques : acétate de menthyle, ou d' α terpényle.

- **Dérivés phénoliques et autres :** Dans ce cas on peut citer le Thymol, le Carvacrol , l'Eugéno, le 1,8 Cinéole (Eucalyptol),



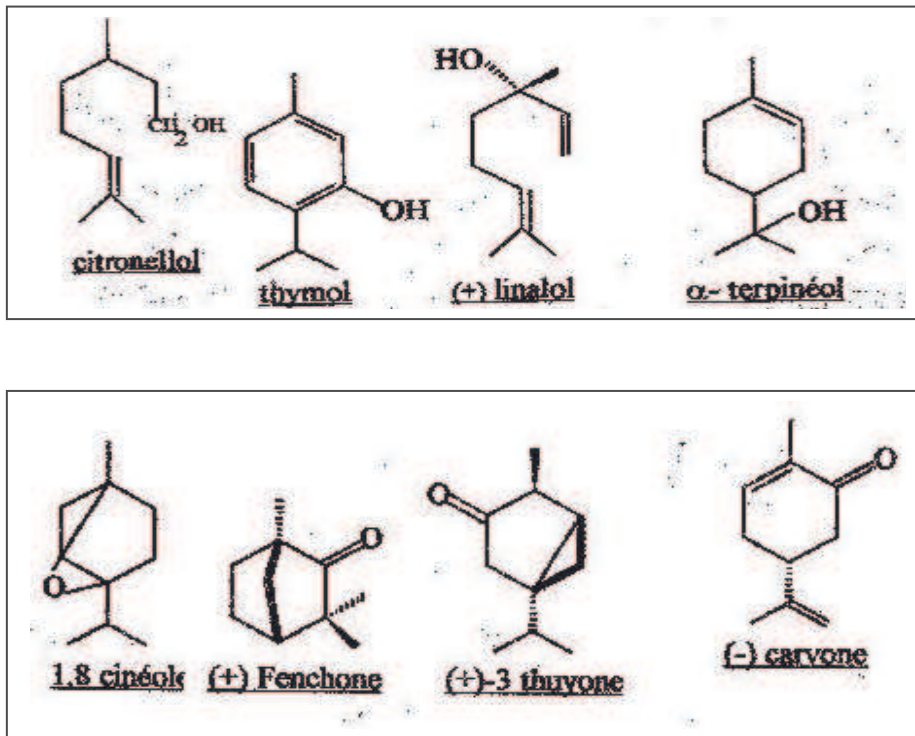


Figure 12 : quelques exemples de molécules monoterpéniques

Caractéristiques des huiles essentielles (El Abed et Kambouche, 2003)

b-2- Les Sesquiterpènes :

De même que les monoterpènes, Les sesquiterpènes sont de structure très diverses : les carbures (β -bisabolène β -caryophyllène), les alcools (farnésol, carotol) et les cétones (nootkatone, β -vétivone), les aldéhydes(sinensal) et les esters (acétate de cédryle) .

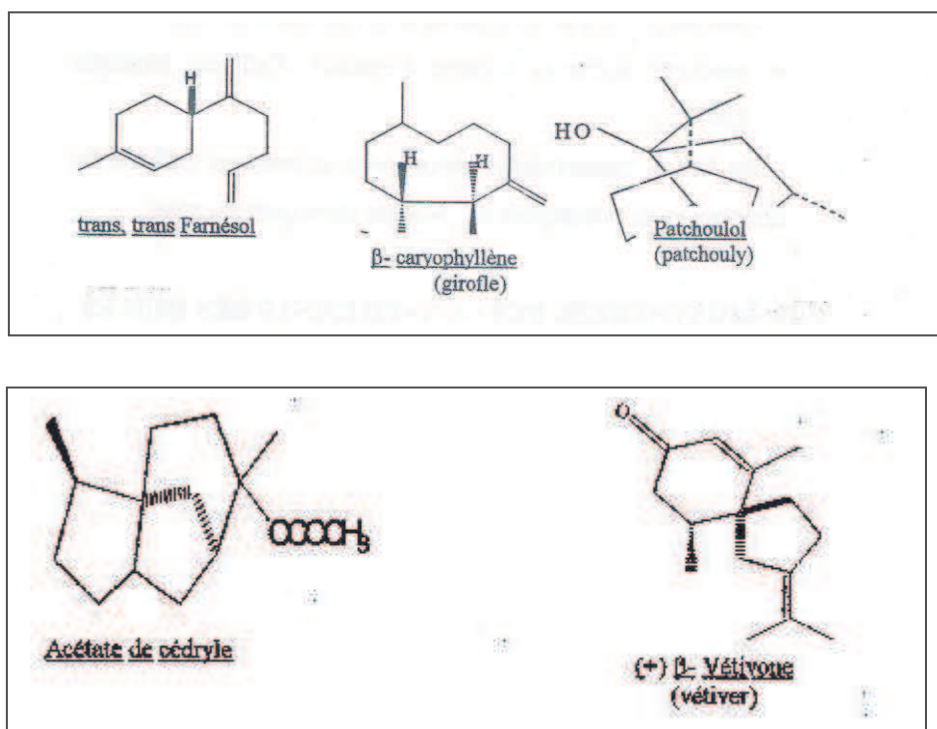


Figure 13 : quelques exemples de molécules sesquiterpéniques
Présentes dans les huiles essentielles (El Abed et Kambouche, 2003)

II-7-2- Composés d'origines variées :

Selon le mode de récupération utilisé, les huiles essentielles peuvent renfermer divers composés aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, entraînable lors de l'hydrodistillation : carbonés (linéaires ou ramifiés, saturés ou non), on peut citer :

- ▶ Des acides (C_3 à C_{10}),
- ▶ Des alcools, comme le oct-1ène-3-ol de l'essence de lavande.
- ▶ Des aldéhydes, comme l'octanal et le décanal des citrus ou les trans-2-hexanal.
- ▶ Des esters acycliques, acycliques principalement présents dans les fruits.
- ▶ Des lactones. Comme le décalactone.
- ▶ Des composés azotés ou soufrés comme l'isocyanate.
- ▶ L'heptane et la paraffine dans l'essence de camomille (Pellerin, 1991 ; Richard et loo, 1992 ; Peyron et Richard, 1992).

II-7-3- Composés aromatiques :

Les composés 'phénylpropanoïdes' (C₆-C₃) sont moins fréquents que les terpénoïdes. ce sont très souvent des allyl et propénylphénols.

On trouve parfois des aldéhydes caractéristiques de certaines huiles essentielles de la famille des Apiaceae (anis, fenouil, persil)

Certaines huiles contiennent des composés en C₆-C₃ comme le cinnamaldéhyde ou l'estragole (essence de basilic).

Dans d'autres essences, sont présents des acides benzoïques et cinnamiques, des aldéhydes salicyliques ou aldéhydes phénols comme l'aldéhyde protocatéchique.

Les aldéhydes aromatiques et les phénols sont à l'origine des arômes caractéristiques des condiments tels que les clous de girofle (eugénol) et la cannelle (cinnamaldéhyde).

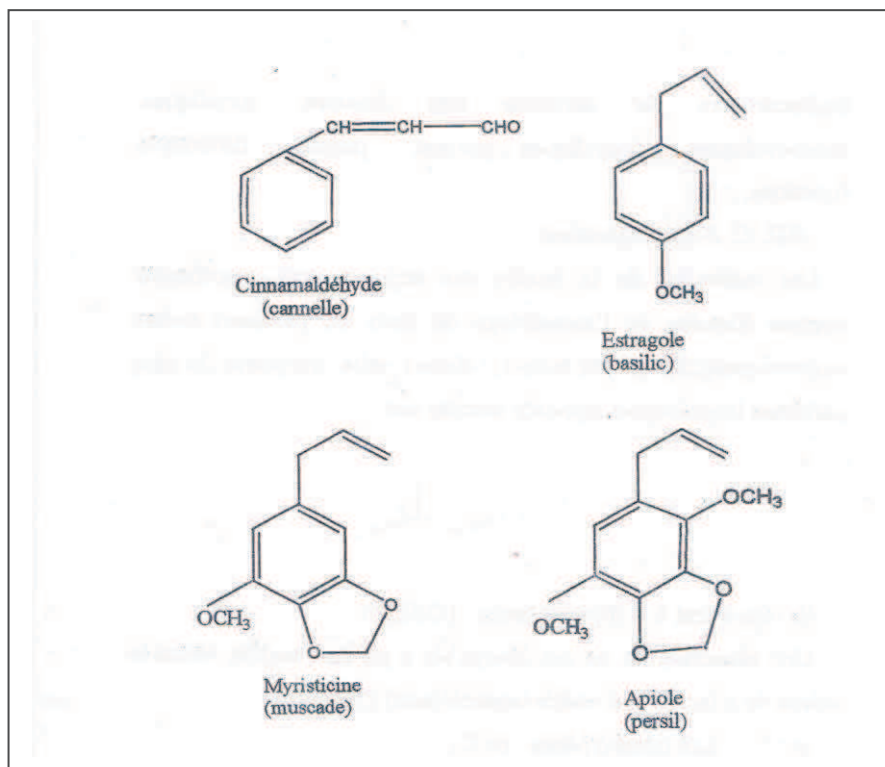


Figure 14 : Quelques exemples de dérivés du phénylpropane rencontrés dans les huiles essentielles (El Abed et Kambouche, 2003)

II-8-Biosynthèse des constituants des huiles essentielles

La photosynthèse est l'origine de la formation des huiles essentielles au sein du végétal par deux voies métaboliques secondaires :

La première est celle des composés terpéniques. Elle s'effectue par l'intermédiaire de l'**acide mévalonique** via le pyrophosphate d'isopentène-3-yle.

La deuxième est celle des dérivés phénylpropanoïdes. Elle dérive du phosphate de l'énol de l'acide pyruvique, via l'acide shikimique qui représente le principal mode d'accumulation des phénols dans les plantes. (El Abed et Kambouche, 2003).

● Origine biosynthétique des terpènes

La biosynthèse des terpènes a fait l'objet de plusieurs travaux (Newman and Chappell, 1999). Les principales étapes de la formation de ces composés sont actuellement connues.

L'autocondensation *in vivo* de l'acétyl-coenzyme A (acétate activé par le Coenzyme A) par une réaction du type Claisen donne naissance à acéto-acétyl-CoA.

Ce dernier est condensé à son tour avec une autre molécule l'acétyl-CoA pour former le β hydroxy β méthyl glutaryl-CoA qui conduit, après réduction et hydrolyse à l'acide mévalonique .

L'acide mévalonique activé enzymatiquement par phosphorylation fournit le pyrophosphate d'isopentényle 3-méthylbut-2-ényl (PPL₃) par une réaction d'élimination et de décarboxylation. Une fraction de PPL₃ est isomérisée enzymatiquement en pyrophosphate de 3-méthylbut-2-ényl (PPL₂). L'action de PPL₃ (nucléophile) sur PPL₂ (électrophile) conduit par une liaison tête – queue au pyrophosphate de géranyle (PPG).

On peut obtenir tous les dérivés monoterpéniques acycliques, comme par exemple le Citronellal et le Limonène. La condensation d'une autre unité PPL₃ sur le pyrophosphate de géranyle (PPG) conduit au pyrophosphate de farnésyle (PP farnésyle) qui est le précurseur de tous les sesquiterpènes et du squalène (Triterpène). La biogenèse des autres terpènes, diterpènes et polyterpènes s'explique par le même processus (Fig. 15).

La biosynthèse des dérivés monoterpéniques cyclique se fait à partir du pyrophosphate de géranyle (PPG) par cyclisation intermoléculaire et introduction de groupements fonctionnels (ex : carbonyle et hydroxyle), par oxydation, hydratation.

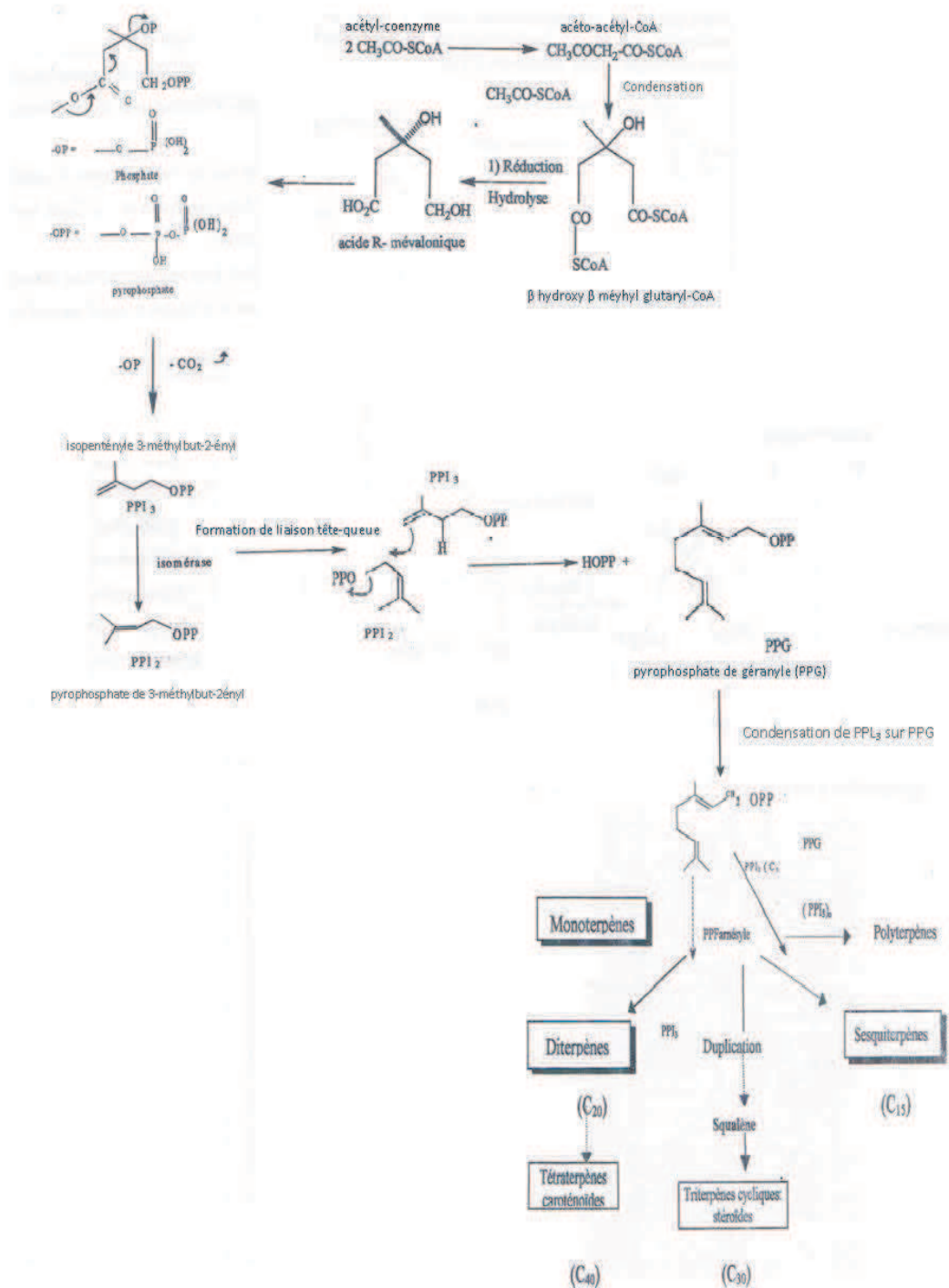


Figure 15 : Schéma général de la biosynthèse des Terpénoïdes à partir de L'acide mévalonique (El Abed et Kambouche, 2003)

II-9- Facteurs de variabilité des huiles essentielles

La teneur et la composition chimique d'une huile essentielle varient en fonction d'un grand nombre de facteurs extrinsèques et intrinsèques, La température, le taux d'humidité, la durée d'ensoleillement, la composition du sol, l'existence des chémotypes, l'influence du cycle végétatif et le procédé d'extraction, contribuent dans cette variabilité (**Bruneton, 1999**).

II-9-1 facteurs extrinsèques

a- origine géographique

Le rendement des huiles essentielles ainsi que leur composition chimique diffèrent suivant l'origine géographique de la plante.

A titre d'exemple, les feuilles d'un même type de romarin poussant dans divers pays fournissent une essence dont le rendement d'extraction est de 0,43 à 0,73 % pour l'Espagne, 0,38 à 0,80 % pour la France (**Vernou et Richard, 1976**), 0,50 % pour l'Algérie (**El-Guedoui, 2003**).

b-Facteurs Ecologiques

Les caractéristiques écologiques exercent sur la production et la qualité de l'essence une influence directe (**Garnero, 1985**).

c-Facteurs climatiques

La durée d'exposition au soleil, le régime des vents, les températures nocturnes et diurnes, l'humidité, la pluviométrie, etc.....sont des paramètres responsables des modifications de la proportion de l'essence et de sa composition chimique surtout chez les espèces à structures histologiques superficielles de stockage , beaucoup de travaux ont mis en évidence la variation de la composition chimique des huiles en fonction du cycle circadien et des saisons sont nombreuses parmi lesquels ceux d' **Assad et al., (1997)** et **Lopes et al., (1997)**

L'exemple idéal pour mieux illustrer le phénomène est la menthe poivrée où la formation du menthol est favorisée par les nuits froides. Les jours longs et les nuits tempérées au contraire conduisent à une quantité plus grande d'huile essentielle et à une augmentation de la teneur en Menthofuranne (**Clarck et Menery, 1980**).

d-Facteurs pédologiques :

La nature du sol (*ex.*: calcaire, siliceux), les aspects culturaux comme la densité de culture, l'apport d'engrais, le nombre de récolte par an et l'alimentation en eau affectent d'une manière déterminante la qualité des huiles essentielles et leur rendement.

Son influence est importante pour les espèces végétales dont l'organe sécréteur d'huile essentielle se situe au niveau des poils glandulaires (Lamiaceae, Verbenaceae, Geraniaceae, Rutaceae) que pour celles dont l'huile est produite dans les formations schizogènes des feuilles, calices ou tiges (Lauraceae, Asteraceae) (**Fluck, 1963**).

e-Facteurs technologiques

Le mode d'extraction d'une huile essentielle marque de son empreinte la composition chimique de celle-ci en effet, l'hydro distillation et la distillation par solvant volatil ne conduisent pas à la même quantité et qualité d'essence.

La durée et la vitesse, ainsi que la masse du végétal à traiter ont une grande influence. Lors de l'hydro distillation, mais également, au cours de cette dernière, l'eau, l'acidité et la température peuvent induire l'hydrolyse des esters mais aussi des réarrangements, des isomérisations, des racémisations et des oxydations. (**Bruneton, 1997**).

II-9-2-Facteurs intrinsèques

Sont des variables qui dépendent de la plante elle même telles que sa génétique, sa localisation ou sa maturité.

II-9-2-1-Origine botanique et organe végétal

Le rendement et la composition chimique d'une huile essentielle sont fonction respectivement de la famille et de l'espèce productrice , mais également, il arrive que chez une même espèce, la composition chimique de l'HE diffère d'un organe à un autre c'est le cas de la cannelle (*Cinnamomum zeylanicum* Blume) dont les feuilles donnent une huile riche en eugénol, les écorces fournissent un extrait où l'aldéhyde cinnamique est majoritaire, tandis que le camphre prédomine dans l'essence des racines (**Guignard, 1983**).

II-9-2-2-Les chémotypes

Les chémotypes ou les races chimiques désignent une entité chimique distincte au sein d'une même espèce. Il existe chez de nombreuses plantes aromatiques l'élaboration des

essences qui diffère de part leur composition. Certaines espèces de plantes, de champignons ou de micro-organisme, présentent des variations chimiques de leur métabolites secondaire en fonction des influences de leurs écosystèmes, bien que leur morphologie ainsi que leur génétique ne soient pas substantiellement transformées (**Nait Achour, 2012**), donc, Il s'agit d'un polymorphisme chimique : une espèce peut être homogène au niveau de son caryotype et produire des huiles essentielles de compositions différentes (**Figueredo, 2007**).

L'un des exemples le plus démonstratif qu'on peut citer est celui du thym (*Thymus vulgaris L.*). Cette espèce a sept (07) chémotypes différents : thym à thymol, carvacrol, géraniol, linalol, α -terpinol, myrcénol et thym à thuyanol (**Garnero, 1985**). D'après **Hmiri et al. (2011)**, une espèce donnée d'Eucalyptus peut produire une essence à dominance en cinéol-1,8, spathuléol ou α -pinène. *Ocimum gratissimum L.*, peut présenter 5 chémotypes : eugénol, méthyl-eugénol, linalol, β -caryophyllène, et géraniol (**Charles et Simon, 1992**).

Il est à signaler que les huiles essentielles à chémotypes différents présenteront non seulement des activités différentes mais aussi des toxicités très variables (**Nait Achour, 2012**).

II-9-2-3-Sites producteurs:

Le rendement des huiles essentielles ainsi que leurs contenus dépendent du nombre de glandes sécrétrices existant et de leur localisation au niveau des différents organes de la plante. La teneur en huile essentielle est plus importante dans les fleurs que dans les feuilles (**Werker et al., 1985**).

II-9-2-4-Cycle biologique

La composition en huile essentielle d'une plante donnée varie avec son âge et les différents stades de son développement au fil des saisons.

Par exemple, au début de la période de la floraison, la menthe poivrée (*Mentha piperita*) comporte une forte proportion de Menthone et de Néomenthol qui diminue par la suite du fait de leur conversion en menthol et en un composé non volatil le glucoside de Néomenthyle (**Bruneton, 1997**).

II-9-2-5-Conservation du matériel végétal

La période de récolte, le séchage ainsi que le stockage du matériel végétal entraîne de profondes modifications sur l'essence.

II-10- Les huiles essentielles en tant que biopesticides

Activité biologique des huiles essentielles et de leurs constituants

II-10-1 - Dans les denrées stockées

II-10-1 -1-Activité insecticide

Les huiles essentielles et leurs constituants ont fait l'objet de plusieurs travaux visant la régulation des ravageurs qui menacent aussi bien les cultures que les denrées stockées. Leur toxicité s'exprime selon l'état de développement visé: ovicide, larvicide, Adulticide, ou selon le mode d'action : par contact, ou inhalation (**Regnault-Roger, 2002**), comme elle peut être répulsive et régulatrice de croissance (**Opender, 2008**).

Contre les déprédateurs des denrées stockées, plusieurs axes de recherches ont exploré les huiles essentielles et leurs constituants, les investigations dans ce contexte ne sont pas récentes, le potentiel des huiles essentielles à diminuer d'une manière très significative les populations des insectes ravageurs, a été mis en évidence. A titre d'exemple nous citons :

El-Nahl et al., en 1989 avaient testé l'effet toxique des vapeurs de l'huile essentielle d'*Acorus calamus* L. de l'Inde, ils avaient trouvé que *Callosobruchus chinensis* L. était le plus sensible suivi de *Sitophilus granarius* L. , *Sitophilus oryzae* L. , *Tribolium confusum* et *Rhyzoperta dominica* F.. Dans cette expérimentation, le facteur influençant sur l'efficacité des vapeurs était la durée d'exposition au film toxique.

Regnault-Roger et al. (1993), et contre la bruche *Acanthoscelides obtectus* des essais ont été entrepris, parmi 22 huiles essentielles celle de *thymus serpyllum* (riche en phénols : thymol et carvacrol) et *Origanum majorama* (riche en terpinen-4-ol) étaient les plus efficace.

Regnault-Roger et Hamraoui (1995), ont observé l'effet du linalool, du thymol et du carvacrol sur la fécondité et le nombre d'œufs pondus du bruche du haricot. Il y a eu également inhibition complète de la pénétration des larves dans les grains traités de

linalool et de thymol. De plus, ce dernier produit s'est avéré inhibiteur de l'émergence des adultes.

Tunç et al. (2000), ont testé l'activité ovicide des vapeurs des huiles essentielles de l'anis *Pimpinella anisum (L.)*, cumin *Cuminum (L.)*, l'eucalyptus *Eucalyptus camaldulensis (Dehnh)*, l'origan *Origanum syriacum (L.)* et le romarin *Rosmarinus officinalis (L.)* contre *Tribolium confusum (Du Val.)* et *Ephestia kuehniella (Zeller)*. L'exposition aux vapeurs des huiles essentielles du cumin et de l'anis a engendré 100% de mortalités des œufs. La TL₉₉ de l'huile essentielle de l'anis à la concentration de 98.5 µl L⁻¹ était 60.9 et 253 heures pour *E. kuehniella* et *T. confusum* respectivement, à la même concentration, la TL₉₉ de l'huile essentielle du cumin pour *E. kuehniella* était évaluée à 127 heures.

Lee et al. (2001), ont réalisé le test d'efficacité de plusieurs huiles essentielles et leurs composants sur le charançon du riz *Sitophilus oryzae*. L'huile essentielle la plus efficace était celle d'*Eucalyptus* où la DL₅₀ était de 28.9 µl/l air. L'analyse de cette huile essentielle par GC / MS a témoigné sa richesse en 1,8-cineole (81.1%), limonène (7.6%) et α-pinène (4.0%). Le traitement de *S.oryzae* par chacun de ces terpènes a montré que le 1,8-cinéole était le plus efficace (DL₅₀=23.5 µl/l air), en addition à ce composant, le benzaldéhyde, mélangé aux noix de pêches et amandes était toxique par fumigation sur *S.oryzae*, la valeur de la DL₅₀ était estimée à 8.65 µl/l air,

Lee et al. (2003), ont évalué la toxicité par inhalation de 20 monoterpènes naturels contre *S. oryzae*, *T. castaneum*, *O. surinamensis*, la mouche domestique *Musca domestica L.*, la blatte germanique *Blattella germanica L.*. Le Cinéole, l-fenchone et pulegone ont provoqué 100% de mortalités chez tous ces insectes à une dose de 50µg ml⁻¹.

Lee et al. (2004) ont testé l'efficacité par fumigation de 42 huiles essentielles ; les résultats ont démontré que six parmi elles extraites d'*Eucalyptus nicholi*, *Eucalyptus codonocarpa*, *Eucalyptus blakely*, *Callistemon sieberi*, *Melaleuca fulgens* et *Melaleuca armillary* étaient toxiques contre *Sitophilus oryzae*, *Rhyzoperta dominica*, et *Tribolium castaneum*. La DL₅₀ et DL₉₅ contre les adultes de *S. oryzae* étaient de 19 à 30.6 et de 43.6 à 56 µg ml⁻¹ air respectivement. La DL₉₅ du 1,8 cinéole sur *S.oryzae* était 47.9 ; 30.4 sur *R. dominica*, et 21 µg ml⁻¹ air *T. castaneum*.

Tapondjou et al. (2002), ont démontré que les huiles essentielles des plantes appartenant aux genres *Chenopodium*, *Eucalyptus*, ont témoigné de leur efficacité insecticide, la poudre de *Chenopodium ambrosioides* était testée sur six ravageurs de denrées stockées (*Callosobruchus maculatus*, *Callosobruchus chinensis*, *Acanthoscelides obtectus*, *Sitophilus granarius*, *Sitophilus zeamais* et *Prostephanus truncatus*) une concentration de 0,4% provoqua la mortalité de plus de 60% des bruches après deux jours de traitements.

En 2003, **Tapondjou et al.** , ont montré l'efficacité de l'huile essentielle de *Chenopodium* et d'*Eucalyptus saligna* sur *Callosobruchus maculatus*, et *Callosobruchus ambrosioides*. Ces deux huiles exercent également un effet répulsif sur la bruche de niébé. L'analyse chimique de ces deux huiles essentielles montre qu'elles contiennent de l'ascaridole et l' α -pinène, deux substances connues pour leurs propriétés insecticides.

El-Guedoui (2003), sur *Rhyzopertha dominica* (Fabricus), des essais sur l'efficacité des huiles essentielles de romarin et de thym, par contact et par inhalation, ont encore prouvé l'effet insecticide de ces deux huiles. En effet, le romarin s'est montré efficace par contact à la dose de 1,384mg/cm² en provoquant 89,72% de mortalité alors que le thym à la même dose a donné un taux de 100%. Par inhalation, les enregistrements des mortalités ont dévoilé l'efficacité du thym qui dépassait celle du romarin : 40,93% contre 38,92% à la plus forte dose 1,44 mg/cm³. Les essais ont également montré que la répulsivité du thym est plus importante que celle du romarin, elle est estimée respectivement à plus de 50% et 46,66%.

Koul (2004), a testé la toxicité par fumigation du di-n-propyl disulphide présent dans les grains du neem contre les adultes de *Sitophilus oryzae*, et adultes et larves de *Tribolium castaneum* , il a observé que *S. oryzae* était plus tolérant que *T. castaneum* , et que plus le développement des larves de *T. castaneum* avançait La susceptibilité au fumigant diminuait.

Ketoh et al. (2005) ont travaillé sur l'efficacité de l'huile essentielle de *Cymbopogon schoenanthus* sur tous les stades de développement de *Callosobruchus maculatus* , à la forte dose (33.3 μ l L⁻¹), une mortalité totale des adultes après 24 heures d'exposition a été observée, l'éclosion des œufs et le développement de larves néonates ont été inhibés.

Wang et al. (2006) ont testé l'effet répulsif et inhalatif de l'huile essentielle d'*Artemisia vulgaris* sur *Tribolium castaneum* à $8 \mu\text{l mL}^{-1}$ les mortalités des adultes ont atteint 100%, par contre chez les larves âgées de 12, 14, 16 jours, les mortalités enregistrées étaient respectivement 49%, 53%, et 52%. aux doses 10, 15 et $20 \mu\text{l L}^{-1}$ air et après 96 heures d'exposition, la mortalité des œufs était de 100%, aucune larve, pupes ou adulte n'ont été observés après l'utilisation de la dose $60 \mu\text{l L}^{-1}$.

Rozman et al. (2007) ont testé l'efficacité de 1,8 Cinéole, Camphor, Eugenol, Linalool, Carvacrol, Thymol, bornéol, bornyl acétate et linalyl acétate contre *Sitophilus oryzae*, *Rhyzoperta dominica* et *Tribolium castaneum*. *S.oryzae* s'est montré sensible aux traitements suivi de *R.dominica*, alors que *T.castaneum* leurs a été hautement tolérant. 1,8 Cinéole, Thymol et borneol étaient très efficaces contre *S. oryzae* après 24h à la plus faible dose ($0.14\mu\text{l L}^{-1}$), Pour *R. domonica* Camphor et Linalool étaient les plus efficaces provoquant 100% de mortalités dans les mêmes conditions. Contre *T. castaneum* aucun de ces composés n'a atteint 20% de mortalité après 24h d'exposition et cela malgré l'application d'une forte dose $139 \mu\text{l L}^{-1}$ cependant, après 7 jours d'exposition au 1,8 Cinéole 92.5% de mortalités étaient enregistrées, suivi du Camphor (77.5%), et Linalool (70%).

Negahban et Moharramipour (2007), ont réalisé le test d'efficacité par fumigation de trois huiles essentielles appartenant à la famille des Myrtaceae de Kashan (région de centre d'Iran) sur trois espèces des denrées stockées jugées les plus importantes : *Callosobruchus maculatus* (Fab.), *Sitophilus oryzae* (L.) et *Tribolium castaneum* (Herbst) il s'agit de l'huile essentielle d'*Eucalyptus intertexta* R.T. Baker, *Eucalyptus sargentii* Maiden et *Eucalyptus camaldulensis* Dehnh. . les mortalités enregistrées des insectes adultes âgés de 1 à 7 jours s'accroissaient avec l'augmentation des doses (de 37 à $926 \mu\text{l/l}$ air) , la durée d'exposition au film toxique était de 3 à 24 heures. La valeur de la LC_{50} des huiles essentielles sélectionnées étaient comprise entre 2.55 et $3.97 \mu\text{l/l}$ air pour *C. maculatus*, 6.93 et $12.91\mu\text{l/l}$ pour *S. oryzae* et 11.59 et $33.50\mu\text{l/l}$ air pour *T. castaneum*.

Sivakumar et al. (2010), ont arrêté par des essais de fumigation, la DL50 de cinq huiles essentielles contre *Callosobruchus maculatus* à citer : *Eucalyptus sp*, *Cymbopogon nardus*, *Rosmarinus officinalis* , *Elettaria cardamomum* (L.) et *Geranium sp.*, dont les valeurs étaient respectivement 11.66, 16.25, 21.35, 22.07 et $25.11 \mu\text{l l}^{-1}$ d'air.

Stefanazzi et al. en (2011), ont précisé la toxicité par contact et fumigation des huiles essentielles de *Tagetes terniflora* Kunth, *Cymbopogon citratus* Stapf et *Elyonurus muticus* (Spreng) Kuntz , contre *Tribolium castaneum* et *Sitophilus oryzae* . Il a été observé que l'HE de *T. terniflora* était plus efficace par les deux modes d'action sur les deux ravageurs, exception faite pour *T. castaneum* pour lequel cette huile essentielle était moins toxique par contact. Les huiles essentielles de *C. citratus* et *E. muticus* étaient toxiques contre *S. oryzae* par contact.

II-10-1-2-Activité acaricide

Dans la préservation des denrées stockées contre les attaques des acariens, des tests sur l'efficacité des huiles essentielles ont été réalisés dans ce sens, **Sanchez-Ramos et al., en 2000** avaient travaillé sur 13 monoterpènes parmi lesquels les fumigations du pulegone, linalool, fenchone, menthone, α -terpinène et δ -terpinène s'étaient avérées en possession d'un grand effet adulticide et larvicide contre *Tyrophagus putrescentiae* (Schan K). De ces sept composés, le pulegone, le menthone, le linalol, et le fenchone provoquaient 90% de mortalité à une concentration de 14 μ l /l au moins.

L'huile essentielle de cannelle a été utilisée pour lutter contre les infestations d'acariens dans les produits comestibles tels que les raisins, les fraises et les patates douces, alors que d'autres huiles telles que celle de l'arbre à thé, de citron, de cèdre, d'eucalyptus, de citronnelle, de géranium, de clou de girofle et de lavande sont souvent employées pour lutter contre les parasites du bétail.

II-10-2- Activité biologique contre les bioagresseurs des cultures

II-10-2-1-Activité insecticide

En agriculture, plusieurs travaux ont montré que les huiles essentielles sont efficaces contre les ravageurs des cultures. Parmi eux, des tests ont mis en évidence l'efficacité par fumigation des essences du cumin (*Cuminum cyminum*), de l'anicontra (*Pinpinella ansium*), de l'origan (*Origanum syriacum* var. Bevanii) et d'*Eucalyptus camaldulensis* sur le puceron du Cotton *Aphis gossypii* et l'araignée rouge *Tetranychus cinnabarinus*. **(Tuni et Sahinkaya, 1998)**. **Lee et al., (1997)** travaillèrent sur la toxicité d'une gamme de composants des huiles essentielles sur le chrysomèle des racines de maïs *Diabrotica virgifera* et *Tetranychus cinnabarinus*. Dans d'autres travaux, ils ont obtenu de bons

résultats sur l'effet par ingestion d'un certain nombre de monoterpènes sur la pyrale de maïs *Ostrinia nubilalis* ont été relevés (Lee *et al.*, 1999).

II-10-2-2-Activité acaricide

Phytophages ou ectoparasites, les acariens ont été la cible de plusieurs essais testant l'efficacité des huiles essentielles pour une éventuelle utilisation dans la lutte contre ces déprédateurs.

Contre *Varroa jacobsoni*, parasite des colonies d'abeilles, plusieurs travaux ont été menés sur l'effet toxique de certaines essences et de leurs composants (Calderone *et al.*, 1997). Parmi ces derniers, c'est le thymol qui a donné le meilleur résultat, en addition, il a été démontré que le traitement répétitif en dehors de la période de miellée n'augmente pas les résidus dans le miel et reste sous le seuil de détection gustative qui se situe entre 1,1 et 1,6 mg/kg alors que pendant la période de miellée, les résidus du thymol peuvent modifier le goût du miel, seulement, une concentration allant jusqu'à 50 mg/Kg est tolérée par la FAO et reconnue sans danger puisque tout comme le menthol et le camphre, le thymol a le statut GRAS (Generally recognized as safe).

Il a été prouvé jusqu'à présent qu'un seul traitement à base d'huile essentielle ou d'un composé est généralement suffisant pour maintenir la population de l'acarien *Varroa* au dessous du seuil de dégât économique pendant toute la saison (Imdorf *et al.*, 1999).

Toujours dans la lutte contre la varroatose, d'autres essais ont été entrepris sur l'efficacité de l'huile de neem qui s'était montré d'une grande efficacité, les mortalités enregistrées étaient de 100% à une concentration de 75% (Schnek *et al.*, 2001).

Chiasson *et al.* (2001), avaient testé les propriétés acaricides de l'huile essentielle d'*Artemisia absinthium* (Armoise) et *Tanacetum vulgare* sur *Tetranychus urticae* obtenues par entraînement à la vapeur, les taux de mortalités étaient significatifs : à la plus faible dose (1%), *A. absinthium* provoqua 42,1% alors que *T. vulgare* engendra 52,9%, un taux qui s'élève à chaque fois qu'on augmente la dose.

Chouat (2004), a réalisé des tests sur l'efficacité des huiles essentielles d'*Artemisia alba* (Armoise blanche) et de *l'Origanum glandulosum* (Origan) sur les formes mobiles et les œufs de *Tetranychus cinnabarinus*. Les résultats étaient significatifs pour les deux stades, le test sur les formes mobiles à la dose 0,25% a donné des mortalités de 61,11% et 73,62% pour l'Armoise blanche et l'Origan respectivement. Alors que pour les œufs,

la létalité de la même dose fut traduite par un taux d'œufs non éclos de 77,27% pour l'Armoise blanche et 69,54% dans le cas de l'Origan.

Sur le même acarien, **Saheb (2007)**, a testé cinq doses des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis*, *Thymus palescens*, *Mentha viridis* et *Laurus nobilis*, à la plus forte dose 2%, 100% était le taux de mortalité provoqué après 8 jours de traitement sur les formes mobiles. Sur les œufs de ce ravageur, la dose de 1% a donné des létalités proches de 100% après 5 jours de traitement.

II-10-2-3-Activité fongicide et bactéricide

L'investissement dans l'étude de l'activité fongicide et bactéricide des huiles essentielles et de leur constituant pré date de celui de la découverte de leur propriété insecticide. **Singh et al., en 1980**, ont étudié l'action fongicide de cinq huiles essentielles sur 22 espèces de champignons parasitant aussi bien les plantes que les humains. Une année plus tard, **Kurita et al.**, ont détecté 40 composants ayant un effet contre les spores de 07 espèces de champignons alimentaires. En **1997, Wilson et al.**, ont dévoilé l'efficacité de 49 huiles essentielles sur *Botrytis cinerea*.

Belghazi et al., (2002) avaient testé l'effet antifongique de la menthe pouliot sur deux organismes *Pinicilium* et *Mucor*. Les résultats avaient indiqué que la quantité minimale inhibitrice pour les deux souches est de 20%.

En **2003, Defeo et al.**, avaient étudié la composition chimique de l'huile essentielle du thym (*Thymus spinulosus*) et avaient réalisé des tests biologiques sur son activité antibactérienne contre 08 souches de bactérie dont 04 gram+ et 04 gram-, qui s'est exprimé par l'inhibition de la croissance de ces dernières à une concentration de 10 mg/ml. Les études ont montré que l'activité bactéricide des huiles essentielles est fortement liée aux monoterpènes et plus précisément aux phénols à citer le thymol, le carvacrol, l'eugénol, le géraniol, le linalool, la citronnelle, le thujanol, le terpinéol et le menthol. Les aldéhydes manifestent une certaine puissance antibactérienne due au néral, géraniol, citronnellal et cuminal.

Contre les champignons, les alcools et les lactones sesquiterpéniques sont d'excellents inhibiteurs, ils peuvent émaner de la cannelle, du clou de girofle, d'eucalyptus citronné, du géranium, du rosat, du niaouli, du plamarosa, du ravensare, du tagète, du romarin-cinéole et du calophyllum.

II-10-3-Utilisation des huiles essentielles en Hygiène publique et parasitologie

En hygiène publique, les huiles essentielles ont fait preuve de leur efficacité, en effet, leur application par contact sur la blatte américaine *Periplaneta americana*, la blatte germanique *Blattella germanica* et la mouche domestique *Musca domestica* ont provoqué des renversements sur le dos et des létalités significatifs (Nghoh et al., 1998, Rice et Coats, 1994, Coats et al., 1991).

Une émulsion constituée d'un mélange d'eugénol, de thymol et de phénylpropionate comme matières actives, s'est révélée avoir en plus de l'effet toxique vis-à-vis du puceron vert du pêcher, un effet sur son comportement alimentaire.

Dans le domaine vétérinaire, des expérimentations ont dévoilé le grand effet acaricide des huiles essentielles. Chagas et al. (2002), avaient testé l'action des essences d'*Eucalyptus citriodora*, *Eucalyptus globulus* et *Eucalyptus stageriana* sur la tique du bétail *Boophilus microplus*, les résultats obtenus étaient hautement significatifs puisque ces essences s'étaient montrées toxiques.

Tedonkeng et al., (2004), avaient étudié la composition chimique et l'action acaricide des huiles essentielles issues des feuilles de *Chromolaena odorata* et *Eucalyptus saligna* sur la tique de la chèvre naine de Guinée *Rhipicephalus lunulatus* (Neumann) dans ces essais, l'augmentation des doses engendrait celle des mortalités estimées à la plus faible dose (0,08 ml/cm²) à 60% pour *E. saligna* et 77,5% pour *C. odorata* après huit jours d'exposition au traitement.

George et al.(2009), ont apporté la preuve que les huiles essentielles de *Thymus vulgaris* (L.) et de *Mentha pulegium* (L.),actives sur l'acarien des poules *Dermanyssus gallinae*, ne le sont que par inhalation (CL99 < 0,30 mg.cm-3) puisque les mortalités engendrées par contact sont équivalentes à celles des témoins.

II-11- Site d'action des huiles essentielles chez les insectes

L'efficacité des huiles essentielles a évoqué chez les chercheurs la curiosité de connaître leur site d'action chez les insectes pour mieux cibler leur but ; dans ce sens, des expérimentations ont montré que les monoterpènes agissent sur les neurones à plusieurs niveaux ; Ils peuvent modifier l'activité électrique des membranes des neurones qui ne sont plus excitables, c'est le cas du linalool et l'estragol contenus dans l'huile essentielle de basilic (*Ocimum basilicum*, Lamiacées) , comme ils peuvent agir au

niveau des synapses en empêchant la transmission de l'influx nerveux d'un neurone à un autre (**Huignard, 2013**). La mortalité chez les insectes peut être provoquée par l'action inhibitrice de l'activité de l'enzyme acétylcholinestérase par les composés terpéniques tels que le terpinène et le cinéole, qui détruit l'acétylcholine après la transmission de l'influx nerveux (**Houghton et al., 2006 ; Huignard, 2013**), il a été observé chez la blatte, que leurs groupements soufrés agissent sur les canaux à potassium, ce qui inhibe la cholinestérase (**Isman et al., 2001**) .

Dans d'autres travaux, l'octopamine a fait l'objet de recherche étant donné son rôle neurotransmetteur spécifique au système nerveux des invertébrés, il régularise leurs battements de coeur, leur motricité, leur ventilation, leur vol et leur métabolisme, **Enan et al. (1998)**, en travaillant sur la blatte américaine prouva la neurotoxicité des huiles essentielles par leur interférence avec les transmetteurs de l'octopamine chez les arthropodes. La combinaison ³H-octopamine était significativement affectée par la présence des huiles essentielles.

En **2001**, **Enan** a fait le lien entre l'application de l'eugénol, de l' α -terpinéol et de l'alcool cinnamique, et le blocage des sites accepteurs de l'octopamine. Il conclut que l'effet peut varier d'un terpène à l'autre et que les huiles essentielles peuvent agir en tant qu'anagonistes ou antagonistes du neurotransmetteur, le manque des transmetteurs d'octopamine chez les vertébrés fait que les mammifères aient une profonde sélectivité aux huiles essentielles en tant qu'insecticide, de ce fait, le système octopamenergique chez les insectes représente une cible importante pour leur contrôle .

II-12- Toxicité des huiles essentielles :

Impact sur l'environnement et la santé humaine

Probablement, la principale cause pour laquelle les huiles essentielles et/ou leurs constituants sont utilisés dans la protection des cultures est leur faible toxicité sur les mammifères. Quelques huiles essentielles pures sont légèrement toxiques avec une valeur de la dose orale aiguë DL₅₀ évaluée à 2-3 g/kg⁻¹ (carvacrol, pulégone).

Un insecticide constitué d'un mélange de composants ne provoque pas de létalité lorsqu'il est administré par ingestion à des rats, à une dose de 2 g/kg⁻¹.

Toxicité de quelques composés des huiles essentielles sur les mammifères

(Selon Dev et Koul (1997); FAO (1999); Koul (2005))

Composés	Animal	Voie	DL50 (mg/kg)
2-Acetonaphthone	souris	Orale	599
Apiol	chien	Intraveineuse	500
Anisaldehyde	Rats	Orale	1510
<i>trans</i> -Anethole	Rats	Orale	2090
(+) Carvone	Rats	Orale	1640
1,8-Cinéole	Rats	Orale	2480
Cinnamaldéhyde	cobayes	Orale	1160
	Rats	Orale	2220
Citral	Rats	Orale	4960
Dillapiol	Rats	Orale	1000–1500
Eugénol	Rats	Orale	2680
3-Isothujone	souris	Subcutanée	442.2
d-Limonène	Rats	Orale	4600
Linalool	Rats	Orale	> 1000
Maltol	Rats	Orale	2330
Menthol	Rats	Orale	3180
2-Methoxyphenol	Rats	Orale	725
Methyl chavicol	Rats	Orale	1820
Methyl eugénol	Rats	Orale	1179
Myrcène	Rats	Orale	5000
Pulegone	souris	Intrapéritoniale	150
γ -terpinène	Rats	Orale	1680
Terpinèn-4-ol	Rats	Orale	4300
Thujone	souris	Subcutanée	87.5
Thymol	souris	Orale	1800

Les tests de toxicité de l'eau d'élevage contenant l'eugénol sur de jeunes truites (*Oncorhynchus mykiss*) indiquent qu'après 96 heures, les valeurs de la CL₅₀ de l'eugénol sont 1500 fois moins toxiques qu'un pyréthriné et 15 fois moins toxique que l'Azinphosmethyl qui est un insecticide organophosphoré (Stroch et al., 1998).

En addition, l'eugénol et d'autres constituants ne sont pas persistants dans l'eau et dans le sol, sous les conditions aérobies à 23°C, l' α -terpinéol se dégrade de moitié après 30-40 heures, et complètement après 50 heures (Misra et Pavlostathis, 1997).

L'eugénol est complètement dégradé en acides organiques communs par les bactéries du sol du genre *Pseudomonas* (Robenhorst, 1996).

Pour les résidus des huiles essentielles dans les aliments, notamment les fruits et légumes, le souci est atténué par le fait de rendre évident l'effet bénéfique des constituants des huiles essentielles pour la santé humaine lorsqu'ils sont introduits dans le régime alimentaire (**Huang et al., 1994**).

Toutefois, les huiles essentielles sont des molécules actives, la non-conformité de leur utilisation à la posologie et la durée de leur prise, peut avoir des effets secondaires graves sur l'utilisateur tel est le cas des allergisants ou hypersensibilisants, photosensibilisants dus aux furocoumarines, neurotoxiques dus aux cétones, néphrotoxiques dus aux terpènes majoritaires dans l'huile essentielle de Térébenthine et des rameaux de Genévrier, hépatotoxiques dus aux phénols pris pendant des laps de temps trop importants ou à doses massives comme L'eugénol (Girofle) qui, chez l'enfant, 10 ml de ce composé peut conduire à une insuffisance rénale.

➤ **Toxicité aigue**

En générale, les huiles essentielles ont une toxicité aigue par voie orale faible ou très faible, elle est relative à des erreurs ou à des excès de posologie ou bien encore à des sujets prédisposés, lors de l'usage interne des huiles essentielles absorbées comme médicaments (**Lahrech, 2010**), la majorité des huiles qui sont couramment utilisées ont une dose létale (DL50) comprise entre 2 et 5 g/kg (Anis, Eucalyptus, Girofle...etc.) ou, ce qui est le plus fréquent, supérieure à 5 g/kg (Camomille, Lavande...etc.). D'autres, une quinzaine, ont une DL50 comprise entre 1 et 2 g /kg : Basilic, Estragon, Hysope (1,5ml/kg). Les plus toxiques sont les huiles essentielles de Boldo (0,3 g/kg ; convulsions apparaissant dès 0,07 g/kg), de Chénopode (0,25 g/kg), de Thuya (0,83 g/kg), ainsi que l'essence de moutarde (0,34 g/kg) (**Bruneton, 1999**).

➤ **Toxicité dermique**

Le large usage que font la parfumerie et la cosmétique des huiles essentielles a suscité de nombreux travaux sur leur éventuelle toxicité par application locale. Tous les ouvrages traitant des huiles essentielles donnent des concentrations maximales, les évictions et les mises en garde nécessaires (**Bruneton, 1999**). Le Thym, l'Origan et la Sariette par exemple, sont connues pour leur pouvoir irritant, l'Angélique et la camomille ainsi que la Bergamote sont photosensibilisantes, la Cannelle est dermocaustique et allergisante pour les peaux sensibles (**Pibiri, 2006**).

➤ **Toxicité cytologique**

Certaines huiles essentielles se révèlent cytotoxiques. Les huiles essentielles de Thym et de Lavande sont cytotoxiques pour des cellules de hamster chinois. Par ailleurs, l'application d'une dilution de 1/10000 de l'huile essentielle *d'Origanum vulgare* est fortement toxique (effet léthal) contre les cellules de carcinome épidermique du larynx humain et épithéliale du col de l'utérus, ainsi que sur les cellules de la peau du lapin après 24h d'exposition (**Sivropoulou et al., 1996**). Il a été démontré également, que le linalol est cytotoxique pour les cellules de la peau humaine

➤ **Cancérogénicité**

Plusieurs allyl- et propénylphénols sont capables d'induire des cancers chez les rongeurs : chez les rats, la Safrole (Sassafras) induit la formation de tumeurs hépatique, le β -asorone (Acore) celle de tumeurs de l'intestin grêle, chez les souris, l'Estragole (Basilic, Estragon) se révèle hépatocancérogène. Dans l'état actuel, on considère que l'eugénol, la myristicine et le dillapiol ainsi que l'apiol ne sont pas cancérogènes (**Bruneton, 1999**).

III- Généralités sur les plantes étudiées

III-1- Le Romarin : *Rosmanirus officinalis L.*

Le romarin appartient à la deuxième série de la famille des **labiées** qui en compte six. Cette famille, l'une des plus importantes de la flore d'Algérie, compte plus de 200 genres et 3500 espèces. Le romarin, *Rosmarinus officinalis* Linnaeus, signifiant « rose de la mer » était considéré comme plante sacrée. (Richard, 1992). Il est répandu en Espagne, en Italie, sur la côte Adriatique et en Afrique du nord. En Algérie, c'est l'une des plantes les plus populaires, et les plus répandues. Il affectionne les sols calcaires marneux, accompagné d'espèces caractéristiques de la forêt de pin d'Alep. Exigeant une forte luminosité, des hivers doux et des étés secs, il ne craint pas la sécheresse, mais redoute le gel et le froid (Boudjada, 1996).

Le romarin est un arbuste rameux, ornemental, qui atteint une hauteur allant de 50 cm à 1,5m, aromatique, à feuilles persistantes, opposées, linéaires, sessiles, entières, à bords enroulés, vert foncé luisant au dessus et blanc feutré au dessous, tonique, les inflorescence sont en grappe courte axillaires, les fleurs d'une hauteur environ de 1 cm, leur couleur varie du bleu pâle au violet, rarement blanche, le calice purpurin, campanulé, duveteux, la corolle à tube exsert, limbe bilabié bleu violacé et blanc pâle, elles portent deux étamines ayant une petite dent vers leur base. Le fruit est une nucule sèche et lisse (Fig.16).



a-Culture du Romarin

b-Feuilles du Romarin

c-Romarin fleuri

Figure 16: Le Romarin (original)

III-2- Le Thym : *Thymus vulgaris*

Thymus est l'un des huit genres les plus importants de la famille des Labiées qui comporte plus de 220 genres, bien que le nombre d'espèces de ce genre change selon le point de vue taxonomique ; si nous adoptons un caractère synthétique, il comporte plus de 200 espèces.

Le nom thym provient du mot Grec « Thymos » qui veut dire odeur, et à ce titre le thym est très largement utilisé en qualité de plante aromatique, en particulier dans la cuisine méditerranéenne en tant que condiment. (Richard, 1992).

Chez les romains, on faisait brûler du thym pour purifier l'air et éloigner les animaux nuisibles, on s'en servait aussi pour aromatiser les fromages et boissons alcoolisées . Le thym est distribué dans le vieux continent, sur les cotes du Groenland et dans la région macaroni sienne (les canaries, Madère et les Açores).

Le thym est un petit sous arbrisseau en touffe de 10 à 30 cm de haut, aux tiges ramifiées tortueuses et ligueuses peu touffues dont les rameaux grisâtres compacts sont dressés. Les feuilles sont sessiles, petites et étroites de forme lancéolée, de couleur vert blanchâtre et cotonneux blanchâtres dessous. Les fleurs rosées ou blanches, petites, en épis à l'aisselle des feuilles supérieures, ont un calice bossu à poils durs et une corolle à deux lèvres et quatre étamines saillantes. Les fruits sont des tétrakènes bruns et glabres (Fig.17).



Figure 17 : le Thym (original)

III-3- La Menthe verte : *Mentha viridis*

La menthe verte *Mentha viridis*, appartient à la famille des labiées et désigne un genre de dicotylédones gamopétales. C'est une plante vivace cultivée dans le monde entier, son parfum est plus frais et moins fort. Elle aime les sols humides mais ensoleillés ou semi ombragés, il existe environ 20 espèces de menthe réparties dans le monde entier et dont plusieurs sont cultivées. On la trouve dans tous les jardins. Il existe beaucoup d'espèces sauvages, les plus connues sont la *Mentha arvensis* (des champs) la *Mentha aquatica* (aquatique) et la *Mentha pulegium* (Pouliot).

Le nom *Mentha* vient de *Menthê*, nom grec d'une nymphe dont s'éprit Hadès, Dieu des enfers. Perséphone, sa femme, les surprit en pleins ébats amoureux, et furieuse, jeta *Mintha* par terre la piétina, l'écrasa et elle se transforma en plante.

Les menthes ont été utilisées de tous temps à des fins culinaires ou médicinales mais il semble que seul le pouliot ait été cultivé dans les jardins carolingiens. C'est une herbacée rustique, au système radical envahissant, elle étend son territoire par un système souterrain de stolons. Son port est dressé et atteint de 30 à 60cm. Ses feuilles sont lancéolées, dentées, vert clair, assez larges, environ 8cm de long, ses tiges sont quadrangulaires et rougeâtre au sommet desquelles apparaissent des petites fleurs roses ou lilas et qui sont réunies en épis coniques (Ait ouzzou, 2002) (Fig.18).



Figure 18 : Menthe verte (original)

III-4- L'Eucalyptus : *Eucalyptus globulus*

Appelé aussi Eucalyptus bleu, arbre à fièvre et Gommier bleu, *L'Eucalyptus globulus* appartient à la famille des Myrtacées et désigne un genre de Dicotylédones Dialpétales .

Originaire de l'Australie, il a été introduit en Algérie en 1863 (**Abderahim, 1983**).

C'est un arbre de 30 à 35 mètres, le tronc droit et lisse, grisâtre porte des rameaux dressés. L'écorce du gommier bleu pèle en larges bandes (**Fig.19**). Cet arbre à croissance rapide se développe mieux avec des grandes quantités d'eau qu'il va chercher en profondeur (permettant ainsi le développement d'autres essences) mais sait se contenter d'une faible quantité.



Figure 19 : Arbre d'*Eucalyptus globulus* (Forest and Kim, 2005)

Les feuilles des arbres juvéniles apparaissent par paires sur des tiges carrées. Elles mesurent de 6 à 15 cm de long et sont couvertes d'une pruine cireuse bleu-gris, qui est à l'origine du nom de « gommier bleu ». Les feuilles des arbres matures sont alternes, étroites, en forme de faux et d'un vert foncé luisant. Elles poussent sur des tiges cylindriques et mesurent de 15 à 35 cm de long. Les boutons floraux en forme de toupie sont côtelés et recouverts d'un opercule aplati portant un bouton central. Les fleurs couleur crème sont solitaires à l'aisselle des feuilles et produisent un abondant nectar que les abeilles transforment en un miel à saveur prononcée (**Fig.20**). Les fruits ligneux

mesurent de 1,5 à 2,5 cm de diamètre ont une capsule très dure. De nombreuses petites graines s'échappent par des valves qui s'ouvrent sur le dessus du fruit.

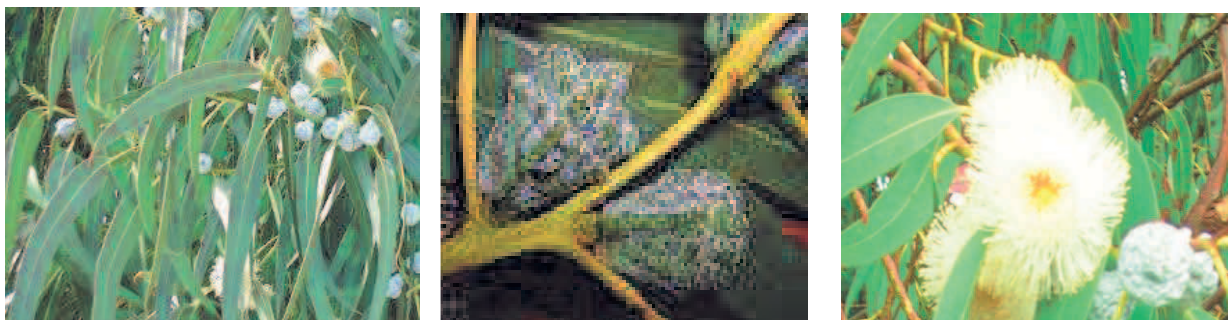


Figure 20: feuilles, bourgeon floral et fleur d'*Eucalyptus globulus* (Forest and Kim, 2005)

III-5- Le clou de girofle : *Syzygium aromaticum*

Le giroflier ou girofle (*Syzygium aromaticum*) est un arbre de la famille des Myrtaceae originaire d'Indonésie. L'arbre a une forme conique. D'une hauteur moyenne de dix à douze mètres, il peut atteindre jusqu' vingt mètres de haut. Ses feuilles persistantes sont ovales et coriaces, de couleur rosâtre (jeunes) à vert – noir (à maturité) (Leug, 1980) (Fig.21).



L'arbre



Feuilles jeunes de couleur rose et
Feuilles matures de couleur verte

Figure 21: Le Giroflier (Barbelet, 2015)

Les fleurs à quatre pétales blancs rosés sont caractérisées par leurs sépales rouges persistants. Avant l'épanouissement, les boutons floraux sont nommés « clous de girofle » (**Fig.22**). C'est à cette époque qu'on les récolte avant de les laisser sécher au soleil jusqu'à ce qu'ils prennent une teinte brun foncé, ces boutons floraux apparaissent aux mois de Janvier et Février, ils sont groupés en cimes terminales et cueillis en Juillet avant l'épanouissement de la corolle, quand ils commencent à prendre une teinte rosée, puis les nouvelles inflorescences apparaissent dès le mois d'Août et seront récoltées vers le début de l'année suivante (**Richard et al., 1992**).



Figure 22 : fleurs du giroflier

a : boutons floraux blancs rosés (épanouissement de certains laissant apparaître la fleur), **b** : boutons floraux à teinte rosée (**Barbelet, 2015**),

c : boutons floraux séchés ou clou de girofle (**Barrios, 2007**).

III-6- Le Gingembre : *Zingiber officinale*

Le gingembre (*Zingiber officinale*) est une espèce de plantes originaire d'Asie, du genre des *Zingiber* et de la famille des *Zingiberaceae* dont on utilise le rhizome en cuisine et en médecine traditionnelle. Ce rhizome est une épice très employée dans un grand nombre de cuisines asiatiques, et en particulier dans la cuisine indienne. Il est aussi utilisé en Occident dans la confection de la *ginger ale* et de desserts comme le pain d'épices.

Le gingembre est une plante vivace tropicale herbacée d'environ 0,90 m de haut, issue d'un rhizome. Les feuilles persistantes sont lancéolées, bisériées, longues et odorantes. Les fleurs sont blanches et jaunes ponctuées de rouge sur les lèvres, les bractées sont vertes et jaunes. Après la floraison, un court épi axillaire renfermant les graines noires

enfermées dans des capsules trivalves apparaît au bout d'une tige couverte d'écaillés. Il apprécie une exposition ensoleillée et une atmosphère humide. La croissance est rapide et la multiplication se fait par division des rhizomes (**Fig.23**).



-a- Les rhizomes



-b- la fleur



-c- la plante entière



-d- la culture du gingembre

Figure 23 : le Gingembre (Encyclopédie Wikipédia, 2014)

IV-1- LES ARGILES

IV-1-1- Définition

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangéabilité des cations interfoliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de l'hydratation, du gonflement, de la plasticité et de la thixotropie. Ils confèrent ainsi aux argiles des propriétés hydrophiles (Bouziane, 2007).

Par définition, le terme "argiles" désigne non seulement une formation rocheuse et la matière première qui en résulte, mais il définit aussi un domaine granulométrique comprenant des particules minérales, dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres ($< 2 \mu\text{m}$). En tant que matière première brute, l'argile est donc un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de composition infiniment diverse (Moussaoui, 2012).

IV-1-2- Minéralogie des argiles

Les minéraux argileux font partie de la famille des phyllosilicates. Ils se présentent sous forme de particules de petites dimensions. Leur structure est composée de deux unités:

- La couche tétraédrique;
- La couche octaédrique.

Les différents groupes de minéraux argileux se différencient par l'arrangement de ces deux couches.

L'organisation structurale (Caillère et al., 1982) des phyllosilicates se base sur une charpente d'ions O^{2-} et OH^- . Ces anions occupent les sommets d'assemblages octaédriques (O^{2-} et OH^-) et tétraédriques O^{2-} .

Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires viennent se loger des cations de taille variable (Si^{++++} , Al^{+++} , Fe^{+++} , Fe^{++} , Mg^{++}) en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent planairement pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet (Fig. 24). L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace interfoliaire.

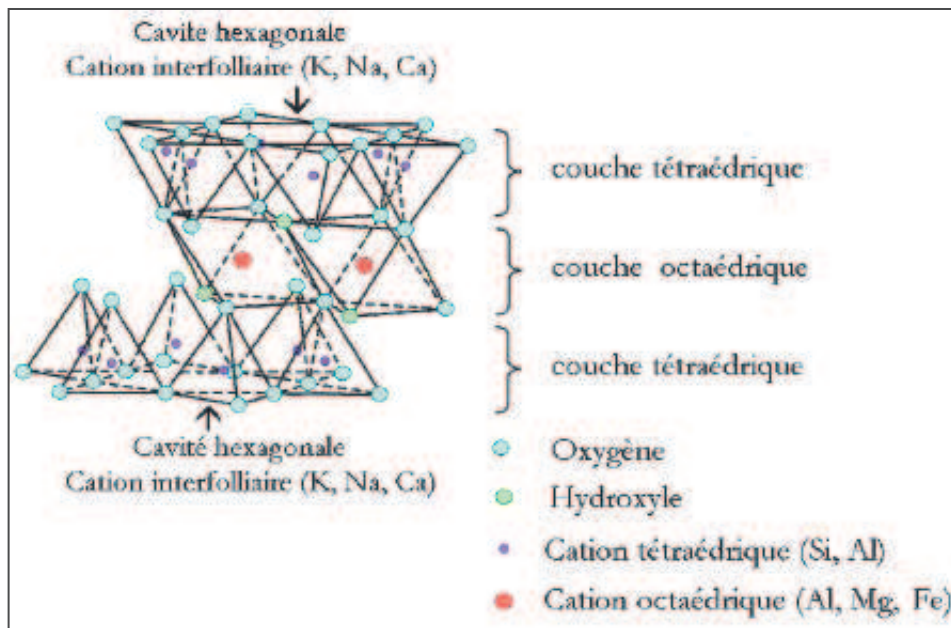


Figure 24 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1 (Jozja, 2003).

IV-1-3- Le phénomène d'adsorption des argiles

L'adsorption est un phénomène physique de fixation de molécules sur la surface d'un solide. Ce phénomène est utilisé pour « récupérer » des molécules de fluides (liquides ou gazeuses) dispersées dans un solvant. L'adsorption est utilisée généralement dans le cas des phases liquides dans le but de les décolorer. La substance qui se fixe est appelée adsorbat ou soluté. Elle peut être liquide ou gazeuse. Quant à la surface sur laquelle se produit ce phénomène, elle limite généralement une phase condensée (solide) et reçoit le nom d'adsorbant (Robert, 1989).

On distingue l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

- *Adsorption physique*

L'adsorption consiste essentiellement à la condensation des molécules d'adsorbant à la surface d'un solide adsorbant, elle est favorisée par un abaissement de la température (Arditti, 1968). Elle est dite physique lorsque les forces qui fixent l'adsorbant sont du même ordre que les forces de Van der Waals, ce type d'adsorption est très rapide. Il est caractérisé en outre, par sa réversibilité relativement facile (Robert, 1989).

- *Adsorption chimique*

L'adsorption chimique ou la chimisorption est appelée aussi adsorption activée. Elle se caractérise par des forces bien plus intenses que celles de Van der Waals et par conséquent par des liaisons comparables à celles qui relient les atomes entre eux. À ce type de liaison correspond une chaleur d'adsorption environ dix fois plus élevée que dans le cas de l'adsorption physique (Steinberger *et al.*, 1979). C'est ce type d'adsorption qui intervient en catalyse (Robert, 1989).

IV-1-4- Les principaux adsorbants argileux

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet, d'après les travaux de McKenzie (1975) et Brindley (1966), Parmi l'ensemble d'argiles existant, trois familles sont classées les plus importantes à citer : les kaolinites, les illites et les smectites dont la montmorillonite et la bentonite, ces argiles sont les plus fréquemment étudiés en tant qu'adsorbant (Perrat, 2001).

IV-1-4-1-La kaolinite

Argile de structure $(Al_2Si_2O_5)$. Le feuillet de la kaolinite résulte de la liaison d'une couche tétraédrique avec une couche octaédrique, la liaison se faisant par les atomes d'oxygène. La particule de kaolinite est formée d'un empilement de ces feuillets, de l'ordre d'une centaine. Les feuillets sont liés les uns aux autres par des liaisons hydrogène relativement fortes qui empêchent le phénomène de dilatation et font de sorte que la distance de base ait une valeur faible de l'ordre de $7,2 \text{ \AA}$. Par conséquent il en résulte que :

- l'empilement est difficile à dissocier
- Le minéral est stable et l'eau ne peut ni circuler entre les feuillets ni provoquer un gonflement ou un retrait des particules.

Cette argile est particulièrement répandue dans les sols provenant de régions à climat chaud et humide (Scrano, 1997).

IV-1-4-2-L'illite

Cette argile est une phyllosilicates, c'est un matériau de transition entre les micas muscovitiques et la montmorillonite. L'illite est une argile très répandue dans les sols et est un précurseur des minéraux tel que la vermiculite et les smectites. Elle se transforme dans la couche intermédiaire par substitution des cations non échangeables avec des cations hydratés échangeables (Scrano, 1997).

IV-1-4 3-La smectite

Les principaux constituants minéraux de la famille des smectites sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la saponite.

Ce sont des phyllosilicates constitués des deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (phyllosilicates 2:1). La charge élevée de ces argiles est due pour l'essentiel à des substitutions isomorphiques. Cette charge est donc permanente, négative et dépendante du pH. Des cations compensateurs viennent alors se placer dans l'espace interfoliaire pour combler le déficit de charge. Ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée. Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire et le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative. Cette possibilité de « gonflement » des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'« argiles gonflantes ». D'un point de vue textural, les smectites sont généralement constituées de feuillets de grande extension latérale, associés, les uns aux autres en nombre très variable selon l'humidité et la nature du cation échangeable (Jozja, 2003).

► Exemple de smectite : La montmorillonite

La montmorillonite dont la structure est $(M (Al_1, 67Mg_0, 33OH_2) Si_4O_{10})$ avec «M = Na, K où Ca », se caractérise par d'importants phénomènes de dilatations et de substitutions isomorphes et est très répandue dans les sols (Scrano, 1997). C'est une smectite dioctaédrique où l'ion Na^+ joue le rôle de cation neutralisant de la charge induite par les phénomènes de substitution partielle soit de l' Al^{+++} octaédrique par Mg^{++} ou Fe^{++} , soit du Si^{++++} tétraédrique par Al^{+++} (Bois *et al.*, 2003).

En raison de cette substitution, les couches de T-O-T sont chargées négativement et l'espace intercalaire entre les couches de T-O-T est occupé par les cations échangeables comme Na^+ , K^+ , Ca^{++} pour neutraliser la charge ; ces cations ne font pas partie de la structure et garde une certaine mobilité (Bouazza,2012) (Fig.25) .

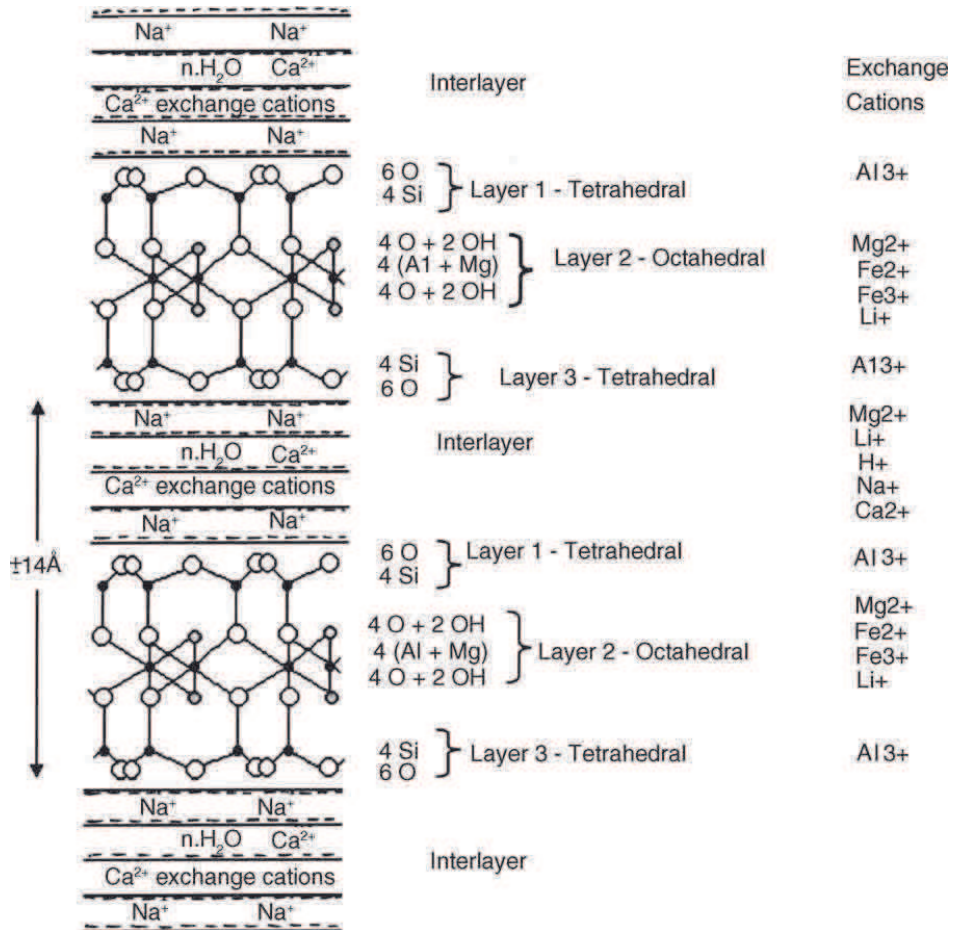


Figure 25 : Structure de la montmorillonite (Caillèreet al.,1982)

D'après **El M'rabet (2002)**, Les propriétés particulières de ce type d'argile sont les suivantes :

- Les cohésions entre les feuillets sont faibles. Le clivage est aisé et spontané dans l'eau et par conséquent, il se produit une grande dispersion
- Quand il n'y a pas de clivage, l'eau et ses électrolytes se placent entre les feuillets et les éloignent les uns des autres en causant le gonflement des argiles.
- La surface spécifique de la montmorillonite peut aller jusqu'à $800 \text{ m}^2/\text{g}$, ce qui explique sa tendance à fixer des cations échangeables.
- La surface de la montmorillonite présente une grande dispersion et une importante réactivité, notamment vis-à-vis de l'ion OH^- .

IV-2-La bentonite

IV-2-1-Historique et Définition

La Bentonite fût découverte, en 1888 à Fort Benton, région de Rock-River dans le Wyoming (Etats Unis d'Amérique). Ce nom fût proposé par Wilbur C. Knight en 1898 (**Hosterman et Patterson, 1992**). Avant cette date, la Taylorite était le nom qu'il avait donné à cette argile, appellation due à une mine située dans le ranch de Taylor près de Rock-River à Wyoming.

Il s'agit d'une argile colloïdale, elle peut être considérée comme une smectite, elle contient plus de 75 % de montmorillonite, don la formule : $(\text{Na,Ca})_{0,33}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, et des argiles telles que l'illite et la kaolinite , On trouve également d'autres minéraux comme le quartz, le mica, le feldspath, la pyrite ou la calcite. La teneur des minerais non argileux est très rarement en dessous de dix pour cent. La composition de la montmorillonite change d'une bentonite à une autre, dans son treillis ou en forme d'ions échangeables. En conséquence, les caractéristiques de la bentonite peuvent changer d'un produit à un autre (**wikipédia, 2014 ; Scrano, 1997**)

IV-2-2-Structure de la bentonite

Plusieurs hypothèses ont été établies pour dévoiler la structure de la bentonite qui est peu connue, d'entre elles, celles de Hofmann et Endelet Wilm (1933), Edelman et Favejee (1940) et Mc Connell (1950).

• **Structure selon Hofmann et Endelet Wilm (1933)**

La montmorillonite est composée d'unités constituées de deux couches de silicium

Tétraédriques et d'une couche centrale d'aluminium octaédrique. Elles sont disposées de telle sorte que les atomes d'oxygène des sommets de chaque tétraèdre de silicium et un des plans d'hydroxyles de la couche octaédrique, se situent dans un même plan. Les sommets des tétraèdres sont formés par quatre atomes d'oxygène reliés à l'atome de silicium central ainsi qu'aux atomes d'oxygène des octaèdres par liaisons covalentes. Les octaèdres ont par contre des sommets occupés par quatre atomes d'oxygène et de deux hydroxyles de la couche octaédrique placée directement en dessous des cavités hexagonales du réseau d'oxygène de la couche tétraédrique (Fig.26).

Le cristal anhydre présente une épaisseur de l'ordre de 9.6 Å. Sa structure dérive de la Pyrophyllite .

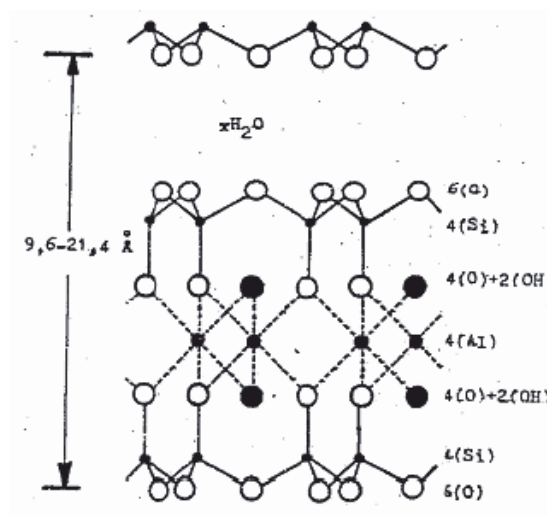


Figure 26 : Structure de la montmorillonite d'après **Hoffmann et Endelet Wilm (1933)**

- **Structure selon Edelman et Favejee (1940)**

Par le fait qu'un tétraèdre de silicium sur deux est inversé dans les deux couches tétraédriques de sorte que les sommets se trouvent orientés dans la direction opposée, chaque sommet réorienté peut ensuite être occupé par un hydroxyle OH au lieu d'un atome d'oxygène

- **Structure selon Mc Connell (1950)**

Mc Connell a proposé une modification de la structure de la montmorillonite dans le but d'essayer d'expliquer les propriétés thermo-chimiques de cette argile, cette structure proposée concerne uniquement les groupes Si_2O_5 de la feuille hexagonale dans laquelle Al^{+++} est substitué par Si^{++++} , des études ont montré que $(\text{OH})_4$ a la configuration stable d'un tétraèdre et 4H sont équivalents électro statiquement au Si, il suppose que ce type de configuration est possible dans les feuilles silicatées.

IV-2-3-Types de bentonite

IV-2-3-1- la bentonite naturelle

Il existe deux types de bentonite selon les cations échangeables au niveau de leurs couches internes et l'habilité au gonflement au contact de l'eau :

- **Bentonite à Sodium (sodique) :** appelée aussi montmorillonite sodique en raison de l'abondance des cations Na^+ échangeables, cette argile augmente de volume (se gonfle) lorsqu'elle est humide et peut absorber plusieurs fois sa masse en eau.

En raison de ses propriétés colloïdales par excellence (**Odom, 1984**), elle est utilisée dans les mastics pour l'enfouissement de matières polluantes dans le sol. Elle est utilisée dans les puits de forage de pétrole et la recherche géotechnique et environnementale (**Hosterman et Patterson, 1992**).

Les modifications de la surface de la bentonite à sodium font qu'elle ait un usage géo-environnemental tel que l'addition des polymères (**Theng, 1979**).

- **Bentonite à Calcium (calcique ou pascalite):** désignée sous le nom de montmorillonite à calcium à cause des cations Ca^{++} échangeables, cette bentonite ne possède pas les propriétés de gonflement, ce qui lui confère des applications parapharmaceutiques notamment dans le domaine du système digestif.

Selon **Logaly (1995)**, la bentonite à calcium peut être utilisée en solution pour son adsorption aux ions aussi bien pour les huiles que les graisses, c'est le premier agent industriel nettoyant (**Robertson, 1986**).

- **Autres types de bentonite**

Selon **Gildersleeve (1946)**, d'autres types de bentonites peuvent exister à savoir la bentonite au magnésium Mg^{++} non gonflables qu'on trouve en Turquie et Australie. D'autres peuvent exister dans les surfaces couvertes de végétations où le cation échangeable majeur est le H^+ , elles sont dépourvues de propriétés de gonflement.

Ces bentonites, dispersées dans l'eau, peuvent avoir un $pH = 4$ (**Knetchel et Patterson 1962**), cette valeur est très basse en comparaison avec celle des bentonites à sodium ou calcium qui dispersées dans l'eau, leur pH est compris entre 8 et 10.

Un autre type de bentonite à potassium appelé aussi metabentonite est constitué essentiellement d'illite et de minéraux, les cendres volcaniques constituent son origine (**Gildersleeve, 1946**).

IV-2- 3-2- la bentonite activée

Dans certaines applications techniques, les bentonites brutes doivent être soumises à une préparation adaptée aux exigences de leur utilisation à fin d'améliorer leurs propriétés d'adsorption, que l'on appelle : activation ; sachant que, Les propriétés de ces bentonites ainsi activées ou permutées sont moins stables dans le temps (3 à 18 mois) et dépendent de l'activation et des taux de magnésium, calcium et sodium. Ces différents types de bentonites se présentent sous forme de poudre ou de granulés sphériques ou cylindriques. Elles ont des couleurs très variables allant du blanc pour les produits les plus purs au gris, beige ou vert pour les autres (**Bougdah, 2007**). Ainsi, il existe deux types d'activation : acide et basique

IV-2- 3-2-1- Activation acide

L'activation acide consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par voie chimique par l'action d'acides forts (l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique). Ainsi, Les argiles activées à l'acide obtenues sont nommées **Fulmond**. L'attaque de l'argile par l'acide se déroule selon un mécanisme bien déterminé qui commence par l'adsorption de l'acide sulfurique

sur la surface du solide pour conduire à la substitution des ions échangeables par les protons. Ces derniers échangés, diffusent ensuite vers les sites actifs du solide activé où les réactions chimiques se produisent (coupure de liaisons chimiques existantes et formation d'autres liaisons). Les produits solubles de ces réactions chimiques sont par la suite désorbés dans la phase liquide

Dans ce processus d'activation, L'attaque chimique s'accompagne d'une dissolution progressive du solide qui peut conduire ensuite à la dislocation, voir l'effondrement, sous des conditions sévères d'attaque, du réseau cristallin (Bouguerra Neji et al., 2009) donc, une partie de la structure d'argile est détruite. L'acide fort agit en remplaçant les cations de l'argile par des protons tout en augmentant la surface adsorbante (Gannouni et al., 1999 ;Gannouni et Bellagi, 2001), selon Ravichandran et al. (1997), la surface spécifique de l'argile est augmentée de 40m²g⁻¹ à 500m²g⁻¹ par la désagrégation de ses particules, mais également, l'activation acide fait augmenter la porosité et l'acidité de la surface, elle assure aussi l'élimination de plusieurs impuretés minérales et l'enlèvement des cations de la couche octaédrique. En effet, les cations structuraux de l'argile (Al³⁺, Mg²⁺, Fe³⁺) sont remplacés, au cours de l'attaque acide, par des protons H⁺, ce qui conduit à une augmentation substantielle de l'acidité de surface de l'argile (Zorica et al. 2011) (Fig. 27).

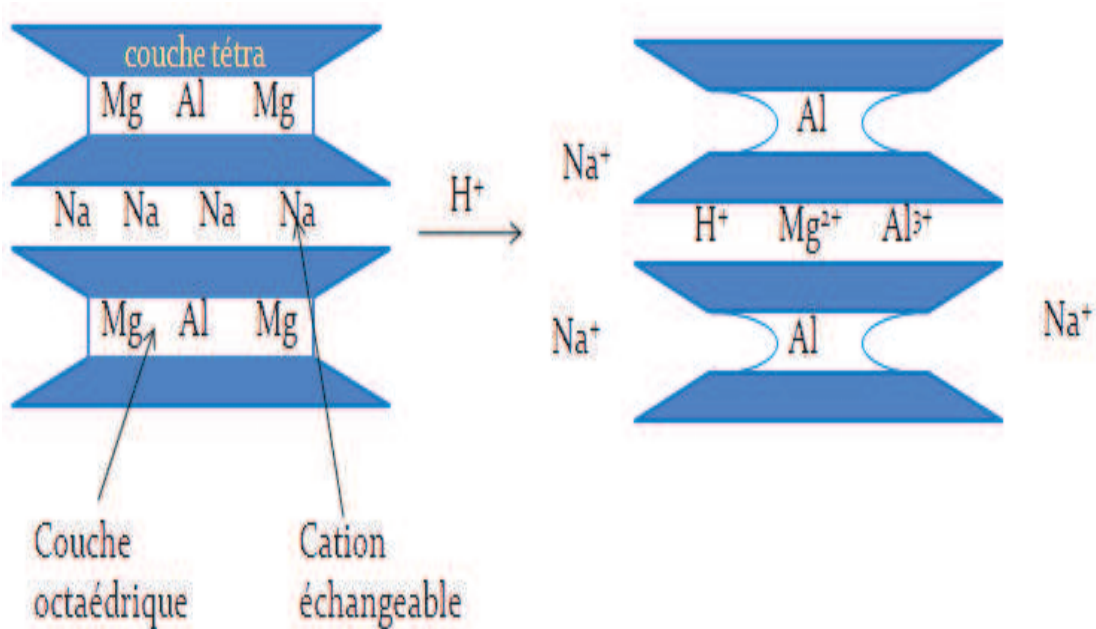


Figure 27 : Représentation de l'effet de l'activation acide

Selon Ravichandran et al. (1997).

La destruction de la feuille octaédrique augmente non seulement avec l'augmentation de la concentration de l'acide, de la température et du temps de contact, mais aussi avec du taux de magnésium dans la couche octaédrique. Dans l'étude de **Ravichandran et al. (1997)**, le traitement de la montmorillonite par le HCl avec différentes concentrations, a montré que la surface spécifique augmente avec l'augmentation de la concentration jusqu'à 1M. Pour des concentrations supérieures à 1M la surface spécifique commence à diminuer. L'utilisation de solution d'acide concentré à des températures relativement élevées pendant de longues durées conduit généralement à une destruction profonde du réseau cristallin de l'argile avec la formation de quantité importante de silice amorphe (**Bouguerra Neji et al., 2009**). L'activité catalytique des argiles activées dépend de la nature de l'acide utilisé, il a été démontré que les argiles activées à l'acide sulfurique sont dotées d'une activité catalytique plus importante que celles qui sont traitées par les acides nitrique et chlorhydrique. Cette activité plus importante a été attribuée à l'acide sulfurique restant adsorbé à la surface de l'argile au moment de l'activation (**Rodseanglung et Laosooksathit, 2005**).

Il est à noter que la bentonite figure parmi les quelques types d'argiles smectites qui peuvent être activés pour produire des adsorbants de haute efficacité. D'autres types d'argiles tels que la glauconite, la nontronite, l'attapulgite et la sépiolite ont pu être activées à l'acide, mais les terres obtenues sont d'efficacité moindre que celles préparées à partir des montmorillonites calciques.

IV-2-3-2-2- Activation alcaline

Lors de l'activation alcaline, les bentonites calciques, les plus fréquentes, sont transformées par traitement avec de la soude en bentonites de sodium, qui se caractérisent notamment par une capacité de gonflement plus élevée.

Plusieurs travaux ont montré que les minéraux argileux se dissolvaient au contact de solutions alcalines (**Rozalen et al., 2008; Rozalen et al., 2009**). La dissolution dépend de différents paramètres comme le pH, la nature du minéral argileux et la température. En milieu alcalin, plus le pH est élevé et plus la dissolution est importante d'après (**Stumm, (1997); Tournassat et al., (2004)**). L'augmentation de la concentration des sites de surface déprotonés ($S - OH + OH^- \rightleftharpoons S - O^- + H_2O$) favorise la dissolution.

IV-2- 4-composition chimique de bentonite

Sous sa forme brute naturelle, la bentonite est une roche tendre ayant à peu près la consistance du kaolin, c'est à dire friable, onctueuse au toucher, sa teinte est blanche, grise ou légèrement teinte de jaune.



Elle provient de la dévitrification des couches volcaniques sous l'influence

des eaux à réaction alcaline ou acide.

Figure 28: Bentonite (Amcolcompany, 2010)

En plus de la montmorillonite, cette terre peut contenir d'autres minéraux argileux (kaolinite, illite,...) ainsi que des impuretés sous forme de gypses, de carbonates,...etc

(Mouaziz, 2012).

En Algérie, la bentonite est produite à partir de plusieurs bassins volcaniques du Tertiaire à l'Ouest du pays, dans la région de Maghnia et de Mostaganem où 20 000 tonnes sont produites annuellement.

IV-2-5- propriétés et caractéristiques de la bentonite

D'après Auerbachet *al.*,(2004) et Belaidi (2011), la bentonite possède les propriétés suivantes :

- Capacité d'échange cationique : La capacité d'échange cationique est due au fait des substitutions isomorphiques des atomes d'aluminium de la couche octaédrique par des atomes de magnésium entraînant une charge négative globale du feuillet. Elle est compensée par la présence de cations échangeables localisés dans l'espace interfoliaire. La quantité des cations échangeables, qui dépend de la charge du feuillet est appelée la capacité d'échange cationique (CEC), elle est exprimée en meq/g.
- Capacité de gonflement : il résulte de la pénétration dans le domaine interfoliaire de l'eau ou d'un autre liquide polaire pouvant vaincre les forces de type Van der Waals existant entre les feuillets de l'argile, la bentonite est connue par sa faculté de se disperser dans l'eau pour former une masse visqueuse et gélatineuse.
- Colloïdalité : Cette propriété est d'une grande importance pour le procédé de purification des argiles. elle est liée à la présence de charges négatives à la surface de chaque grain d'argile. le caractère colloïdal se traduit par le recouvrement de chaque grain d'argile par une double couche d'ions hydrosolubles de charges opposées.

IV-2-6-Domains d'application de la bentonite

Le débouché le plus important de la bentonite se situe dans les techniques du génie civil, particulièrement dans l'étanchéité des édifices, la construction de digues, la pose de canalisations, l'édification de tunnels, l'injection de vides souterrains (ex: carrières de Paris) que l'on souhaite combler, la réalisation de fondations spéciales (parois moulées, barrettes, pieux)... La bentonite est conditionnée pour cet usage en bâtons (ou granulés) et fournit une obturation hydrologique sûre. Les bâtons sont constitués de 99 % de bentonite et d'environ 1 % de fibres synthétiques de remplissage.

La bentonite est également utilisée dans les techniques de géothermie (pompes à chaleur) pour empêcher les tuyaux de geler. Elle sert de produit d'étanchéité dans les étangs artificiels. Elle peut être employée comme déshydratant et comme additif alimentaire (anti-agglomérant dans les colorants, au maximum 5 %), Son numéro est E558. Ou encore dans les émulsions d'asphalte, des catalyseurs, des peintures, des plastiques, des encres, des graisses, des cosmétiques, et des pharmaceutiques. Selon **Robertson (1986)**, la bentonite calcique est employée pour nettoyer et épaissir les tissus de laine en Chypre d'où le nom de terre à foulon. Il a été découvert que cette même bentonite pourrait être utilisée pour la décoloration ou le blanchiment des produits végétaux et animaux, ou des huiles minérales (**Nutting 1943**),

pour que le blanchiment soit efficace, il faut que la bentonite à calcium subisse une activation par acide (**Rich 1960; Torok et Thompson 1972**). L'opération de décoloration permet d'éliminer outre les pigments colorés (chlorophylles et caroténoïdes), les savons résiduels, les traces de mucilage, des métaux lourds. Les peroxydes sont largement détruits par les terres activées.

La bentonite à sodium naturelle est bien réputée aux températures élevées produites pendant le versement du fer et de l'acier fondus.

La bentonite est utilisée dans d'autres domaines à citer dans l'industrie alimentaire pour clarifier les jus de fruits et le beurre de cacao lors de leur fabrication. Dans le forage servant de fluide à la tenue des parois et à l'évacuation des matières forées et en obturateur d'urgence lorsqu'un forage traverse accidentellement le plancher d'un aquifère et que des pertes non désirées importantes ont alors lieu dans les terrains sous-jacents. Elle sert de liant dans la fabrication de moules en sable pour la fonderie (afin de coller les grains de sable entre eux). Mais également, elle peut avoir d'autres usages

notamment dans l'amendement de sols trop secs (sablonneux) à raison de 500 g/m² chaque année pendant 5 ans, ou comme dépolluant soit dans la dégradation des composés organiques polluants soit dans leur transformation en des produits moins nocifs, comme elle sert d'outil dans le traitement des eaux usées.

Elle figure parmi les composants des produits cosmétiques, dans certains produits pharmaceutiques, et comme additif pour détergents (**Wikipédia, 2013**) .

IV-2-7-Toxicité de la bentonite

Plusieurs recherches ont été entreprises pour évaluer la toxicité de la bentonite, des résultats sur ses risques sur l'homme, l'environnement et d'autres organismes au laboratoire et sur terrain figurent dans les travaux de **Zoltan Adamis et Williams** réalisés en **2005** :

IV-2-7-1- Evaluation des risques de la bentonite sur l'homme

D'après les données limitées issue des études portant sur des personnes exposées à la bentonite, la montmorillonite retenue ne semble provoquer que des modifications tissulaires non spécifiques sans gravité, similaires à celles induites par « la maladie des petites voies aériennes causée par des poussières minérales ». Aucun cas de réaction fibrotique diffuse ou nodulaire marquée des tissus pulmonaires à la montmorillonite en l'absence de silice libre n'a été signalé. On ne peut déduire aucune estimation quantitative de la capacité de la bentonite à provoquer des effets pulmonaires indésirables. Cependant, la composition minéralogique de l'argile, à savoir la quantité et la nature des minéraux qu'elle contient, est un déterminant majeur des effets, le quartz contenu dans la bentonite et autres argiles, peut avoir une relation causale avec le cancer du poumon. On a rapporté des augmentations statistiquement significatives de l'incidence de la bronchite chronique et de l'emphysème pulmonaire, ou de la mortalité due à ces maladies après expositions au quartz.

IV-2-7-2- Effet sur l'environnement

Il n'y a aucune raison de croire que les mines de gisement ou traitement de la bentonite ou autre argile, ne possèdent un danger toxicologique significatif sur l'environnement, cependant, l'exploitation des mines aux terrains de gisement et la sédimentation excessive dans les cours d'eau ont le potentiel d'endommager l'environnement d'une manière significative .

IV-2-7-3- Effet sur d'autres organismes au laboratoire et sur terrain

La bentonite présente une faible toxicité pour les espèces aquatiques, dont un grand nombre ont été soumis à des essais.

Sur les mammifères, des expérimentations sur des cobayes via l'administration de la bentonite intra trachéale et intra dermatologique ont indiqué plusieurs effets nocifs, des tests sur la toxicité de la bentonite par voie intramusculaire et intra veineuse ont été réalisés sur des animaux mais cette étude n'a pas été explorée pour évaluer le risque de la bentonite sur la santé.

IV-2-7-4-Génotoxicité

Aucune information n'est valable sur la génotoxicité des argiles ou leurs minéraux.

IV-2-7-5- Effet sur la reproduction

Dans une étude sur l'effet de la montmorillonite sur la reproduction des mammifères, la montmorillonite calcique et sodique ont été administrées oralement sur des femelles de rats du 1 au 15^{ème} jour de gestation. aucun effet nocif n'a été observé sur le poids de la femelle gestante, de celui de ses organes, ou encore sur la nidation de l'embryon (Wiles et al., 2004) .

IV-2-7-6- Informations sur la toxicité toxicologique et écologique de la Bentonite (Extrait d'une fiche technique de la bentonite pure)

Toxicité aiguë:

Valeurs DL/CL50 déterminantes pour la classification:

Oral DL50 > 5000 mg/kg (rat) (IUCLID)

Intraveineux DL50 35 mg/ Kg (rat)

Remarques : Poumons, Thorax ou Respiration : Œdème pulmonaire

Toxicité aquatique:

Des données quantitatives concernant l'effet écologique de la bentonite ne sont pas disponibles.

Toxicité sur les poissons:

CL50 19000 mg/l/96 h (*Salmogairdnerii*) (IUCLID) et (*Oncorhynchus mykiss* (Truite arc-en-ciel))

Toxicité sur les daphnies:

EC50 > 100 mg/l/48 h (*Daphnia magna*) (OECD-202)

IV-3- Utilisation des argiles dans les denrées stockées

Des travaux sur les matériaux inertes ont comporté l'utilisation de diverses argiles et terres à diatomées dans les denrées stockées (**Bhanderi et al., 2014 ; Baldassari et Martini, 2014**). Des résultats ont montré que les argiles sont très efficaces contre les insectes des denrées entreposées à de fortes doses (10 grammes d'argiles par kilogramme de grain). Elles sont utilisées dans la protection de grains dans les pays sous-développés. Mais de telles doses sont inacceptables par les normes actuelles **Golob et Webley (1980)** et **Mittal et Wightman (1989)**, ont rapporté que la poudre d'Attapulгите appliquée aux arachides à 5 grammes par kilogramme, était efficace dans le contrôle de *Corcyra cephalonica* (Stainton), *Tribolium castaneum* (Herbst), et *Caryedon serratus* (Oliver). À cette dose, l'attapulгите était efficace sur des grains de céréale contre plusieurs insectes de produits entreposés **Varma et Siddiqui (1977)** et **Panday et Varma (1977)**, ont testé l'effet insecticide de la poudre d'attapulгите contre. *Callosobruchus maculatus* (F), la dose appliquée était 10 et 50 grammes par kilogramme à une température de 27°C de hygrométrie de 75%. 100% de mortalité a été obtenue à la dose de 50 grammes par kilogramme après 48 heures de traitement. La durée d'action de la poudre était de 135 jours, les dommages sur les graines étaient réduits en comparaison avec les graines non traitées. Le pouvoir germinatif des graines n'a pas été affecté. **Swamiappan et al., (1976)** ont réalisé des essais d'efficacité du kaolin activé à 10 grammes par kilogramme de grains sur *Callosobruchus chinensis* (L), et ont obtenu 100% de mortalité pendant environ 225 jours, la perte de poids était réduite à 99,9% dans les lots traités avec le Kaolin activé. **Permual et le Patourel, (1992)** en Guyane, ont traité le riz avec le kaolin activé avec l'acide au dosage de 7,5 grammes par kilogramme et à une température de 25°C et hygrométrie de 70%, plusieurs scarabées : *Cryptolestes pusillus* (Schönherr), *Oryzaephilus surinamensis* (L.), *Rhyzopertha dominica* (F.), *Sitophilus oryzae* (L.) et *Tribolium castaneum* (Herbst). Il a été observé que Le kaolin avait un effet sur la progéniture de toutes les espèces pendant environ 250 jours. Les essais biologiques de laboratoire avec le riz traité ont prouvé que le traitement était efficace contre des adultes de toutes les espèces pendant environ 200 jours, après quoi la rémanence a légèrement diminué.

V-1- Essais d'efficacité des six huiles essentielles contre *Sitophilus oryzae* (L.)

V-1- 1- Objectif

Dans cette première partie du travail, L'objectif de nos essais est d'évaluer au laboratoire l'efficacité des six huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* (L.) . Les bio essais regroupent l'effet par contact, ingestion et inhalation des huiles essentielles de la Menthe verte (*Menthis viridis*), du romarin (*Rosmarinus officinalis*), du thym (*Thymus vulgaris*), l'Eucalyptus (*Eucalyptus globulus*), le clou de girofle (*Syzgium aromaticum*) et le gingembre (*Zingiber officinale*) .

V-1-2- Matériel et méthodes expérimentales

V-1-2-1- Matériel

► Matériel végétal

Pour notre travail, les plantes étudiées proviennent de différents endroits, le Thym, le Romarin et la Menthe verte sont de Blida, et l'eucalyptus de Tlemcen, les huiles essentielles étaient extraites de leurs feuilles. Tandis que les rhizomes du gingembre et les clous de girofle, ils ont été achetés du marché de Oued Smar.

► Matériel animal

La souche de *Sitophilus oryzae* provient de l'Institut Technique des Grandes Cultures I.T.G.C. de Oued Smar, l'élevage est conduit dans une étuve obscure réglée à une température de $30 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, et une humidité relative de $70 \pm 5\%$. 80 adultes sont placés dans des bocaux d'une capacité de 1 litre contenant 250g du blé tendre de la variété Hd 1220 de la région Khroub Constantine fournie par I.T.G.C de Oued Smar, dont l'ouverture est fermée.

Afin d'éviter le phénomène de surpopulation, nous avons procédé un transfert régulier des adultes dans de nouveaux bocaux, permettant ainsi d'assurer de nouvelles infestations.

Nous avons utilisé, dans nos essais les adultes d'âge connu, pour cela nous avons réalisé des tamisages réguliers pour récupérer des adultes âgés de 14 jours.

V-1-2-2- Méthodes expérimentales

V-1-2-2-1- Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

Le moyen le plus approprié pour extraire l'huile essentielle est la distillation à la vapeur d'eau laquelle, produite par un générateur, traverse les plantes, Chargée des précieuses molécules, elle est ensuite ramenée à l'état liquide par réfrigération. Le mélange d'eau et d'huile essentielle est recueilli dans un Erlenmeyer où il va subir un relargage, une décantation et un séchage.

► Entraînement à la vapeur :

Dans le ballon, pour chaque plante étudiée, nous faisons bouillir 100 g de feuilles broyées des différentes plantes choisies dans 250 ml d'eau distillée, nous ajoutons, dans le bouilleur, quelques grains de pierre ponce pour éviter toute formation de mousse. Après fermeture du montage et mise en marche du chauffe ballon, nous réglons la température d'ébullition à 100°C, en s'assurant que cette dernière est maintenue dans la vapeur condensée en tête de colonne et au fond du bouilleur grâce à un thermomètre.

► Relargage :

Dans une ampoule à décanter et afin de récupérer les molécules odorantes dissoutes dans le distillat, on réalise un relargage par l'ajout de quelques cristaux de chlorure de sodium NaCl, après agitation, tout en prenant soin de dégazer, pratiquement toutes ces molécules passeront dans la phase organique, cela permettra la séparation absolue des deux phases.

► Décantation :

Le mélange précédant est laissé reposer, pendant quelque minutes, la phase organique, à densité faible, surnagera sur la phase aqueuse, cette dernière est recueillie en premier dans un bêcher, pour pouvoir ensuite récupérer l'huile dans autre bêcher.

► Séchage et filtration :

Dans le but d'éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été entraînée avec la phase organique lors de la décantation, on procède à un séchage au moyen du sulfate de sodium (Na_2SO_4) anhydre, ensuite, pour séparer l'huile de ce dernier, on réalise une filtration par papier filtre. L'huile est ensuite conservée à une température allant de 0 à 6°C dans un flacon en verre brun fermé hermétiquement pour éviter toute dégradation.

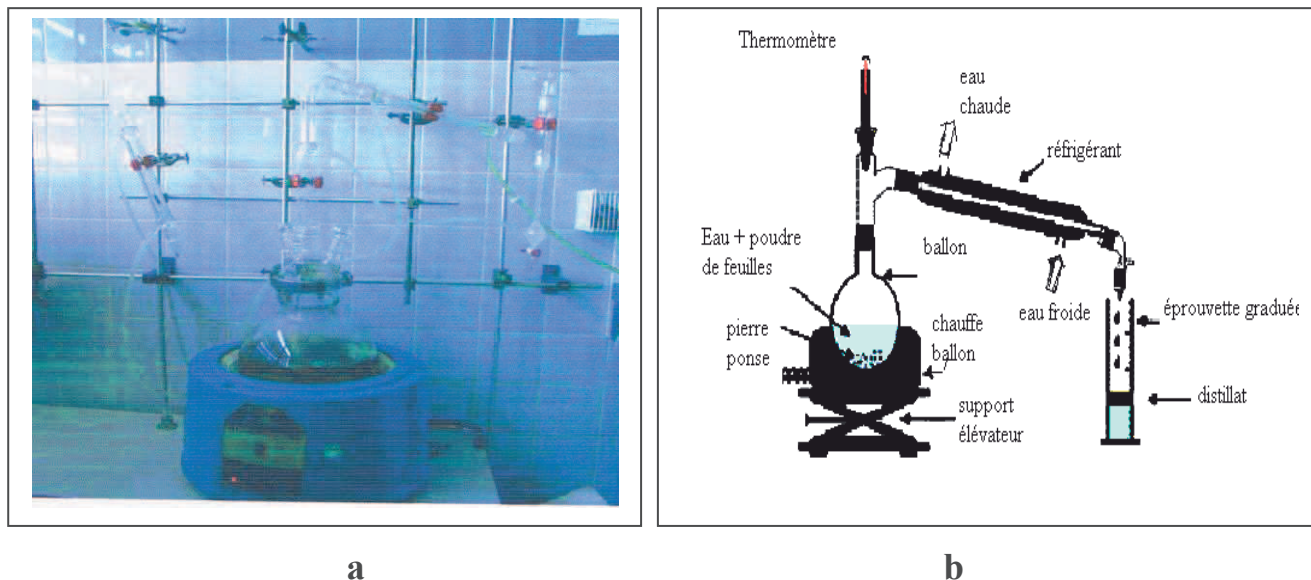


Figure 29: Dispositif d'extraction par hydrodistillation

- a) - Montage du dispositif au laboratoire d'exalbio (Chifa) (original).
- b) – schéma montrant les différentes parties du dispositif.

V-1-2-2-2- Etude de la composition chimique des huiles essentielles

Nous avons utilisé la Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse (GC/MS) pour analyser les huiles essentielles utilisées pour les essais biologiques.

L'analyse des huiles essentielles étudiées a été réalisée au laboratoire du centre de développement et de recherche d'Aldar (filiale érigée de Moubydal -Alger).

L'appareil est de marque Agilent technologies 5973 Network, le GC possède un injecteur es split splitless, le spectromètre de masse a une capacité allant jusqu'à 650 masse molaire et travail en mode impact électronique, le détecteur est de type MSD (Mass Selective Detector).

► Conditions chromatographiques

Les conditions opératoires d'analyse par CG–MS sont les suivantes :

La Colonne a une phase stationnaire de type HP5, sa nature est 5 % phényle et 95% méthyle silicone (Légèrement polaire), d'une longueur de 30 m, et le diamètre intérieur est de 0.25 mm, l'épaisseur du film est de 0.25 µm. La température de l'injecteur est

de 250 °C, celle du détecteur du spectromètre de masse est de 230 °C pour la source où l'interface à une température de 280 °C et le quadripôle 50 °C. pour la colonne, sa température est 50 °C (T° initiale pendant 2 minutes) à 250 °C. (T°finale) à raison de 6 °C /min.

Le Gaz vecteur utilisé est l'Hélium dont le débit est 1,5 CC /min (débit constant) et le Volume injecté est 0,2 µl en mode split splitless.

Les huiles essentielles ont été injectées à leur état pur (sans extraction) dans le but d'identifier tous leurs composants sans qu'il y ait de perte de molécules volatiles.

V-1-2-2-3- Bioessais

V-1-2-2-3-1- Préparation des doses

A partir des huiles essentielles obtenues, nous préparons les doses à tester après dilution de celles ci selon une progression géométrique de raison de 2.

Pour les essais d'efficacité sur les formes adultes de *Sitophilus oryzae*, quatre doses (2,5 ; 5 ; 10 et 20 µl /ml d'acétone) ont fait l'objet des tests par contact et ingestion.

Pour le test d'inhalation, la dose utilisée est 20 µl soit 0.24 µl/Cm³.

V-1-2-2-3-2-Mode opératoire

a) Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

Quatre solutions de chacune des huiles essentielles ont été préparées en diluant les volumes 2.5, 5, 10 et 20 µl dans 1 ml l'acétone. Chaque solution a été répandue uniformément à l'aide d'un micro-pulvérisateur, sur un disque de papier filtre de 9 cm de diamètre. Après évaporation complète du solvant de dilution, chaque disque traité ou témoin (solvant seul) a été minutieusement placé dans une boîte de Pétri à 9 cm de diamètre et 2 cm de hauteur. Quatre répétitions ont été effectuées pour chaque huile essentielle. Un lot de 20 insectes adultes âgés de 14 jours a été introduit dans chaque boîte de Pétri qui a été aussitôt fermée à l'aide d'une moustiquaire fine tenue par un élastique.

Le nombre d'insectes morts a été comptabilisé chaque 24 heures pendant 6 jours de traitement.

b) Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion

Pour chaque essai une solution acétonique contenant des huiles essentielles avec les doses (2.5, 5, 10, 20 μl / ml de solvant) a été mélangée convenablement avec 10 g de graines de blé tendre contenus dans une boîte de pétri en verre. Un témoin traité uniquement à l'acétone à été réalisé, 20 insectes de *S. oryzae* âgés de 14 jours ont été introduits dans toutes les boîtes. Le comptage des mortalités a été réalisé quotidiennement pendant une période de 6 jours.

c) Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation

Pour réaliser cet essai, on a utilisé 20 μl d'huile essentielle, quantité suffisante pour saturer l'atmosphère d'un pot à vice de 82 cm^3 de volume ce qui donne une concentration de 0,24 $\mu\text{l}/\text{cm}^3$.

20 μl d'huile essentielle pure ont été déposés sur des disques de papier filtre de 4 cm de diamètre, que nous plaçons dans le fond du couvercle du pot à vis, Après 10 minutes de saturation, on introduit dans les pots 20 individus adultes de *S. oryzae* âgés de 14 jours, le couvercle est vissé hermétiquement.

Pour estimer l'effet choc des produits, le dénombrement des mortalités est réalisé 60, 120, 180, 240, 300 et 360 minutes après traitement. L'évaluation des létalités s'est étalée jusqu'à 24 heures (soit 1440 min.), 4 répétitions sont réalisées aussi bien pour les pots traités que pour ceux non traités servant comme témoin.

V-2- Mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur *Sitophilus oryzae* (L.).

V-2-1-Objectif

Dans cette partie du travail nous avons essayé de formuler un bio insecticide de type poudre pour poudrage à base d'argile naturelle et modifiée par activation acide, avec comme principe actif une huile essentielle. Des tests d'efficacité ont été réalisés avec la formulation obtenue sur les adultes de *Sitophilus oryzae* (L.), ainsi que sur l'émergence de la première génération F1, Il est à noter que la durée d'activité de cette formulation a été déterminée.

V-2-2-Matériel et méthodes expérimentales

V-2-2-1- préparation de la formulation poudreuse

Pour préparer la formulation poudreuse du bio insecticide nous avons utilisé deux adsorbants : la bentonite naturelle et la bentonite activée à l'acide sulfurique H_2SO_4 , Le principe actif choisi est l'huile essentielle du clou de girofle ayant manifesté sur la base des tests réalisés, le meilleur pouvoir insecticide notamment par contact et inhalation.

V-2-2-1-1- activation acide de la bentonite

La bentonite utilisée dans cette formulation provient du gisement de M'Zila, en nous basant sur les caractéristiques déterminées par le laboratoire des analyses de la bentonite de l'unité (ENOF) de Mostaganem. Les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques font apparaître que cette argile se compose principalement de la montmorillonite, elle est du type calcique étant donnée le cation majoritaire est le calcium (Tab.1 et Tab.2).

Tableau 1 : Caractéristiques physico-chimiques de la bentonite utilisée dans la formulation (ENOF, 2014)

Surface spécifique (m ² /g)	pH	Cations échangeables (meq/100g)			Na/Ca
65	9,0	Ca	Mg	Na	0,58
		43,6	4,8	25,2	

Tableau 2 : Caractéristiques minéralogiques de la bentonite utilisée dans la formulation (ENOF, 2014)

Identification des minéraux			
Montmorillonite	Quartz	Feldspaths	Biotites
45 à 60 %	15 à 20 %	3 à 5 %	8 à 10 %

Cette bentonite est connue pour ses propriétés non gonflantes qui lui confèrent une application importante dans le domaine parapharmaceutique et industriel (voir chapitre III), ainsi, elle peut être un bon support des huiles essentielles, et l'augmentation de son pouvoir adsorbant en l'activant par un acide fort tel que le H₂SO₄, s'avère une étape importante pour pallier à la faible rémanence des huiles essentielles due à leur volatilité, rappelons que le traitement par l'acide sulfurique entraîne une augmentation de la surface spécifique des argiles **Nguemtchouin, (2012)**; ainsi, les silicates sont transformés en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant.

► Protocole de l'activation acide de la bentonite

L'activation de la bentonite par l'acide a été réalisée selon la méthode de **Bouguerra Neji et al., (2009)**. 50 g d'argile (granulométrie inférieure à 2 µm) ont été introduits dans un bécher de 500 ml, aux quels on a ajouté 250 ml de solution d'acide sulfurique (concentrations 1M). Le mélange est homogénéisé et laissé au repos à température ambiante pendant 24 h. Au bout de cette période, le mélange est filtré sur papier filtre Wattman n°1, puis le culot est lavé à l'eau désionisée jusqu'à l'obtention d'un pH égale à 7. L'argile activée obtenue est séchée dans une étuve à 70°C pendant 24h.

L'argile « Acide » obtenue est broyée à l'aide d'un mortier en porcelaine et conservée dans des piluliers en verre fermés et conservés à température ambiante.

V-2-2-1-2- préparation de la formulation poudreuse

Deux formulations poudreuses chargées d'huile essentielles ont été préparées. L'une à base de bentonite naturelle, et l'autre à base de bentonite modifiée, le chargement de ces deux formulations en huile essentielle a été réalisé selon la méthode d'aromatisation des argiles utilisées par **Nguemtchouin et al ., (2012)**.

Sachant que la masse volumique de l'huile essentielle du clou de girofle est 0.02g/cm^3

Pour une masse de formulation poudreuse de 10 g, on introduit dans un Cristallisoir 10 ml d'acétone auquel on ajoute la quantité appropriée d'huile Essentielle (0.02 ml) et ensuite 10 g d'argile. Après avoir mélangé pendant environ 5 min, le mélange est placé au bain marie à 30 °C jusqu'à évaporation complète du solvant. Au terme de cette évaporation l'on obtient une poudre aromatisée d'huile essentielle qui est conservée dans des flacons fermés.

V-2-2-2- activité insecticide de la formulation poudreuse sur *S. oryzae*

Il s'agit dans cette partie de tester l'efficacité des formulations poudreuses sur *Sitophilus oryzae*, tous les essais ont été effectués dans le laboratoire de phytopharmacie de l'ENSA à une température ambiante de $25^\circ\text{C} \pm 2$ et une hygrométrie de $75\% \pm 5$.

V-2-2-2-1- matériel et méthodes expérimentales

V-2-2-2-1-1- Matériel

► Matériel animal

La souche de *Sitophilus oryzae* utilisée pour cet essai ainsi que son élevage ont été décrits dans le paragraphe V-1-2-1 page 62.

V-2-2-2-1-2- Méthodes expérimentales

Des tests préliminaires nous ont permis de constater qu'une quantité de 2g d'argile aromatisée était suffisante pour enrober complètement 100g de blé.

A- Test d'efficacité insecticide

Pour les essais d'efficacité insecticide des formulations poudreuses, des bocaux en verre de 1 litre ont été utilisés, chacun d'eux contenait 100 g de blé mélangés soigneusement avec 2g de formulation poudreuse aromatisée, 30 individus de *S.oryzae* âgés de 14 jours étaient introduits, les bocaux étaient recouverts de tissus de toile à maille fine

permettant l'aération des bocaux et maintenus à l'aide d'un élastique pour empêcher la fuite des insectes. Pour chaque formulation trois répétitions ont été réalisées, un témoin non traité et un autre traité avec l'argile naturelle servant de référence avec autant de répétitions ont été menés. Le dénombrement des mortalités a été effectué au 5, 10, 15, 20, 25 et 30^{ème} jours du traitement

B- Effet de la formulation poudreuse sur l'émergence de la F1

L'étude de l'effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1 a nécessité l'utilisation des bocaux en verre d'une capacité de 1 litre contenant chacun d'eux 100g de blé traité avec la formulation préparée et infesté par 10 couples de *S.oryzae*, après 15 jours (temps nécessaire pour permettre la ponte), les adultes ont été retirés. Le comptage du nombre des premiers émergents de la F1 a été établi à partir du 30^{ème} jours du traitement se référant au cycle de développement de cet insecte à 28°C (Koehler, (2012); Delobel et Tran, (1993)), une observation au quotidien a été réalisée, les adultes nouvellement émergés étaient enlevés et dénombrés à fin d'éviter que les générations ne s'entremêlent.

Le nombre de répétition est trois aussi bien pour les bocaux traités que pour le témoin non traité.

C- Etude de la rémanence des formulations poudreuses

Il s'agit dans ce test d'évaluer la durée d'action de l'activité insecticide des formulations poudreuses préparées ainsi que de la bentonite exempte d'huile essentielle. Pour ce faire, nous avons suivi le même protocole de l'effet insecticide global, on a utilisé des bocaux en verre de 1 litre, chacun d'eux contenait 100 g de blé mélangés soigneusement avec 2g de formulation poudreuse aromatisée, 30 individus de *S.oryzae* étaient introduits, les bocaux étaient recouverts de tissus de toile maintenus à l'aide d'un élastique pour empêcher la fuite des insectes. Pour chaque formulation trois répétitions ont été réalisées, un témoin non traité et un autre traité avec l'argile naturelle servant de référence avec autant de répétitions ont été menés. Le dénombrement des mortalités était effectué tous les 5 jours après lesquels, nous comptons les morts et éliminons les survivants et introduisons 30 nouveaux individus pris de l'élevage de masse. Cette opération était répétée jusqu'à ce que les taux de mortalités devenaient nuls.

V-3- Exploitation des résultats

V-3- 1- Résultats des Bioessais

► Calcul de pourcentage de mortalités

L'efficacité des différentes doses des huiles essentielles testées est exprimée en pourcentage de mortalité, qui peut être induite partiellement par d'autres facteurs autres que la toxicité du produit appliqué. Pour cela la correction des lectures est nécessaire au moyen de la formule **d'Abbott, (1925)** :

$$M_c = ((M_o - M_e) / (100 - M_e)) \times 100$$

Où :

M_o = mortalité enregistrée dans les lots traités (%)

M_e = mortalité enregistrée chez le témoin (%)

M_c = mortalité corrigée (%)

► Détermination des doses létales et des temps létaux

Les valeurs des doses létales et des temps létaux sont déduites à partir des tracées des droites de régression. Le pourcentage des mortalités corrigées est transformé en probit, elles sont représentées graphiquement en fonction des logarithmes des doses afin d'évaluer la dose létale induisant la mort de 50% d'individus (**DL50**) ou, des logarithmes des temps pour estimer les temps létaux au bout desquels, la mortalité de 50% d'individus traités est observée (**TL50**).

V-3- 2- Résultats de la mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur *Sitophilus oryzae* (L.).

► préparation de la formulation poudreuse

L'aromatisation des deux formulations poudreuses d'argile naturelle et modifiée par l'huile essentielle a été réalisée pour obtenir une formulation à 10% de matière active suivant le rapport :

$$M_{he}/M_{argile} = 0,1$$

Avec :

M_{HE} : masse d'huile essentielle,

M_{argile} : masse d'argile

► Effet de la formulation poudreuse sur l'émergence de la F1

Le calcul du pourcentage de réduction des adultes ou d'inhibition a été fait suivant la formule utilisée par **Tapondjou et al., (2003)** :

$$\%IR = (Cn - Tn / Cn) \times 100$$

Où :

Cn : nombre des nouveaux émergents dans le bocal non traité (témoin)

Tn : nombre des nouveaux émergents dans le bocal traité

V-3- 3- Analyse statistique

Pour tous les essais réalisés, l'analyse statistique des données est réalisée à l'aide du logiciel SPSS version 20.

VI- 1- Essais d'efficacité des six huiles essentielles contre *Sitophilus oryzae* (L.)

VI- 1-1- Etude de la composition chimique des huiles essentielles

Résultats et discussion

L'analyse qualitative et quantitative de l'huile essentielle du romarin dévoile un chémotype **Romarin α -pinène** puisque l' α -pinène est classé à la tête de tous les composés avec un taux évalué à 15,25% d'un pourcentage total quantifié de 95,76% (Tab.3).

Tableau 3 : Composition chimique des huiles essentielles du Romarin, Thym et Menthe verte établie par GC /MS (présentation des composés majoritaires et quelques composés minoritaires.)

Romarin		Thym		Menthe verte	
Composé	Teneur (%)	Composé	Teneur (%)	Composé	Teneur (%)
α -pinène	15,25	Thymol	43,22	Carvone	24,28
camphore	14,15	Carvacrol	34,49	1.8-cinéol	8,30
Néo-3-thujanol	11,89	Carvone	8,35	Limonène	8,08
Verbenone	10,13	Bornéol	2,41	Caryophyllène	4,05
Cis-thujone	7,02	Para -cymène-8-ol	1,61	Trans dihydrocarv	3,61
				-one	
Bornéol	5,68	spathuléol	1,13	Iso-menthol	3,38
Camphène	3,52	Thymoquinone	0,97	Carvenone	2,14
limonène	3,08	Sabinène	0,48	Menthol	1,37
Iso-3-thujanol	2,15	oxyde de Caryophyllène	0,64	β -phellandrène	1,27
Isogeijerène	1,64	Eucalyptol	0,73	β -Humulène	0,45
Carvone	1,41	γ -elemène	0,33	Verbanol	0,54

14,15 % est la teneur du camphore occupant la deuxième place , suivi du néo-3-thujanol (11,89%), verbèneone (10,13%), cis-thujone (7,02%) et bornéol (5,68%). Ainsi, on juge ces constituants majoritaires de cette huile, vue leurs teneurs par rapport aux autres.

Plusieurs travaux sur la composition chimique de l'huile essentielle du Romarin ont été entrepris dans le but de dégager les différents chémotypes qui peuvent exister. Pour le Romarin du territoire algérien par exemple ;

Bouchikhi Tani (2011), a analysé l'huile essentielle du romarin, il a été constaté que son chémotype était le 1,8 cinéole (48%), les autres constituants étaient le camphor (18%), α – pinènes (8%), le β -pinène (7%) et enfin le linalol (3%).

En 2016, Boutabia et al., les résultats d'une étude sur la Composition chimique par CPG-SM et l'activité antibactérienne des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* L. de la région de Hammamet (Tébessa), ont dévoilé une différence qualitative et quantitative dans la composition des échantillons explorés ; en effet, ils ont identifié 20 composants pour l'HE provenant de Draa Hammam; 18 pour celle de Ammache et uniquement 8 composants pour l'HE de Youkous. Par ailleurs, ces huiles essentielles sont du chémotype 1,8 cinéole. Leur teneur en ce composé majoritaire sont respectivement, 72,91% pour l'échantillon de Youkous; 32,59% pour l'échantillon de Draa Hammam et enfin, 32,76% concernant l'échantillon de Ammacha.

Atik Bekkara et al.(2007), dans l'étude sur la composition chimique de l'huile essentielle du romarin de Tlemcen à l'état spontané et cultivé, on trouvé que cette dernière était caractérisée par la présence du camphène (13,98%) et α -pinène (12,6%).

Makhlouf (2002), a identifié 36 constituants représentant 90,6% de l'huile, parmi lesquels l' α -pinène était classé le premier avec un taux de 28,96% ce qui est en accord avec nos résultats, le camphore vient en deuxième position (12,73%) suivi de verbenone (9,22%) et limonène (5,39%).

Boutekdjiret et al. (1998), ont trouvé en travaillant sur le romarin d'Algérie (Monts des babor) 35 composés, mais dans ce cas, le composé majoritaire était l'Eucalyptol. Selon le même auteur, il pourrait exister deux principaux types d'huiles essentielles de romarin : l'un ayant des concentrations élevées en 1,8 cinéol et l'autre caractérisé par de faibles teneurs en ce même composé.

Par ailleurs ; dans le bassin méditerranéen, plus précisément dans les pays avoisinants ;

Ayadi et al. (2011), ont analysé par GC/MS les deux phases aqueuses et organiques de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* (L.) de différentes régions de la Tunisie, il a été remarqué que les composés majoritaires dans la phase organique de l'huile essentielle de Romarin de Sidi Bouzid sont le 1,8-cinéole (58,1%), l' α -pinène (11,5%),

et le camphre (7,8%). Alors que la phase aqueuse contenait le camphre (19,2%), le 1,8-cinéole (14,9%) et le Bornéol (4,7%). Également, l'huile essentielle (phase organique) extraite de Romarin cueillie de la région de Bizerte est composée principalement de 1,8-cinéole (28,1%). Alors que celle de la phase aqueuse est constituée de verbanone (42,6%). Dans le cas des huiles essentielles cueillie de la région de Zaghouan, les principaux composés de la phase organique sont 1,8-cinéole (51,7%) par contre dans la phase aqueuse on trouve le camphre (16,3%).

Khia et al. (2014), ont mené une étude sur l'appréciation de la qualité chimique et l'évaluation de l'activité antibactérienne et antifongique des huiles essentielles des trois provenances de romarin du Maroc à savoir : Rchida, Berkine (Maroc Oriental) et Aknoul (Nord Est du Maroc), les huiles essentielles ont été analysées par CG/FID et CG/SM. Il a été démontré que ces produits issues de ces trois provenances sont caractérisées par la présence des composés suivants : α et β - pinènes, camphène, 1,8-cinéole et le camphre.

► Le chénotype de l'huile essentielle de thym analysée est **thym thymol**, nous avons identifié 86,54 % de sa totalité. De laquelle, le composé majoritaire est le thymol dont la teneur est 43,22%. D'autres constituants ont des concentrations significatives : le carvacrol (34,49%), le carvone (8,35%) et le bornéol (2,41%).

Nos résultats corroborent ceux de **Hudaib et al., (2002)** qui a étudié la composition chimique de *Thymus vulgaris* du jardin de Casola-Valsenio (Ravenna,Italie) par GCMS à différentes périodes de l'année , stades du cycle végétatif de la plante et selon son âge (2 et 5 ans). Les résultats obtenus avaient dévoilé qu'en période de croissance en mois de Mai/Décembre, les monoterpènes phénoliques à citer le thymol et le carvacrol et leurs précurseurs monoterpènes hydrocarbonés : p-cymène et gamma-terpinène , étaient prédominants. Cependant, la teneur en ces derniers était faible pour les échantillons âgés de 5 ans et collectés en Mai / Juin et très élevée pour les monoterpènes oxygénés : linalool et bornéol, monoterpènes phénoliques : thymol et leur dérivés : principalement carvacrol methyl ether , sesquiterpènes : beta-caryophyllène et leur dérivés oxygénés : caryophyllène oxyde. Également, une présence caractéristique du camphore et du thymodihydroquinone. Il ressortait de cette étude que, le dernier stade du cycle végétatif de la période de croissance de *thymus vulgaris* , (soit les jeunes plants âgés de 2 ans), est à l'origine d'une huile essentielle de meilleure qualité (sur le plan qualitatif et

quantitatif) puisque, ces jeunes plants collectés en mois de Juin/Juillet juste avant la fin du cycle végétatif, donnent une huile essentielle très riche en monoterpènes phénoliques : le thymol (51,2%) et le carvacrol (4%) .

El-Guedoui (2003), a réalisé l'analyse de l'huile essentielle de thym *Thymus fontanesii* par le même instrument, dans ce cas, c'est le carvacrol qui était dominant (44,1%), le thymol occupa la seconde place (26,4%).

Bousbia (2005), qui a analysé l'huile essentielle de thym par CPG trouva que le composé majoritaire était le thymol avec une teneur de 38,19% suivi du carvacrol (26,26%).

En 2014, Zayyad et al., ont mené une étude sur l'analyse chimique et l'activité antibactérienne des huiles essentielles des trois espèces marocaines de *Thymus* : *Thymus zygis*, *Thymus algeriensis* et *Thymus bleicherianus*, la composition chimique par GC/MS de ces huiles essentielles a révélé la présence d'un composé majoritaire commun : le thymol dont la teneur est de 37,78% pour *T. algeriensis*, 55,9% pour *T. bleicherianus* et 35,7% pour *Thymus zygis*, bien que la comparaison des trois espèces du thym montre un polymorphisme au niveau de leur composition chimique.

El-Akhal et al. (2014), ont étudié la composition chimique par GC/MS de l'huile essentielle de *Thymus vulgaris* cultivé au Maroc et son efficacité sur les larves de *Culex pipiens*, le chémotype déterminé était thym thymol avec une teneur évaluée à 41,4%.

► Les résultats ont démontré que le composé majoritaire de l'huile essentielle de la menthe est le carvone représenté par un taux de 24,28% d'une totalité de 95,25%, d'où le chémotype : **Menthe carvone**. Elle est également constituée de 1,8 cinéole avec un pourcentage de 8,30% et du limonène avec un taux de 8,08%, nous remarquons la présence du caryophyllène (4,05%), trans-dihydrocarvone (3,61%), l'iso-menthol (3,38%), du carvenone (2,14%), le menthol (1,37%) et le β -phellandrène (1,27%).

Dans d'autres travaux, **Ait-Ouazou en 2002** avait étudié la composition chimique de l'huile essentielle de la Menthe verte de Bougara par GCMS. L'analyse a révélé la présence de 33 constituants où le carvone était le composé majoritaire avec un taux de 38%.

Taleb –Toudert (2014), a réalisé l'étude de la composition chimique de la menthe verte *Mentha spicata*, provenant de la Kabylie, cette espèce était riche en carvone (47,92%) et en limonène (21,02%).

Le même chémotype était déterminé par **Boukhebti et al. (2001)**, dans le cas de la menthe verte de Sétif (contenant 59,40% de carvone), et par **Benyoucef et al. (2004)** qui par l'analyse de deux échantillons de menthe verte de Ouargla et Larbâa avait trouvé des teneurs en ce composé majoritaire de 80% et 56% respectivement.

Govindarajan et al. en 2012 ont réalisé l'étude de la composition chimique par GC/MS de l'HE de la menthe verte extraite des feuilles ; et son effet larvicide sur trois espèces de moustique, il en est ressorti que l'huile essentielle contenait 18 composés et était du chémotype Carvone dont la teneur était 48,60%, suivi du cis-carvone et limonène aux quels les teneurs quantifiées sont 21,30% et 11,30% respectivement.

La bibliothèque du GC/MS a identifié 66 composés contenus dans l'huile essentielle d'*E.globulus*, qui s'avère riche en Allyloxyimino-2-carène et O-Cymène pour lesquels, la teneur est successivement 16,33 et 15,07% d'un total de 99,2% , d'autres composés sont à des teneurs intéressantes notamment l'eucalyptol quantifié à 9,60% , suivi de β -Phallendrène (6,44%) et α --Phallendrène (4%) et le globulol (2,46%) , d'autres constituants sont à des teneurs moins importantes ; à citer le Caryophyllène (1,12), le α -pinène (1,59), le α – Copaène-8-ol et le (-)-Spathulenol (0,14%) (Tab.4).

Tableau 4 : Composition chimique des huiles essentielles d'*E.globulus*, Gingembre et Clou de girofle établie par GC /MS (présentation des composés majoritaires)

<i>E.globulus</i>		Gingembre		Clou de Girofle	
Composé	Teneur (%)	Composé	Teneur (%)	Composé	Teneur (%)
Allyloxyimino-2-carène	16,33	α -Zingibèrene	24,30	eugénol	71,08
O-Cymène	15,07	Curcumène	12,03	acetate d'eugényl	20,56
Eucalyptol	9,60	Sesqui Phellandrene	10,38	Caryophyllène	4,69
Globulol	2,46	β -bisabolène	5,45	α -Caryophyllène	0,68
Caryophyllène	1,12	Camphène	5,26	oxide du Caryophyllène	0,79
α -pinène	1,59	α -farnesène	4,74	Caryophyllène alcool	0,08
β -pinène	0,57	β -Phellandrène	4,59	Caryophylla-3(4),8-dièn-5-ol	0,11
β -Phallendrène	6,44	Eugenol	2,67	acétate d'Iso eugénol	0,33
α –Phallendrène	4	Eucalyptol	2,47	vanilline	0,17
Thujone	0,15	α -pinène	1,82	Chavicol	0,15
α –Thujenal	0,21	β -elémène	1,69	β -panasinsène	0,08
Copaène	0,67	β -Myrcène	1,03	-	-
α – Copaène-8-ol	1,14	α -bulnesène	1	-	-
α –Cubebene	0,16	α –Cubebène	0,96	-	-
(-)-Spathulenol	1,14	Caryophyllène	0,26	-	-

La composition chimique de l'huile essentielle des *Eucalyptus* fût et fait toujours le thème de plusieurs œuvres, dans le cas d'*E.globulus*, c'est le 1,8 cinéole (eucalyptol) qui est le composé majoritaire, avec 70 à 80%, les autres constituants sont majoritairement terpéniques : Monoterpènes (limonène, para-cymène, alpha-pinène, et bêta-pinène), Monoterpénols (alpha-terpinéol) et les Sesquiterpènes (aromadendrène), la feuille renferme également une douzaine d'hétérocycles oxygénés à structure acylphoroglucinol-mono-ou sésquiterpénique : les euglobals, ainsi que des composés phénoliques, acides phénols et flavonoïdes (**Bruneton, 1993, Kesbi, 2011**).

Taleb –Toudert (2014), avait étudié la composition chimique d'*E.globulus* provenant de la kabylie, cette HE comprenait comme composants majoritaires l' eucalyptol dont la teneur était de 47,05%, suivi du globulol (8,65%), de l' α -pinène (7,69%), et du P-cymène (3,48%).

Via d'autres études, il s'avère que cette constitution majoritaire est commune entre plusieurs espèces du genre *Eucalyptus*; des auteurs ont marqué dans leurs travaux sur *E. spathulata* la présence du 1,8 -cinéole avec des teneurs arrivant à 52,9% et 72,5% et l' α -pinène (12,7% et 31%) (**Sefidkon et al., 2007 ; Zhang et al., 2012**), **Jaimand et al. (2009)** sur *E.oleosa* ont identifié le 1,8-cinéole (89,4%), le β -pinène (1,2%), et l' α -pinène (1%) comme composés majoritaires. Le 1,8-cinéole (23,1%), cryptone (15,1%), 4-allyloxyimino-2-carene (11,2%), et le 4-terpineol (9,6%) étaient les constituants majoritaires de l'huile essentielles d' *E. largiflorens* d'après **Rahimi-Nasrabadi et al. (2013 a)**.

Dans notre cas et par comparaison avec ce qui a été cité, notre huile essentielle contient une teneur faible en ces composés censés être majoritaires- eucalyptol (9,60%), globulol (2,46%) et α -pinène (1,59) pour le rappel – c'est l' Allyloxyimino-2-carène et l'O-Cymène qui sont dominants (16,33% et 15,07% respectivement), cette différence est due probablement à des facteurs extrinsèques tels que l'heure, le climat et la saison de la collecte du matériel végétal; ainsi que son origine géographique, ou autre hypothèse, ces échantillons appartiennent à des chémotypes différents (**Rahimi-Nasrabadi et al. 2013 b**). l'âge des feuilles pourrait influencer sur la qualité des HE, dans les travaux de **Naceur Ben-Marzoug et al. (2011)**, sur la composition chimique de *E. oleosa* sur différentes parties de la plante, il a été remarqué que le Spathulenol (16,1%) et le γ -eudesmol (15,0%) étaient les principaux constituants dans l'huile essentielle des feuilles adultes, cette dernière contenait seulement 8,7% de 1,8 cinéole par rapport aux

fleurs immatures, tiges et fruits où la teneur en ce composé était 47%, 31,5% et 29,1% respectivement.

► D'après les résultats obtenus, 71 composés ont été dénombrés, parmi lesquels, le α -zingibérène étant le composé majoritaire de l'huile essentielle du gingembre, est représenté par un taux de 24,30 %, ce qui confère à cette huile essentielle le chémotype : **gingembre α -zingibérène**. Il est suivi par d'autres principaux composés qui sont à des teneurs importantes : le curcumène (12,03%), β -sesquiphallendrène (10,38%), le β -bisabolène (5,45%), le camphène (5,26%) , α -farnésène (4,74%) et β -phallandrène (4,59%). Elle est également constituée du 1,8 cinéole (2,47%), β -myrcène (1,03%), α -pinène (1,82%), du caryophyllène (0,26%), et d'autres constituants à l'état de trace (**Tab.4**).

Selon **Amvam Zollo et al. (1991)** ; **Hubert (2005)** et **Riyazi et al. (2007)** les principaux constituants de l'huile essentielle du gingembre sont marqués par la forte présence de zingibérène avec 37,58% et le géraniol avec 38,96% , puis viennent d'autres constituants à faible pourcentage tel que le β -myrcène (5,9%), 2,3 déhydro-1,8 -cinéol (0,08%), 1,8- cinéol , limonène (0,56%), p-cimène (0,08%), linalool (1,50%) , citonellol (0,57%), 6-méthyl-5-hepten-2-one (3,16%), dehydro-p-cymène (0,36%), nérol/géraniol (0,05%), 2,2- di-me-7- methoxy-benzo-pyone (0,22%) et le 2-tridecanone (0,45%).

Une comparaison entre les profils chromatographiques de quelques échantillons d'huile essentielle du gingembre provenant de différents pays du monde a été réalisée par **Andriatsihoarana (2010)**, les pays concernés sont : la Chine, Sri Lanka, Inde, Equateur, Madagascar et le Congo.

Il en été conclu que, l' α -zingibérène était le composé majoritaire commun entre les HE du Sri Lanka (31,43%) ,l' Equateur (23,94%) et la chine (21,8%) suivi du β -bisabolène avec une teneur de 12,31% pour Sri Lanka et 11,4% pour l'Equateur, et en troisième position , le β -sesquiphellandrène avec 12,17% et 10,9% dans le même ordre. Alors que pour l'échantillon de la Chine, c'est le géraniol et le géraniol qui sont classés parmi les principaux constituants avec 9,9% et 9,4% successivement. Cependant, les HE du Congo et de l'Inde renferment respectivement l' α -curcumène (17,8%) et le géraniol (25,9%) comme constituant majeur, l' α -zingibérène ne vient qu'en deuxième position avec des teneurs estimées à 15,8% pour l'échantillon du Congo et 9,5% pour celui de

l'Inde. Concernant l'HE du Madagascar, elle s'avère riche en camphène (22,8 %) et en ar-curcumène (15,3 %), l' α -zingibèrene se trouve en une teneur plus faible (5,2 %).

Le gingembre du Brésil quant à lui, contient comme composé majoritaire le gèranial (16%), suivi de l' α -zingibèrene (13%), le néral (10%) et l' α -farnésène (5%). (**Roveré Franz et al. ,2011**).

► L'huile essentielle du clou de girofle comprend 23 constituants qui occupent par leur teneur 99,91% de sa totalité, elle est du chémotype **clou de girofle eugénol** composé jugé majoritaire pour sa teneur qui est égale à 71,08%, au quel on ajoute l'acétate d'eugényl (20,56%), le Caryophyllène (4,69%), accompagnés par d'autres composés à faible teneur (**Tab. 4**).

Selon **Bruneton (1999)** et **Barbelet (2015)**, la composition chimique de l'huile essentielle du clou de girofle obtenue par hydrodistillation est caractérisée par la présence propénylphénol largement prépondérant " l'eugénol" majoritairement libre (75% - 89%), et en partie sous forme d'acétate d'eugényl (4% -15%). L'eugénol est accompagné de plusieurs dizaines de composés terpéniques, aliphatiques, aromatiques et hétérocycliques particulièrement le β -caryophyllène (5% -14%). Dans le même contexte **Jirovetz et al. (2006)** confirment par leurs travaux la présence d'eugénol à 89% et l'acétate d'eugénol ainsi que le β -caryophyllène (5 à 15 %).

Fayemiwo et al., (2014) ont identifié 28 composés : l'eugénol étant le composé majoritaire à 80,95%, suivi par l'eugényl acétate à 5,01%, et le β -caryophyllène à 3,14%, en addition, le Myrcène à 1,84% et l' α -terpinène à 1,65%.

● L'extraction des composés qui constituent les huiles essentielles et la découverte de leur efficacité biologique pures ou en combinaison, sur les insectes des dentées stockées a tant suscité la curiosité des chercheurs pour mieux comprendre la relation de synergie qui existe entre les composés majoritaires et les autres constituants minoritaires au sein d'une même huile essentielle d'une part, et d'autre part, pour un éventuel développement de produits alternatifs . Le pouvoir létal de l' α -pinène, du thymol et du carvacrol sur *Acanthoscelides obtectus* était prouvé par fumigation, ces molécules avaient également un effet inhibiteur sur la reproduction en affectant la fécondité, l'oviposition et le développement larvaire du coléoptère (**Regnault et al, 1995**). **Lee et al.(2001)** avaient mis en exergue l'effet létal par fumigation de quelques composés

terpéniques : le 1,8-cinéole, p-cymène, limonène, linalool, α -pinène, et le terpinèn-4-ol sur les adultes de *Sitophilus oryzae*. c'est le 1,8 cinéole qui était le plus efficace avec une DL50 égale à 23,5 μ l/l d'air, en addition, le benzaldéhyde, mélangé aux noix de pêches et amandes avait exprimé sa toxicité par une valeur de DL50 estimée à 8 765 μ l/l air, dans le même contexte, **Kim et al. (2016)**, a évalué l'activité insecticide de l' α -terpinéol, et le terpinèn-4-ol sur le même insecte le pourcentage de mortalité était 100% et 80% respectivement à une concentration de 3 mg/l air, pour le linalool, camphore, camphène et sabinène hydrate, les 100% de mortalité étaient engendrés par une concentration plus élevée soit 12,5 mg/l d'air. De tous les composés constituant l'huile essentielle de *Lavandula angustifolia* (Lamiaceae), *Laurus nobilis*, *Rosmarinus officinalis*, et *Thymus vulgaris* (Lamiaceae)

Le 1,8-cinéole, camphor, eugénol, linalool, carvacrol, thymol, bornéol, acétate de bormyl et l'acétate de linalyl étaient testés pour leur effet fumigant sur *Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus oryzae* et *Tribolium castaneum*. Le 1,8-cinéole, bornéol et le thymol s'étaient montrés très efficaces contre *S. oryzae* à la dose de 0.1 μ l/720 ml . pour *R. dominica* c'est le camphor et le linalool qui étaient les plus efficaces en engendrant 100% de mortalité dans les mêmes conditions, contre *T. castaneum*, aucune HE n'avait donné des létalités supérieures à 20% après 24 h d'exposition, cependant, les mortalités augmentaient dans le temps pour atteindre 70% après 7 jours de traitement (**Rozman et al., 2007**) .

Dans un autre travail établi par **Ogendo et al. (2010)** , les résultats obtenus sur l'efficacité de α - humulène-, oxyde de caryophyllène, myrcène, α - pinène et β -pinène par fumigation sur *Sitophilus oryzae* (L.), *Rhyzopertha dominica* (F.), *Tribolium castaneum* (Herbst), *Oryzaephilus surinamensis* (L.) et *Callosobruchus chinensis* (F.) ont été rapportés, à la plus forte dose (10 μ l/ml d'air) , α - humulène était plus toxique sur *S.oryzae* et *O. surinamensis* , le taux de mortalité était de 96,3% et 69% respectivement, alors que l' α -pinène , l'oxyde de caryophyllène, le myrcène et le β -pinène avaient une activité insecticide contre *R. dominica* (97% -100% de mortalité), par contre, les adultes de *T. castaneum* et *C. chinensis* étaient tolérants face à ces traitements (10 à 15 % de mortalité pour *T. castaneum* après 168h et 58% 68% pour *C. chinensis* après 72 h suite à l'application de l'oxyde de caryophyllène et le myrcène).

Tripathi et al. (2003) avaient par leur essais évalué l'effet insecticide du Carvone à l'égard de *R. dominica*, son efficacité par fumigation était supérieure 24 fois que par

contact. mais avant, **en 2001, le même auteur et ses collaborateurs**, dans un travail sur *Tribolium castaneum* et *Callosobruchus maculatus* avaient déduis que malgré l'effet adulticide du carvone, le menthol était encore plus efficace par fumigation, le 1,8 cinéole par contre, avait un pouvoir insecticide par les deux modes d'action fumigation et contact contre *T. castaneum* auquel les adultes étaient plus sensibles que les larves. Mais également, il a été prouvé que ce ténébrionide montrait une réponse au Trans-anéthole seul et combinait avec le 1,8 cinéole par les taux de mortalité marqué à 98% (80 µ l/l) et 100% (50µl/l) respectivement (**Koul et al., 2007**). Ce ravageur a également fait l'objet d'une étude récente établie par **Shahriari et al.** En **2016**, qui en eu une approche novatrice sur l'effet par ingestion du thymol, α-pinène, diallyl disulfide et trans-anéthol seuls et en combinaison. A l'état pures, ces molécules se sont montrés toxiques sur les larves de *T. castaneum* aux différentes doses (2, 4, 8, 16 et 20 µl/ml) et temps d'exposition (24 et 48 h), après 24 h, à la plus forte dose, thymol, trans-anéthole et diallyl disulfide avaient provoqué 80% de mortalité, après 48 h, un taux de 100% était atteint, dans le cas de l'α-pinène, le seuil de létalité n'avait pas dépassé 80%. Cependant, la combinaison entre ces différentes molécules avait donné des résultats différents entre mixtures synergisantes où l'efficacité larvicide était augmentée (thymol-α-pinène), et antagoniste qui a fait diminuer cet effet par apport à l'utilisation du composé pur (diallyl disulfide- α-pinène, diallyl disulfide- trans –anéthol, trans-anéthol-α-pinène) . **Mondal et Khalequzzaman (2010)**, ont rapporté l'effet larvicide remarquable de l'eugénole et le cinnamaldehyde qui ont provoqué une mortalité totale des larves de *T. castaneum* après 48 h d'exposition au traitement par des concentrations de 6,153 et 115,38 mg L – 1respectivement. Ces deux composés possèdent également un effet adulticide par contact et inhalation après 24 h d'exposition à la plus faible dose.

Chaubey (2012), avait entreprît une autre manche de travail, où l'α- pinène et le β-caryophyllène en plus de leur activité insecticide, étaient testés pour leur effet répulsif et inhibiteur de l'acétylcholinestérase sur *Sitophilus oryzae* , les DL50 évaluées suite à la mise sous fumigation des adultes de ce ravageur au vapeurs de ces deux terpènes étaient 1,19 µl cm³ d'air pour l'α- pinène , et 1,98 µl cm³ d'air pour le β- caryophyllène , leur répulsivité était significative à une concentration de 0,025%. L'auteur avait observé l'inhibition de l'acétylcholinestérase chez ce curculionide après traitement aux vapeurs de ces deux composés seuls ou en combinaison avec les huiles essentielles du *Zingiber officinale* et *Piper cubeba* .

VI- 1-2- Bioessais

VI- 1-2-1- Résultats

VI- 1-2-1-1- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

a) Romarin

D'après les résultats obtenus (Tableau en annexe), il apparaît que, l'huile essentielle du Romarin n'a provoqué un pourcentage de mortalité corrigée supérieur à 50% qu'à la plus forte dose D4 : 51,28% après 48 h d'exposition au traitement. À cette dose, les mortalités se sont échelonnées dans le temps de 57,14%, 65,79% à 78,95% aux temps 72h, 96h et 120h respectivement. À 144h elles ont atteint 88,16%.

Aux traitements par les autres doses les mortalités enregistrées étaient toutes inférieures à 50% En effet, après 144 h, la mortalité corrigée de la plus faible dose (2,5µl/ml) était 7,89%, 25 % pour la D2 (5µl/ml) et 47,37% pour la D3 (10 µl/ml), nous notons des résultats très rapprochés à 24h et 48h (**Fig. 30**).

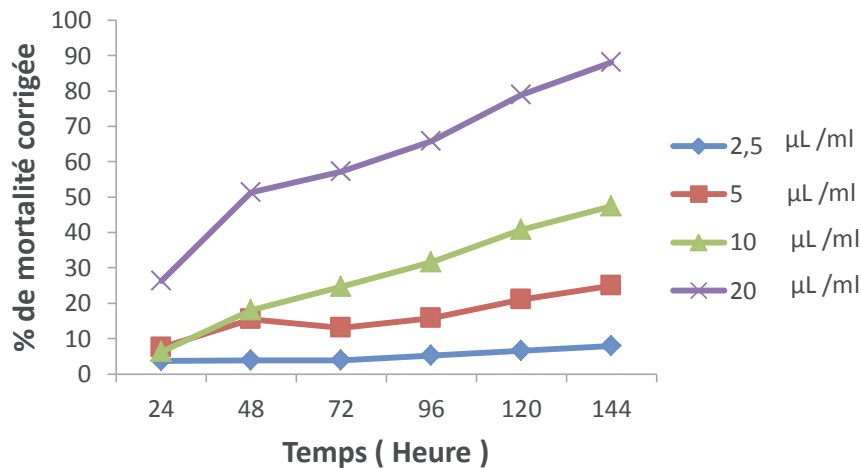


Figure 30 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Romarin (Essai contact)

Les droites de régression nous ont permis de calculer la DL50 ainsi que le TL50 de la D4 (**Fig. 31 et 32**), la DL50 est égale à 10,76 µl/ml, on remarque qu'elle est comprise entre la D3 et la D4, Le TL50 est égale à 50 heures.

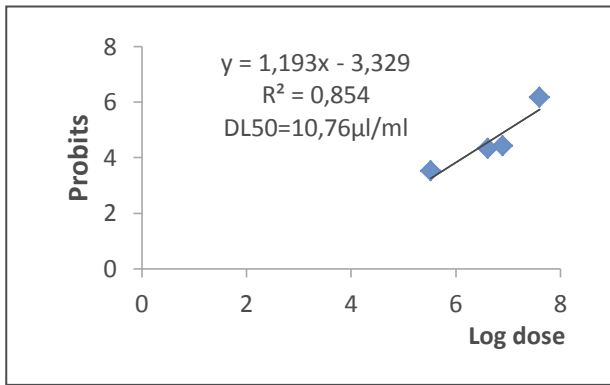


Figure 31 : Droite de régression obtenue de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

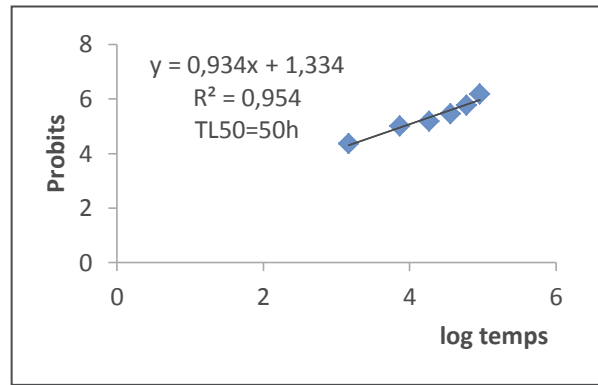


Figure 32: Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

b) La Menthe verte

L'huile essentielle de la menthe verte s'est révélée toxique sur *S.oryzae* à la plus forte dose où 96,05% de mortalités ont été relevées après 144 heures de traitement (Tableau en annexe), à cette même dose, 51,28% est la mortalité engendrée après 48h, 63,63% après 72h, 77,63% après 96h et enfin 96,05% après 120h.

Bien que les résultats enregistrés pour les autres doses soient inférieurs à 50%, nous remarquons un échelonnement de la mortalité dans l'intervalle de temps de 24 à 144h, les D1 et D2 ont des résultats qui s'approchent les uns des autres à tous les temps sauf à 24h où elles ont donné un résultats similaire estimé à 2,5% de mortalité (Fig. 33), pour la D3, les mortalités s'accroissent de 11,25% à 24h à 48,68% à 144h.

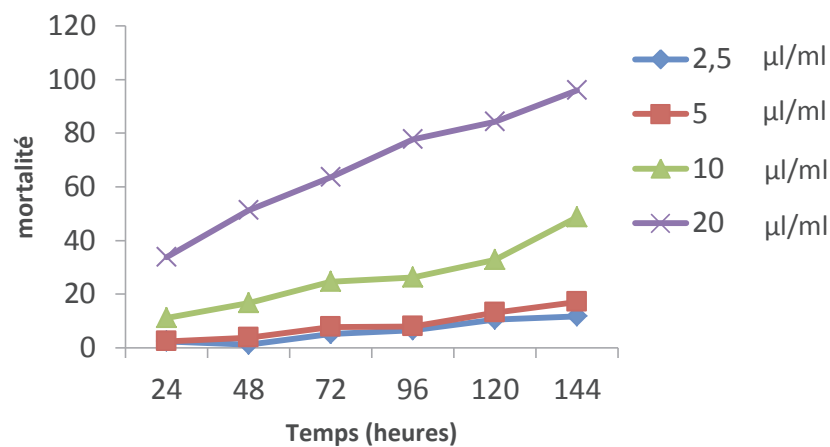


Figure 33 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E de la Menthe verte (Essai contact)

La DL50 calculée à partir de la droite de régression est égale à 8,46µl/ml, Le TL50 calculé pour la quatrième dose est 42 heures (Fig. 34 et 35)

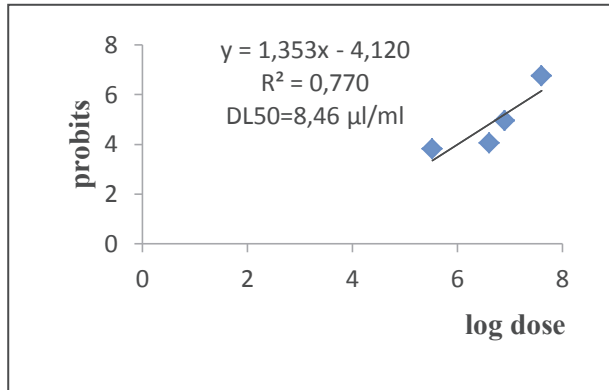


Figure 34 : Droite de régression obtenue de la relation log dose/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

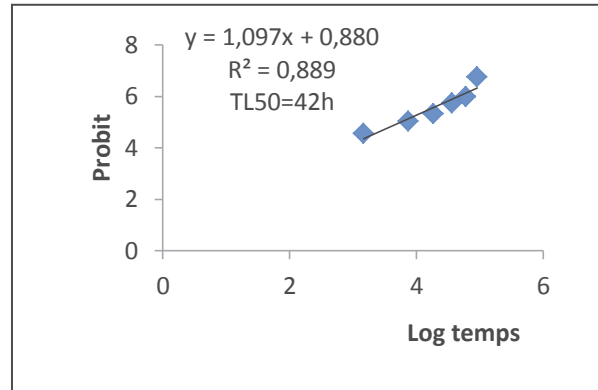


Figure 35 : Droite de régression obtenue de la relation log temps/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

c) *L'Eucalyptus globulus*

Les résultats ont montré que l'huile essentielle d'*E. globulus* s'est montrée toxique pour *S.oryzae* dès la deuxième dose (5µl/ml) provoquant 50% de mortalités après 144h de traitement (Tableau en annexe).

La Troisième dose (10µl/ml) donne 61,84% après 120h et 76,32% après 144h, ses résultats aux temps 48h, 72h, et 96h sont proches de ceux de la D2, à 24h, les mortalités sont 5% pour les deux doses (Fig. 36).

La plus forte dose (20µl/ml) a eu un effet toxique sur le ravageur significatif en provoquant 66,49% de mortalité après 72h, cette toxicité augmentait dans le temps pour arriver à un taux de mortalité de 82,89% après 96h, 93,42% après 120h. Après 144h, le seuil maximal de ce taux était à 97,37% .

Pour la plus faible dose, les mortalités corrigées enregistrées s'accroissent de 1,25% après 24h à 22,37% après 144h.

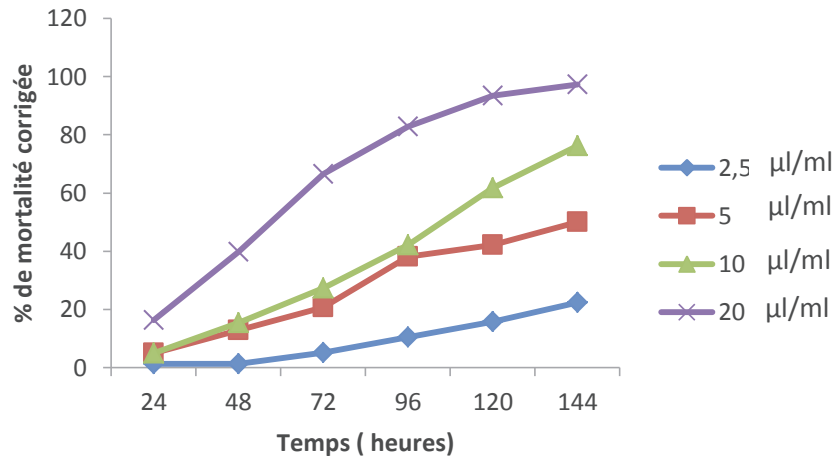


Figure 36 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E d'*Eucalyptus globulus* (Essai contact)

La DL50 calculée à partir de la droite de régression est égale à 5,41µl/ml (presque identique à la D2) (**Fig.37**)

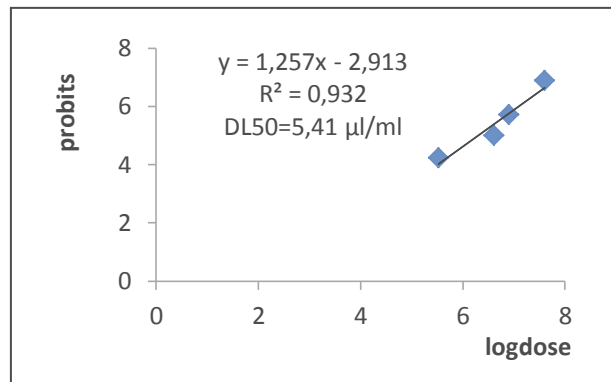


Figure 37 : Droite de régression obtenue de la relation log dose/probit de l'activité insecticide d'*E. globulus* à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

Les TL50 calculés sont 148h pour la D2, 98h pour la D3 et 50h pour la D4 ce qui confirme nos résultats (**Fig.38**).

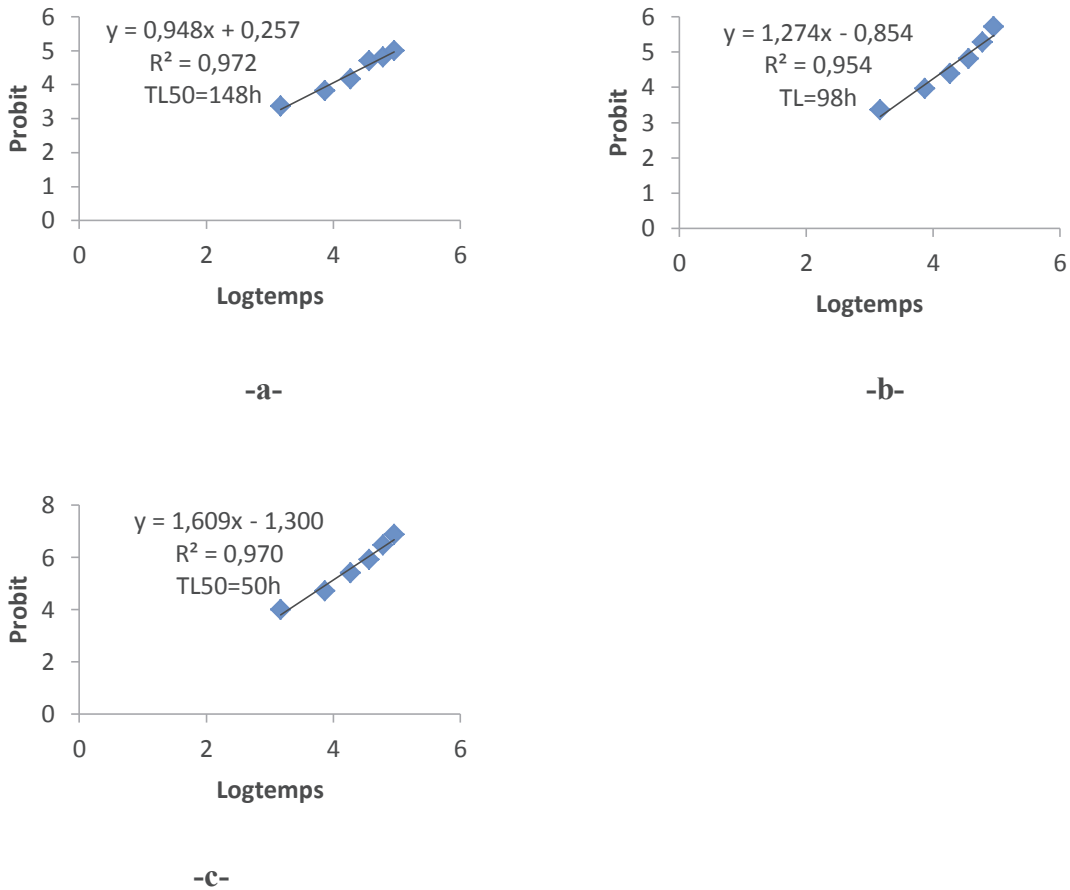


Figure 38 : Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide d'*E. globulus* à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

a-D2 ; b-D3 ; c-D4

d) Le Thym

L'effet insecticide de l'huile essentielle du thym par contact sur *S.oryzae* s'est manifesté à la troisième dose où le taux de mortalité enregistré à 72h était 52,63% après 144h de traitement. À la plus forte dose, l'huile essentielle du thym est devenu toxique dès 72h de traitement, un taux de mortalité de 58,54% a été enregistré, ce dernier a continué d'augmenter pour atteindre 72,37% après 96h, 85,53% après 120h et 90,79% après 144h (Tableau en annexe).

Pour la D2, les pourcentages de mortalités étaient 2,5% après 24h, leur évolution dans le temps se poursuivait pour arriver après 144h à 23,68%. Pour la D1, les mortalités enregistrées étaient très faibles : 1,25% après 24h, et malgré leur accroissement, le taux enregistré s'était maintenu inférieur et était estimé à 7,89% (Fig.39).

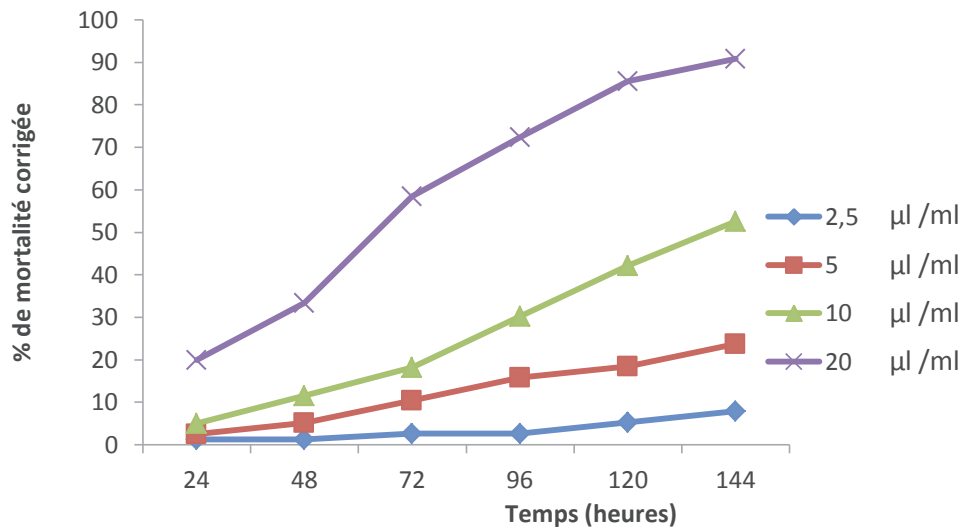


Figure 39 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Thym (Essai contact)

La droite de régression en **Fig. 40** a permis le calcul de la DL50, elle est égale à 9,24µl/ml, elle est proche de la D3.

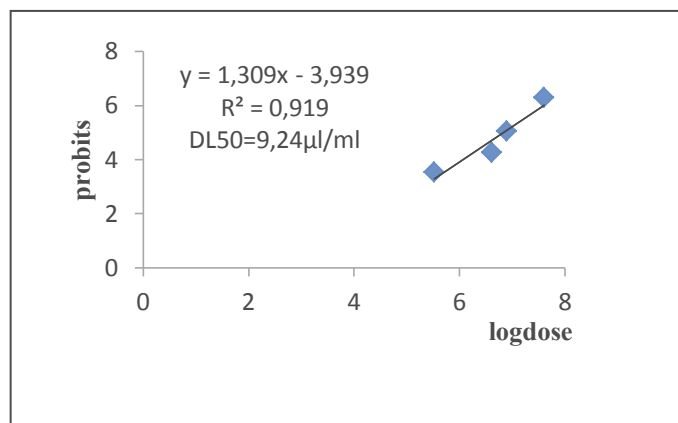


Figure 40 : Droite de régression de la relation log dose/ probit de l'activité insecticide du Thym à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

Les droites de régression nous ont permis également de calculer les TL50 de La troisième et quatrième doses, ils sont respectivement 148h et 55 h ce qui est en accord avec nos résultats (**Fig.41**).

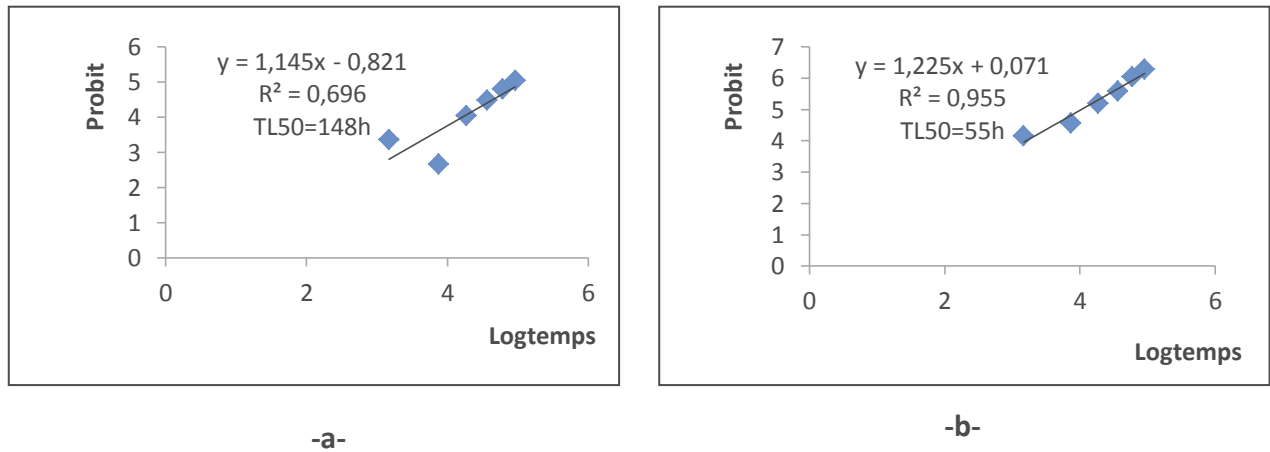


Figure 41: Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Thym à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

a-D3 ; b-D4

e) Le Gingembre

L'huile essentielle du gingembre a eu un effet toxique par contact sur *S.oryzae* à la plus forte dose qui a donné 50% de mortalité à 96h, ce taux était 72,37% à 120 h et a atteint 82,89% à 144h ,pour la D3 , c'est à 144h que le taux de mortalité noté était 56,58% ce qui n'est pas le cas pour les temps 120h, 96h,72h,48h et 24h où les résultats obtenus étaient inférieurs à 50%. Il en est de même pour la D1 et la D2, en effet, à 144h les mortalités reportées étaient 28,95% et 48,68% respectivement (Tableau en Annexe).

On remarque que les mortalités évoluent dans le temps avec les doses et ce malgré certains résultats inférieurs au seuil significatif d'efficacité (50%) , d'après la **Fig.42**, il apparait que la D2 et la D3 aux temps 24h, 48h, 72h, 96h et 120h ont eu presque le même effet puisque les résultats se rapprochent .

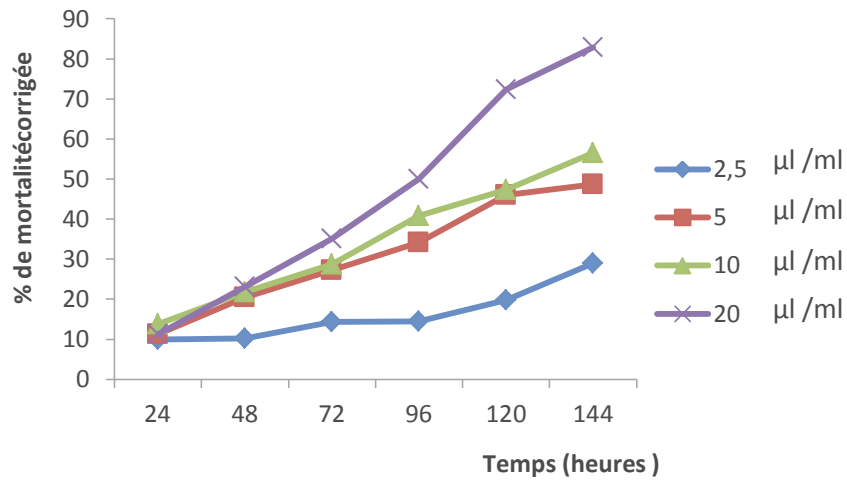


Figure 42 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Gingembre (Essai contact)

A partir de la droite de régression en **Fig. 43**, la DL50 calculée est égale à 6,63µl/ml.

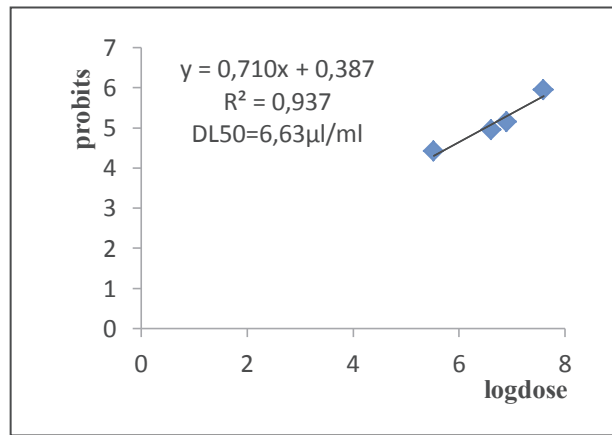
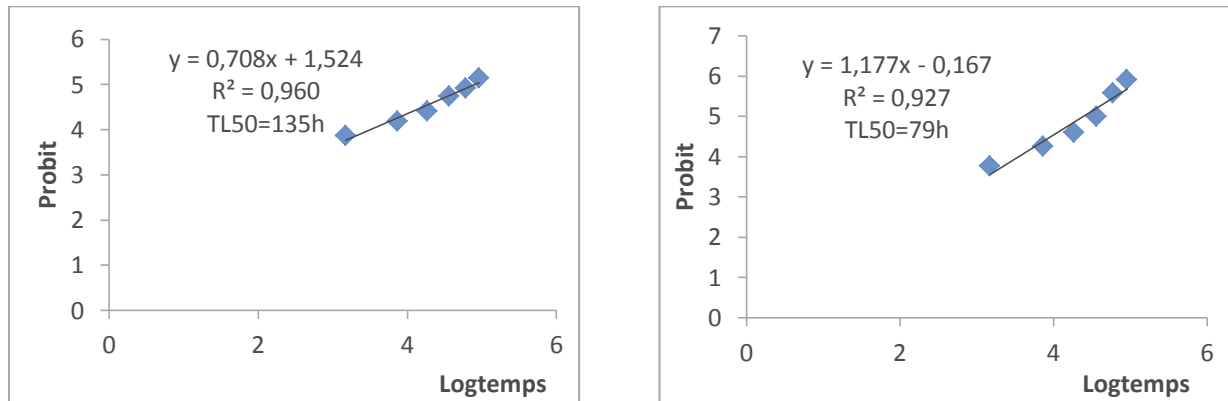


Figure 43 : Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Gingembre à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

Les droites de régression nous ont permis également de calculer les TL50 de La troisième et quatrième doses, ils sont respectivement 135h et 79 h (**Fig.44**).



-a-

-b-

Figure 44 : Droite de régression de la relation log temps/ probit de l'activité insecticide du Gingembre à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

a-D3 ; b-D4

F) Clou de Girofle

L'huile essentielle du clou de girofle s'est montrée efficace à l'égard *S.oryzae* à partir de la D2 (5µl/ml) où elle a provoqué à 120h 51,32% de mortalité, ce taux est estimé à 57,89% après 144h de traitement. Aux temps 24h, 48h, 72h et 96h les mortalités relevées restent inférieures à 50% (Tableau en Annexe).

Les mortalités engendrées par cette huile essentielle ont continué de s'accroître dans le temps au fur et à mesure que les doses augmentaient, à la D3 (5µl/ml), leurs valeurs étaient 51,32%, 63,16% et 81,58% aux temps 96h, 120h, et 144h respectivement. Pour la plus forte dose, un enregistrement de 100% de mortalité après 144h de traitement a été noté, à 120h ce taux était 80,26%, à 96h il était 59,21%.

En qui concerne la plus faible dose (2,5µl/ml) , les mortalités étaient inférieures à 50%, en effet, après 144h on a noté 47,37% de mortalité, après 24h, le taux relevé était de 13,75%.

D'après la Fig.45, il apparaît nettement qu'au temps 72 h les taux de mortalité de la D3 (10µl/ml) et la D4 (20µl/ml) sont identiques : 41,55%, pour les temps 24h et 48h, les mortalités pour ces deux doses sont proches l'une de l'autres.

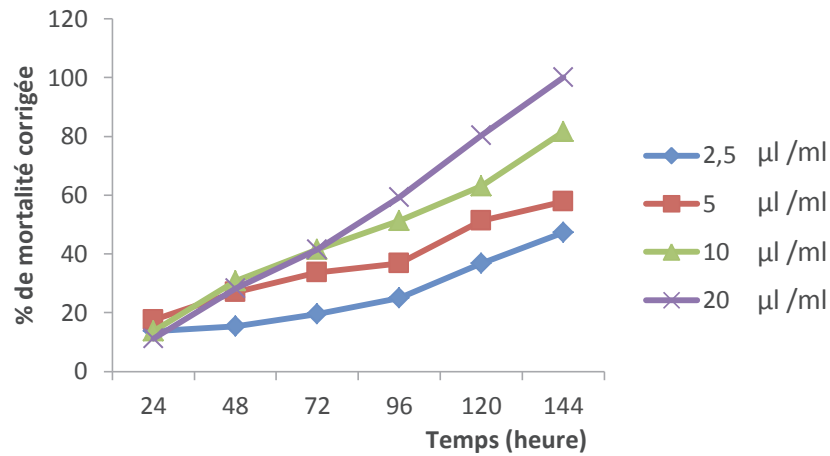


Figure 45 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E de Clou de girofle (Essai contact)

La droite de régression en **Fig. 46** a permis le calcul de la DL50, elle est égale à 3,82µl/ml.

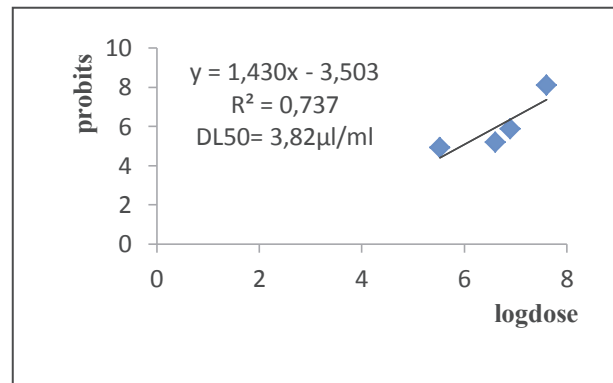
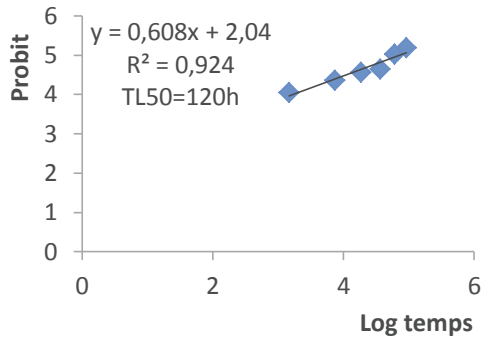
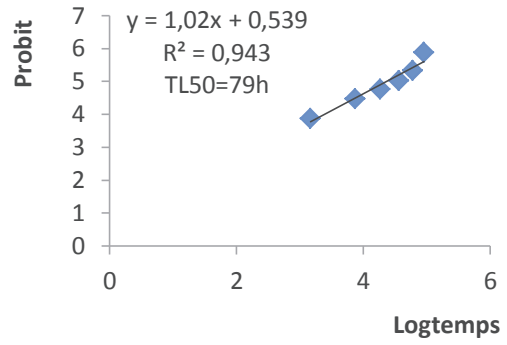


Figure 46: Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Clou de girofle l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

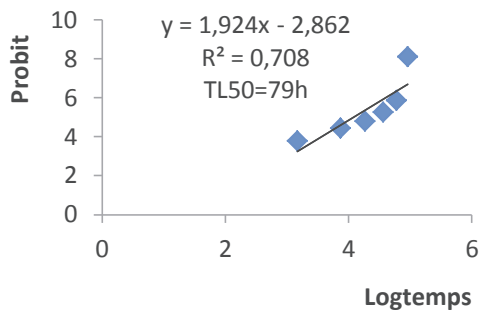
Les TL50 calculés sont 120h pour la D1, 79h pour la D3 ce qui confirme nos résultats en ce qui concerne la TL50 de la D4, elle est égale à 59h ce qui n'est pas en accord avec nos résultats probablement à cause du coefficient de détermination qui est faible ($R^2 = 0,70$) (**Fig.47**).



-a-



-b-



-c-

Figure 47 : Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide du Clou de girofle à l'égard de *S. oryzae* (Essai contact)

a-D2 ; b-D3 ; c-D4

VI- 1-2-1-1- 1-Classement des produits selon les DL50 et les TL50

Les DL50 calculées nous ont permis de classer les produits testés. (Tab.5).

Tableau 5 : classement des huiles essentielles selon les DL50.

(Test de toxicité par contact vis-à-vis de *S.oryzae* après 144h de traitement)

Huiles essentielles	DL50 (µl/ml)	Pente
Clou de Girofle	3,82	1,43
<i>E.globulus</i>	5,41	1,25
Gingembre	6,63	0,71
Menthe verte	8,46	1,35
Thym	9,24	1,30
Romarin	10,76	1,19

D'après le Tableau 5, la comparaison entre les DL50 des six huiles essentielles testées classe le Clou de Girofle en première position, suivi du Gingembre, Menthe verte, Thym et en dernier le Romarin.

Un classement basé sur le TL 50 à la dose de 20µl/ml, responsable des taux de mortalité élevés de toutes les huiles essentielles, a été effectué pour dégager la rapidité de leur action insecticide à provoquer 50% de mortalité dans le temps (Tab.6). C'est la Menthe verte qui s'avère la plus rapide, suivie d'*E.globulus* et le Romarin qui occupent la même position puisque leur temps létal à engendrer 50% de mortalité est identique, le Thym et le Clou de Girofle en troisième et quatrième position successivement, le Gingembre étant classé le dernier de la liste.

Tableau 6 : classement des huiles essentielles selon les TL50 de la D4 (20µl/ml) .

Huiles essentielles	TL50 (h)
Menthe verte	42
<i>E.globulus</i>	50
Romarin	50
Thym	55
Clou de Girofle	59
Gingembre	79

VI- 1-2-1-1- 2- Analyse de la variance

Les résultats des différents essais ont été soumis au test de l'analyse de la variance ANOVA à 1 facteur traité par Excel. Le facteur est la variable « mortalité », il comprend quatre niveaux « doses » des six huiles essentielles testées.

**Tableau 7 : analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles
par contact vis-à-vis de *S.oryzae***

taux de mortalité	Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
Inter-classes	606,785	5	121,357	4,466	0,001
Intra-classes	15489,188	570	27,174		
Total	16095,972	575			

D'après le Tableau 7, le test de Fisher- Snedecor a donné la valeur de F qui est égale à 4,466, ainsi, le p-value est inférieur à 0,05% (seuil déterminé à 5%), de ce fait, les variances sont dissemblables ce qui mène à conclure qu'il y a une différence hautement significative dans l'efficacité des doses appliquées des six huiles essentielles sur la mortalité de *S.oryzae* par contact.

VI- 1-2-1-2- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion

a) Romarin

D'après les résultats obtenus, l'huile essentielle du Romarin a eu un faible effet insecticide sur *S.oryzae* par ingestion, à la plus forte dose, le taux de mortalité était 49,36% à 144h de traitement, pour la D3, D2, et D1 les mortalités engendrées étaient 31,64%, 8,86% et 3,79% successivement (Tableau en Annexe). A 48h les deux doses D3 et D4 ont donné le même résultat : 20% de mortalité ce qui est interprété par l'intersection de leurs courbes dans la figure 48.

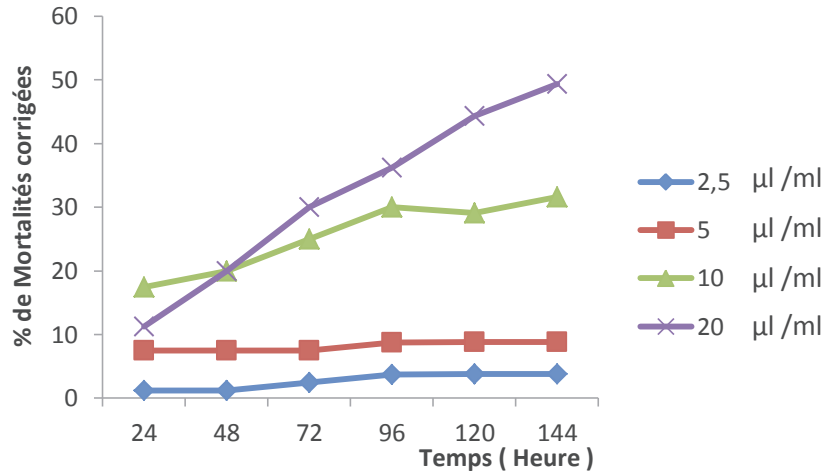


Figure 48 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Romarin (Essai ingestion)

La droite de régression en **Fig. 49** a permis le calcul de la DL50 qui est égale à 19,40 µl/ml, elle est proche la quatrième dose. Vue les résultats, Le TL50 n'a pas été calculé.

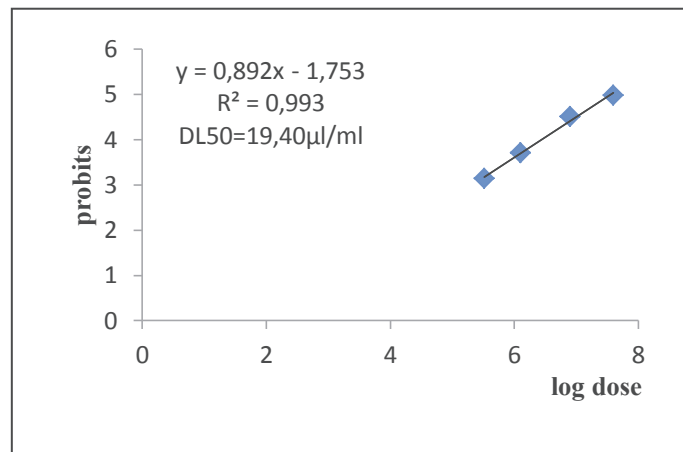


Figure 49 : Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du Romarin à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

b) Menthe verte

L'efficacité par ingestion de l'huile essentielle de la Menthe verte sur *S.oryzae* est reflétée par les résultats de la plus forte dose (20µl/ml) où le taux de mortalité est égale à 52, 50% après 48h de traitement, l'évolution des mortalités augmentait graduellement dans le temps et pour la même dose, passant par 65,00% à 72%, 75,00% à 96h et 81,01% à 120h , pour atteindre un seuil de 88,60% au bout de 144h de traitement.

Pour les autres doses, bien que des mortalités aient été enregistrées, leur taux était très faible après 144 h, à citer 20,25% pour la D3 (10µl/ml), 7,59% pour la D2 (5µl/ml) et 1,26% pour la D1 (0,25µl/ml) (Tableau en Annexe).

La D1n'a donné aucun résultat après 24 h et 48 h de traitement, en addition, le faible pourcentage des mortalités pour les autres temps était 1,25%, 2,5%, 1,26% et 1,26% respectivement pour 72h, 96h, 120h et 144h a fait que sa courbe se superposée à l'axe des Abscisses (Fig 50).

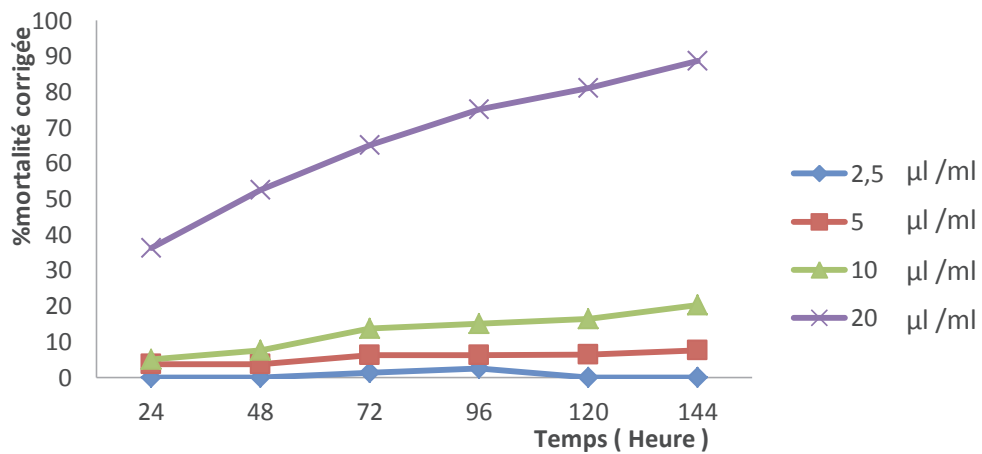


Figure 50 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E de la Menthe verte (Essai ingestion)

La valeur de la DL50 calculée est égale à 11,80µl/ml, elle est supérieure à la D3 (Fig.51).

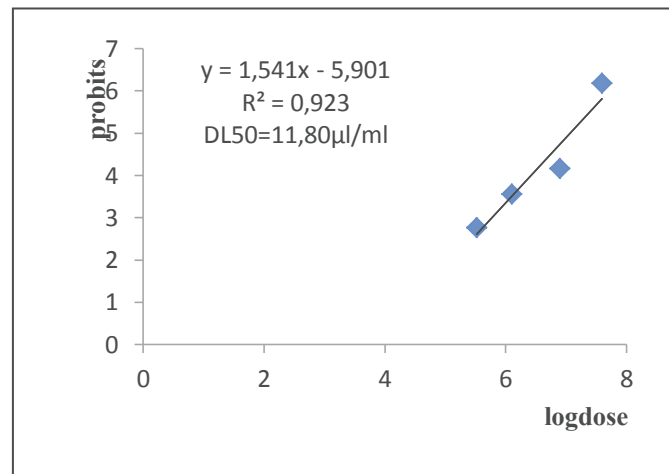


Figure 51 : Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

Le TL50 calculé pour la D4 est égale à 40h ce qui est en accord avec nos résultats (Fig.52).

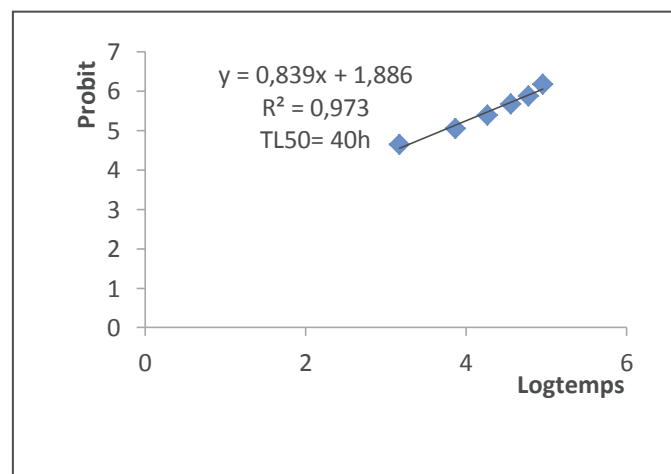


Figure 52 : Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide de la Menthe verte à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

c) *Eucalyptus globulus*

D'après les résultats obtenus, l'huile essentielle d'*E.globulus* s'est révélée toxique sur *S.oryzae* dès la troisième dose d'application où les mortalités relevées étaient 51,59% après 144h d'exposition au traitement, la plus forte dose en a provoqué 51,25% à 96h, 60,75% à 120h et enfin 65,82% après 144h de traitement.

L'efficacité de la D1 et la D2 était marquée par l'infériorité du taux de mortalité à 50% après 144h de traitement, on a enregistré 40,5% pour la D2 et 25,31% pour la D1 (Fig. 53).

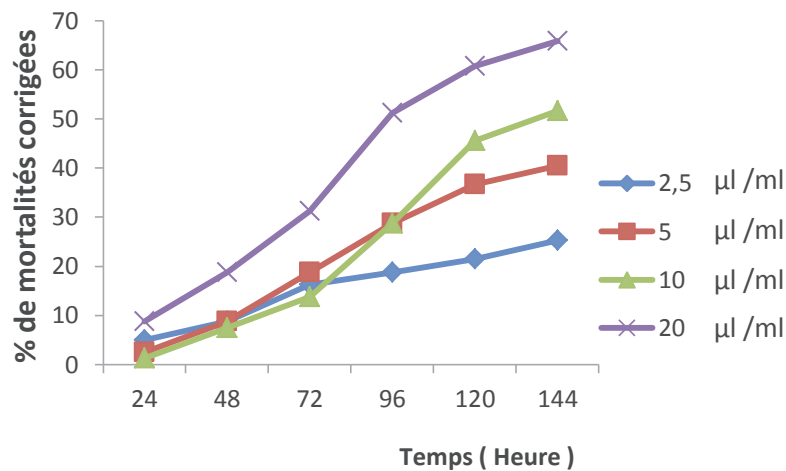


Figure 53 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E d'*E.globulus* (Essai ingestion)

La DL50 calculée à partir de la droite de régression a été évaluée à 9µl/ml, elle est proche de la D4 (Fig.54).

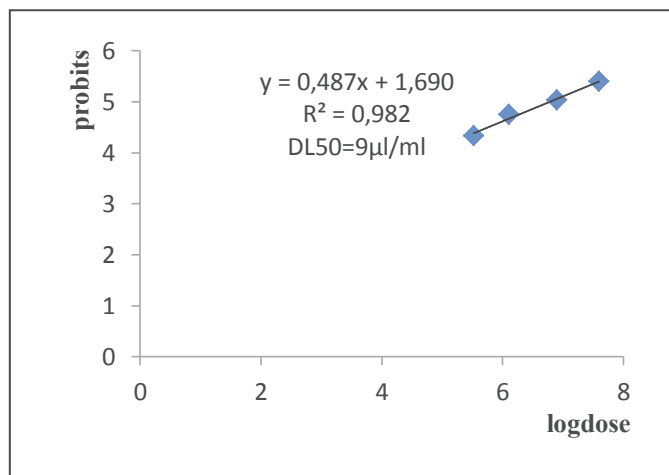
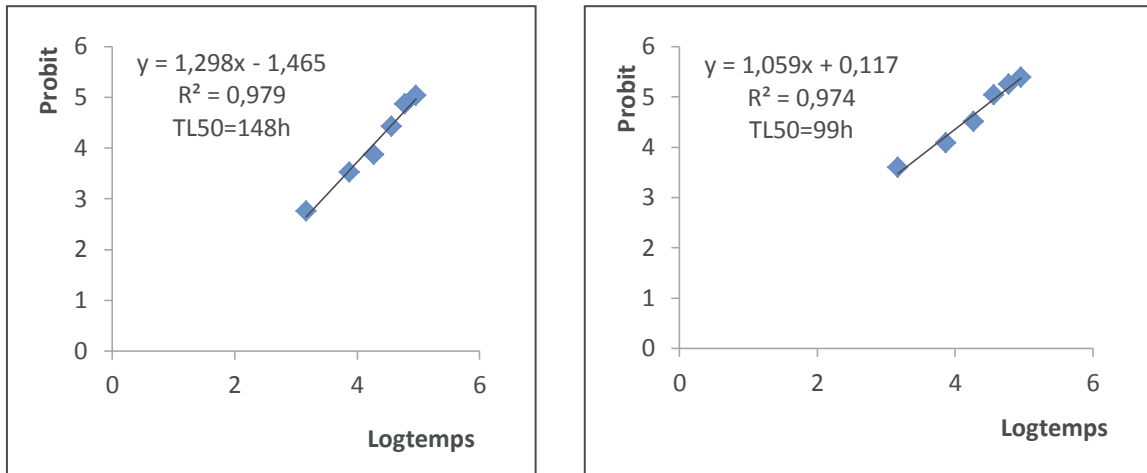


Figure 54 Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide d'*E. globulus* à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

Les temps létaux calculés pour la D3 et la D4 sont respectivement 148h et 99h (Fig.55).



-a-

-b-

Figure 55 : Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide d'E. globulus à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

-a- D3 ; -b-D4

d) Thym

Le test d'efficacité par ingestion de l'huile essentielle du Thym sur *S.oryzae* a donné des résultats non significatifs à toutes les doses , les pourcentages des mortalités étaient inférieures à 50% ce qui mène à jugé ce produit à efficacité insecticide faible (Fig.56), en effet, à la plus forte dose, les mortalités relevées étaient 41,77% à 144h de traitement, à ce temps, 12,65% étaient les létalités provoquées par la D3, concernant les D2 et D1, seulement 3,79% et 1,26% de mortalités étaient notées après 144h de traitement (Tableau en Annexe) On note qu'après 24h et 48h aucune mortalité n'était enregistrée avec le traitement par la D1, la D2 par contre, avait donné 1,25% à ces même temps .

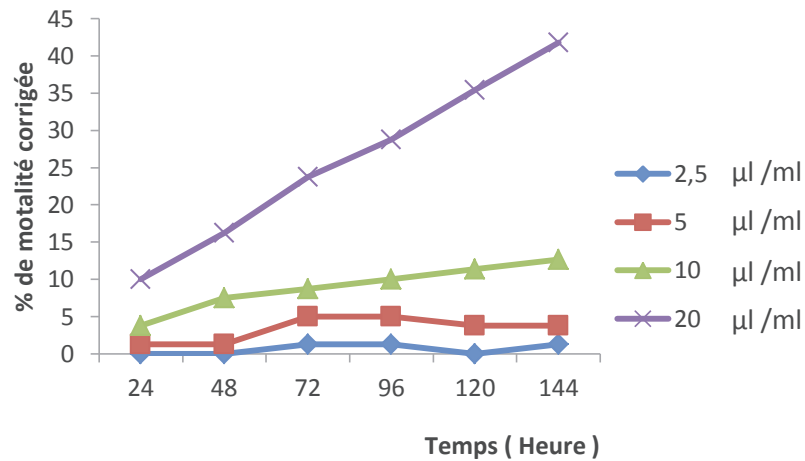


Figure 56 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du *Thym* (Essai ingestion)

La DL50 calculée à partir de la droite de régression est d'une valeur égale à 28,95µl/ml. Elle est nettement supérieure à la plus forte dose (Fig.57).

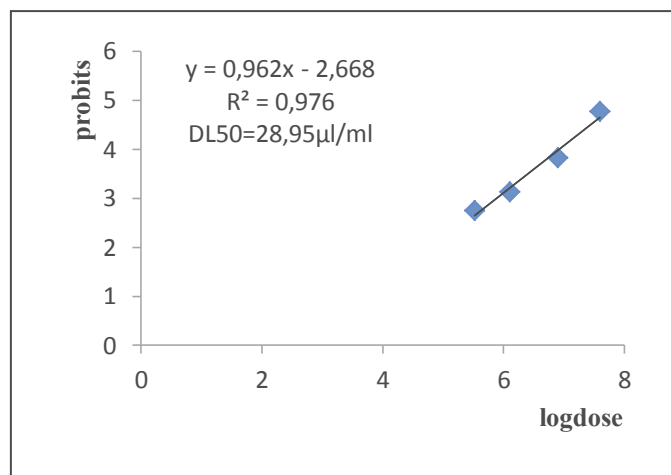


Figure 57 : Droite de régression de la relation log dose/probit de l'activité insecticide du *Thym* à l'égard de *S. oryzae* (Essai ingestion)

e) Le Gingembre

L'huile essentielle du Gingembre a montré une faible toxicité par ingestion à l'égard de *S.oryzae* à toutes les doses et à tous les temps le pourcentage de mortalité était inférieur à 50%, exception faite pour la plus forte dose qui, après 144h de traitement le taux de mortalité était estimé à 51,89% (Tableau en Annexe).

Les résultats représentés par la **Fig. 58** dégagent des fluctuations au niveau des courbes de la troisième et quatrième doses, Cela est dû probablement à l'impact des résultats des mortalités du témoin sur ceux des mortalités observées lors de l'application de la formule de correction.

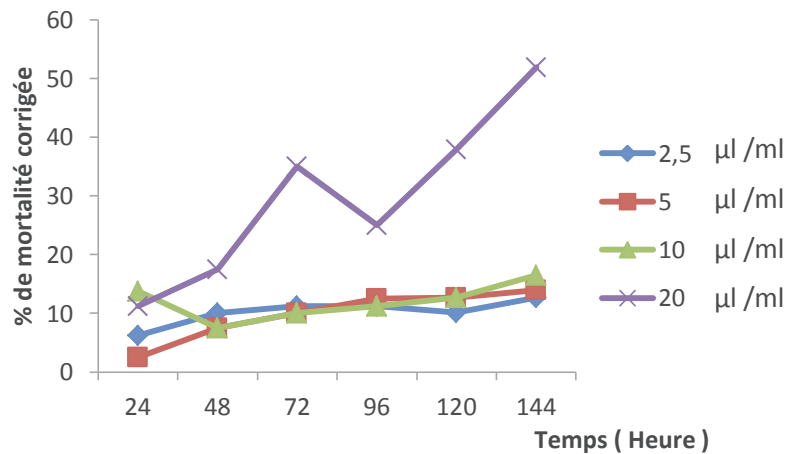


Figure 58 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Gingembre (Essai ingestion)

* Les valeurs des DL50 et des TL50 ont été rejetées à cause de l'inadéquation entre les valeurs expérimentales et les DL50 et TL50 calculés.

f) Le Clou de girofle

D'après les résultats obtenus (Tableau en Annexe), l'huile essentielle du clou de girofle a eu un faible effet insecticide sur *S.oryzae* par ingestion, les taux de mortalités sont inférieurs à 50% pour toutes les doses appliquées. La plus forte dose a causé 44,30% de mortalité après 144h, à ce même temps 15,18% est la mortalité provoquée par la D3, 5,06% pour la D2 et 1,26% pour la D1 (Fig.59).

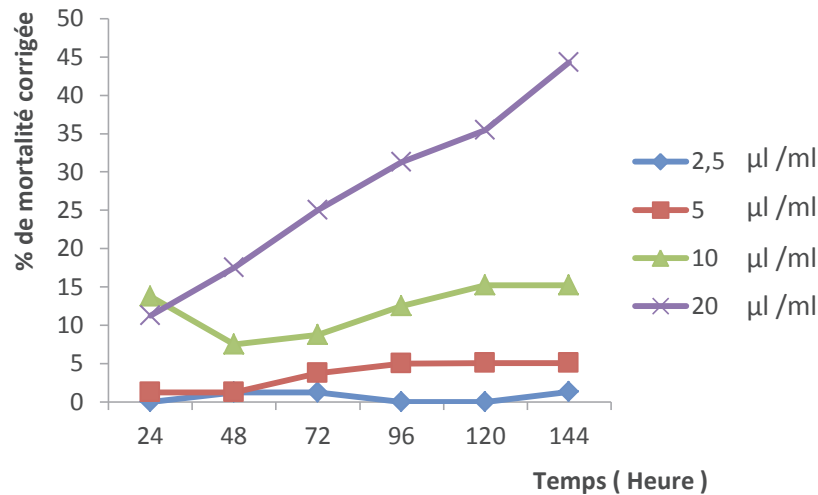


Figure 59 : évolutions dans le temps des mortalités de *S.oryzae* traité par H.E du Clou de Girofle (Essai ingestion)

* Les valeurs des DL50 et des TL50 ont été rejetées à cause de l'inadéquation entre les valeurs expérimentales et les DL50 et TL50 calculés.

VI- 1-2-1-2- 1-Classement des produits selon les DL50

Le calcul des DL50 nous a permis de classer les produits.

Tableau 8 : classement des huiles essentielles selon les DL50

(Test de toxicité par ingestion vis-à-vis de *S.oryzae* après 144 h de traitement).

Huiles essentielles	DL50 (µl/ml)	Pentes
<i>E.globulus</i>	9	0,48
Menthe verte	11,80	1,54
Romarin	19,40	0,89
Thym	28,95	0,962

D'après la DL50, *E.globulus* occupe la première place, suivi de la Menthe verte et du Romarin, le Thym est classé en dernière position.

VI- 1-2-1-2- 2- Analyse de la variance

Les résultats des différents essais ont été soumis au test de l'analyse de la variance ANOVA à 1 facteur traité par Excel. Le facteur est la variable « mortalité », il comprend quatre niveaux « doses » des six huiles essentielles testées.

Tableau 9 : analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles par ingestion vis-à-vis de *S.oryzae*

	Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
Inter-classes	736,467	5	147,293	11,607	0,000
Intra-classes	7233,240	570	12,690		
Total	7969,707	575			

Le test de Fisher- Snedecor a donné la valeur de F qui est égale à 11,607, ainsi, le p-value tend vers le zéro (0), de ce fait, les variances sont dissemblables ce qui mène à conclure qu'il y a une différence hautement significative dans l'efficacité des doses appliquées des six huiles essentielles sur la mortalité de *S.oryzae* par ingestion (**Tab. 9**).

VI- 1-2-1-3- Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation

Le test réalisé pour évaluer l'effet choc de nos huiles essentielles sur le charançon du riz à la dose d'utilisation $0,24 \mu\text{l} / \text{Cm}^3$ a montré qu'à 60 min les HE avaient eu un effet insecticide faible sur l'insecte puisque les taux enregistrés étaient inférieurs à 50%

(Tableau en Annexe), à 120 min de traitement c'est l'HE du Thym qui s'est révélée avoir un effet foudroyant en donnant 50% de mortalité, ce taux a progressé dans le temps : 75,64% à 180min, 79,49% à 240min, 88,31% à 300min et 89,47% à 360 min, il a atteint 100% au bout de 24 heures.

Pour les huiles essentielles de la Menthe verte, le gingembre et le clou de girofle, c'est à partir de 240 min qu'elles ont commencé à manifester un effet insecticide intéressant sur le ravageur dont la plus importante est l'huile essentielle du clou de girofle avec un pourcentage de mortalité estimé à 62,82%, 53,85% et 52,56% sont les létalités provoquées par le gingembre et la menthe verte successivement. Pour le Romarin et l'*E. globulus* les résultats restent inférieurs à 50% à tous les temps, ce n'est qu'à partir de 360min que les mortalités ont dépassé 50% pour atteindre 52,63% et 56,58% respectivement. L'effet choc de ces produits est représenté par les valeurs des létalités relevées à 24 heures : 100% pour le Clou de girofle et le Thym, 98,67% pour le Gingembre, 97,33% pour le Romarin, 93,33% pour la Menthe verte et enfin 68% pour l'*E. globulus*. C'est résultats son illustrés par la Figure 60

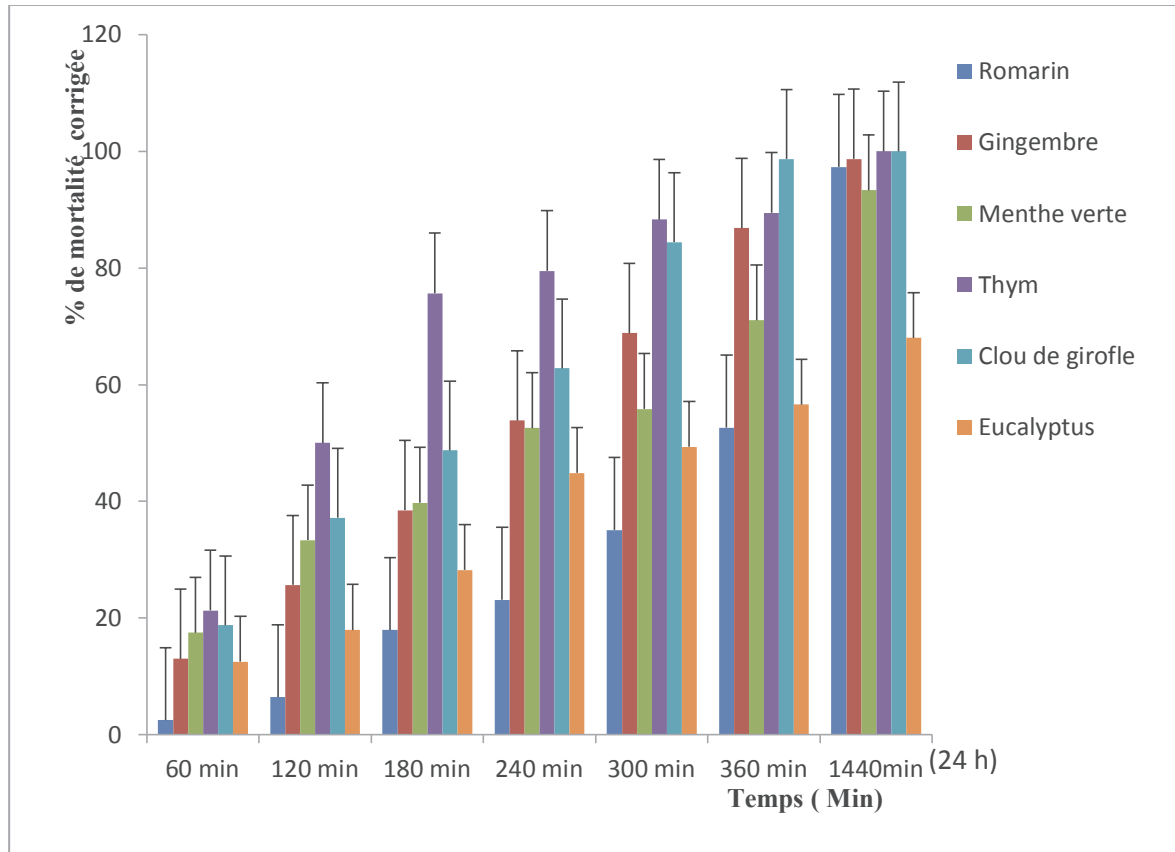
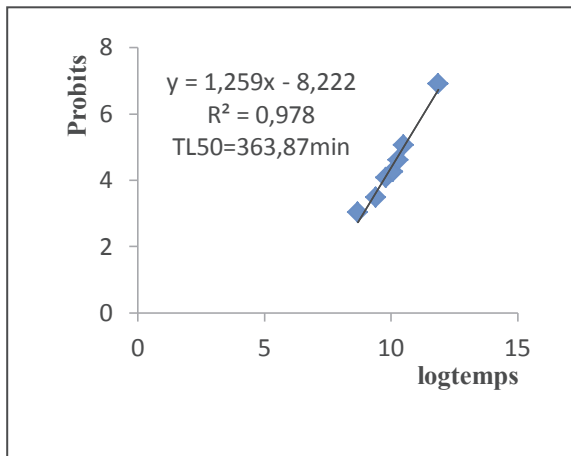
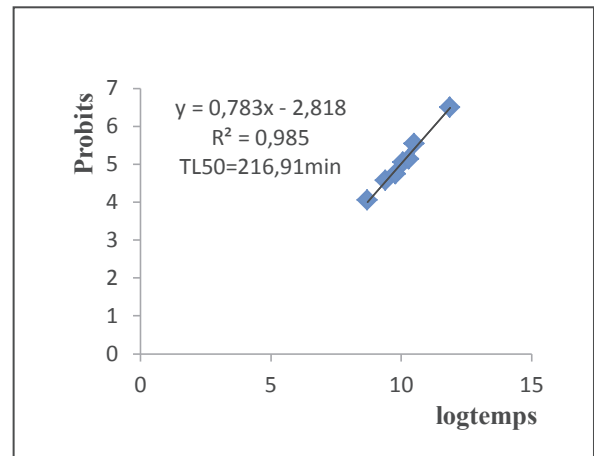


Figure 60 : évaluations de la toxicité des huiles essentielles par inhalation sur *S.oryzae* à la dose 0,24 $\mu\text{l} / \text{Cm}^3$

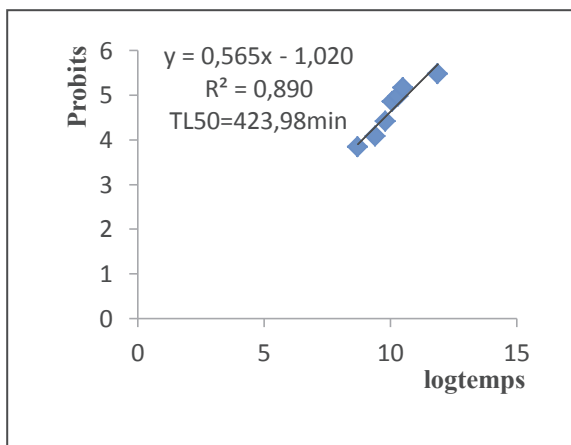
Les droites de régression nous ont permis de calculer les TL50 des six huiles essentielles (**Fig.61**), le Romarin provoque 50% de mortalité en un temps estimé à 363,87 min, la Menthe verte, *l'E. globulus* et le Thym agissent en 216,91, 423,98 et 116,32 min successivement pour donner le même taux de létalité, les TL50 du Gingembre et Clou de girofle sont 191,48 et 138,64 min respectivement.



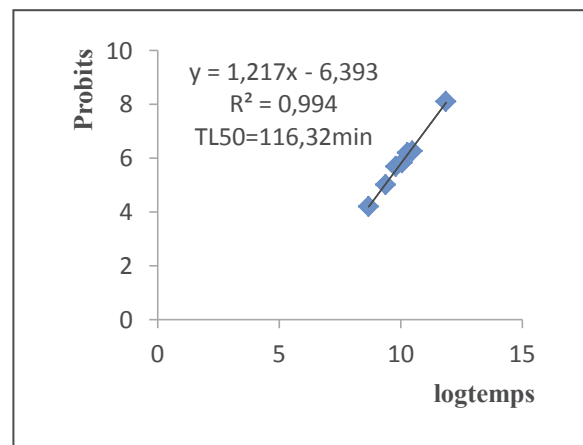
-a-



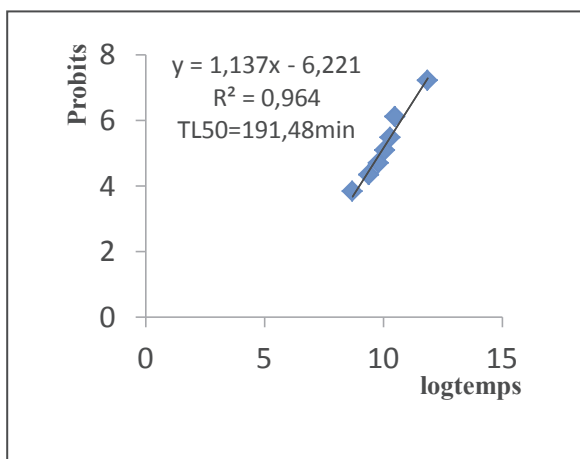
-b-



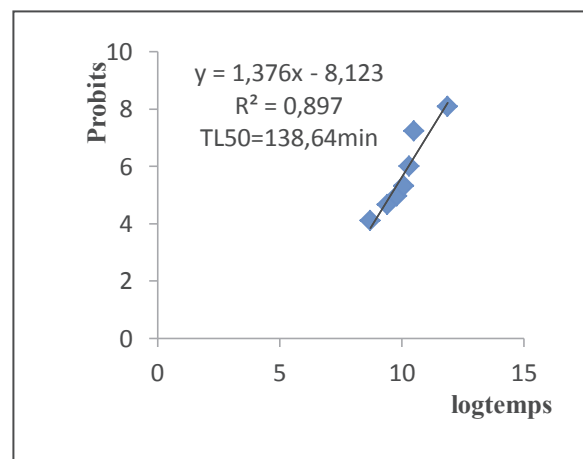
-c-



-d-



-E-



-F-

Figure 61: Droite de régression de la relation log temps/probit de l'activité insecticide des six huiles essentielles à l'égard de *S. oryzae* (Essai inhalation)

-a- HE du Romarin ; -b- HE de la Menthe verte ; -c- HE du *E. globulus* ; -d- HE du Thym

-E- HE du Gingembre ; -F- HE du Clou de Girofle

VI-1-2-1-3- 1-Classement des produits selon les TL50

Le calcul des TL50 nous a permis de classer les produits (Tab.10).

Tableau 10 : classement des huiles essentielles selon des TL50

(Test de toxicité par inhalation vis-à-vis de *S.oryzae* après 1440 min. (24h) de traitement).

Huiles essentielles	TL50 (minute)	Pentes
Thym	116,32	1,21
Clou de Girofle	138,64	1,37
Gingembre	191,48	1,13
Menthe verte	216,91	0,78
Romarin	363,87	1,25
E.globulus	423,98	0,56

D'après le tableau ci-dessus, le Thym étant classé à la tête de la liste s'avère avoir un effet foudroyant sur *S. oryzae* en un temps court, 50% de mortalité ont été engendrées au bout de 116, 32 min d'exposition (soit moins de 2 h.). Le Clou de girofle se classe second avec un TL50 égale à 138,64 min. (soit moins de 3 h.), le Gingembre se positionne au 3^{ème} rang avec un TL50 évalué à 191,48 min. (soit moins de 4 h.), au 4^{ème} et 5^{ème} rang sont classés la Menthe verte et le Romarin avec des TL50 estimés à 216,91 min. et 363,87 min. respectivement. Enfin, l'*E. globulus* se classe en dernier avec un TL50 égale à 423,98 min. (soit 8 h.).

Le calcul des TL50 a confirmé l'efficacité des huiles essentielles testées par inhalation, il mène à conclure qu'elles ont eu un effet choc sur *S.oryzae* en un temps inférieur à 24 heures malgré la différence de leur action marquée dans le temps.

VI- 1-2-1-3- 2-Analyse de la variance

Les résultats des différents essais ont été soumis au test de l'analyse de la variance ANOVA à 1 facteur traité par Excel. Le facteur est la variable « mortalité», il comprend sept niveaux « temps » qui reflète la rapidité d'action des six huiles essentielles testées sur *S. oryzae*, ce qui interprète leur effet choc sur l'insecte .

Tableau 11 : Test d'homogénéité des variances

Statistique de Levene	ddl1	ddl2	Signification
9,948	6	189	0,000

D'après le Tableau 11, Le test de Levene est statistiquement considéré comme significatif étant donnée la valeur nulle du P- value, l'hypothèse d'homogénéité de variance (homoscédasticité) est rejetée. A fin de confirmer cette différence des variances, le test de F de fisher-snédecor a été réalisé. Le résultat figure dans le Tableau 12.

Tableau 12: analyse de la variance de la toxicité des huiles essentielles

Par inhalation vis-à-vis de *S.oryzae*

	Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
Inter-groupes	3508,194	6	584,699	19,506	0,000
Intra-groupes	5665,250	189	29,975		
Total	9173,444	195			

Le test de Fisher- Snedecor a donné la valeur de F qui est égale à 19,506, ainsi, le p-value est nul (0), de ce fait, les variances sont réellement dissemblables ce qui mène à conclure qu' à la dose appliquée, il y a une différence hautement significative dans l'efficacité par inhalation des six huiles essentielles dans le temps sur la mortalité de *S.oryzae* .

VI- 1-3- Discussion

VI-1-3-1-Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

Les tests réalisés pour évaluer la toxicité des huiles essentielles par contact ont dégagé le pouvoir insecticide de ces produits sur *S.oryzae* à la plus forte dose où des pourcentages de mortalité corrigée élevés étaient enregistrés après 144h de traitement.

On constate également que pour toutes les huiles essentielles testées, les taux de mortalités augmentent dans le temps avec l'augmentation des doses.

Il ressort que l'huile essentielle du Clou de Girofle est plus efficace, son pourcentage de mortalité a été estimé à 100%, suivi d'*E.globulus* avec 97,37%, de Menthe verte avec 96,05%, de Thym avec 90,79%, de Romarin avec 88,16% et enfin de Gingembre avec un taux de 82,89%, et ce après 144 h de traitement.

Nos résultats contribuent à confirmer l'efficacité des huiles essentielles sur l'un des plus redoutables ravageurs des denrées stockées, sur cet axe, la recherche d'une solution alternatives aux produits chimiques utilisés dans la préservation des produits entreposés a mis en œuvre plusieurs travaux dont les résultats sont prometteurs ; parmi eux et en cette dernière décennie, **Liu et al.(2010)** ont étudié la composition chimique et l'activité insecticide de l'huile essentielle d'*Artemisia capillaris* et *Artemisia mongolica* sur *Sitophilus zeamais* par contact (méthode topique), les HE des deux plantes avaient montré une toxicité où les valeurs des DL50 étaient 105,95 µg/ adulte pour *A. capillaris* et 87,92 µg/adulte pour *A. mongolica*. Les huiles essentielles d' *Elettaria cardamomum* (L.) Maton, *Cinnamomum aromaticum* Nees, et *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. et Perry mises au contact avec *Callosobruchus maculatus* avaient un pouvoir insecticide très élevé après 24 h de traitement, les DL50 calculées étaient 20,68 µg / cm² ,12,38 µg / cm² et 16,89 µg / cm² respectivement, leur combinaison avec le Pirimiphos-méthyl avait montré un effet antagoniste à l'égard de ce ravageur , exception faite pour le couple Pirimiphos-méthyl-Cardamome où cette HE avait synergisé l'insecticide de synthèse par le coefficient de co toxicité qui était supérieur à 100 (égale à 120) ainsi, le ratio de synergie (synergistic ratio) était de 0,057 (**Khalequzzaman, 2010**).

Benazzeddine en 2010, avait travaillé sur l'efficacité de cinq huiles essentielles contre *Sitophilus oryzae* et *Tribolium confusum*, parmi la gamme , l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* à la plus forte dose 0,4 µl/cm² s'est montrée plus toxique par contact sur *S.oryzae* (97,47% de mortalités) que sur *T. confusum* pour lequel les

létalités étaient estimées à 72,37% .dans le même contexte, **Zahout (2011)**, par l'application de 20µl/ml de l'huile essentielle du gingembre sur *S.oryzae* , *T.confusum* et *C. maculatus* , les mortalités engendrées étaient 75% , 61,36% et 67,31% respectivement après 144H de traitement (soit 6 jours). Sur les mêmes espèces, l'HE du clou de girofle aux mêmes doses et durée de traitement, a provoqué 100% de mortalité pour les trois espèces de ravageurs. Par comparaison, L'HE du clou de girofle ainsi que l'eugénol pur et le carvacrol avaient eu une activité insecticide similaire sur *S. oryzae* par contact, les DL90 étaient évaluées à 366, 385 et 422 µl dm⁻², sachant que la dose d'application était 500µl (**Cardier et al., 2012**)

Ilek et al. (2014), ont testé l'activité insecticide des poudres et huiles essentielles des deux plantes *Syzygium aromaticum* et *Anacardium occidentale* contre *Sitophilus oryzae* sur des grains de sorgho stockés.les résultats du test par contact sur les formes adultes de cet insecte ont révélé que les HE étaient plus efficaces que les poudres en effet, l'HE de *S.aromaticum* a provoqué 50% de mortalité après 24h de traitement à une concentration de 1%, les létalités étaient proportionnelles aux doses, à 3% cette HE a engendré 100% de mortalité, alors que pour l'HE de *A. occidentale* , le taux de mortalité enregistré était 45% et 80% pour les doses 1% et 3% respectivement après 24 h , les 100% n'étaient enregistrées qu'à la plus forte dose 4 % . De même, pour **Ouchekdhidh-Ourlissene en 2014**, l'effet biocide des poudres et des huiles essentielles de la menthe poivrée (*Mentha piperita*) et du romarin (*Rosmarinus officinalis*) , de la poudre de *Thymus vulgaris* et l'huile essentielle de *Thymus zygis* , a été réalisé par contact sur les paramètres biologiques de la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* Say.(*Coleoptera :Bruchidae*) .parmi les poudres , c'est celle du thym (*Thymus vulgaris*) qui a été la plus efficace, un taux de mortalité de 100% était enregistré après 2 jours d'exposition à 1 g de poudre. Les tests par les huiles essentielles ont montré que *Thymus zigis* était le plus efficace avec 100% de mortalité après 24 heures d'exposition à 8µl de produit.

Dans la même année, soit en **2014**, **Taleb –Toudert** , a appliqué 16 µl/ml d'huile essentielle de la menthe verte par contact, sur les adultes de *Callosobruchus maculatus*; les résultats mentionnés ont prouvé l'efficacité de cette plante où 100% de mortalités étaient obtenues après 4 heures de traitement. A cette même dose, l'huile essentielle de la menthe verte affectait la fécondité chez les femelles en inhibant totalement la ponte des œufs (0 œufs pondus) ; et entravant leur éclosion (0 œuf éclos) dans un autre essai

sur la viabilité embryonnaire. par inhalation, les vapeurs de cette HE ont provoqué 70% de mortalité après 24 heures d'exposition à une dose de 8 µl. au même temps, la plus forte dose (16µl) a donné un taux de mortalité de 100% .

Dans une expérimentation récente, **Alaoui-Jamali et al. (2016)**, ont comparé entre l'activité insecticide de six espèces de *Thymus* originaires du Sud-ouest Marocain sur *Tribolium castaneum*, à citer : *Thymus satureioides* Coss., *Thymus broussonetii* Boiss., *Thymus maroccanus* Ball., *Thymus ciliatus* (Desf.) Benth., *Thymus pallidus* Batt., et *Thymus leptobotrys* Murb . L'effet toxique de ces espèces était testé par contact, Les résultats obtenus ont montré que toutes les huiles essentielles ont présenté un effet insecticide important vis-à-vis des adultes de *Tribolium castaneum* Herbst. Toutefois, l'huile essentielle de *Thymus leptobotrys* (Thym à carvacrol) a montré la toxicité la plus élevée, avec des valeurs de DL50 et DL90 de 0,08 et 0,19 µl/cm², respectivement, et des valeurs de TL50 et TL90, allant de 32,80 à 17,18 heures et de 69,37 à 32,05 heures, respectivement. Ces données suggèrent que les huiles essentielles de ces Thym, particulièrement celle de *Thymus leptobotrys*, peuvent être une matière active pour le développement de nouveaux produits bio-insecticides contre *Tribolium castaneum*.

Il est intéressant de mentionner quelques travaux réalisés dans les années 2000 à 2010, par lesquels, l'effet biologique des HE dans les denrées stockées était mis en évidence. En **2002, Papachristos et al.**, travaillèrent sur *Acanthoscelides obtectus*, ils avaient conclu que les vapeurs de l'huile essentielle du romarin étaient répulsives à la bruche d'haricot, cette huile essentielle provoquait la réduction de la fécondité et de l'éclosion des œufs, la mortalité des larves et influençait l'émergence des formes hivernantes.

Kim et al. en 2003, ont réalisé une étude de 30 plantes aromatiques et médicinales, les résultats ont montré que ces plantes étaient toxiques à l'égard de *Callosobruchus chinensis* et *Sitophilus oryzae* sous forme de poudres et des huiles essentielles, d'après ces auteurs, les huiles essentielles de *Brassica juncea* L. et de *Cinnamomum cassica* se sont révélés plus efficaces avec des pourcentages de mortalité de 84,2% et 98% respectivement.

El-Guedoui (2003), confirme l'efficacité insecticide des huiles essentielles du Romarin et du Thym par contact sur *Rhyzopertha dominica* (Fabricus). En effet, le Romarin s'est montré efficace par contact à la dose de 1,384mg/cm² en provoquant 89,72% de mortalité alors que le Thym à la même dose donna un taux de 100%. Les essais ont

également montré que la répulsivité du Thym est plus importante que celle du Romarin, elle est estimée à +50% et + 46,66% respectivement.

Selon **Mondal et Khalequzzaman, (2006)**, des essais par contact d'*Elletaria cardamomum* Maton de *Cinnamomum aromaticum* Nees et de *Syzygium aromaticum* (L.) sur des adultes et des larves de *Tribolium castaneum* ont montré que les adultes et larves âgés de 10 jours étaient sensibles à l'HE de *Cinnamomum aromaticum* la valeur de la DL50 était 0,07 et 0,196 mg cm⁻² respectivement, l'H.E d'*Elletaria cardamomum* a eu une grande toxicité sur les larves de 14 et 18 jours, la valeur de la DL50 est 0,10mg cm⁻². **Owabali et al., (2009)**, ont étalé les résultats qu'ils ont obtenus de trois huiles essentielles : la Citronnelle, l'Erou mégohm et le Gingembre sur *Sitophilus zeamais*, la Citronnelle s'est montrée moins toxique par contact avec une DL50 égale à 0,56 µl/cm² alors que pour l'Erou mégohm et le Gingembre, leur toxicité était plus faible : leur DL50 étaient de 0,60 et 0,7 µl/cm² respectivement.

Pour expliquer le mécanisme de l'effet des huiles essentielles sur les insectes, **Adedire et al.(2011); Ileke et al.(2013)** ont rapporté que les poudres et les HE appliquées sur les charançons avaient inhiber la locomotion des insectes adultes, **Ileke et Olotuah, (2012)** dans leurs observations supposent que la mise en contact des charançons avec les poudres et les huiles essentielles des plantes étudiées pourrait probablement affecter l'accouplement et la communication sexuelle. D'après **Chiasson et Beloin, (2007)**, 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 affectées par l'huile essentielle ce qui peut entraîner l'asphyxie. Une hypothèse partagée par **(Denloye et al., 2010)**.

VI-1-3-2-Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion

Les essais biologiques effectués pour évaluer la toxicité des huiles essentielles par ingestion sur blé tendre ont montré que leur effet insecticide ne s'est manifesté qu'à la plus forte dose après 144 h de traitement. C'est l'huile essentielle de la menthe verte qui a donné la plus haute mortalité dont le taux évalué était de 88,60%, suivi d'*E. globulus* avec 65,82%, de Gingembre avec 51,89%, de Romarin avec 49,36% et enfin le Clou de girofle avec 44,30%.

Pour les autres doses appliquées, les résultats de ce test sont faibles en comparaison avec ceux obtenus par contact. Bien que les mortalités enregistrées soient inférieures à 50%, une relation proportionnelle avec les doses testées est observée.

Le mode de pénétration par ingestion des HE dans la lutte contre les ravageurs des denrées stockées n'a pas été l'axe d'intérêt des recherches en comparaison avec les deux autres modes à savoir l'inhalation et le contact, peu de travaux ont été réalisés, l'on cherche plutôt des produits bio répulsifs ou anti appétants.

Benazzeddine (2010), s'est intéressé à étudier l'effet insecticide par ingestion de cinq huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* et *Tribolium confusum* sur du blé tendre, les résultats qu'il a obtenu n'ont pas été significatifs sauf à la plus forte dose $0,4\mu\text{l}/\text{cm}^2$, après 144 h de traitement- ce qui est en accord avec nos résultats-. Sur le charançon du riz, le pourcentage de mortalité enregistré était de 88,72% pour la menthe verte et 65,65% pour *Eucalyptus globulus*, pour le Romarin, le Thym et la Citronnelle, ce taux était respectivement de 48,72%, 41,77% et 31,08%. Egalement, dans le cas de *T.confusum*, 65,79% et 54,43% étaient les taux de létalité évalués pour le Romarin et *E.globulus* respectivement. Dans le cas des autres HE, le Thym avait provoqué 40% de mortalité alors que la Menthe et la Citronnelle n'ont donné que 29,65% et 34,67% respectivement.

L'huile essentielle de *Cymbopogon citratus*, *Tagetes terniflora* et *Elyonurus muticus* ont montré une toxicité par ingestion chez les larves de *Tribolium castaneum* et les adultes de *Sitophilus oryzae*, mais également, une diminution de l'indice nutritionnel chez les adultes de *T. castaneum* et *S. oryzae*, il a été observé que l'HE de *C. citratus* avait réduit l'indice d'efficacité de transformation des aliments ingérés (efficiency of conversion of ingested food) chez les larves de *T. castaneum*. Sur ce même ravageur, *T. terniflora* avait un effet appétant sur les adultes, alors que pour *S. oryzae*, bien au

contraire, une abstinence de nourriture chez les adultes a été remarquée (**Stefanazzi, 2011**).

Des expérimentations ont été menées sur l'activité biologique des feuilles et fruits de *Schinus molle* L., il a été démontré que l'HE extraite des fruits de *S. molle* avait provoqué un taux de mortalité élevé chez *S. oryzae* (54%) à la plus forte dose (4 mg/ disque) due à l'abstinence de l'insecte de se nourrir , cette conclusion était traduite par les valeurs très réduites du taux relatif de la consommation (0,09 mg mg⁻¹ d⁻¹) et le taux élevé de l'indice de l'effet anti-appétant (62,07%). L'HE extraite des feuilles par contre, avait provoqué à la même dose 58 % de mortalité, ce résultat pourrait être expliqué par une toxicité due à l'ingestion du produit.

(**Benzi et al., 2009**).

Selon **Kedia et al. ,(2015)**, les produits anti appétants provoquent chez l'insecte l'abstinence de se nourrir (principalement chez les larves) ce qui engendre la mort par la faim, ou encore, dans le cas de *Callosobruchus maculatus* par exemple, l'activité alimentaire est très élevée du 1^{er} au 4^{ème} stade larvaire , la larve se nourrit à l'intérieur des grains de légumineuses, l'alimentation commence quand les glandes maxillaires provoquent l'accélération des mouvements péristaltiques du tube digestif , alors que certains produits d'origine végétale ont la faculté de contrôler ces mouvements péristaltiques et donnent à l'insecte la sensation de vomissement ce qui provoque la mort chez les larves. L'un de ces produits est l'**azadirachtine** contenu dans le **neem** (**Immaraju 1998**).

VI-1-3-3-Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation

L'effet choc des huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* a été dévoilé par les résultats obtenus, leur efficacité est proportionnelle au temps d'exposition du ravageur à leurs vapeurs , en effet, à la dose appliquée de 0,24µl/ml, leur toxicité sur l'insecte a débuté après 60 minutes de traitement, les taux de mortalités ont continué d'augmenter jusqu'à 24 heures (1440 min.) où des taux compris entre 68% et 100% ont été enregistrés , ainsi, c'est le Clou de girofle et le Thym qui ont éradiqué la totalité des formes adultes (100% de mortalité) , concernant les autres huiles essentielles, le Gingembre a provoqué 98,67%, le Romarin 97,33% , la Menthe verte 93,33% et l'*E.globulus* 68%.

Les fumigants sont les produits les plus utilisés dans la lutte contre les insectes ravageurs des grains en stockage (**Snelson, 1987**), ils doivent répondre à certaines exigences, en plus de leur efficacité, ils doivent être suffisamment volatiles pour qu'ils soient véhiculés par l'air, par conséquent, ne doivent pas être absorbés par les grains et en addition, ne doivent pas être corrosifs et inflammables. Actuellement, et vue les problèmes engendrés par l'usage abusifs des produits fumigants et que, beaucoup d'entre eux ne répondent pas à ces conditions. Les huiles essentielles présentent un potentiel prometteur qui pourrait remplacer les insecticides chimiques actuellement utilisés, elles sont réputées par leur faible toxicité aux animaux à sang chaud, par leur volatilité mais aussi, par leur toxicité contre les insectes des denrées stockées (**Regnault-Roger et al., 1993; Shaaya et al., 1991, Shaaya et al., 1997**), qui a fait l'objet de plusieurs études, qui ne sont pas d'ailleurs récentes, et se poursuivent jusqu'à présent. Dans les dix dernières années, les chercheurs continuent de tester l'efficacité des huiles essentielles et leurs composés isolés par fumigation sur les insectes des denrées stockées, sur *Sitophilus oryzae*; une dose de $9,10^{-3}$ $\mu\text{l}/\text{cm}^3$ avait engendré un taux de mortalité de 100% après 48h d'exposition aux vapeurs de l'HE du *Rosmarinus officinalis*, ce taux fut atteint par l'HE de *Mentha spicata* après 96 h, 120 h dans le cas d'*Eucalyptus globulus* et 144 h pour (*Thymus vulgaris*) (**Benazzeddine, 2010**). **Zahout (2011)**, dans ses essais sur le même insecte, avait aboutit à des résultats qui témoignent l'effet choc des huiles essentielles du Thym, Romarin, La Menthe verte et le Clou de Girofle qui, à une dose de 5 $\mu\text{l}/\text{ml}$, avaient marqué 100% de mortalité après 360 minutes d'exposition de l'insecte à leur vapeurs, le Gingembre quant à lui, avait provoqué 90% de létalité. Selon les travaux de **Roveré Franz et al., (2011)**, une dose de 4 $\mu\text{l}/\text{cm}^2$ de l'huile essentielle du *Cymbopogon citratus*, *Mentha sp.* et *Zingiber officinale* avait engendré des mortalités estimées à 60%, 80% et 70% respectivement après 24 h d'exposition.

L'huile essentielle de *Thymus algeriensis* et *Artemisia campestris* avaient eu une action très efficace par inhalation sur ce coléoptère, à 8 $\mu\text{l}/\text{ml}$, 90% de mortalité étaient enregistrées après 96h d'exposition au film toxique du Thym, alors que l'Armoise rouge avait donné un taux de 53,75% après 12 h de traitement. Après 72 h, 100% de létalité étaient relevées après un traitement à 4 $\mu\text{l}/\text{ml}$ pour l'Armoise rouge, et 16 $\mu\text{l}/\text{ml}$ pour le Thym d'Algérie (**Derradji-Heffaf, 2013**). L'HE de *Cuminum cyminum* (*Apiaceae*) et *Piper nigrum* (*Piperaceae*) ont induis des taux de mortalité très élevés sur ce ravageur

par fumigation , leur DL50 étaient évaluées à 0,67 et 0,58 $\mu\text{l}/\text{cm}^3$ d'air (**Chaubey, 2011**) . **Kim et al.(2016)**, ont dévoilé la toxicité par fumigation des huiles essentielles de quelques plantes de la famille des lamiacées sur *Sitophilus oryzae*, parmi cette gamme *Thymus zygis* à linalool (40,14%), qui a engendré 100% de mortalité à une concentration appliquée de 25mg/L air , à 6,5mg/L air, ce taux était évalué à 74%. L'isolation de chaque composé de cette huile essentielle et la réalisation des test sur leur toxicité sur cet insecte , a mis en évidence des résultats prometteurs, en effet, le linalool, camphor, camphène, et le sabinène hydrate ont provoqué 100% de létalité à une concentration de 12.5 mg/L air . l'huile essentielle de *Ruta graveolens* reconnue d'avoir un effet choc sur *Sitophilus oryzae* par les létalités engendrées en ½ heure seulement après le traitement avec 20 $\mu\text{l}/\text{ml}$ par inhalation et dont la valeur était de 94%,100% était le taux estimé après 1 heure de traitement (**Perera et Karunaratne, 2016**).

Sitophilus granarius s'est montré vulnérable au pouvoir insecticide par fumigation des huiles essentielles d'*Artemisia mangolica* et *Artemisia capillaris* , les valeurs de DL50 sont 7,35 et 5,31 mg/L respectivement (**Liu et al., 2010**). Sur la famille des *Bruchidae*, et particulièrement la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* , une réponse par de fortes mortalité due aux vapeurs des huiles essentielles a été mentionnée , un traitement par L'HE de la Menthe poivrée , de la Lavande, d'Eucalyptus et du Thym a éradiqué la totalité de la population (100%) après 72 h d'exposition à 10 $\mu\text{l}_{\text{HE}}/\text{l}$ de volume d'air (**Goucem-Khelfane, 2014**), les huiles essentielles du Clou de girofle (*Syzigium aromaticum*), du Bois d'inde (*Pimenta racemosa* M.), du Thym (*Thymus vulgaris*) et d'*Eucalyptus smithii* , de Myrte (*Myrtus communis*), d'origan (*Origanum vulgare*) et du Basilic (*Ocimum basilicum*) possèdent d'après **Aiboud, (2012)** une efficacité très hautement significative par inhalation sur les adultes de *Callosobruchus maculatus* , mais également sur les jeunes larves âgées de 12 jours qui étaient plus sensibles au Myrte, à l'Eucalyptus, au Clou de Girofle et à l'Origan , dont le taux d mortalité était de 100% à une dose de 40 $\mu\text{l}/\text{l}$. le Myrthe semble être un excellent fumigant sur cet bruche, d'après **Ayvaz et al. (2010)**, la létalité de la totalité des individus traités a été observée après 72 h d'exposition à une dose de 65 $\mu\text{l}/\text{l}$ d'air. Dans le même contexte, **Taleb-Toudert (2015)** avait testé l'effet par fumigation de dix huiles essentielles, les mortalités de *Callosobruchus maculatus* enregistrées par *Ocimum basilicum*, *Mentha spicata*, *Aloysia triphylla*, *Eucalyptus globulus*, *Eucalyptus radiata*, *Myrtus communis*,

Laurus nobilis, et *Salvia officinalis*, étaient à 100% après 24h de traitement à la dose de 16 µl/Cm³.

Sur les Ténébrionides ; les huiles essentielles du Romarin et la Menthe verte avaient engendrées 100% de mortalité de *Tribolium confusum* après 24h de traitement à une dose de 0,582 µl/cm³, un taux identique a été provoqué par le Thym et l'*Eucalyptus* après 120h d'exposition (Saheb et al., 2012). Selon Zahout (2011), la létalité totale des adultes de ce coléoptère témoigne de l'effet choc des huiles essentielles du Thym, Romarin, Menthe verte, Gingembre et Clou de girofle, suite à l'application d'une dose de 5µl/ml à 360 Min seulement d'exposition aux vapeurs des HE suscitées, exception pour le Gingembre qui avait donnée 88,33% de mortalité.

L'huile essentielle d'*Ostericum sieboldii* (*Umbellifera*) est très efficace par fumigation sur *Tribolium castaneum* et *Sitophilus zeamais*, les DL50 calculées étaient respectivement de 20,92 mg/l et 27,39 mg/l (Liu et al., 2011). Tayoub et al. (2012) ont focalisé leurs essais sur la larve du *Trogoderma granarium* Everts, les vapeurs des huiles essentielles d'*Origanum syriacum* et *Eucalyptus globulus* Pouvaient atteindre un taux de mortalité larvaire proche de 100% aux doses 30 and 50 µl/160 cm³ air respectivement après 48 h de traitement.

Peu d'information sont disponibles quant à l'action des huiles essentielles et leurs constituants par fumigation sur les insectes des denrées stockées (Kedia et al.,2015), cependant, la bibliographie révèle une action neurotoxique par l'interruption de la fonction du neurotransmetteur : l'octapamine, ainsi, le système nerveux de l'insecte est détérioré (Kostyukovsky et al. 2002), dans d'autres études, c'est l'activité de l'enzyme l'acétylcholinestérase qui est inhibée (Houghton et al. 2006) qui mène au blocage de la transmission des flux nerveux provoquant ainsi la paralysie et par la suite la mort de l'insecte (voir chapitre II). Selon Regnault-Roger et Hamraoui (1995), la nature volatile des monoterpènes contenus dans les huiles essentielles leur confère la possibilité de pénétrer dans le corps de l'insecte par le système respiratoire ce qui fait d'eux d'excellents fumigants.

VI- 2- Mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur *Sitophilus oryzae* (L.)

VI- 2-1- Résultats

VI- 2-1- 1- Efficacité insecticide des formulations poudreuses

Le test d'efficacité insecticide des formulations poudreuses a dévoilé leur excellent pouvoir adulticide sur *Sitophilus oryzae* (Tableau en Annexe) , la combinaison de l'huile essentielle du Clou de girofle avec la bentonite activée et non activée a provoqué 100% de mortalité après 5 jours de traitement, tandis que la bentonite naturelle exempte d'huile essentielle a engendré après la même durée de traitement un taux de mortalité de 25,56% , 20% et 31,11% après 5, 10 et 15 jours respectivement. Ce taux de mortalité a connu un décroissement de 13,33%, 7,78% et 2,22% suivant l'ordre 20, 25 et 30 jours de traitement (**fig. 63**). Cependant, ces résultats n'excluent pas son pouvoir insecticide qui fût stimulé – après son aromatisation- par l'huile essentielle du Clou de girofle où 100% de mortalité ont été engendrés après une durée de traitement de 5 jours. Sachant que Cette huile essentielle testée par contact à l'état pure sur *S.oryzae* a donné à la même dose (20µl/ml), un taux de létalités de 80,26% après 5 jours et 100% après le 6^{ème} jour de traitement. Par inhalation, les 100% de mortalités étaient enregistrées après 24 h d'exposition. Cela mène à supposer que par l'adsorption de l'HE sur la bentonite qu'elle soit activée ou non, l'augmentation de l'efficacité du mélange est due à la combinaison du pouvoir insecticide des deux constituants de la formulation.

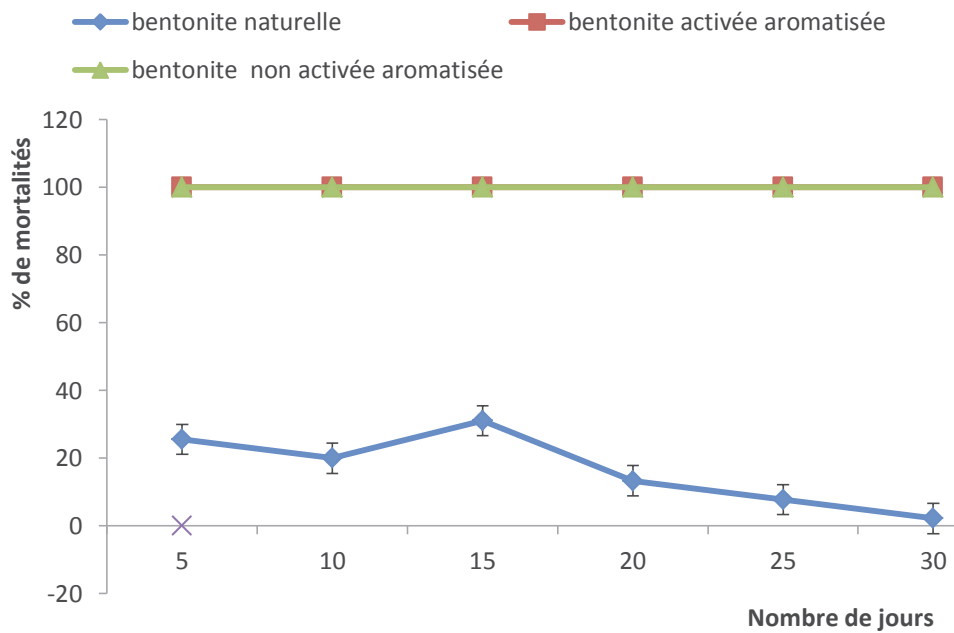


Figure 62: Efficacité insecticide des formulations poudreuses sur *Sitophilus oryzae*

● Analyse de la variance

Les résultats des différents essais sur l'effet insecticide des formulations poudreuses sur les mortalités de *S. oryzae* et l'émergence de la F1, ainsi que leur rémanence ont été soumis au test de l'analyse de la variance ANOVA traité par Excel. la variable étant « la mortalité», comprend deux niveaux « type de bentonite» et « temps de traitement»

D'après les résultats figurant dans le tableau 13, la valeur de F est égale à 1,152, celle du p- value obtenue est supérieure à 0.05 avec une valeur de 0,414, de ce fait, pour le facteur type de bentonite, l'hypothèse d'égalité des variances n'est pas rejetée, soit, les moyennes ne présentent pas une différence significative entre ces trois types de bentonite. Ce qui confirme les résultats du test réalisé. Cependant, concernant l'effet des trois formulations sur la mortalité de *S. oryzae* dans le temps, la valeur du p-value

est inférieure à 0,05 (0,001), les variances sont ainsi dissemblables ce qui traduit une différence hautement significative.

Tableau 13 : analyse de la variance de la toxicité insecticide des formulations poudreuses vis-à-vis de *S.oryzae*

		Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
Type bentonite	Inter-groupes	11,000	15	,733	1,152	0,414
	Intra-groupes	7,000	11	,636		
	Total	18,000	26			
Jour après traitement	Inter-groupes	16,500	15	1,100	8,067	0,001
	Intra-groupes	1,500	11	,136		
	Total	18,000	26			

VI- 2-1- 2- Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1

La bentonite réduit significativement la descendance de la génération F1 chez *S.oryzae* dans le temps (Tableau en Annexe), après 27 jours de traitement, cette argile exempte d'huile essentielle, a donné un pourcentage de réduction des individus adultes de cet insecte de 66,66%, mélangée avec l'huile essentielle du clou de girofle, le taux de l'indice de réduction de la F1 de la bentonite non activée a été évalué à 71,04% alors que pour la bentonite activée, sa valeur a été de 76,47%. Une réduction de ces taux a été soulignée au 29^{ème} jour après le traitement, en effet, ils ont été estimés à 50,67%, 52,94% et 63,34% pour la bentonite naturelle, la bentonite non activée aromatisée et la bentonite activée aromatisée respectivement, au 30^{ème} jour du traitement, aucun insecte émergeant n'a été observé pour les trois formes d'argile (**fig.63**).

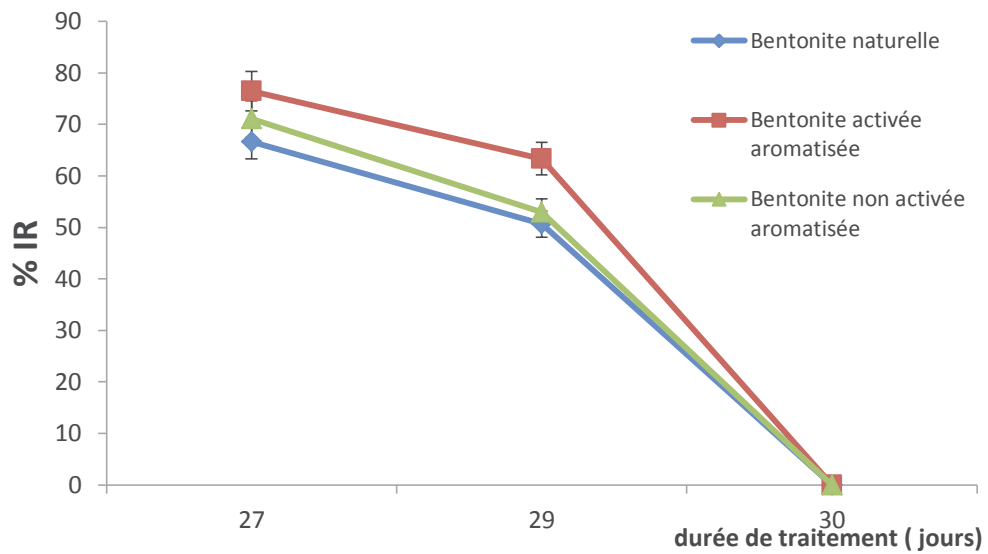


Figure 63: Effet des formulations poudreuses sur la réduction de l'émergence de la F1 de *Sitophilus oryzae*

● Analyse de la variance

L'hypothèse d'homogénéité de variance (homoscédasticité soit égalité) entre les types de formulations (bentonite) utilisées est rejetée selon le test de Levene puisque la p-value est nulle, alors qu'il est supérieur à 0,05 pour la composante « Temps », de ce fait, cette hypothèse est retenue (Tab. 14).

Tableau 14 : Test d'homogénéité des variances

	Statistique de Levene	ddl1	ddl2	Signification
Temps	2,099	5	43	0,084
Type de bentonite	4168114465131 5368,000	5	43	0,000

Tableau 15 : analyse de la variance de l'effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1 de *S.oryzae*

		Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
Temps	Inter-groupes	1137,500	10	113,750	1,523	,164
	Intra-groupes	3212,500	43	74,709		
	Total	4350,000	53			
Type de bentonite	Inter-groupes	27,000	10	2,700	12,900	0,000
	Intra-groupes	9,000	43	,209		
	Total	36,000	53			

Les résultats du test de Levene sont confirmés par le test de F de fisher-snédecor (Tab.15), l'action des trois types de formulations sur l'émergence de la F1 de *S.oryzae* est d'une différence hautement significative expliquée par une p-value nulle exprimant ainsi ces variances réellement dissemblables. Parallèlement, leur action dans le temps semble ne pas avoir de différence significative, la valeur du p-value est nettement supérieur à 0,05 , les variances sont identiques.

VI- 2-1- 3- Etude de la rémanence des formulations poudreuses

●Bentonite activée aromatisée

L'application de la bentonite activée aromatisée sur *S.oryzae* a donné 100% de mortalité après 5 et 10 jours de traitement, on note une diminution du taux de létalité allant de 93,33% , 91,11% et 80% après 15, 20 et 25 jours respectivement, au 30^{ème} jour, on a enregistré 85,56% de mortalité, cette dernière reste importante jusqu'au 55^{ème} jour où elle a atteint 50% , au delà duquel, la diminution de l'activité insecticide de cette formulation se poursuivait pour aboutir à 13,33% au 70^{ème} jour (Tableau en Annexe).

●Bentonite non activée aromatisée

Contrairement à la bentonite activée aromatisée, cette argile non activée et aromatisée a montré une durée d'activité insecticide qui s'est étalée sur 60 jours après lesquels, elle a perdu tout son pouvoir , ainsi, aucune mortalité n'a été enregistrée (Tableau n°27), les létalités décroissaient de 100%, 96,67%,83,33%, 70% et 61,11% au 5,10,15,20 et 25 jours respectivement, pour atteindre 51,11% au 30^{ème} jour au-delà duquel, cette régression persistait dans le temps jusqu'au plus faible taux marqué à 2,22% au 65^{ème} jour.

●Bentonite naturelle

Les essais sur la persistance de l'effet létale de la bentonite naturelle exempte d'HE a dévoilé que cette argile garde son effet insecticide pendant 70 jours bien que les taux de mortalités soient inférieurs à 50% (Tableau en Annexe), excepte au 30^{ème} jour où on a enregistré 53,33%, pour la même période, **Jadhav en 2006** avait enregistré un taux de mortalité de 93,3% après application de la bentonite à 10% sur *S.oryzae*, le même taux était mentionné au 60^{ème} jour, alors que dans notre cas , ce taux était de 40%, selon le même auteur, la bentonite à cette concentration continuait à provoquer les mortalités jusqu'au 180^{ème} jour (86,6%).

D'après ces essais comparatifs, il en ressort que la bentonite naturelle exerce un effet insecticide sur *S.oryzae* , cet effet insecticide persiste dans le temps mais aromatisée, l'huile essentielle du clou de girofle stimule ce pouvoir qui donne 50% de mortalité au

30 jours de traitement après lesquels, décline pour s'annuler au 65^{ème} jour. Tandis que sur une bentonite activée, la persistance du pouvoir insecticide de la formule HE-argile connaît une grande amélioration puisque les résultats restent supérieurs jusqu'aux 55 jours où on a enregistré 50% de mortalité, après lesquels, elle garde son effet insecticide bien que les résultats soient faibles (fig. 64).

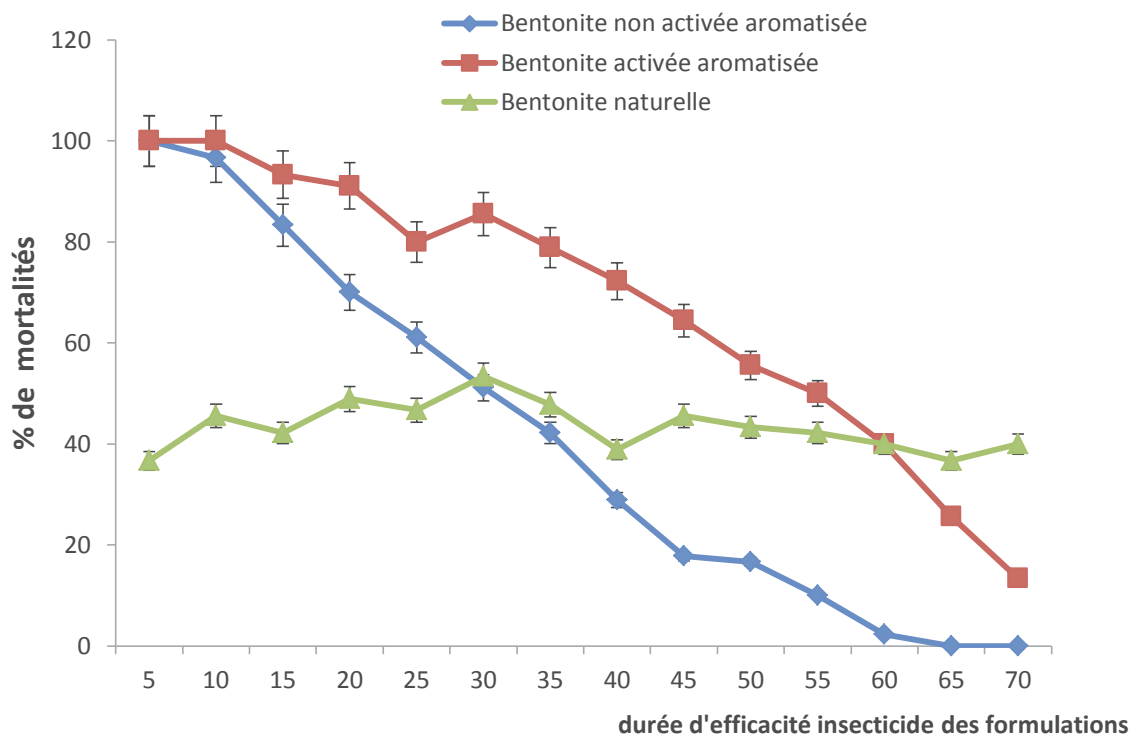


Figure 64 : Rémanence des formulations poudreuses testées sur *Sitophilus oryzae*

● **Analyse de la variance**

Le test de Levene d'homogénéité des variances (homoscédasticité (soit égalité)) est statistiquement significatif pour le type de formulations poudreuses utilisées et le nombre de jour qui interprète la durée de leur pouvoir insecticide sur *S.oryzae*, l'hypothèse d'égalité des variance est donc rejetée (**Tab.16**)

Tableau 16 : Test d'homogénéité des variances

	Statistique de Levene	ddl1	ddl2	Signification
jour	3,507	27	96	0,000
Type bentonite	3,397	27	96	0,000

Tableau 17 : analyse de la variance de la rémanence des formulations poudreuses appliquées sur *S.oryzae*

		Somme des carrés	ddl	Moyenne des carrés	F	Signification
jour	Inter-groupes	29189,770	29	1006,544	4,393	0,000
	Intra-groupes	21997,730	96	229,143		
	Total	51187,500	125			
Type bentonite	Inter-groupes	37,922	29	1,308	2,724	0,000
	Intra-groupes	46,078	96	,480		
	Total	84,000	125			

Cette hypothèse est approuvée par le test de F de Fisher-Snedecor qui a donné une valeur de p-value nulle, de ce fait, l'on déduit une différence hautement significative existant entre l'efficacité des trois formulations sur *S.oryzae* durant les 70 jours d'exposition ainsi qu'entre leur durée d'action (la rémanence) (**Tab.17**).

VI- 2-2- Discussion

VI- 2-2- 1- Efficacité insecticide des formulations poudreuses

Plusieurs chercheurs ont focalisé leur attention sur l'utilisation des matières inertes dans la lutte contre les insectes des denrées stockées et son amélioration, une méthode de lutte très utilisée dans les pays en voie de développement, notamment les argiles, appliquées à des doses très élevées (> 10 g / Kg de grain) aujourd'hui inacceptables selon les normes actuelles (**Golob et Webley 1980**), l'attapulgite est une argile qui exerce un grand pouvoir insecticide contre plusieurs insectes des denrées stockées à une dose de 5g/Kg tels que *Corcyra cephalonica* (Stainton), *Tribolium castaneum* (Herbst), et la bruche *Caryedon serratus* (Oliver) (**Varma et Siddiqui (1977)**, **Mittal et Wightman (1989)**).

Jadhav en 2006 avait réalisé des tests d'efficacité d'un bouquet de matières inertes y compris la bentonite naturelle, cette dernière appliquée à une dose de 10% avait provoqué 88,3% de mortalité après 7 et 14 jours de traitement, en comparant ces résultats avec les nôtres, il est probable que la dose de 2% de bentonite qu'on a utilisée soit inférieure et à l'origine des mortalités inférieures à 50%.

Par contre d'autres chercheurs ont essayé d'optimiser l'effet insecticide des HE, ils se sont investis à utiliser les argiles comme adsorbants de celles-ci, ce type de formulations s'est montré prometteur, **Camara (2009)** a mené des essais sur l'efficacité de la poudre d'argile blanche aromatisée avec les huiles essentielles extraites des feuilles d'*Ocimum basilicum* L. (*Ob*), d'*Ocimum gratissimum* L. (*Og*) et de *Cymbopogon citratus* Staph (*Cc*) dans trois milieux alimentaires: riz non étuvé blanc, non étuvé paddy et étuvé blanc contre *Sitophilus oryzae* L et *Tribolium castaneum* Herbst, les résultats obtenus étaient hautement significatifs, la prolifération de ces insectes était significativement réduite, pour *S. oryzae* Les nombres moyens significatifs étaient de 7,26 pour *Cc*, 5,03 pour *Ob* et 2,13 pour *Og* alors que les témoins hébergeaient 154,73

et 123,2. Pour le riz non étuvé paddy et Riz étuvé blanc. Les mêmes résultats ont été observés pour *T. castaneum*.

Nguemtchouin (2012) a effectué des essais d'efficacité de formulation poudreuse à base de montmorillonite naturelle et modifiée et l'HE de *Xylopiya aethiopica* sur *Sitophilus zeamais*, Les taux de mortalités résultant de ces expériences varient entre 35 et 100 % pour la formulation à base d'argile-CTMA (argile pontée par le cétyl triméthyl ammonium) contre 27 et 100 % pour la formulation à base de montmorillonite non modifiée. Dans un autre travail, le même auteur **Nguemtchouin et al. En 2013** ont formulé un bio insecticide contre *S. zeamais* à base de montmorillonite naturelle et modifiée mélangée à l'huile essentielle D'*Ocimum gratissimum*, la mortalité de cet insecte a diminué de 100% à 95%, 87% et 0% après 7 jours, respectivement pour l'HE adsorbée sur l'argile modifiée et sur l'argile naturelle. Dans nos essais, ces deux types de formulations avaient engendrées 100% de mortalité de *S. oryzae* après 5 jours.

Une autre mixture de montmorillonite non modifiée et d'Anisaldehyde qui est un composé trouvé dans l'HE de *Clausena anisum-olens*, a été appliquée contre *Callosobruchus maculatus*, à fait l'objet d'un travail dont les auteurs **Ndomo et al. (2010)** ont prouvé l'efficacité insecticide par contact de ce type de formulation. A la plus forte dose 4 µl d'Anisaldéhyde mélangée avec 0,05 g d'argile et appliquée à 40 g de graines d'haricot, 100% de mortalité étaient engendrés après 4 jours de traitement alors que pour l'Anisaldehyde seul, 88,7% était le taux enregistré à la même durée. **Fogang et al. (2012)** quant à eux, avaient travaillé sur l'efficacité de l'huile essentielle de *Zanthoxylum xanthoxyloides* (*Rutaceae*) et une poudre d'argile aromatisée avec la même HE, contre *Acanthoscelides obtectus* (*Coleoptera: Bruchidae*), les résultats ont abouti à la conclusion que l'argile aromatisée s'est montré plus toxique que l'huile essentielle appliquée seule contre ce coléoptère avec des DL50 égales à 0,137 µl/g et 0,193 µl/g respectivement, et ce après 24 h d'exposition.

VI- 2-2- 2- Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1

Les huiles essentielles pures réduisent efficacement l'émergence de la première génération des insectes des denrées stockées, c'est le résultat de plusieurs études investies dans cet axe, l'huile essentielle du clou de girofle induit la réduction de la F1 de *Callosobruchus maculatus* de 68% à une dose de 40 µl/l (**Aiboud, 2012**), les huiles essentielles d'*Ocimum basilicum* et d'*Ocimum gratissimum* inhibent d'une manière très

significative l'émergence des adultes qui a été réduite de 0 à 4 % respectivement selon **Keita et al. (2001)**. **Regnault Roger et al (2008)** qui ont utilisé les graines de *Vigna unguiculata* contenant des larves des stades 2 et 4 du même ravageur, exposées à l'huile essentielle d'*Ocimum basilicum*, à la dose 5 µl/l, ont obtenus des taux de mortalité de 95% chez les L2 et de l'ordre de 12 % pour les L4. **Kellouche et Chebheb-Hedjal (2014)** ont constaté que les huiles essentielles d'*Eucalyptus cinerea*, *Eucalyptus maidenii*, *Eucalyptus astringens*, *Eucalyptus lehmani*, *Cupressus sempervirens*, *Tetraclinis articulata* et *Pinus halepensis*, réduisaient la viabilité post –embryonnaire de *Callosobruchus maculatus* qui est proportionnelle à la dose utilisée et la durée d'exposition, il a été conclu que parmi ces substances, aucun individu n'a émergé à partir des graines traitées pendant 96 h avec les huiles d'*E. cinerea* et d'*E. maidenii*, à la dose 75 µl/l. Sur le charançon du riz *Sitophilus oryzae*, **Benazzedine (2012)** avait testé l'effet des graines reconstituées sur l'apparition des émergents de la F1, ces graines contenaient 25,6 µl d'huile essentielle de Romarin, Thym, Menthe, Citronnelle et Eucalyptus, aucune émergence n'a été enregistrée, sauf pour le témoin où 88% d'individus émergents ont été relevés.

D'autres chercheurs se sont lancés à découvrir l'impact des substances inertes telles que les argiles, et leur pouvoir à réduire ou freiner l'émergence des individus de la première génération des ravageurs des denrées stockées à fin de les utiliser comme méthode alternative de protection des denrées en stocks. **Jadhav en 2006** a étudié l'effet de plusieurs matières inertes sur l'émergence des adultes de la F1 de *Sitophilus oryzae*, parmi la gamme de substances utilisées, la bentonite et la kaolinite. Il a été démontré par des tests réalisés dans des bocaux en plastique, qu'aucune émergence n'a été enregistrée après traitement avec la kaolinite après 180 jours de stockage, pour la même période, 15,3 d'émergent ont été enregistrés après traitement avec la bentonite. Alors que ce taux était faible et de l'ordre de 0,3 après 60 jours de stockage. Les mêmes essais ont été réalisés dans des sacs en papier, une différence dans les résultats a été observée, en effet, le nombre d'individus émergents était nul après 30 jours de traitement à la kaolinite, un léger accroissement était enregistré pour atteindre 18,6 après 180 jours, alors que pour la bentonite, le nombre des émergents était 2,0 et 30 pour les mêmes périodes respectivement. En comparaison avec nos résultats, la bentonite naturelle a donné un taux d'émergence nul après 30 jours de traitement.

Par ailleurs, des recherches sur l'optimisation de tous les résultats des travaux antérieurs ont projeté la lumière sur la combinaison efficace et prometteuse des argiles avec les huiles essentielles, mais également, vue la volatilité de ces dernières qui leur confère une faible rémanence, les argiles sont considérées comme étant des supports qui, par leur pouvoir adsorbant permettent d'augmenter la durée d'action des huiles essentielles et assurer une meilleure protection des denrées stockées.

Ndomo et al. (2010) sont parmi ceux qui ont eu la certitude de cette optimisation par les travaux qu'ils avaient réalisés sur l'effet de l'Anisaldéhyde extrait de l'huile essentielle de *Clausena anisum-olens* et sa mixture avec l'argile blanche : la montmorillonite, sur l'émergence de la F1 de deux espèces *Acanthoscelides obtectus* et *Callosobruchus maculatus*. Il a été démontré que les deux produits réduisaient l'apparition des émergents de ces deux ravageurs au fur et à mesure que les doses augmentaient dans les conditions de l'expérimentation, la mixture argile-Anisaldéhyde avait un taux de réduction de la F1 plus élevé que l'Anisaldéhyde appliqué seul même à la plus faible dose (0,008 µL/g de grains) : 88,3 % contre 59,6% pour *A. obtectus* , et 45,4% contre 38,1% dans le cas de *C. maculatus* . À la dose de 0,033 µL/g de grains, cette combinaison avait donné un taux d'inhibition de la F1 de 100% pour les deux espèces, tandis que dans le cas de l'Anisaldéhyde seul, ce taux était de 90,4 % et 90,5% pour *A. obtectus* et *C. maculatus* respectivement, ce n'est qu'à la plus forte dose (0,066 µl/ g de grains) qu'un taux de 100% était enregistré pour les deux espèces. Nous pouvons dire que ces résultats sont en accord avec les nôtres malgré la différence d'insecte ayant fait l'objet des essais, dans notre cas et sur *Sitophilus oryzae*, le taux d'émergence relevé par les deux formulations poudreuses était nul après 30 jours à la dose de 20µL /ml.

D'après **Regnault Roger et al (2008)**, les huiles essentielles entravent le développement embryonnaire, les composés terpéniques exhibent une activité ovicide et larvicide aux stades néonataux et ultérieurs, une brève exposition aux vapeurs terpéniques pendant le stade néonatal suffit. Dans leur travaux sur la bruche, ils ont montré que les monoterpènes, majoritaires dans la composition des huiles essentielles testées, développent des activités ovicides et larvicides précoces ou tardives et une activité anti nutritionnelle contre les larves des bruches évoluant dans les cotylédons des graines de niébé.

VI- 2-2- 3- Etude de la rémanence des formulations poudreuses

Malgré les résultats prometteurs de l'efficacité des huiles essentielles sur les insectes quel que soit leur mode de pénétration, et bien qu'elles se sont montrées de bons agents répulsifs, anti-appaitants, ovicides, larvicides et adulticides ou encore inhibiteurs de l'oviposition et de croissance, leur manipulation est difficile à cause de leur volatilité qui constitue un vrai problème, leur rémanence est ainsi rendue limitée, elle ne dépasse pas huit jours, c'est ce qui a été prouvé par les essais de **Nguemtchouin (2012)**, sur la durée d'action de l'huile essentielle d'*Ocimum gratissimum* sur *Sitophilus zeamais*, d'après **Odeyemi et al. (2008)**, la perte de l'activité insecticide de l'HE de *Mentha longifolia* sur *S. zeamais* a été constatée après 6 jours. sur l'acarien *Tetranychus cinnabarinus*, leur action n'excédait pas quatre jours pour le Romarin et le Thym et trois jours pour la Menthe et le Laurier (**Saheb, 2007**), de ce fait, le risque de réinfestation est certain d'où, trouver un support de formulation est impérieux. L'argile matériau doté d'un grand pouvoir adsorbant pourrait faire l'objet d'une sélection. Ainsi donc, l'utilisation d'une poudre d'argile aromatisée à l'huile essentielle peut présenter un double avantage due aux effets combinés de l'argile et de l'huile essentielle, c'est ce qui était mis en évidence par nos tests. Dans le travail élaboré par **Nguemtchouin (2012)** sur *S.zeamais*, il a été observé que la rémanence de l'huile essentielle d'*Ocimum gratissimum* adsorbée sur la montmorillonite modifiée au CTMA (argile pontée par le cétyl triméthyl ammonium et jugée avoir la plus grande capacité d'adsorption parmi toutes les modifications qui lui ont été apportées) arrivée à 107 jours, Nonobstant, l'argile non modifiée perdait son effet insecticide sur *S. zeamais* au bout du 45^{ème} jour. En comparaison avec la bentonite activée à l'acide sulfurique et aromatisée que nous avons utilisée, le pouvoir insecticide de cette formulation a donné des mortalités supérieures à 50 % au 45^{ème} jour d'exposition, à partir de laquelle une régression continue était enregistrée jusqu'au 70^{ème} jour mais sans s'annuler. La bentonite non activée et aromatisée avait gardé son efficacité pendant 25 jours à partir desquels, le taux de mortalité diminuait pour s'annuler au 65^{ème} jour.

La prolongation de la durée d'action des huiles essentielles mélangées aux argiles brutes ou modifiées est le résultat de l'adsorption des composés terpéniques par ces argiles qui se fait en deux étapes : la première correspondant à la diffusion des molécules à la surface des argiles, suivie de la seconde étape qui serait l'interaction argile-adsorbats, la bibliographie fait état de l'amélioration de la capacité d'adsorption généralement très

élevée après un traitement acide que basique, en effet, **Nguemtchouin (2012)** affirme par son étude sur l'adsorption des composés terpéniques tels que le sabinène par les argiles, que Les capacités d'adsorption du sabinène par les argiles traitées à l'acide sont deux fois supérieures à celles de ce même composé par les argiles traitées à la soude. De ce fait, ces dernières présentent des surfaces spécifiques inférieures à celles des argiles traitées à l'acide. Parallèlement, d'après le même auteur, les argiles acides possèdent une capacité d'adsorption des huiles essentielles supérieures à celles des argiles basiques, et que le taux d'adsorption d'un composé terpénique hydrocarboné augmente avec sa teneur dans l'HE ; mais dépend aussi de sa polarité **Nguemtchouin et al. (2009)**. Ceci mène à dire que face aux argiles acides qui possèdent une charge de surface beaucoup moins négative que celle des argiles basiques, les composés terpéniques oxygénés seraient sujets à plusieurs types d'interactions à la fois spécifiques et non spécifiques à savoir : liaisons hydrogènes d'une part, électrostatiques et Van der Waals d'autres part. Tandis que les composés hydrocarbonés se limiteraient simplement à des interactions de type Van der Waal ; et le facteur « concentration du type de composé » favoriserait le taux d'adsorption des différents composés.

Par ailleurs, l'argile relargue les composés préalablement adsorbés. Une comparaison réalisée par le même auteur sur la désorption des composés terpéniques adsorbés par des argiles ayant subi différents types de modification a révélé que le Thymol est plus libéré que le β -pinène par les argiles homosodiques et celles traitées à l'acide, tandis que les mêmes argiles modifiées aux alkylammoniums et polycations libèrent plus le composé terpénique hydrocarboné (β -pinène). Ceci peut s'expliquer par une affinité plus importante du Thymol vis à vis de ces derniers adsorbants. En effet, le Thymol qui est plus adsorbé par les argiles modifiées aux alkylammoniums et polycations métalliques est le moins libéré ce qui traduit la forte rétention de ces argiles. Sur une bentonite pontée par l'aluminium, l'adsorption du Thymol est supérieure, elle dépend étroitement de la concentration de ce composé, 319,5 mg/g étant la limite atteinte pour un faible rapport solide / liquide (0,2%) et dans un pH neutre de la suspension argileuse (pH 7,54), tandis que sa désorption dans l'eau est très faible, elle atteint 5% seulement (**El Miz et al., 2014**). Cet auteur relie la forte adsorption de ce terpène aux interactions de type Van der Waals et aux forces d'hydratation des groupes polaires de la bentonite pontée (Al-OH et Si-OH) avec les groupes OH et benzène du Thymol. La désorption serait probablement due aux propriétés hydrophobes du Thymol d'où des

interactions très fortes avec l'argile et faibles avec l'eau. **Nguemtchouin (2009)** dans ces travaux d'adsorption des constituants de l'huile essentielle de *Xylopiya aethiopica* sur deux échantillons de Kaolin à granulométrie $< 100 \mu\text{m}$ (F1) et $< 50 \mu\text{m}$ (F2), et deux autres traités au H_2O_2 (Peroxyde d'hydrogène), dont la granulométrie est $< 50 \mu\text{m}$ (F3) et $< 2 \mu\text{m}$ (F4). Il en ressort que les composés majoritaires de cette huile essentielle étaient les plus adsorbés à cause de leurs teneurs élevées (sabinène : 23,90%, β -pinène : 27,90%, β -phellandrène : 15,91% et α -pinène : 11,10%), la sélectivité d'adsorption d'autres terpènes tels que le germacrène D et le terpinèn-4-ol était affectée par leur polarité. Il a été constaté également que la quantité de l'HE adsorbée était inversement proportionnelle à la granulométrie de l'adsorbant : environ 0,94 mg/g pour F1; 1,13 mg/g pour F2; 1,48 mg/g pour F3 et 1,64 mg/g pour F4. Et que le traitement par le peroxyde d'hydrogène fait augmenter la capacité d'adsorption de l'argile.

Selon **Nguemtchouin (2012)**, Les composés relargués sont qualitativement identiques à ceux adsorbés au départ. Ceci laisse à supposer qu'il n'y aurait pas de réaction chimique entre ces composés et l'argile à température ambiante pouvant conduire à la formation de nouveaux composés volatiles. Par conséquent, il n'y a pas de dénaturation des composés étudiés lors de l'adsorption.

La bentonite naturelle non aromatisée avait fait preuve d'efficacité insecticide bien que le taux des mortalités était inférieur, néanmoins, son activité persistait pendant 70 jours.

D'après les travaux de **Permual et le Patourel réalisés en 1992**, une quantité de 7,5 g de Kaolin activé par kilogramme de riz (paddy) permettait la protection du produit pendant 200 jours contre les attaques de *Cryptolestes pusillus* (Schönherr), *Oryzaephilus surinamensis* (L.), *Rhyzopertha dominica* (F.), *Sitophilus oryzae* (L.) et *Tribolium castaneum* (Herbst), aucune émergence de la F1 de toutes ces espèces n'a été enregistré pendant 250 jours. L'attapulgite à 50 g/Kg éliminait la totalité des individus de *Callosobruchus maculatus* F après 48 h , son pouvoir insecticide et donc protecteur avait duré pendant 135 jours (**Panday et Verma ,1977**) .

Conclusion générale

L'étude de la composition chimique des huiles essentielles sélectionnées par GC/MS a permis de dégager le chémotype de chacune d'elle, il en ressort que :

Le chémotype du Romarin est Romarin α -pinène dont la teneur de ce composé est 15,25 %, Le chémotype de l'huile essentielle de Thym analysée est Thym Thymol dont la teneur est 43,22%, le composé majoritaire est le carvone représenté par un taux de 24,28%, donc l'huile essentielle de la Menthe étudiée est du chémotype : Menthe carvone, l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus* contient 16,33% d'Allyloximino-2-carène qui est son composé majoritaire , le Clou de girofle appartient au chémotype Clou de girofle eugénol puisque ce dernier étant le composé majoritaire avec une teneur égale à 71,08% et enfin, le chémotype du Gingembre est Gingembre α -zingibérène représenté par un taux de 24,30%.

Les essais biologiques ont pu mettre en évidence l'efficacité de six huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* selon trois modes d'action : le contact, l'ingestion et l'inhalation.

Les résultats obtenus ont montré que le mode de pénétration par inhalation et contact donnent des résultats hautement significatifs.

Par inhalation, les mortalités enregistrées après 1440 min (24h) étaient 100% pour le Clou de girofle et le Thym, concernant les autres huiles essentielles, le Gingembre a provoqué 98,67%, le Romarin 97,33%, la Menthe verte 93,33% et l'*E.globulus* 68%.

Par contact c'est le Clou de Girofle qui est le plus efficace, son pourcentage de mortalité a été estimé à 100%, suivi d'*E.globulus* avec 97,37%, de Menthe verte avec 96,05%, de Thym avec 90,79%, de Romarin avec 88,16% et enfin de Gingembre avec un taux de 82,89%. Alors que par ingestion, c'est l'huile essentielle de la Menthe verte qui a donné la plus haute mortalité dont la valeur est 88,60%, suivi d'*E. globulus* avec 65,82%, de Gingembre avec 51,89%, de Romarin avec 49,36% , le clou de girofle avec 44,30% et enfin le Thym avec 41,77%.

Ces résultats nous ont permis de choisir l'huile essentielle du Clou de Girofle pour être le principe actif de deux bio insecticides de type poudre pour poudrage à base de bentonite naturelle et modifiée par activation acide. Il ressort que les deux formulations exercent un pouvoir insecticide hautement significatif sur *Sitophilus oryzae* provoquant 100% de mortalité après 5 jours de traitement, et influencent sur la production de la F1

qui a été réduite à 76,47% pour la bentonite aromatisée activée et 71,04% pour la bentonite aromatisée non activée après 27 jours de traitement. Aucun émergent n'a été observé après 30 jours de traitement pour les deux formulations ainsi que pour la bentonite naturelle. Mais également, il a été démontré que la rémanence de l'HE adsorbée sur la bentonite activée peut atteindre 55 jours alors qu'adsorbée sur la bentonite non activée, la rémanence est de 30 jours.

Par ces essais il a été également mis en évidence l'effet insecticide de la bentonite naturelle et son effet sur l'émergence de la F1 qui ne sont pas négligeables.

Perspectives

A la lumière de ce travail, il reste à proposer de modifier la bentonite par des produits autres que l'acide pour dévoiler laquelle permet une meilleure fixation de l'huile essentielle choisie, ou l'un de ses composés après son extraction, et de la faire compléter par une étude approfondie sur son adsorption et désorption. L'étude de la stabilité de la formulation aux différentes températures et après stockage aux conditions fermées et ouvertes est souhaitable. Si la volonté de vulgariser ces formulations bio existe, Nous suggérons de transposer ces résultats de laboratoire à échelle réelle.

Références bibliographiques

-A-

- 1- **Abbott W.S., 1925** - *A method for computing the effectiveness of an insecticide.* *Journal Ecological Entomology.* Vol.18, pp. 265-267.
- 2- **Abderahim A.1983** — *Comportement des trois espèces d'eucalyptus introduite à Baïnem.* Thèse d'étude (D.E.S).U.S.T.H.B. Alger. 87p.
- 3- **Acta, 1982** - *Les ravageurs des grains entreposés.* Fiche RI, 2ème édition, 8 p.
- 4- **Adda C., Borgemeister C., Biliwa A. and Meikle W.G., 2002-** Integrated pest management in post-harvest maize: a case study from the Republic of Togo (West Africa). *Agric. Ecosyst. Environ.*, vol.93, pp.305-321.
- 5- **Adedire C.O., Obembe O.O., Akinkurolere R.O. and Oduleye O. 2011-** *Response of Callosobruchus maculatus (Coleoptera:Chysomelidae: Bruchidae) to extracts of cashew kernels.* *Journal of Plant Diseases and Protection*, 118(2) : 75-79.
- 6- **AFNOR, 2000 a** - *Huiles essentielles, échantillonnage et méthode d'analyse.* Ed. PARA Graphic , T.1, 471 p.
- 7- **AFNOR, 2000 b-** *Huiles essentielles, Monographie relative aux huiles essentielles.* Ed. PARA Graphic , T. 2, Vol. 1, 323 p.
- 8- **AFNOR, 2000 c** - *Huiles essentielles, Monographie relative aux huiles essentielles.* Ed. PARA Graphic , T.2, Vol. 2, 663 p.
- 9- **Aiboud K., 2012-** Etude de l'efficacité de quelques huiles essentielles à l'égard de la bruche de niébé *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae) et impact des traitements sur la germination des graines de *Vigna unguiculata* L. Walp. Mém. Mag., Biol. Ecol. Pop. Comm., Fac. Sci. Biol. Sci. Agr., Univ. Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 66 P.
- 10- **Ait ouazzou A., 2002** - Extraction et identification des huiles essentielles de *Mentha viridis* L. (Menthe verte).Thèse Ing.,Sci.Nat.Agr., Inst.Nat.Agr., El-Harrach, 50p.

- 11- Alaoui-Jamali, C., Kasrati, A., Leach, D. et Abbad A., 2016- Étude comparative de l'activité insecticide des huiles essentielles des espèces de thyms originaires du Sud-Ouest marocain. *Phytothérapie*, pp. 1-7.
- 12- Al Mousawi A. H. and Al Naib F. A. G., 1975- *Allelopathic effects of Eucalyptus microtheca.F. Muell .j., Univ. , Sci., Kuwait*, vol.2, pp. 59-65.
- 13- Amcol Company, Australia Pty. Ltd. 2010- Site Internet consulté le 11/09/2014 à 19h24 .
- 14- Amvam Zollo P.H., Menu C., Ngo Bahagbeg A. et Atogo B .M., 1991- *Etude des constituants volatiles du Gingembre (Zingiber officinalis (Roscos)) du Cameroun. Biosciences proceeding , n° 2*, pp.280-282 .
- 15- Andriatsihoarana S. M., 2010- Contribution à l'étude de l'huile essentielle de gingembre en vue d'une meilleure exploitation. Mémoire ing., dept. Génie chim., école sup., polytech. , Univ. Antananarivo, 106 p.
- 16- Appert J., 1985- *le stockage des produits vivriers et semeniers .* Ed. Maisonneuve et Larousse, Paris, pp. 123- 225.
- 17- Arditti G., 1968- *Technologie chimique industrielle II : les transferts de matière sans intervention de la chaleur- les modes de transmission de la chaleur.*Ed. Eryolles, Paris, 164 p. .
- 18- Assad, Y.O.H.; Torto, B.; HassanaH, A.; Njagi, P.G.N.; Bashir, N.H.H. and Mahamat, H. 1997- *Seasonal variation in the essential oil composition of Commiphora quadricincta and its effect on the maturation of immature adults of the desert locust: Schistocerca gregaria. Phytochemistry*, vol. 44, pp. 833-841.
- 19- Atik Bekkara F., Bousmaha L., Taleb Bendiab S.A. et Casanova J., 2007- *Composition chimique de l'huile essentielle de Rosmarinus officinalis L. poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. Biologie et santé*, 7(1): 11 .
- 20- Atwal AS and Dhaliwal GS. 2005- *Agricultural pests of south Asia and their management.*Fifth edition 2005, Kalyani publishers, New Delhi. 386 p.
- 21- Auerbach S.M., Carrado K.A.and Dutta P.K., 2004- *Handbook of layered Materials.* Ed. Marcel Dekker, INC, New York, 23 p.

- 22- Ayadi S., Jerribi C. et Abderrabba M., 2011- *Extraction et étude des huiles essentielles de Rosmarinus Officinalis cueillie dans trois régions différentes de la Tunisie. J.Soc.Alger.Chim.*, 21(1): 25-33.
- 23- Ayvaz A., Sagdic O., Karaborklu S. and Ozturk I., 2010- *Insecticidal activity of the essential oils from different plants against three stored-product insects. Journal of Insect Science*, vol. 10, article 21, 13p.
- 24- Azaizeh H., Galina G. , SAID O. And Barash I., 2002- *Biological control of the western flower thrips *Frankliniella occidentalis* in cucumber using the entomopathogenic fungus *Metarhizium anisopliae*. Phytoparasitica*, n° 30, pp. 118-24.

-B-

- 25- Baaliouamer A., 1987- *Analyse qualitative et semi-quantitative des huiles essentielles de Citrus provenant de la station de Boufarik. Thèse doctorat d'Etat Es-scient. Phys., U.S.T.H.B.*, 143 p.
- 26- Badjah Hadj Ahmed A. Y., 1978- *Thèse magistère, fac. Sci. Univ., Alger* in EL Abed D. et Kambouche N., 2003 - *Les huiles essentielles*. Ed. Dar El Gharb, Oran, 91p.
- 27- Bakkali F., Averbeck D. and Idaomar M., 2008- *Biological effects of essential oils- A review. Food chem.. toxicol.*, vol.46, pp. 446-475.
- 28- Balachowsky A. , 1962- *Les insectes nuisibles aux plantes cultivées, leurs mœurs, leur destruction*. Ed. Paris, pp. 1245-1268.
- 29- Baldassari N. and Martini A., 2014- *The efficacy of two diatomaceous earths on the mortality of *Rhyzopertha dominica* and *Sitophilus oryzae*. Bulletin of Insectology* , 67(1) :51-55.
- 30- Barbelet S., 2015- *Le giroflier :historique, description et utilisations de la plante et de son huile essentielle. Thèse doct. En pharm., fac. Pharm., univ. Lorraine*, 114 p. .
- 31- Barrios j., 2007- *photographie de clous de girofle, banque d'images de Wikipédia.org, l'encyclopédie libre, consulté le 12 /08/20017 à 10h56.*
- 32- Belaiche P., 1979 - *Traité de phytothérapie et d'aromathérapie, l'aromatogramme*. Ed. Maloine, T.1, Paris , 204 p. .

- 33- Belaidi, N., 2010-** thèse magister, université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, in **Abdelali A., 2011-** Synthèse et caractérisation de la bentonite imprégnée par le vanadium. Application à l'oxydation du cyclohexane et à l'époxydation de cyclohexene. Mémoire Master, spéc. chimie, opt. Catalyse et chimie fine, déprt. Chimie, facult. Sciences, univ. Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, 28p.
- 34- Belghazi L., Lahlou N., Ismaili M.A, Aboussaouira T., Habti N., tantaoui Iraki A., Talbi M., Blaghen M. et Fellat-Zarrouk K., 2002-** *Extraction et analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile essentielle de la Menthe pouliot - test antifongique. Congrès de biochimie, Casablanca, pp. 38-40.*
- 35- Benabdelkader T., 2012-** Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des Composés Terpéniques Volatils des Lavandes Ailées, *Lavandula stoechas* Sensu Lato , un Complexe d'Espèces Méditerranéennes d'Intérêt Pharmacologique. Thèse doctorat, Biol. Et Ecophys. Végé., Ecole Sup. Kouba, Alger, Univ. Jean-Monnet , Saint- Etienne, France, 259 p. .
- 36- Benayad N., 2008-** Les huiles essentielles extraites des plantes médicinales marocaines : moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées. Proj. De rech., lab. Subst. Nat. et therm. éclair , depart. Chim. Fac. Scien., Rabat, 61 p. .
- 37- Benazzeddine S.,2010-** activité insecticide de cinq huiles essentielles vis-à-vis de *Sitophilus oryzae* (Coleoptera ; Curculionidae) et *Tribolium confusum* (Coleoptera ; Tenebrionidae). Mémoire ing., scien.agr., dépt, zool.agri. et fort. ENSA, El-Harrach, 107p.
- 38- Benhalima H., Chaudhry M.Q., Mills K.A. and Price N.R.,2004-** *Phosphine resistance in stored-product insects collected from various grain storage facilities in Morocco. J. Stored Prod. Res., vol.40, pp. 241-249.*
- 39- Benyoucef E. H., Yahiaoui N., Nacer bey N., Khalfaoui A. and Belhadj M., 2004 -***Essential oil of Mentha spicata L. from Algeria. Rivista Italiana EPPOS, vol. 30, pp. 31-35.*

- 40- Benzi V., Stefanazzi N., and Ferrero A. A., 2009- *biological activity of essential oils from leaves and Fruits of pepper tree (schinus molle l.) To control rice weevil (sitophilus oryzae l.)*. *Chilean journal of agricultural research*, 69(2) :154-159.
- 41- Bhanderi G.R., Radadiya G.G. and Patel D.R., 2014- *Efficacy of various inert materials against Sitophilus oryzae in sorghum*. *Internat. J. plant protect.*,7(2) :389-392.
- 42- Blair A., Ritz B., Wesseling C. and Freeman L B., 2015- *Pesticides and human health*. *Occup. Environ. Med.*, 72(2) : 81-2.
- 43- Bois L., Ribes A., Petit-Ramel M. and Grenier-Loustalot M.F., 2003- *J. Chem. And Eco.*,vol. 19, pp. 263-273.
- 44- Borror D. J., De Long, D. M. and Triphehorn, C. A., 1981 - *An introduction to the study of insects*. Fifth edition Saunders College Publishing, pp. 442-454.
- 45- Bouazza F., 2012- *Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées*, mémoire de mag., univ. Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, pp. 9-11.
- 46- Bouchikhi Tani Z., 2011- *lutte contre la bruche du haricot Acanthoscelides obtectus Say.(Coleoptera :Bruchidae) et la mite Tineola bisselliella (Lepidoptera :Tineidae) par des plantes aromatiques et leurs huiles essentielles*.Thèse doct., Bio.Eco.Ani., Univ. Tlemcen, 125p. .
- 47- Boudjada S., 1996 - *Faites connaissance avec le Romarin. La forêt algérienne*, n°1, 37p. .
- 48- Bougdah N., 2007- *Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite*. Mém. Magistère, spéc. Chim., Déprt. Sci. Fond., Fac. Sci. Et Sci. Ing., Univ. 20 Aout 1955, Skikda, 91 p. .
- 49- Bouguerra Neji S., Trabelsi M. et Frikha M. H., 2009- *activation d'une argile smectite tunisienne à l'acide sulfurique : rôle catalytique de l'acide adsorbé par l'argile*. *Journal de la Société Chimique de Tunisie*, n°11, pp.191-203.

- 50- Boukhebti H., Chaker A. N., Belhadj H., Sahli F., Ramdhani M., Laouer H. and Harzallah H., 2001-** *chemical composition and antibacterial activity of Menthe pulegium L. Mentha spicata L. Essential oils. Der. Pharmacia Letter.*, 3(4) : 268-275.
- 51- Bousbia N., 2005** - Extraction et identification de quelques huiles essentielles (Nigelle, Coriandre, Origan, Thym, Romarin). Etude de leurs activités antimicrobiennes. Thèse Magistère, Sci. Alim., Dept. Tech. Alim. Nut. Hum., Inst. Nat. Agr., El-Harrach, 150 p.
- 52- Boutabia L. , Telailia S., Bouguetof I., Guenadil F. et Chefrour A., 2016-** *Composition chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles de Rosmarinus officinalis L. de la région de Hammamet (Tébessa-Algérie). Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, Vol. 85, pp. 174 - 189
- 53- Boutekdjiret C. and al, 1998** - *The essential oil from Rosmarinus officinalis L. Algeria. Journal essential oil research*, n°10, pp. 680-682.
- 54- Bouziane N., 2007-** élimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire magi., univ. Mentouri, Fac. Sci. Exactes, Dépt. chim., Constantine, 184p.
- 55- Brindley G.W., 1966-** *Discussion and recommandations concerning the nomenclature of clay minerals and related phyllosilicates. Clay and Clay Minerals*. n°14, pp. 27-34.
- 56- Bruneton J., 1997** - *Eléments de Phytochimie et de Pharmacologie*. Ed. Lavoisier, Tech. et Doc., Paris, pp. 405-426.
- 57- Brunton J., 1999-** *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales*, Lavoisier 3^{ème} édition, Ed. Tech et Doc., Paris, 1120 p. .

-C-

- 58- Caillère S., Hénin S. et Rautureau M., 1982** - *Minéralogie des argiles* .Ed. Masson, Paris, T. 1, 184 p. .
- 59- Caillère S., Hénin S. et Rautureau M., 1982** - *Minéralogie des argiles* .Ed. Masson, Paris, T. 2, 189 p. .

- 60- Calderone N.W. , Twilson W. and Spivak M., 1997** – *Plant extracts used for control of the parasitic mites Varroa jacobsoni (Acari: Varroidae) and Acarapis woodi (Acari: Tarsonemidae) in colonies of Apis mellifera (Hymenoptera: Apidae)*. *J. Econ. Entomol.*, n°90, pp.1080-1086.
- 61- Camara A., 2009-** *Lutte contre Sitophilus oryzae l. (Coleoptera: Curculionidae) et Tribolium castaneum herbst (Coleoptera: Tenebrionidae) dans les stocks de riz par la technique d'étuvage traditionnelle pratiquée en basse-guinée et l'utilisation des huiles essentielles végétales*. Thèse Doct., es Sci. Env., Univ. Québec, Montréal, 154 p. .
- 62- Capo M., Courilleau V. et Valette C., 1990** - *Chimie des couleurs et des odeurs. Culture et techniques*, 204 p.
- 63- Cardiet G., Fuzeau B., Barreau C. and Fleurat-Lessard F., 2012-** *Contact and fumigant toxicity of some essential oil constituents against a grain insect pest Sitophilus oryzae and two fungi, Aspergillus westerdijkiae and Fusarium graminearum*. *J. Pest. Sci.* , issue 85, pp.351–358.
- 64- Chagas, De Suza A.C., Passos, Mascarenhas W., Prates and Teixeira H., 2002-** *Acaricide effect of Eucalyptus sp essential oils and concentrated emulsion on Boophilus microplus*. *Braz. J.V et. Res. Anim. Sci.*, 39(5) : 247-253.
- 65- Charles D. J. and Simon J. E., 1992-** *A new geraniol chemotype of Ocimum gratissimum*, *J. Essent. Oil Res.*, vol.4, pp. 231-234.
- 66- Chaubey M. K., 2011-** *Fumigant toxicity of essential oils against Rice weevil Sitophilus oryzae L. (Coleoptera: Curculionidae)*. *J. Biol. Sci.*, pp. 1-6.
- 67- Chaubey M. K., 2012-** *Fumigant toxicity of essential oils and pure compounds against Sitophilus oryzae L. (Coleoptera: Curculionidae)*. *Biological agriculture and horticulture*, vol. 28 , issue 2, pp. 111-119.
- 68- Chiasson H., Belanger A., Bostanian N., Vincent C. and Poliquin A., 2001-** *Acaricidal properties of Artemisia absinthium and Tanacetum vulgare (Asteraceae) essential oils obtained by three methods of extraction*. *J.Econ.Entomol.* 94(1): 167-171.
- 69- Chiasson H. et Beloin N., 2007-** *Les huiles essentielles, des biopesticides « Nouveau genre »*. *Bulletin de la Société d'entomologie du Québec , Antennae* , 14 (1):4-6.

70- Chouat Z., 2004- Effet acaricides de quelques huiles essentielles vis-à-vis de *Tetranychus cinnabarinus* Boisduval 1867 (Acari ; Tetranychidae). Mém. Ing.agro. INA el Harrach , 61p.

71- Cissokho P.S., Momar Talla Gueye M.T., Sow El Hadj et Karamoko Diarra K., 2015- . *Substances inertes et plantes à effet insecticide utilisées dans la lutte contre les insectes ravageurs des céréales et légumineuses au Sénégal et en Afrique de l'Ouest.*
Int. J. Biol. Chem. Sci. 9(3):1644-1653

72- Clarck R. O. J. and Menery R. C., 1980 – Environmental and cultural factors affecting the yield and composition of peppermint oil (*Mentha X piperita*), XIII conger international des huiles essentielles, France, N° spécial.

73- Coats J.R., Karr L.L. and Drewes C.D., 1991 - *Toxicity and neurotoxic effects of monoterpenoids insects and earthworms* . *Am. Chem. Soc. Symp.*, Ser. 449, pp. 306-316.

74- Croteau, R. , 1977- *Site of monoterpene biosynthesis in Majorana hortensis leaves.* *Plant Physiol.*, n° 59, pp.519-520.

75- Croteau, R., and Hooper, C. L. , 1978 - *Metabolism of monoterpenes: Acetylation of (-)-menthol by a soluble enzyme preparation from peppermint(Mentha piperita) leaves.* *Plant Physiol.*, n°61, pp. 737-742.

76- Croteau R., 1992 - *Isolation of secretory cells from plant glandular trichomes and their use in biosynthetic studies of monoterpenes and other gland products.* *An. Biochem.* vol. 200, pp. 130–138.

-D-

77- Dal Bello G. M., Padin S., Lopez Lastra C. and Fabrizio M., 2001- *Laboratory evaluation of chemical-biological control of the rice weevil (Sitophilus oryzae L.) in stored grains.* *Journal of Stored Products Research*, vol. 37, pp 77-84.

78- De feo V., Bruno M., Tahiri B., Napolitano F. and Senatore F., 2003- *Chemical composition and antibacterial activity of essential oils from Thymus spinulosis Ten (Lamiaceae).* *J. Agric. Chem.*, n° 51, pp. 3849-3853.

- 79- Delobel A. et Tran M., 1993-** *Les coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes*. Ed. Orstom, Orstom/Cta, Paris, Faune Tropicale XXXII, pp. 345-347.
- 80- Denloye AA, Makanjuola WA, Teslim OK, Alafia OA, Kasali AA, Eshilokun AO., 2010-** *Toxicity of Chenopodium ambrosioides L. (Chenopodiaceae) products from Nigeria against three storage insects. J. Plant Prot. Res.* , vol. 50, issue 3, pp. 379–384.
- 81- Deravel J., Krier F. et Jacques P., 2014-** *Les biopesticides, compléments et alternatives aux produits phytosanitaires chimiques (synthèse bibliographique)*. *BASE : Biotech., Agro, Soc et Env.*, Université de Liège, 18(2) :174- 180.
- 82- Derradji-Heffaf F., 2013-** *Composition chimique et activité insecticide de trois extraits végétaux à l'égard de Sitophilus oryzae L. (Coleoptera : Curculionidae)*.
Thèse mag., Dept. Zool. Agri., école Doct.Biol. Ecol. Zool. Agro-Forst., ENSA, El-Harrach, 92p. .
- 83- Dev S. and Koul O., 1997-** *Insecticides of Natural Origin. Harwood Academic Publishers, Amsterdam, Netherlands.*
- 84- Deysson G., 1978-** *Organisation et classification des plantes vasculaires*. Ed. Sedes et Cdivi, T. II, 381 p. .
- 85- Duget J. S., 1986 -** *Protection du maïs en grenier villageois et en crib dans les pays chauds avec la détaméthrine. IVè Congrès sur la protection de la santé humaine et des Cultures en milieu tropical*. pp.128-134.
- 86- Durvelle J.P., 1930 -** *Fabrication des essences et des parfums – chimie des parfums*. Ed. Desforges, Girardot et Cie, Paris, 807 p. .

-E-

- 87- Edelman C. H., and Favejee J. L., 1940-** *The crystal structure of montmorillonite and halloysite. Zeitschr. Kristallographie*, vol.102, pp. 417-431.
- 88- EL Abed D. et Kambouche N., 2003 -** *Les huiles essentielles*. Ed. Dar El Gharb, Oran, 91p.

- 89- El-Akhal F., Greche H., Ouazzani Chahdi F., Guemmouh R. et El Ouali Lalami A., 2014-** *Composition chimique et activité larvicide sur Culex pipiens d'huile essentielle de Thymus vulgaris cultivées au Maroc. J. Mater. Environ. Sci.* 6 (1) :214-219.
- 90- El-Guedoui R., 2003-** Extraction des huiles essentielles du Romarin et du Thym. Comportement insecticide des ces deux huiles sur *Rhyzopertha dominica* (Fabricus) (Coleoptera, *bostrychidae*). Thèse ing., E.N. Polytechnique, Dept. Genie chimique, El-Harrach, 76 p.
- 91- El Miz M., Salhi S., Chraïbi I., El Bachiri A., Fauconnier M.L. and Tahani A., 2014 -** *Characterization and Adsorption Study of Thymol on Pillared Bentonite. Open Journal of Physical Chemistry*, vol.4, pp. 98-116
- 92- El M'rabet M., 2002-** Contribution à l'étude de l'adsorption du carbofuran et du phénamiphos par les complexes argilo-humiques et par les sols et de la biodégradation du carbofuran. Thèse d'état, aguadir, in **Bouziane N., 2007-** élimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Mémoire magi., univ. Mentouri , Fac. Sci. Exacts, Dépt.chim., Constantine, 184 p.
- 93- El Nahl A.K.M., Schmidt G.H. and Risha E.M., 1989-** *Vapours of Acorus calamus oil – A sapce treatment for stored product insects. Journal of stored products research*, 25(4) :211-216.
- 94- Enan E., Beigler M. and Kende A., 1998-** Insecticidal action of terpenes and phenols to cockroaches effects on octopamine receptors. Paper presented at the international symposium on plant protection. Gent, Belgium.
- 95- Enan E.-2001-** *Insecticidal activity of essential oils: octopaminergic sites of action. Comp. Biochem. Physiol. C. Toxicol. Pharmacol.* 130 (3) :325-337.
- 96- ENOF, 2014-** Rapport du laboratoire de Mostaganem, Entreprise Nationale des produits miniers non-férreux et des substances utiles.

-F-

97- Fahn A., 1979- *Secretory tissues in plants*. New York: Academic Press in
Bennabdelkader T., 2012- Biodiversité, Bioactivité et Biosynthèse des Composés
Terpéniques Volatils des Lavandes Ailées, *Lavandula stoechas Sensu Lato* , un
Complexe d'Espèces Méditerranéennes d'Intérêt Pharmacologique. Thèse doct., disc.
Biol. Et ecol. Vég., dépt. Biol., ENS, Kouba , Algérie et Univ. Jean-Monnet de Saint-
Etienne, fac. Sci. Et tech., France, 259 p.

98- FAO, 1999- The use of spices and medicinals as bioactive protectants for grains.
Agriculture Service Bulletin, N°137, pp. 201–213.

99- Fayemiwo K.A., Adeleke M.A., Okoro O.P., Awojide S.H., Awoniyi I.O., 2014-
*Larvicidal efficacies and Chemical Composition of Essential Oils of Pinus sylvestris
and Syzygium aromaticum Against Mosquitoes. Asian Pacific Journal of Tropical
Biomedicine*, vol.4, pp.30-34

100- Figueredo G., 2007- Étude chimique et statistique de la composition d'huiles
essentielles d'origans (Lamiaceae) cultivés issus de graines d'origine méditerranéenne.
Thèse doct. Univ., spec. Chimie org., Ecole doct. Sci. Fond., Univ. Blaise Pascal, 194p. .

101- Finar I.L., 1994- *Organic chemistry* . Ed. Longman Scientific and technical,
vol.II, pp. 354-356.

102- Fleurat-lessard F., 1982a - *Les insectes et les acariens. In Multon, J.L.
"Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés"*. Ed. Lavoisier,
Paris, T.2, pp. 394-436.

103- Fleurat-Lessard, F., 1984- *Evolution biologique et physique d'un stock de blé
tendre en présence d'une infestation par le charançon: Sitophilus granarius (L.)
(Coleoptera : Curculionidae) et mesure des pertes pendant le stockage. 83-121. In : La
conservation des céréales de France*, INRA Les ATP de l'INRA, Paris.

104- Fluck H., 1963- *Chemical plant taxonomy*, London T. Swain Academic in
Figueredo G., 2007- Étude chimique et statistique de la composition d'huiles
essentielles d'origans (Lamiaceae) cultivés issus de graines d'origine méditerranéenne.
Thèse doct. Univ., spec. Chimie org., Ecole doct. Sci. Fond., Univ. Blaise Pascal, 194p.

105- Fogang H.P, Womeni H.M, Piombo G., Barouh N., Tapondjou L.A., 2012- *Bioefficacy of essential and vegetable oils of Zanthoxylum xanthoxyloides seeds against Acanthoscelides obtectus (Say) (Coleoptera: Bruchidae). J Food Prot, 75(3):547-55.*

106- Forest and Kim, 2005- plants of Hawaii, image Eucalyptus globulus (flowers and leaves). Location: Maui, Haleakala Ranch, in Wikipédia.org, l'encyclopédie libre consultée le 12/08/2017 à 11h00.

107- Funk and Wagnalls, 2004- Encyclopédie britannique Funk & Wagnalls. URL : <http://www.Funkandwagnalls.com>.

-G-

108- Gannouni A., Bellagi A . et Bagane M., 1999- *Préparation d'une argile activée pour la décoloration de l'huile d'olive. Annual report in med . chemistry, vol.24, p p.407-409.*

109- Gannouni A., and Bellagi A., 2001- *Acid activation of some clay from south Tunisian preparation of bleaching grounds for vegetable oils, J. Soc. Tun, 4, pp. 1357-1369.*

110- Garnero J., 1985- *Les problèmes rencontrés au cours de l'obtention des huiles essentielles : le cas des huiles des labiées (1ère partie). Phytotherapy, vol.13, pp. 5-8.*

111- George D.R. , Smith T.J., Shiel R.S., Sparagano O.A., Guy J.H. and 2009- *Mode of action and variability in efficacy of plant essential oils showing toxicity against the poultry red mite, Dermanyssus gallinae. Vet. Parasitol., vol.161, pp. 276-282.*

112- Gildersleeve B., Gershenzon J., Mccaskill D., Rajaonarivony J.I.M., Mihaliak C., and Karp F., 1946- Minerals and Structural Materials of Eastern Tennessee. Report B, Knoxville: Tennessee Valley Authority Regional Products Research Division.

113- Guignard J.L., 1983- *Abrégé de botanique.* Ed. Masson, 5ème édition, Paris, p.259.

114- Guignard J.L., 1996- *Biochimie végétale.* Ed. Masson, Paris, 255 p.

115- Golob, P., and D. J. Webley. 1980- *The use of plants and minerals as traditional protectants of stored products.* Report Trop. Prod. Inst. G138, 32 p.

- 116- Gomy, Y. 2000-** Nouvelle Liste chorologique des Coléoptères de l'archipel des Mascareignes. Société réunionnaise des Amis du Muséum, Saint-Denis. 140 p.
- 117- Goucem-Khelfane K.-2014-** Etude de l'activité insecticide des huiles essentielles et des poudres de quelques plantes à l'égard de la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* Say (*Coleoptera* ; *Chrysomelidae*, *Bruchinae*) et comportement de ce ravageur vis-à-vis des composés volatiles de différentes variétés de la plante hôte (*Phaseolus vulgaris* L.).Thèse doctorat, Sci. Biol., Déprt. Biol. Animl. Et Végét., Facult. Sci. Biol. Et Sci. Agr.,Univ. Mouloud Mammei, Tizi Ouzou, 154p.
- 118- Govindarajan M., Sivakumar R., Rajeswari M. and Yogalakshmi K., 2012-** *Chemical composition and larvicidal activity of essential oil from Mentha spicata (Linn.) against three mosquito species . Parasitology Research*, 110(5):2023-2032.
- 119- Guenther E. 1948-** The essential oils, Vol. 1: History-Origin in plants production-Analysis. Litton Educational Publishing, 427 p..
- 120- Guèye M.T. , S. Dogo , Wathelet J.-P. et Lognay G., 2010-** *Lutte contre les ravageurs des stocks de céréales et de légumineuses au Sénégal et en Afrique occidentale : synthèse bibliographique. Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 15(1) :183-194.
- 121- Guèye MT., 2012-** Gestion intégrée des ravageurs de céréales et de légumineuses stockées au Sénégal par l'utilisation de substances issues de plantes. Thèse de doctorat, Université de Liège – Gembloux Agro-Bio Tech, 216 p..
- 122- Guignard J.L., 1983-** *Abrégé de botanique*. Ed. Masson , Paris, p. 259.

-H-

- 123- Hellal Z., 2011-** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites de *Citrus*. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mém. Magisère, Spéc. Biol., Fac. Sci.Biol. et Sci. Agr., Univ. Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 101 p. .

- 124- Hmiri S., Rahouti M., Habib Z., Satrani B., Ghanmi M., et El Ajjouri M., 2011-Evaluation du potentiel antifongique des huiles essentielles de *Mentha pulegium* et d'*Eucalyptus camaldulensis* dans la lutte biologique contre les champignons responsables de la détérioration des pommes de conservation. *Bulletin de la société royale des sciences de liège*, vol.80, pp.824-836.
- 125- Hofmann U., Endell K., Wilm D., 1933- *Kristallstruktur and Quellung von Montmorillonit*. *Zeitschr. Kristallographie.*, vol. 86, pp. 340-348.
- 126- Hoffmann A., 1954 - Faune de France. Coléoptères Curculionides. 2ème partie , pp. 1044-1048.
- 127- Hosterman, J.W. and S.H. Patterson. 1992- Bentonite and Fuller's earth resources of the United States. U.S. Geological Survey Professional Paper 1522. United States Government Printing Office, Washington D.C., USA.
- 128- Houghton P.J., Ren Y. and Howes M.J., 2006- *Acetylcholinesterase inhibitors from plants and fungi*. *Nat. Prod. Rep.*, 23(2):181–199.
- 129- Huang M.-T., Ferraro T. and Ho C.T., 1994- Cancer chemoprevention by phytochemicals in fruits and vegetables. *Am. Chem. Soc. Symp. Ser.* n°546, pp.2-15.
- 130- Hubert R. 2005- les plantes aromatiques et huiles essentielles à grasse : botanique-culture-chimie-production-marché. Ed. École polytechnique, paris, pp. 39-66.
- 131- Hudaib M. Speroni E., Di Pietra A.M. and Cavrini V., 2002- GC/MS evaluation of Thyme (*Thymus vulgaris L.*) oil composition and variations during the vegetative cycle. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, vol.29, pp. 691-700.
- 132- Huignard J., 2013- les plantes et les insectes : une lutte permanente -1 les défenses des plantes. *Insectes*, N° 168, pp. 1-8.

-I-

133- Ileke K.D. and Olotuah O., 2012- *Bioactivity of Anacardium occidentale (L) and Allium sativum (L) Powders and Oils Extracts against Cowpea Bruchid: Callosobruchus maculatus (Fab.) [Coleoptera: Chrysomelidae]. International Journal of Biology* 4(1):96-103.

134- Ileke K.D., Odeyemi O.O. and Ashamo M.O., 2013- *Response of Cowpea Bruchid, Callosobruchus maculatus (Fab.) (Coleoptera: Chrysomelidae) to Cheese Wood, Alstonia boonei De Wild Stem Bark extracted with different solvents. Archives of Phytopathology and Plant Protection* , 46(11):1359-1370.

135- Ileke K. D. and Ogungbite O. C. , 2014- *Entomocidal Activity of Powders and Extracts of Four Medicinal Plants Against Sitophilus oryzae (L), Oryzaephilus mercator (Faur) and Ryzopertha dominica (Fabr.). Jordan J. of Biol. Sci.,7(1):57-62.*

136- Immaraju JA., 1998- *The commercial use of Azadirachtin and its integration into viable pest control programmes. Pestic Sci. , vol.54, pp. 285–289.*

137- Imdorf A., Bogdanov S., Ochoa R.I. et Calderone N.M., 1999- *Utilisation des huiles essentielles dans la lutte contre Varroa jacobsoni, parasite des colonies d'abeilles. Centre Suisse de recherche apicole, Dept. Entom., Cornell University Ithaca, USA, 4p.*

138- Isman M.B., Wan A.J. and Passreiter C.M., 2001- *Insecticidal activity of essential oils of the tobacco cutworm Spodoptera litura. Fitoterapia, n°72, pp. 65-68.*

-J-

139- Jadhav K. ,2006- *biology and management of rice weevil, Sitophilus oryzae L. in pop sorghum. These master, unv.agric.scie., dept. agric.entom., Dharwad, 75p.*

140- Jaimand K., Rezaee M.B. and Nadery Hajee Bagher Kandy M., 2009- *Volatile Oil Constituents of the Eucalyptus viridis R. T. Baker and Eucalyptus oleosa F. Muell. Leaves from Iran. J. Med. Plant. 8 (5): 105–108.*

141- Jirovetz L, Buchbauer G, Stoilova I, Stoyanova A, Krastanov A and Schmidt E., 2006- *Chemical composition and antioxidant properties of clove leaf essential oil.*

J Agric Food Chem., 54(17):6303-6307.

142- Jourdan, H. et Mille, C. 2006- Les invertébrés introduits dans l'archipel néo-calédonien, espèces envahissantes et potentiellement envahissantes. Première évaluation et recommandations pour leur gestion. *IRD, Espèces envahissantes dans l'archipel néo-calédonien*, 163-214.

143- Jozja N., 2003- Étude de matériaux argileux albanais. Caractérisation « multi-échelle » d'une bentonite magnésienne. Impact de l'interaction avec le nitrate de plomb sur la perméabilité. Thèse doct., école doctorale Scien. Et Tech., Disip. Scien. Des Matériaux, univ. Orléans, France, 275 p. .

-K-

144- Kechout F. 2001- Efficacité de trois extraits végétaux et de deux insecticides vis-à-vis de *Sitophilus oryzae* L. (Coleoptera, Curculionidae). Thèse ing., sci.agr., inst.nat.agr., El-Harrach, pp. 30-35.

145- Kedia A., Prakash B., Kumar Mishra P., Singh P. and Kishore Dubey N., 2015- *Botanicals as eco friendly biorational alternatives of synthetic pesticides against Callosobruchus spp. (Coleoptera: Bruchidae)—a review. J. Food Sci. Technol.*, 5(23) :1239–1257.

146- Kehe M., 1975 - Expérimentation pour la mise au point d'un protocole d'essai de substances insecticides pour la lutte contre les charançons des grains: *Sitophilus granarius* (L) et *Sitophilus oryzae* (L). Mémoire D. A. A. ENSAM, Montpellier, 55p.

147- Kéita S.M., Vincent c., Schmit, J.P., Arnason J.T. and Bélanger A., 2001- *Efficacy of essential oil of Ocimum basilicum L. and O. gratissimum L. Applied as an insectidal fumigant and powder to control Callosobruchus maculatus Fab. (Coleoptera: Bruchidae). J Stored Prod. Res.*, vol. 37, pp.339-349.

- 148- Kellouche A. et Chebheb-Hedjal M., 2014-** Activité biologique des huiles essentielles de quatre myrtacées, de deux cupressacées et d'une pinacée à l'égard d'un insecte ravageur des grains stockés, *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera : Bruchidae). AFPP – Dixième conférence internationale sur les ravageurs en agriculture Montpellier, 22 et 23 Octobre 2014, 11p. .
- 149- Kesbi A., 2011-** Etude des propriétés physicochimique et évaluation l'activité biologique des huiles essentielles d'*eucalyptus globulus* dans la région de ouargla. Mémoire mast., génie chim., dépt. Génie des procédés, factl., sci.,et techn., et sci. Matière, Univ. Kasdi merbah, Ouargla, 49p. .
- 150- Ketoh G.K., Koumaglo H.K. and Glitho I.A., 2005-** *Inhibition of Callosobruchus maculatus (F.) (Coleoptera:Bruchidae) development with essential oil extracted from Cymbopogon schoenanthus L. Spreng. (Poaceae), and the wasp Dinarmus basalis Rondani (Hymenoptera: Pteromalidae). J. Stored Prod. Reas., 41(4):363-371.*
- 151- Khaleqzaman M. and Rumu S. N., 2010-** *Toxicity of prirmiphos-methyl and three essential oils, alone and in combination against Callosobruchus maculatus (Fab.). Univ. j. zool. Rajshahi. Univ. vol. 28, pp. 01-05*
- 152- Khia A., Ghanmi M., Satrani B., Aafi A., Aberchane M., Quaboul B., Chaouch A., Amusant N. et Charrouf Z., 2014-** *Effet de la provenance sur la qualité chimique et microbiologique des huiles essentielles de Rosmarinus officinalis L. du Maroc. Phytothérapie, 12 (6) :341-347.*
- 153- Kim S.I., Roh J.Y., Kim D.Y., Lee H.S. and Ahn Y., 2003-** *insecticidal activities of aromatic plants extracted and essential oils against Sitophilus oryzae and Callosobruchus chinensis . J. Stored. Prod. Reas., N°39, pp. 293-303.*
- 154- Kim S.WLee., H.R. , Jang M.J., Jung C.S. and Park K.,2016-***Fumigant Toxicity of Lamiaceae Plant Essential Oil and Blends of Their Constituents against Adult Rice Weevil Sitophilus oryzae. J. Molecules ,vol. 21, 361p.*
- 155- Knetchel, M.M., and S.H. Patterson, 1962-** Bentonite Deposits of the Northern Black Hills District, Wyoming, Montana, and South Dakota. Bulletin 1082-M. Reston, VA: USGS.

- 156- Koehler P. G., 2012-** Rice Weevil, *Sitophilus oryzae* (Coleoptera:Curculionidae). ENY-261, Entomo. and Nemato. Depart., Florida Cooperative Extension Service, Inst. of Food and Agri. Scien., Univ. of Florida, 2p. .
- 157- Kostyukovsky M., Rafaeli A., Gileadi C., Demchenko N. and 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. , vol.58, pp.1101–1106*
- 158- Koul O., 2004-***Biological activity of volatile di-n-propyl disulfide from seeds of neem, Azadirachta indica (Meliaceae), to two species of stored grain pests, Sitophilus oryzae (L.) and Tribolium castaneum (Herbst). Journal of Economic Entomology, vol. 97, pp.1142–1147.*
- 159- Koul, O. , 2005-** Insect Antifeedants. CRC Press, Bota, Racon, FL.
- 160- Koul, O., Singh, G., Singh, R. and Singh, J., 2007-** *Mortality and reproductive performance of Tribolium castaneum exposed to anethole vapours at high temperature. Biopestic. Int., vol.3, pp. 126–137.*
- 161- Koul O., Walia S. and Dhaliwal G.S., 2008-** *Essential Oils as Green Pesticides: Potential and Constraints. Biopestic. Int., 4(1): 63–84.*
- 162- Kurita N., Miyaji M., Kuran R. and Takahara Y., 1981-** *Antifungal activity of components of essential oils. Agric. Biol. Chem., n° 45, pp. 945-952.*

-L-

- 163- Lacoste P., 1970 -** La défense des cultures à Madagascar., pp. 190-191.
- 164- Lafon J. P., Tharaud -Prayer C. et Lévy G., 1988-** *Biologie des plantes cultivées : Organisation physiologique de la nutrition.* Ed. Lavoisier Tec and Doc, T.I, Paris, 232p. .
- 165- Lagaly G., 1995-** Surface and interlayer reactions: bentonites as adsorbents. pp. 137–144, in Churchman, G.J., Fitzpatrick, R.W., Eggleton R.A. Clays Controlling the Environment. Proceedings of the 10th International Clay Conference, Adelaide, Australia

- 166- Lahrech K., 2010- Extraction et analyse des huiles essentielles de *Mentha pulegium* L. et de *Saccocalyx satureioides*. Tests d'activité antimicrobiennes et antifongiques .Mém. Magistère, Spéc. Chim. Moléc.,Dépt. Chim., Fac.Sci., Univ. Es-Sénia, Oran,121p. .
- 167- Lee S., Peterson C.J. and Coats J.R., 1997- *Insecticidal activity of monoterpenoids to western corn rootworm (Coleoptera: Chrysomelidae), two spotted spider mite (Acari: Tetranychidae) and house fly (Diptera: Muscidae)*. *J.Econ.Entomol.* vol.90, pp. 883 -892.
- 168- Lee S., Tsao R. and Coats J.R. , 1999- *Influence of dietary applied monoterpenes and derivatives on survival and growth of the European corn borer (Lepidoptera:Pyralidae)*. *J.Econ. Entomol.*, vol.92, pp. 56-67.
- 169- Lee B.H., Choi W.S., Lee S.E. and Park B.S, 2001- *Fumigant toxicity of essential oils and their constituent compounds towards the rice weevil, Sitophilus oryzae (L.)*. *Crop Prot.*, vol. 20, pp.317–320.
- 170- Lee S.E., Peterson C.J. and Coats J.R., 2003- *Fumigation toxicity of monoterpenoids to several stored-product insects*. *Journal of Stored Products Research*, vol. 39, pp. 77-85.
- 171- Lee B. H., Annis P. C. and Tumaalii F., 2004- *Fumigant toxicity of essential oils from the Myrtaceae family and 1,8-cineole against 3 major stored-grain insects*. *Journal of Stored Products Research*, vol.40, pp. 553-564.
- 172- Lepesme P., 1944 - *Les Coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels*. *Encycl. Entomol. A*, pp. 22 - 249.
- 173- Leug A.Y., 1980- *Encyclopedia of common natural ingredients used in food drugs and cosmetics*. Wiley- interscience publication, New York, N°4, 280 p. .
- 174- Liu Z. L., Chu S. S. and Liu Q. R. , 2010- *Chemical Composition and Insecticidal Activity against Sitophilus zeamais of the Essential Oils of Artemisia capillaries and Artemisia mongolica*. *Molecules* , n° 15, pp. 2600-2608.
- 175- Liu Z.L., Chu S.S. and Jiang G. H., 2011- *Insecticidal Activity and Composition of Essential Oil of Ostericum sieboldii (Apiaceae) Against Sitophilus zeamais and Tribolium castaneum*. *Rec. Nat. Prod.*, 5(2): 74-81.

176- Lopes, N.P.; Kato, M.J.; Aguiar Andrade, H.; Soares Maia, J.G. and Yoshida, M. 1997- *Orcadian and seasonal variation in the essential oil from Virola surinamensis leaves. Phytochemistry*, vol. 46, pp. 689-693.

-M-

177- Makhoul H., 2002- Les huiles essentielles du Romarin et du Clou de girofle : Approche analytique et activité antioxydante sur une huile alimentaire. Thèse ing., Sci.Nat.Agr., Inst.Nat.Agr., El-Harrach, 63 p. .

178- Mc Caskill D.G., Gershenzon J. and Croteau R., 1992- *Morphology and monoterpene biosynthetic capabilities of secretory cell clusters isolated from glandular trichomes of peppermint (Mentha piperita L.)*. *Planta*, vol. 187, pp. 445–454.

179- Mc Connell D., 1950- *The crystal chemistry of montmorillonite. Am. Mineralogist*, vol. 35, pp. 166-172.

180- McKenzie R. C., 1975 – The classification of soil silicates and oxydes. In : Soil components vol. 2 ; *Inorganic components. Gieseking J. E. eds. Spring-Verlag*, New York, Berlin, Heidelberg, pp.1-25.

181- M'ella J.G.M., 2011- *Préface. In Insectes Ravageurs des Graines de Légumineuses: Biologie des Bruchinae et Lutte Raisonnée en Afrique. Huignard J, Glitho IA, Monge J-P, Regnault-Roger C (eds). Collection Update Sciences and Technologies. Eds Quae: France; 145p.*

182- Meurgey F., 2011- Les Arthropodes continentaux de Guadeloupe . Synthèse bibliographique pour un état des lieux des connaissances. Rapport SHNLH pour le Parc National de Guadeloupe. pp.184.

183- Misra G. and Pavlostathis S.G., 1997- *Biodegradation kinetics of monoterpenes in liquid and soil- slurry systems. Appl. Microbiol. Biotechnol.* vol.47, pp.572-577.

184- Mittal, S., and J. A. Wightman. 1989- An inert dust protects stored groundnuts from insect pests. ICRISAT Newsletter, November 1989, pp. 21-22.

185- Mondal M. and Khalequzzaman M. , 2006- *Toxicity of Essential oils against red flour beetle Tribolium castaneum (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae)*. *J. bio.-Sci.*, vol.4, pp. 43-48.

186- Mondal M. and Khalequzzaman M. , 2010- *Toxicity of naturally occurring compounds of plant essential oil against Tribolium castaneum (Herbst). J. Biol. Sci., 10(1) :10-17.*

187- Mouaziz S., 2012- Préparation et Caractérisation des bentonites modifiées par des sels de Bis-imidazolium –Application à l’adsorption du bleu Telon. Mémoire Master, spéc. chimie, opt. Sci. Sépar. Et envir., déprt. Chimie, facult. Sciences, univ. Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, 93p.

188- Moussaoui Z., 2012- Intercalation de dendrimères à travers la bentonite sodique. Mémoire Master, univ. Abou Bakr Belkaid, Fac ;sci., Dépt.chim., Tlemcen, 59p.

-N-

189- Naceur Ben-Marzoug H., Romdhane M., Lebrihi A., Mathieu F., Couderc F., Abderraba M., Larbi-Khouja M. and Bouajila J., 2011- Eucalyptus oleosa essential oils: chemical composition and antimicrobial and antioxidant activities of the oils from different plant parts (stems, leaves, flowers and fruits). *Molecules*, 16 (2) :1695–1709.

190- Nait Achour K., 2012- Etude de la composition chimique des essences de Quaire espèces d’Eucalyptus poussant dans la région de Tizi Ouzou. Mémoire Mag., univ. Mouloud Mameri, spec.chim.appl., dep. Cim.,fac.sci., Tizi Ouzou,123p.

191- Ndomo A.F., Tapondjou L.A. and Tchouanguép F.M.,2010- Insecticidal effect of anisaldehyde against *Acanthoscelides obtectus* and *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Bruchidae). *Julius-Kühn-Archiv*, 10th International Working Conference on Stored Product Protection, pp.735-740.

192- Negahban M, Moharrampour S and Sefidkon F., 2007-*Fumigant toxicity of essential oils and their constituent compounds towards the rice weevil, Sitophilus oryzae (L.). Journal of Stored Products Research*, 43(2):123-128.

193- Newman J.D. and Chappell J., 1999- *Isoprenoid biosynthesis in plants : Carbon Partitioning Within the Cytoplasmic Pathway. Critical Reviews in Biochemistry And Molecular Biology*. 34(2):95 - 106.

194- Ngamo T.L.S. et Hance Th., 2007- *Diversité des ravageurs des denrées et méthodes alternatives de lutte en milieu tropical. Tropicultura*, 25(4):215-220.

- 195- Ngamo T.L.S., Ngassoum M.B., Mapongmetsem P.M., Malaisse F., Haubruge E., Lognay G. and Hance T. 2007- *Current post harvest practices to avoid insects attacks on stored grains in northern Cameroon. Agricultural Journal*, n°2, issue 2 , pp.242-247.
- 196- Ngoh S.P., Hoo L., Pang F.Y., Huang Y., Kini m.R. and Ho S.H., 1998- *Insecticidal and repellent properties of nine volatile constituents of essential oils against the American cockroach *Periplaneta americana* L. Pestic. Sci.*, n°54, pp. 261-268
- 197- Nguemtchouin M.M.G. , Ngassoum M.B., Ngamo LS.TMapongmetsem., P.M. , Sieliechia J., Malaisse F. , Lognay G. C. , Haubruge E. and Hance T.,2009- *Adsorption of essential oil components of *Xylopiya aethiopica* (Annonaceae) by kaolin from Wak, Adamawa province (Cameroon). Applied Clay Science*, vol. 44, issue 1-2, pp. 1-6
- 198- Nguemtchouin Mbouga M. G., 2012- *Formulation d'insecticides en poudre par adsorption des huiles essentielles de *Xylopiya aethiopica* et de *Ocimum gratissimum* sur des argiles camerounaises modifiées. Thèse doct.en cotutelle, chim. Ind. Env. et chim. Phys. Chim. matériaux, ENSAI, Ngaoundere et ENSCM, Montpellier, 271 p . .*
- 199- Nguemtchouin Mbouga M. G., Ngassoum M. B., Kamga R., Cretin M. and Chalier P., 2013- *Insecticidal formulation based on *Ocimum gratissimum* essential oil and montmorillonite clays for maize protection. Entomol Ornithol Herpetol*, vol.2, issue 2, abstract at p. 64.
- 200- Nutting P.D., 1943- *Adsorbent Clays, Their Distribution, Properties, Production, and Uses. Bulletin 92-C. Reston, VA: USGS.*

-O-

- 201- Odeyemi O.O., Masika P. and Afolayan A.J. ,2008- *Insecticidal activities of essential oil from the leaves of *Mentha longifolia* L. subsp. *capensis* against *Sitophilus zeamais* (Motschulsky) (Coleoptera: Curculionidae). Biozone Research Involved*, 16 (2):220-225.

- 202- Odom I. E., 1984-** "Smectite clay Minerals: Their structure, Behaviour and Use". *Philosophical Transactions of the Royal Society of London, series A, Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 311(1517):391-409.
- 203- Ogendo, J.O., Deng, A.L., Kostyukovsky, M., Ravid, U., Matasyoh, J.C., Omolo, E.O., Kariuki, S.T., Bett, P.K., Kamau, E. A.W. and Shaaya E., 2010-** Fumigant toxicity of five essential oil constituents against major stored-product insect pests of food grains. Second Ruforum Biennial Meeting 20 - 24 September 2010, Entebbe, Uganda, pp. 325- 332.
- 204- Opende K., Suresh W. and Dhaliwal G. S., 2008-** *Essential Oils as Green Pesticides: Potential and Constraints. Biopestic. Int.* 4(2) :63–84.
- 205- Ouchekdhidh-Ourlissene O., 2014-** Effet biocide des poudres et des huiles essentielles de quelques plantes aromatiques sur les paramètres biologiques de la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* Say.(*Coleoptera :Bruchidae*). Mémoire Mag., Sci. Biol., Dept. Biol. Anl. et Vég., Fact. Sci. Biol., et Sci.Agr., Univ.Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 113 p. .
- 206- Owabali M.S., Oladimedji M.O., Lajide L., Singh G., Marimuthu p., et Isidorov V. A., 2009-** Bio efficacité de trois huiles essentielles contre *Sitophilus zeamais* (Motschulsky) et *Callosobruchus maculatus* (Fabricius). *E.J.E.A.F., Chim.*, n°4, pp.828-835.

-P-

- 207- Pandey, G. P., and B. K. Varma. 1977-** *Attapulgit dust for the control of pulse beetle, Callosobruchus maculatus Fabricius on black gram (Phaseolus mungo)*. *Bull. Grain Technol.* vol. 15, pp. 188-193.
- 208- Papachristos D.P and Stamopoulos D.C.- 2002-** *Repellent, toxic and reproduction inhibitory eddects of essential oil vapours on Acanthoscelides obtectus (Say) (Coleoptera:Bruchidae)*. *Journal of stored products research*, 38(2): 117-128.
- 209- Paulian R., 1995-** *Les coléoptères et l'homme (première partie)*. *Insectes* ,vol. 4, n°99, pp. 7-9.
- 210- Pellerin P., 1991-** *Supercritical fluid extraction of natural raw materials for the flavor and perfume industry, parfum, flavor*, vol.16, n° 7 et 8, pp. 37-39.

- 211- Perera A.G.W.U. and Karunaratne M.M.S.C., 2016-** *Efficacy of essential oil of ruta graveolens leaves against sitophilus oryzae (linnaeus) as a biorational pesticide in post-harvest pest management. International Journal of Science, Environment and Technology, 5(1):160 – 166.*
- 212- Permual, D., and le Patourel G. N. J., 1992-** *Small bin trials to determine the effectiveness of acidactivated kaolin against four species of beetles infesting paddy under tropical storage conditions. J. Stored Prod. Res.vol. 28, pp. 193-199.*
- 213- Perrat C., 2001-** *Devenir des pesticides dans les sols : Validation des méthodes d'analyse et isothermes d'adsorption. Mémoire de DEA .*
- 214- Peyron L. et Richard H., 1992-** *L'extraction des épices et herbes aromatiques et de différents types d'extraits. , in Epices et Aromates , (Richard H. et coordonnateurs) , Ed. Tec. et Doc , Lavoisier, Paris, pp.113-137.*
- 215- Pibiri M.C., 2006-** *assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse Doctorat es Sci., Inst. Infrastr. Ress. et Envi., Ecole polytech. Fédérale de Lausanne, Facult. Env. Nat., Arch. Et const., Lausanne, EPEL, 161p. .*

-R-

- 216- Rabenhorst, J., 1996-** *Production of methoxyphenol-type natural aroma chemicals by biotransformation of eugenol with a new Pseudomonas sp. Appl. Microbiol. Biotechnol. vol.46, pp.470-474.*
- 217- Rahimi-Nasrabadi M., Nazarian Sh., Farahani H., Fallah-Koohbijari G.R., Ahmadi F. and Batooli H., 2013 a -** *Chemical composition, antioxidant, and antibacterial activities of the essential oil and methanol extracts of Eucalyptus largiflorens F. Muell, Int. J. Food Prop., 16 (2):369–381.*
- 218- Rahimi-Nasrabadi M., Pourmortazavi S. M., Nazarian Sh., Ahmadi F. and Batooli H., 2013 b -** *Chemical composition, antioxidant, and antibacterial activities of the essential oil and methanol extracts of Eucalyptus oleosa leaves. Int. J. Food Prop., 16 (5): 1080–1091.*
- 219- Rajendran S. and Sriranjini V., 2008-** *Plant products as fumigants for stored-product insect control. Journal of Stored Products Research, vol.44, pp. 126–135*

- 220- Ratcliffe F.N., 1941- *The importance of Rhizopertha dominica as a pest of wheat under war time storages conditions. J. council. Sci. Ind. Res. Australia*, vol.14, pp .143-18.
- 221- Ravichandran J. and Sivasankar B.,1997- *Properties and catalytic activity of acid-modified montmorillonite and vermiculite. Clays and clay minerals*, 45(6) :854-858,
- 222- Razafindrakoto, B. S. ,1988- *Huiles essentielles d'Eucalyptus de Madagascar variabilité de la composition chimique et des rendements en fonction de la période de récolte, essais de classement chimiotaxonomique et propriétés pharmacologiques.*
Thèse doctorat, chim. Org., min., anal. Et indus.,Univ. Sci. et tech. Languedoc, Montpellier 168p. .
- 223- Regnault-Roger C. et Hamraoui, A., 1993- *Influence des huiles essentielles sur Acanthoscelides obtectus Say, bruche du haricot. Acta Botanica Gallica vol .140*, pp.217–22.
- 224- Regnault-Roger C., Hamraoui A., Holeman M., Theron E., and Pinel R., 1993- *Insecticidal effect of essential oils from Mediterranean plants upon Acanthoscelides obtetus (Say) (Coleoptera: Bruchidae), a pest of kidney bean (Phaseolus vulgaris L.). J. Chem. Ecol.*, vol. 14, pp. 1965-1975.
- 225- Regnault-Roger C. , Hamraoui and Abdelaziz , 1995- *Fumigant toxic activity and reproductive inhibition induced by monoterpenes on Acanthoscelides obtectus (Say) (Coleoptera), a Bruchid of kidney bean (Phaseolus vulgaris L.). Journal of stored products research*, 31(4) : 291-299.
- 226- Regnault-Roger C., 2002- *De nouveaux phyto-insecticides pour le troisième millénaire In : Philogène B.J.R,Regnault-Roger C. et Vincent C.. coord. Biopesticides d'origine végétale.* Éd. Lavoisier- Tec et Doc, Paris, pp.19-39.
- 227- Regnault-Roger C., Philogène B.J.R. et Vincent C., 2008- *Biopesticides d'origine végétale.* Edition Lavoisier, 2^{ème} Ed., Paris, 507 p.
- 228- Regnault-Roger C., 2016- *Préserver la santé des plantes avec des allomones végétales et straits botaniques: quelques clefs pour une phytoprotection agricole durable.* Académie d'agriculture de France, Potentiel de la Science pour l'avenir de l'agriculture, de l'alimentation et de l'environnement, 23 p. .

- 229- Rice P.J. and Coats J.R., 1994-** *Insecticidal properties of monoterpenoid derivatives to the house fly (Diptera; Muscidae) and red flour beetle (Coleoptera;Tenebrionidae).* *Pestic. Sci.*, n°41, pp. 195-202.
- 230- Rich, A.D., 1960-** *Bleaching clay. Pages 93–101 in Industrial Minerals and Rocks. 3rd edition. London. Edited by J.L. Gillson.*New York: AIME.
- 231- Richard H. et Loo A., 1992-** *la fabrication des extraits : extraction par le Dioxyde de Carbone , in Epices et Aromates , (Richard H. et coordonnateurs) , Ed. Lavoisier Tec. et Doc , Paris, pp. 139-153.*
- 232- Richter G., 1993-** *Métabolisme des végétaux. Physiologie et biochimie.* Presse polytechniques et universitaires, Romandes, 292p. .
- 233- Riyazi A., Hensel A., Geissier N., Schaaf S. and Verspohl E. J., 2007-** *The effect of the volatile oil from ginger rhizomes (Zinger officinalis), its fractions and isolated compounds on the 5-HT₃ receptor complex and the serotonergic system of the rat ileum.* *planta med.*,73(4): 355-366.
- 234- Robert L., 1989-** *Adsorption. Technique de l'ingénieur, J 2730, pp.1-9.*
- 235- Robertson R.H.S, 1986-** *Fuller's Earth. A History of calcium montmorillonite.* Volturna, Press, U.K.
- 236- Rodseanglung U. and Laosooksathit S., 2005-** *31st Congress on Science and Technology of Thailand.*
- 237- Roveré Franz A., Knaak N. and Fiuza L. M., 2011-** *Toxic effects of essential plant oils in adult Sitophilus oryzae (Linnaeus) (Coleoptera, Curculionidae).* *Rev. Bras. entomol. , 55(1): 116-120.*
- 238- Rozalen M.L., Huertas F.J., Brady P.V., Cama J., Garcia-Palma S. and Linares J., 2008-** *Experimental study of the effect of pH on the kinetics of montmorillonite dissolution at 25°C.* *Geochimica and Cosmochimica Acta, 72(17): 4224-4253.*
- 239- Rozalen M., Huertas F.J. and Brady P.V., 2009-** *Experimental study of the effect of pH and temperature on the kinetics of montmorillonite dissolution.* *Geochimica and Cosmochimica Acta, 73(13): 3752-3766.*

240- Rozman V., Kalinovic I. and Korunic Z. , 2007- *Toxicity of naturally occurring compounds of Lamiaceae and Lauraceae to three stored-product insects.*

Journal of Stored Products Research , 43(4): 349-355.

-S-

241- Saheb D., 2007- *Activité acaricide de quatre huiles essentielles sur *Tetranychus cinnabarinus* Boisduval 1867 (Acari ; Tetranychidae) et contribution à l'étude de leur composition chimique par GC/MS. Thèse magistère, déprt. Zool.agri. et forst., spéclt. Prot. Vég., opt. Zooph. , ENSA, El-Harrach, 109p.*

242- Saheb D., Mouhouche F. Benazzeddine S. and Fleurat- Lessard F.,2012- *Relation between the composition of four essential oils from Algerian plants and their insecticidal activity against *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae) and *Tribolium confusum* Jacquelin du Val (Coleoptera: Tenebrionidae). Integrated protection of stored products, *IOBC-WPRS bulletin*, vol. 81, pp. 111-121.*

243- Sallé J. L., 1991- *les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie* .Ed. Frison- Roche, Paris, 21 P. .

244- Sánchez-Ramos I. and Castañera P., 2000- *Acaricidal activity of natural monoterpenes on *Tyrophagus putrescentiae* Schrank, a mite of stored food. *Journal of stored products research*, 37(1): 93-101.*

245- Schnek P., Imdorf A. et Fluri P., 2001- *Effet de l'huile de neem sur l'acarien Varroa et les abeilles. Centre Suisse de recherche apicole, Dept. Entom., Liebefeld, 5p.*

246- Scrano L., 1997- *Transformations photochimiques des diphényléthers en phase liquide et sur support solides. Thèse Doctorat es Sci.Chim. Indust., Univ. Claude Bernard, Lyon, 164 p. .*

247- Sefidkon F., Assareh M.H., Abravesh Z., Barazandeh M.M., 2007- *Chemical composition of the essential oils of four cultivated Eucalyptus species in Iran as medicinal plants (*E. microtheca*, *E. spathulata*, *E. largiflorens* and *E. torquata*). *Iran J. Pharm Res.* 6 (2): 135–140.*

- 248- Shaaya E., Ravid U., Paster N., Juven B., Zisman U., Pissarrev V., 1991-** *Fumigant toxicity of essential oils against four major stored product insects. J. Chem. Ecol.*, vol. 17, pp. 499-504.
- 249- Shaaya E., Kostjukovski M., Eilberg J., Sukprakarn C., 1997-** *Plant oils as fumigants and contact insecticides for the control of stored product insects. J. Stored Prod. Res.*, 33(1): 7-15.
- 250- Shahriari M., Sahebzadeh N., Sarabandi M. and Zibae A., 2016-** *Oral Toxicity of Thymol, α -Pinene, Diallyl Disulfide and Trans-Anethole, and Their Binary Mixtures against Tribolium castaneum Herbst Larvae (Coleoptera: Tenebrionidae). Jordan J. of Biol. Sci.*, 9(3): 213-219.
- 251- Sharma S., Sangwan N.S. and Sangwan R.S., 2003-** *Developmental process of essential oil glandular trichome collapsing in menthol mint. Current science*, 84(25) : 544 – 550.
- 252- Sikes D., 2011-** *Sitophilus oryzae*, collection des insectes, Dept. Entomol., Iowa state University, Alaska, USA.
- 253- Singh A.K., Dikshit A., Sharma M.L. and Dixit S.N., 1980-** *Fungitoxic activity of some essential oils . Econ.Bot.*, n°34, pp. 186-190.
- 254- Sivakumar C., Chandrasekaran S., Vijayaraghavan C. and Selvaraj S., 2010-** *Fumigant toxicity of essential oils against pulse beetle, Callosobruchus maculatus (F.) (Coleoptera: Bruchidae). Journal of Biopesticides*, vol. 3 (Issue special 1), pp. 317 – 319.
- 255- Sivropoulou A., Papanikolaou E., Nikolaou C., Kokkini S., Lanaras T., and Arsenakis M. , 1996-** *Antimicrobial and Cytotoxic Activities of Origanum Essential Oils. J. Agric. Food Chem.* , 44(5): 1202-1205
- 256- Snelson J.T., 1987-** *Grain Protectants (ACIAR Monograph No. 3).*
Canberra Publishing and Printing Co, Fyshwick, ACT, 448 pp.
- 257- Soon-II K., Jung-Yeon R., DO-Hyoung K., Han-Seung L., Young and Joon A., 2003-** *Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against Sitophilus oryzae and Callosobruchus chinensis. Journal of stored products research*, 3(3) :23-303.

- 258- Steinberg M., Trenil M. Et Jouray J.C., 1979-** *Géochimie: Principe et méthodes de cristallographie et éléments en traces*. Ed. Doin, Paris, pp.372-384 .
- 259- Stefanazzi N., Stadler T., Ferrero A., 2011-** *Composition and toxic, repellent and feeding deterrent activity of essential oils against the stored-grain pests *Tribolium castaneum* (Coleoptera: Tenebrionidae) and *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae)*. *Pest manag. Sci.*, 67(6) :639-646.
- 260- Steffan J.R., 1978 -** *Description et biologie des insectes, 1-65* .In Scotti, G. *Les insectes et les acariens des céréales*. AFNOR/ITCF, Paris, 238 p.
- 261- Stroh J., Wan M.T., Isman M.B. and Moul D.J., 1998-** *Evaluation of the acute toxicity to juvenile pacific coho salmon and rainbow trout of some plant essential oils, a formulated product, and the carrier*. *Bull. Environ. Contam. Toxicol.* vol .60, pp .923-930.
- 262- Stumm W., 1997-** *Reactivity at the mineral-water interface: dissolution and inhibition*. *Colloids and Surfaces . Physicochemical and Engineering Aspects*, 120 (1-3): 143-166.
- 263- Swamiappan M., Jayaraj S., Chandy K. C. and Sundaramurthy V. T. 1976-** *Effect of activated kaolinitic clay on some storage insects*. *Z. Angew. Entomol.* vol. 80, pp 385-389.

-T-

- 264- Taleb- Toudert K., 2015-** *Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques de la région de la Kabylie (Nord Algérien)*. Evaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *Callosobruchus maculatus* (*Coleoptera : Bruchidae*). Thèse Doct., Sci. Biol., Dépt. Biol. Animl. Vég., Fac. Sci. Biol. Et Sci. Agr., Univ. Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 160 p. .
- 265- Tapondjou L.A., Adler C., Bouda H. and Fontem D. A. 2002-** *Efficacy of powder and essential oil from *Chenopodium ambrosioides* leaves as postharvest grain protectants against six-stored product beetles*. *Journal of stored products research*, 38(4): 395-402.

- 266- Tapondjou L.A., Adler C., Bouda H. et Fontem D. A., 2003-** *Bio efficacité des poudres et huiles essentielles des feuilles de **Chenopodium ambrosioides** et **Eucalyptus saligna** à l'égard de la bruche de niébé : **Calusobruchus maculatus** Fab. (Coleoptera, Bruchidae).* *Cahier d'étude et de recherches francophones, Agriculture*, 12(6):7-401.
- 267- Tayou G. , Abu Alnaser A. and Ghanem L., 2012-** *Toxicity of two essential oils from **Eucalyptus globulus** Labail and **Origanum syriacum** L. on Larvae of Khapra beetle.* *Int. J. Med. Arom. Plants*, 2(2):240-245.
- 268- Tedonkeng P.E., Amvam Zollo P.H., Tendonkeng F., Kana J.R., Fongang M.D. et Tapondjou L.A., 2004-** *Composition chimique et effet acaricide des huiles essentielles des feuilles de **Chromolaena odorata** L. King et Robins, et d'**Eucalyptus saligna** Smith, sur les tiques **Rhipicephalus innulatus** Neumann de la chèvre naine de Guinée dans l'Ouet-Cameroun.* *Livestock Research for Rural Development*, 16(9) :1-7.
- 269- Theng B.K.G., 1979-** *Formation and Properties of Clay Polymer Complexes.* *Developments in Soil Science*, vol. 9. Elsevier, Amsterdam.
- 270- Torok, A., and Thompson, T.D. 1972-** *Activated Bleaching Clay for the Future.* *Transactions of SME-AIME* , vol.252, pp 15–17.
- 271- Tournassat C., Ferrage E., Poinsignon C. and Charlet, L., 2004-** *The titration of clay minerals II. Structure-based model and implications for clay reactivity.* *Journal of Colloid and Interface Science*, 273(1):234-246.
- 272- Tripathi A.K., Prajanpati V., Aggarwal K.K. and Kumar S. ,2001-** *Toxicity, feeding deterrence, and effect of activity of 1, 8-cineole from **Artemisia annua** on progeny production of **Tribolium castaneum** (Coleoptera : Tenebrionidae).* *J. Econ.Entomol.*, vol.94, pp. 979–983.
- 273- Tripathi A.K., Prajapati V. and Kumar S. ,2003-** *Bioactivity of l-carvone, d-carvone and dihydrocarvone towards three stored product beetles.* *J. Econ. Entomol.*, vol. 96, pp. 1594–1601.
- 274- Tunç I, Berger BM, Erler F, Dagli F, 2000-** *Ovicidal activity of essential oils from five plants against two stored-products insects.* *Journal of Stored Products Research*, Vol. 36, pp. 161-168.
- 275- Tuni L. and Sahinkaya S., 1998-** *Sensitivity of two greenhouse pests to vapours of essential oils.* *Entomol. Exp. Appl.*, vol.86, pp. 183-187.

276- Turner G., Gershenzon J., Nielson E.E., Froehlich J.E. and Croteau R., 1999 - *Limonene Synthase, the Enzyme Responsible for Monoterpene Biosynthesis in Peppermint, Is Localized to Leucoplasts of Oil Gland Secretory Cells. Plant Physiology*, vol. 120, pp. 879 – 886.

-V-

277- Varma B. K., and Siddiqui M. K. H., 1977- *Control of storage pests through inert dusts. Indian Farming*, 27(5) : 21-25.

278- Vernou F. et Richard H., 1976 - *Quelques épices et aromates et leurs huiles essentielles. APRIA*, 2(10):151-166.

279- Vinäuela E., Adan A., Del Estal P., Marco V. y Budia F., 1993- *Plagas de los Productos Almacenados. H.D., Madrid, Espanä , T. 1, 31p..*

-W-

280- Wagner G.J., Wang E. and Shepherd R.W., 2004 - *New Approaches for Studying and Exploiting an Old Protuberance, the Plant Trichome. Annals of Botany*, 93(1): 3 – 11.

281- Walker K. and Hinkley S., 2009- *Sitophilus oryzae* , collection des insects, Australian gov. deprt. Agri. In collaboration with Victoria museum, plant health Australia, Depart. agr. Food Western Australia and plant biosecurity cooperative research Centre <http://www.Padil.gov.au>.

282- Wang J., Zhu F., Zhou X. .M, Niu C.Y. and Lei C.L, 2006- *Repellent and fumigant activity of essential oil from Artemisia vulgaris to Tribolium castaneum (Herbst) (Coleoptera: Tenebrionidae). Journal of Stored Products Research* , 42(3) :339-347.

283-Werker E., Putievsky E. and Ravid U., 1985- *The essential oils and glandular hairs in different chemotypes of Origanum vulgare L. Annals of botany*, 55(6): 793-801.

- 284-Wikipédia, 2013-** The free encyclopedia, Site Internet consulté le 06/ 05/ 2014 à 16h33.
- 285- Wikipédia, 2014-** The free encyclopedia, Site Internet consulté le 06/ 05/ 2014 à 17h30.
- 286- Wilses M., Huebner H., Afriyie-Gyawu E., Taylor R., Bratton G. and Phillips T., 2004-** *Toxicological evaluation and metal bioavailability in pregnant rats following exposure to clays minerals in the diet. J. Toxicol. Environ. Health A*, 67(11):863-874.
- 287- Wilson C.L., Solar J.M., El Ghaout A., and Wisniewski M.E., 1997-** *Rapid evaluation of plant extracts and essential oil for antifungal activity against Botrytis cinerea. Plant Dis.*, n° 81, pp. 204-210.
- 288- Wypych F. and Gundappa Satyanarayana K., 2004-** *Chemical modification of clay surfaces pp . 1-56 in Clay Surfaces- Fundamentals and Applications.* Éd. Elsevier, Vol. 1, 566p.

-Y-

- 289- Yadi H., 1987 -** *Critères qualitatifs et technologiques associés à la multiplication du charançon de riz, Sitophilus oryzae(L) (Coleoptera : Curculionidae) dans un stock de riz paddy au cours de sa conservation en enceintes étanches sous atmosphères modifiées et en conditions de climat tropical. Diplôme Agro. App. Bordeaux .29p.*
- 290- Yevoor, 2003-** *Biology and management of rice weevil, Sitophilus oryzae (Linn.) in maize grains. Thèse Mast. Sc. Agri., Univ. of Agri. Scien., Dharwad.*

-Z-

- 291- Zahout M., 2011-** *Activité insecticide de cinq huiles essentielles vis -à-vis de trois insectes de denrées stockées Sitophilus oryzae (L.) et Tribolium confusum (DUVAL) et Callosobruchus maculatus (F.). Mémoire ing., scien.agr., dépt, zool.agri. et fort., ENSA, El-Harrach, 103p.*
- 292- ZAYYAD N. , FARAH A. et BAHHOU J., 2014-** *Analyse chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles des trois espèces de Thymus : Thymus zygis, T.*

algeriensis et *T. bleicherianus*. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, Vol. 83, pp. 118 – 132.

293- Zhang J. A. M., Wu H., Liu D.L. and Stanton R., 2012- *Chemical composition of essential oils of four Eucalyptus species and their phytotoxicity on silverleaf nightshade (Solanum elaeagnifolium Cav.). Australia. J. Plant Growth Regul.*, 68 (2):231–237.

294- Zoltán Adamis and Richard Williams B., 2005- *Bentonite, Kaolin, and selected clay minerals. International programme on chemical safety, World health organization*, n° 231, Genève, 175p.

295- Zorica P., Tomić Svetlana B. Antić Mladenović, Biljana M. Babić, Vesna A. Poharc Logar, Aleksandar R. Đorđević and Svjetlana B. Cupać, 2011- *Modification of smectite structure by sulfuric acid and characteristics of the modified smectite . Jou. Agr. Sci.*, 56(1):25-35.

Etude de la composition chimique des huiles essentielles par GC/MS

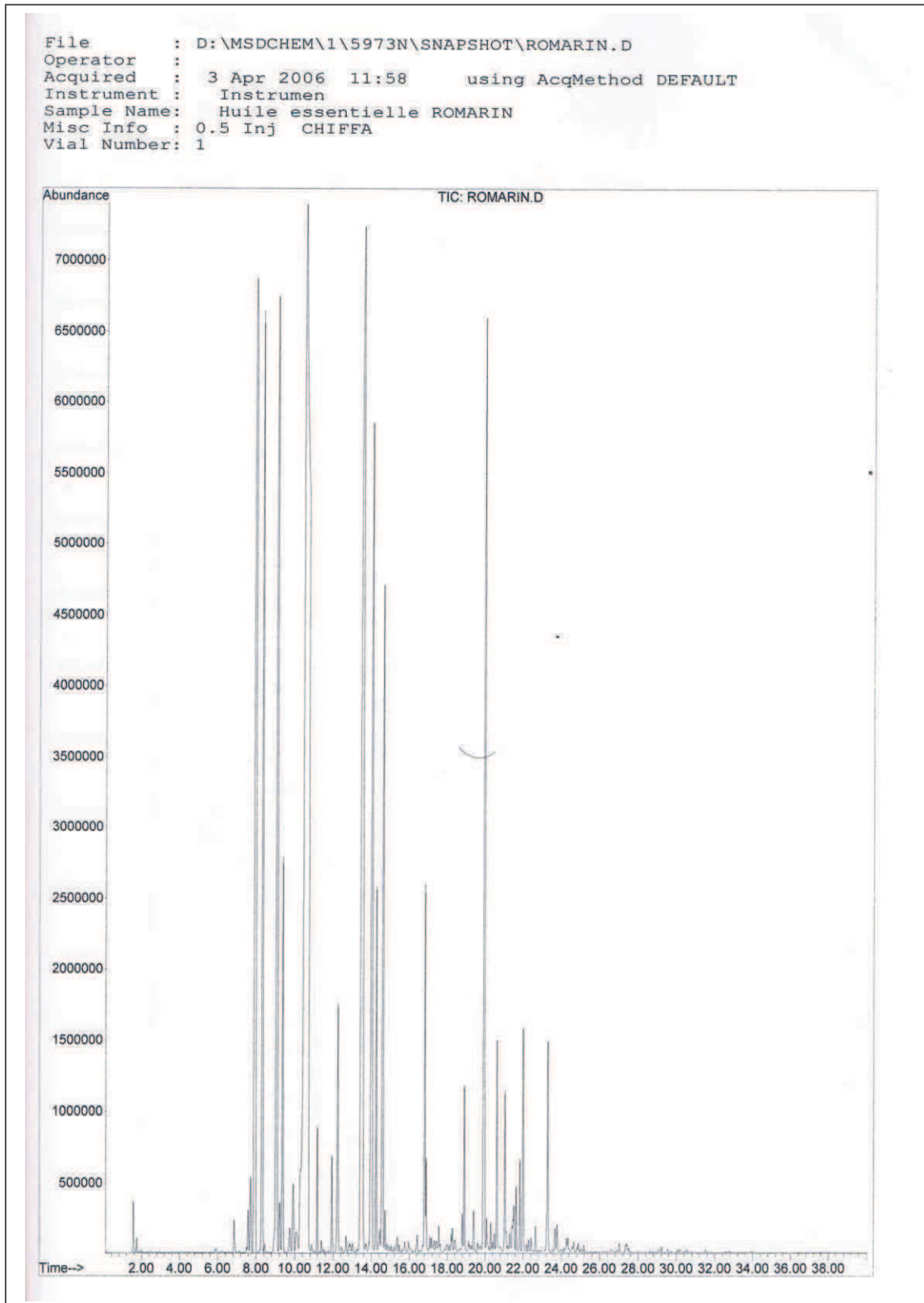


Figure 1 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis*

Annexe

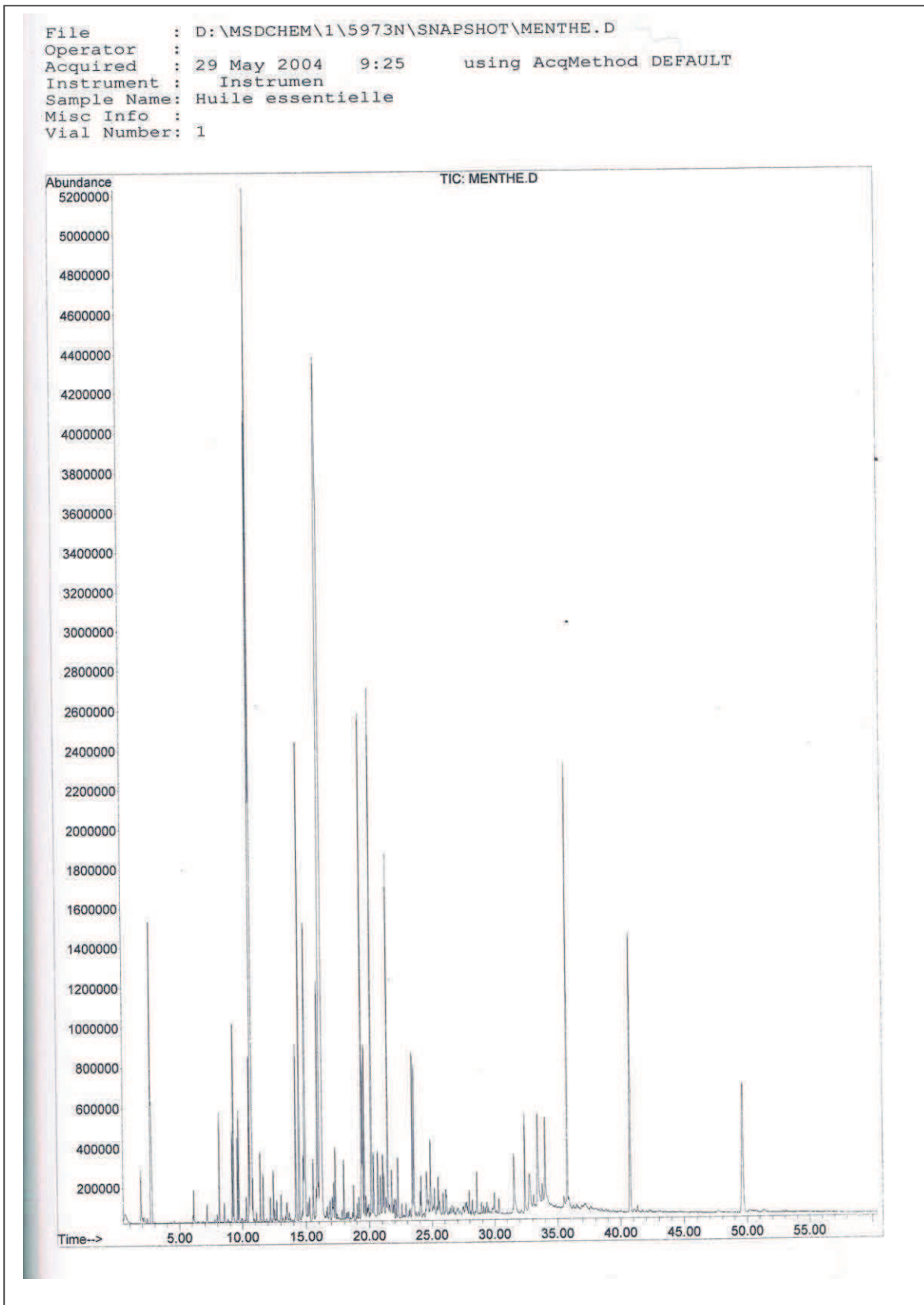


Figure 2 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Menthis viridis*

Annexe

File : D:\MSDCHEM\1\5973N\SNAPSHOT\THYM.D
Operator :
Acquired : 16 Jun 2015 12:27 using AcqMethod DEFAULT
Instrument : Instrumen
Sample Name: huile essentielle
Misc Info :
Vial Number: 1



Figure 3 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Thymus vulgaris*

Acq On : 11 Jun 2015 13:00

Sample : *Eucalyptus globulus*

Misc : 50/2/4/250/10 Split 1/50 0.1µl (Sig #1); (Sig #2)

ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

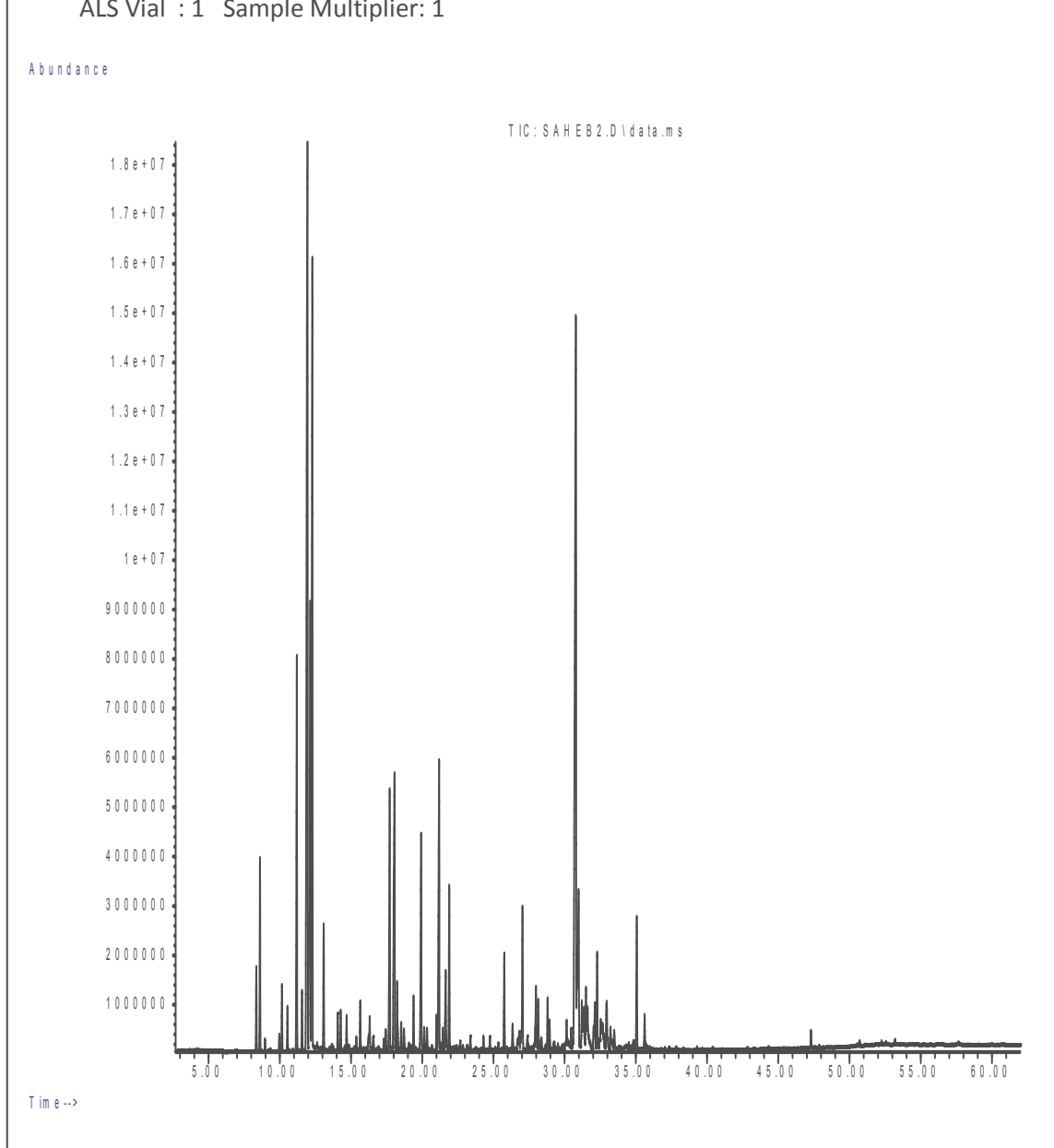


Figure 4 : Chromatogramme de l'huile essentielle d'*Eucalyptus globulus*

Acq On : 15 Jun 2015 12:22

Sample : HE GINGEMBRE

Misc : 50/02/04/250/10 Split 1/50 0.4µl (Sig #1); (Sig #2)

ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

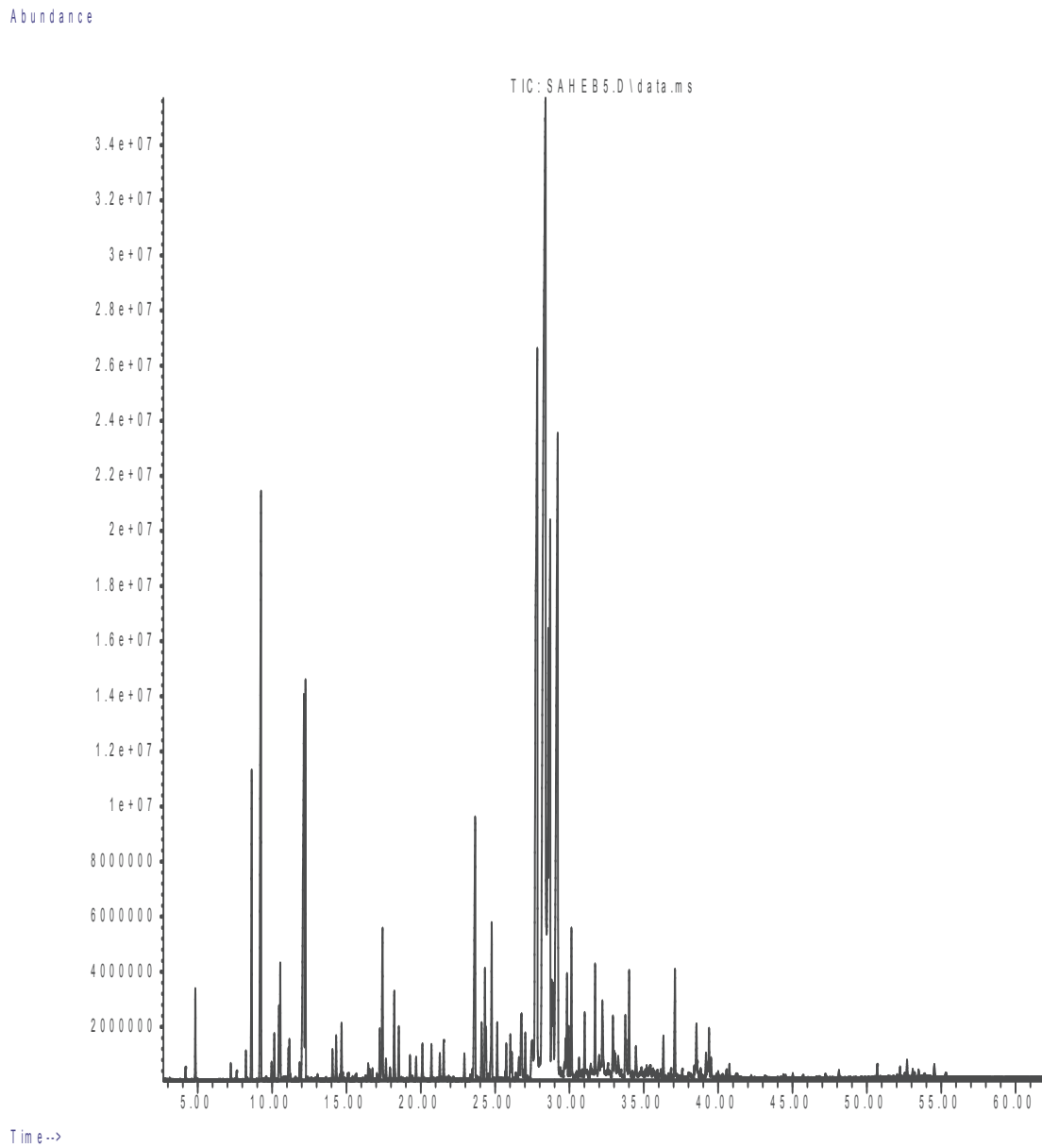


Figure 5 : Chromatogramme de l'huile essentielle du *Zingiber officinale*

Acq On : 15 Jun 2015 8:05

Sample : HE Clou de girofle

Misc : 50/02/04/250/10 Split 1/50 0.4µl (Sig #1); (Sig #2)

ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

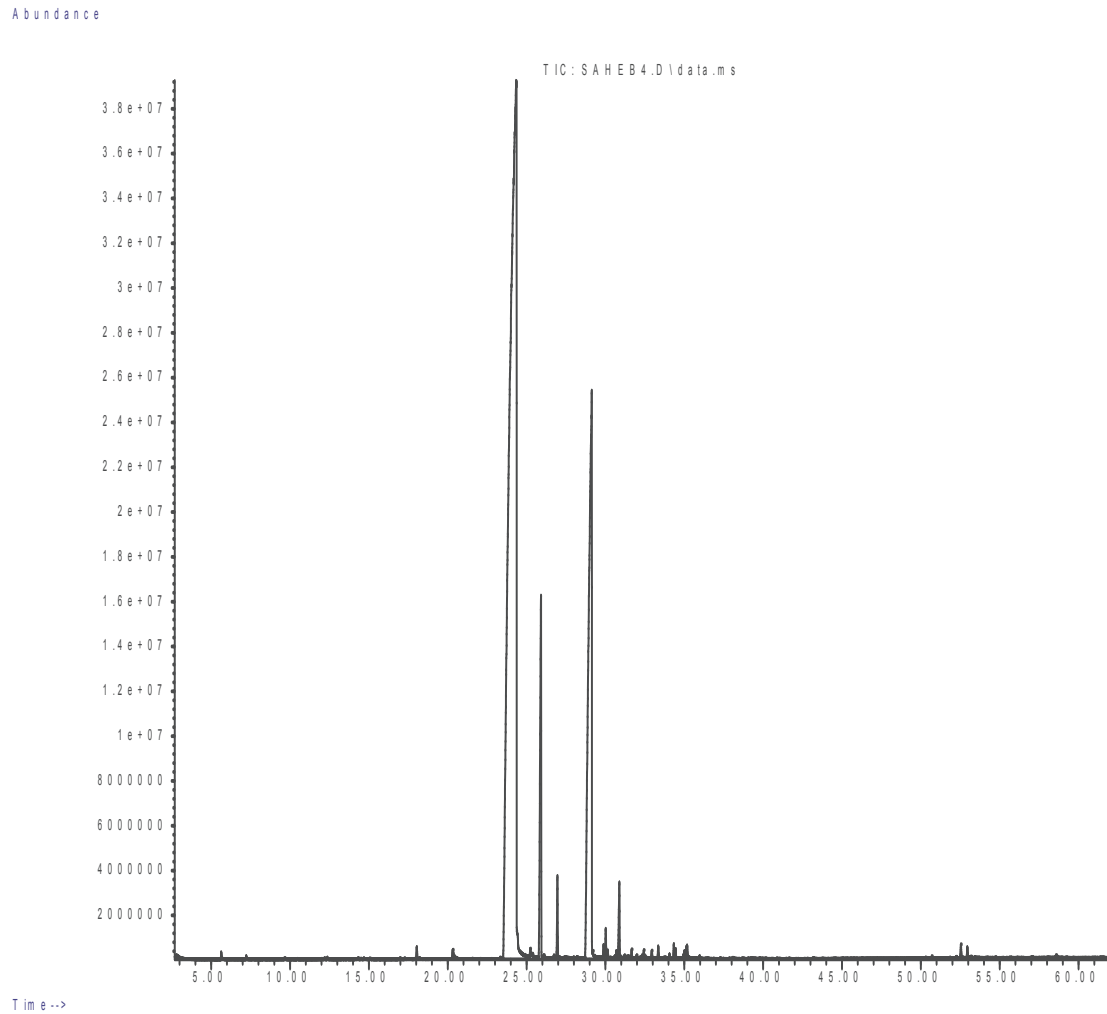


Figure 6 : Chromatogramme de l'huile essentielle du *syzygium aromaticum*

Bioessais

Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

a) Romarin

Tableau 1: efficacité de l'H.E du Romarin par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps /h	Répétitions/population traitée								Probits
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M	%M.T	%M.C	
2.5	5,52	24	1	1	1	0	0,75	3,75	0	3,75	3,21
		48	2	1	2	0	1,25	6,25	2,5	3,85	3,22
		72	2	1	2	1	1,5	7,5	3.75	3.89	3,25
		96	3	2	2	1	2	10	5	5,26	3,38
		120	3	2	2	2	2,25	11,25	5	6,58	3,45
		144	3	2	2	3	2,5	12,5	5	7,89	3,52
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M	%M.T	%M.C	Probits
5	6,61	24	2	2	1	1	1,5	7,5	0	7,5	3,52
		48	3	3	4	4	3,5	17,5	2,5	15,38	3,96
		72	3	3	4	5	3,75	18,75	3.75	15.26	3,97
		96	4	4	3	5	4	20	5	15,79	4
		120	5	5	5	5	5	25	5	21,05	4,19
		144	5	5	6	7	5,75	28,75	5	25,00	4,33
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M	%M.T	%M.C	Probits
10	6,90	24	3	2	0	0	1,25	6,25	0	6,25	3,46
		48	5	5	2	4	4	20	2,5	17,95	4,07
		72	7	6	4	5	5,5	27,5	3.75	24.67	4,31
		96	8	7	6	7	7	35	5	31,58	4,51
		120	11	9	7	8	8,75	43,75	5	40,79	4,75
		144	12	10	9	9	10	50	5	47,37	4,92
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M	%M.T	%M.C	Probits
20	7,60	24	7	5	4	5	5,25	26,25	0	26,25	4,36
		48	12	11	9	10	10,5	52,5	2,5	51,28	5
		72	13	12	10	12	11,75	58,75	3.75	57.14	5,18
		96	15	13	12	14	13,5	67,5	5	65,79	5,46
		120	17	15	14	18	16	80	5	78,95	5,77
		144	18	16	17	20	17,75	88,75	5	88,16	6,18

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

b) La Menthe verte

Tableau 2 : efficacité de l'H.E de la menthe verte par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	Répétitions/population traitée								probits
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	
2.5	5,52	24	0	0	2	0	0,5	2,5	0	2,5	3,03
		48	0	1	2	0	0,75	3,75	2,5	1,28	2,89
		72	1	1	3	2	1,75	8,75	3,75	5,19	3,36
		96	1	2	4	2	2,25	11,25	5	6,58	3,45
		120	2	2	5	3	3	15	5	10,53	3,74
		144	3	2	5	3	3,25	16,25	5	11,84	3,77
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	6,61	24	0	1	1	0	0,5	2,5	0	2,5	3,03
		48	0	1	1	3	1,25	6,25	2,5	3,85	3,23
		72	2	2	1	4	2,25	11,25	3,75	7,75	3,57
		96	3	2	1	4	2,5	12,5	5	7,89	3,58
		120	5	4	1	4	3,5	17,5	5	13,16	3,87
		144	6	4	3	4	4,25	21,25	5	17,11	4,05
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	6,90	24	2	4	3	0	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		48	3	4	5	3	3,75	18,75	2,5	16,67	4,01
		72	7	6	5	4	5,5	27,5	3,75	24,67	4,29
		96	7	7	6	4	6	30	5	26,32	4,36
		120	8	8	6	7	7,25	36,25	5	32,89	4,53
		144	12	11	9	9	10,25	51,25	5	48,68	4,95
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	7,60	24	3	5	9	10	6,75	33,75	0	33,75	4,56
		48	6	8	13	15	10,5	52,5	2,5	51,28	5,03
		72	7	10	17	18	13	65	3,75	63,63	5,33
		96	12	13	18	20	15,75	78,75	5	77,63	5,74
		120	14	15	19	20	17	85	5	84,21	5,99
		144	19	18	20	20	19,25	96,25	5	96,05	6,75

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

c) *Eucalyptus globulus*

Tableau 3 : efficacité de l'H.E d'*E. globulus* par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
2.5	5,52	24	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		48	0	2	0	1	0,75	3,75	2,5	1,28	2,76
		72	1	2	2	2	1,75	8,75	3,75	5,19	3,36
		96	2	4	3	3	3	15	5	10,53	3,72
		120	4	4	3	5	4	20	5	15,79	3,96
		144	4	6	4	7	5,25	26,25	5	22,37	4,23
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	6,61	24	1	0	1	2	1	5	0	5	3,36
		48	2	5	1	4	3	15	2,5	12,82	3,82
		72	4	7	3	5	4,75	23,75	3,75	20,77	4,16
		96	8	10	8	7	8,25	41,25	5	38,16	4,69
		120	8	11	10	7	9	45	5	42,11	4,8
		144	10	12	11	9	10,5	52,5	5	50,00	5
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	6,90	24	1	0	1	2	1	5	0	5	3,36
		48	3	4	2	5	3,5	17,5	2,5	15,38	3,96
		72	4	5	7	8	6	30	3,75	27,27	4,39
		96	10	9	6	11	9	45	5	42,11	4,8
		120	13	11	12	15	12,75	63,75	5	61,84	5,28
		144	15	13	16	18	15,5	77,5	5	76,32	5,71
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	7,60	24	4	1	3	5	3,25	16,25	0	16,25	4,01
		48	12	5	7	9	8,25	41,25	2,5	39,74	4,72
		72	18	8	13	15	13,5	67,5	3,75	66,49	5,41
		96	20	11	17	19	16,75	83,75	5	82,89	5,92
		120	20	15	20	20	18,75	93,75	5	93,42	6,48
		144	20	18	20	20	19,5	97,5	5	97,37	6,88

Où

M.M. mortalité moyenne

%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne

%M.C pourcentage de mortalité corrigée

d) Le Thym

Tableau 4 : efficacité de l'H.E de Thym par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
2.5	5,52	24	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		48	0	1	1	1	0,75	3,75	2,5	1,28	2,76
		72	2	1	1	1	1,25	6,25	3,75	2,59	3,05
		96	2	1	1	2	1,5	7,5	5	2,63	3,06
		120	3	1	2	2	2	10	5	5,26	3,36
		144	3	2	3	2	2,5	12,5	5	7,89	3,52
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	6,61	24	0	1	0	1	0,5	2,5	0	2,5	2,95
		48	1	2	1	2	1,5	7,5	2,5	5,13	3,36
		72	2	4	2	3	2,75	13,75	3,75	10,38	3,72
		96	5	4	3	4	4	20	5	15,79	3,96
		120	5	6	3	4	4,5	22,5	5	18,42	4,08
		144	6	7	4	5	5,5	27,5	5	23,68	4,26
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	6,90	24	2	1	0	1	1	5	0	5	3,36
		48	4	2	2	3	2,75	13,75	2,5	11,54	2,67
		72	6	3	4	4	4,25	21,25	3,75	18,18	4,04
		96	9	5	6	7	6,75	33,75	5	30,26	4,48
		120	10	8	8	10	9	45	5	42,11	4,8
		144	12	10	9	13	11	55	5	52,63	5,05
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	7,60	24	4	2	7	3	4	20	0	20	4,16
		48	6	4	10	8	7	35	2,5	33,33	4,56
		72	13	9	13	13	12	60	3,75	58,44	5,2
		96	17	13	15	14	14,75	73,75	5	72,37	5,58
		120	17	20	16	16	17,25	86,25	5	85,53	6,04
		144	19	20	18	16	18,25	91,25	5	90,79	6,28

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

e) Clou de Girofle

Tableau 5 : efficacité de l'H.E de Clou de girofle par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Logdose	Temps/h	Répétitions/population traitée								Probits
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	
2.5	5,52	24	3	3	2	3	2,75	13,75	0	13,75	3,87
		48	3	4	4	3	3,5	17,5	2,5	15,38	3,96
		72	4	4	5	5	4,5	22,5	3,75	19,48	4,12
		96	5	5	6	7	5,75	28,75	5	25,00	4,33
		120	7	8	8	9	8	40	5	36,84	4,64
		144	9	10	10	11	10	50	5	47,37	4,92
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
5	6,61	24	3	4	3	4	3,5	17,5	0	17,50	4,05
		48	5	7	5	6	5,75	28,75	2,5	26,92	4,36
		72	7	8	6	8	7,25	36,25	3,75	33,76	4,56
		96	7	10	7	8	8	40	5	36,84	4,64
		120	9	13	11	10	10,75	53,75	5	51,32	5,03
		144	11	14	12	11	12	60	5	57,89	5,18
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
10	6,90	24	4	4	4	1	3,25	16,25	0	13,75	3,87
		48	7	9	7	3	6,5	32,5	2,5	30,77	4,48
		72	9	11	10	5	8,75	43,75	3,75	41,55	4,77
		96	10	14	12	7	10,75	53,75	5	51,32	5,03
		120	12	16	13	11	13	65	5	63,16	5,33
		144	17	18	17	14	16,5	82,5	5	81,58	5,88
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
20	7,60	24	3	2	4	1	2,5	12,5	0	11,25	3,77
		48	7	5	6	6	6	30	2,5	28,21	4,42
		72	11	8	8	8	8,75	43,75	3,75	41,55	4,77
		96	13	13	11	12	12,25	61,25	5	59,21	5,23
		120	17	16	16	16	16,25	81,25	5	80,26	5,84
		144	20	20	20	20	20	100	5	100,00	8,09

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

f) Le Gingembre

Tableau 6 : efficacité de l'H.E du Gingembre par contact sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	Répétitions/population traitée								Probits
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	
2.5	5,52	24	2	2	3	1	2	10	0	10	3,72
		48	2	3	3	2	2,5	12,5	2,5	10,26	3,73
		72	3	3	4	4	3,5	17,5	3,75	14,28	3,92
		96	4	3	4	4	3,75	18,75	5	14,47	3,93
		120	4	5	5	5	4,75	23,75	5	19,74	4,12
		144	6	7	6	7	6,5	32,5	5	28,95	4,42
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
5	6,61	24	3	2	3	1	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		48	5	5	4	4	4,5	22,5	2,5	20,51	4,16
		72	6	6	6	6	6	30	3,75	27,27	4,39
		96	8	7	7	8	7,5	37,5	5	34,21	4,59
		120	11	9	8	11	9,75	48,75	5	46,05	4,9
		144	11	10	9	11	10,25	51,25	5	48,68	4,95
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
10	6,90	24	3	4	3	1	2,75	13,75	0	13,75	3,87
		48	4	5	7	3	4,75	23,75	2,5	21,79	4,19
		72	6	9	5	6	6,5	32,5	3,75	28,75	4,42
		96	9	11	7	8	8,75	43,75	5	40,79	4,75
		120	11	12	8	9	10	50	5	47,37	4,92
		144	12	13	9	13	11,75	58,75	5	56,58	5,15
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
20	7,60	24	2	3	1	3	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		48	6	5	4	5	5	25	2,5	23,08	4,26
		72	8	8	8	6	7,5	37,5	3,75	35,06	4,61
		96	10	11	13	8	10,5	52,5	5	50,00	5
		120	13	17	13	16	14,75	73,75	5	72,37	5,58
		144	15	19	17	16	16,75	83,75	5	82,89	5,92

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion

a) Romarin

Tableau 7 : efficacité de l'H.E du Romarin par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Logdose	Temps/h	Répétitions/population traitée								
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probits
2.5	5,52	24	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		48	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		72	1	0	1	0	0,5	2,5	0	2,50	2,95
		96	2	0	1	0	0,75	3,75	0	3,75	3,12
		120	2	1	1	0	1	5	1.25	3.79	3,14
		144	2	1	1	0	1	5	1.25	3.79	3,14
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probits
5	6,61	24	0	1	2	3	1,5	7,5	0	7,5	3,52
		48	0	1	2	3	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	0	1	2	3	1,5	7,5	0	7,5	3,52
		96	0	2	2	3	1,75	8,75	0	8,75	3,68
		120	0	2	2	3	1,75	8,75	1.25	8.86	3,7
		144	0	2	2	3	1,75	8,75	1.25	8.86	3,70
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probits
10	6,90	24	3	6	5	0	3,5	17,5	0	17,5	4,05
		48	3	6	6	1	4	20	0	20,00	4,16
		72	4	7	6	3	5	25	0	25,00	4,33
		96	5	7	7	5	6	30	0	30,00	4,48
		120	5	7	7	5	6	30	1.25	29.11	4,45
		144	5	7	8	6	6,5	32,5	1.25	31.64	4,5
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probits
20	7,60	24	4	3	2	0	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		48	7	4	2	3	4	20	0	20,00	4,16
		72	9	6	4	5	6	30	0	30,00	4,48
		96	10	6	5	8	7,25	36,25	0	36,25	4,64
		120	11	8	7	10	9	45	1.25	44.30	4,85
		144	12	9	8	11	10	50	1.25	49.36	4,97

Où

M.M. mortalité moyenne

%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne

%M.C pourcentage de mortalité corrigée

b) Menthe verte

Tableau 8 : efficacité de l'H.E de la Menthe verte par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	Répétitions/population traitée								Probit
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	
2.5	5,52	24	0	0	0	0	0	0	0	0	.
		48	0	0	0	0	0	0	0	0,00	.
		72	1	0	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		96	1	0	0	1	0,5	2,5	0	2,50	2,95
		120	1	0	0	1	0,5	2,5	1.25	1.26	2,76
		144	1	0	0	1	0,5	2,5	1.25	1.26	2,76
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	6,61	24	0	2	1	0	0,75	3,75	0	3,75	3,12
		48	0	2	1	0	0,75	3,75	0	3,75	3,12
		72	1	2	2	0	1,25	6,25	0	6,25	3,46
		96	1	2	2	0	1,25	6,25	0	6,25	3,46
		120	1	2	2	1	1,5	7,5	1.25	6.32	3,47
		144	2	2	2	1	1,75	8,75	1.25	7.59	3,56
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	6,90	24	0	1	2	1	1	5	0	5	3,36
		48	1	1	2	2	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	2	3	4	2	2,75	13,75	0	13,75	3,87
		96	2	3	5	2	3	15	0	15,00	3,96
		120	4	3	5	2	3,5	17,5	1.25	16,45	4,01
		144	5	3	6	3	4,25	21,25	1.25	20,25	4,16
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	7,60	24	7	5	9	8	7,25	36,25	0	36,25	4,64
		48	10	9	13	10	10,5	52,5	0	52,50	5,05
		72	13	11	16	12	13	65	0	65,00	5,39
		96	15	13	19	13	15	75	0	75,00	5,67
		120	16	15	20	14	16,25	81,25	1.25	81,01	5,88
		144	17	18	20	16	17,75	88,75	1.25	88,60	6,18

Où

M.M. mortalité moyenne

%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne

%M.C pourcentage de mortalité corrigée

c) *Eucalyptus globulus*

Tableau 9 : efficacité de l'H.E d'*E. globulus* par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µL /ml	Logdose	Temps/h	R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
2.5	0,91	24	1	0	1	2	1	5	0	5	3,36
		48	1	2	2	2	1,75	8,75	0	8,75	3,59
		72	1	4	3	5	3,25	16,25	0	16,25	4,01
		96	2	5	3	5	3,75	18,75	0	18,75	4,08
		120	3	5	4	6	4,5	22,5	1.25	21,51	4,19
		144	3	5	6	7	5,25	26,25	1.25	25,31	4,33
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	1,6	24	0	1	1	0	0,5	2,5	0	2,5	2,95
		48	1	3	2	1	1,75	8,75	0	8,75	3,59
		72	5	4	4	2	3,75	18,75	0	18,75	4,08
		96	7	5	7	4	5,75	28,75	0	28,75	4,42
		120	9	7	8	6	7,5	37,5	1.25	36,7	4,64
		144	10	7	9	7	8,25	41,25	1.25	40,5	4,75
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	2,5	24	0	0	0	1	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		48	1	2	1	2	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	2	4	3	2	2,75	13,75	0	13,75	3,87
		96	5	6	7	5	5,75	28,75	0	28,75	4,42
		120	10	8	11	8	9,25	46,25	1.25	45,55	4,87
		144	10	11	12	9	10,5	52,5	1.25	51,59	5,03
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	2,9	24	1	0	2	4	1,75	8,75	0	8,75	3,59
		48	3	2	4	6	3,75	18,75	0	18,75	4,08
		72	4	4	8	9	6,25	31,25	0	31,25	4,5
		96	9	9	11	12	10,25	51,25	0	51,25	5,03
		120	12	12	12	13	12,25	61,25	1.25	60,75	5,25
		144	14	12	13	14	13,25	66,25	1.25	65,82	5,39

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

d) Thym

Tableau 10 : efficacité de l'H.E du Thym par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Logdose	Temps/h	R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
2.5	0,91	24	0	0	0	0	0	0	0	0	.
		48	0	0	0	0	0	0	0	0,00	.
		72	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		96	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		120	0	0	1	0	0,25	1,25	1.25	0,00	.
		144	1	0	1	0	0,5	2,5	1.25	1,26	2,75
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
5	1,6	24	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		48	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75
		72	0	1	2	1	1	5	0	5,00	3,36
		96	0	1	2	1	1	5	0	5,00	3,36
		120	0	1	2	1	1	5	1.25	3,79	3,13
		144	0	1	2	1	1	5	1.25	3,79	3,13
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
10	2,5	24	0	0	1	2	0,75	3,75	0	3,75	3,12
		48	1	1	2	2	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	1	1	2	3	1,75	8,75	0	8,75	3,59
		96	1	1	3	3	2	10	0	10,00	3,72
		120	2	1	3	4	2,5	12,5	1.25	11,39	3,77
		144	2	1	3	5	2,75	13,75	1.25	12,65	3,85
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probit
20	2,9	24	1	2	4	1	2	10	0	10	3,72
		48	3	3	5	2	3,25	16,25	0	16,25	4,01
		72	3	5	7	4	4,75	23,75	0	23,75	4,26
		96	4	5	9	5	5,75	28,75	0	28,75	4,42
		120	6	6	10	7	7,25	36,25	1.25	35,44	4,61
		144	8	7	10	9	8,5	42,5	1.25	41,77	4,77

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

e) Le Gingembre

Tableau 11 : efficacité de l'H.E du Gingembre par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Log dose	Temps/h	Répétitions/population traitée								
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C	Probits
2.5	0,91	24	2	1	1	1	1,25	6,25	0	6,25	3,46
		48	2	2	2	2	2	10	0	10,00	3,72
		72	2	2	3	2	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		96	2	2	3	2	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		120	2	2	3	2	2,25	11,25	1.25	10,12	3,73
		144	2	2	4	3	2,75	13,75	1.25	12,65	3,85
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
5	1,6	24	0	1	1	0	0,5	2,5	0	2,50	2,95
		48	1	2	2	1	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	1	2	3	2	2	10	0	10,00	3,72
		96	2	3	3	2	2,5	12,5	0	12,50	3,84
		120	2	3	3	3	2,75	13,75	1.25	12,65	3,85
		144	2	3	4	3	3	15	1.25	13,92	3,87
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
10	2,5	24	1	1	1	1	1	5	0	13,75	3,87
		48	1	2	1	2	1,5	7,5	0	7,50	3,52
		72	2	2	2	2	2	10	0	10,00	3,72
		96	2	2	2	3	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		120	3	3	2	3	2,75	13,75	1.25	12,65	3,82
		144	4	4	3	3	3,5	17,5	1.25	16,45	4,01
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits
20	2,9	24	2	1	2	4	2,25	11,25	0	11,25	3,77
		48	3	2	3	6	3,5	17,5	0	17,50	4,05
		72	4	4	4	6	4,5	22,5	0	35,06	4,61
		96	4	5	4	7	5	25	0	25,00	4,33
		120	12	5	6	8	7,75	38,75	1.25	37,97	4,67
		144	14	9	8	11	10,5	52,5	1.25	51,89	5,03

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

f) Le Clou de girofle

Tableau 12 : efficacité de l'H.E de Clou de Girofle par ingestion sur *S.oryzae*

Dose µl/ml	Logdose	Temps/h	Répétitions/population traitée								Probits	
			R1	R2	R3	R4	M.M.	%M.M.	%M.T	%M.C		
2.5	0,91	24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	.
		48	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75	
		72	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75	
		96	0	0	1	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75	
		120	0	0	1	0	0,25	1,25	1,25	0,00	.	
		144	1	0	1	0	0,5	2,5	1,25	1,26	2,76	
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits	
5	1,6	24	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75	
		48	0	1	0	0	0,25	1,25	0	1,25	2,75	
		72	0	1	1	1	0,75	3,75	0	3,75	3,12	
		96	0	1	2	1	1	5	0	5,00	3,36	
		120	0	2	2	1	1,25	6,25	1,25	5,06	3,36	
		144	0	2	2	1	1,25	6,25	1,25	5,06	3,36	
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits	
10	2,5	24	0	0	1	2	0,75	3,75	0	13,75	3,12	
		48	1	1	2	2	1,5	7,5	0	7,50	3,52	
		72	1	1	2	3	1,75	8,75	0	8,75	3,59	
		96	1	1	3	5	2,5	12,5	0	12,50	3,82	
		120	2	2	4	5	3,25	16,25	1,25	15,18	3,96	
		144	2	2	4	5	3,25	16,25	1,25	15,18	3,96	
			R1	R2	R3	R4	M.M.	% M.M.	% M.T	% M.C	Probits	
20	2,9	24	1	2	4	2	2,25	11,25	0	11,25	3,77	
		48	3	3	5	3	3,5	17,5	0	17,50	4,05	
		72	4	5	7	4	5	25	0	25,00	4,33	
		96	4	7	9	5	6,25	31,25	0	31,25	4,5	
		120	6	6	10	7	7,25	36,25	1,25	35,44	4,61	
		144	6	9	10	11	9	45	1,25	44,30	4,85	

Où

M.M. mortalité moyenne
%M.T pourcentage de mortalité té

%M.M pourcentage de mortalité moyenne
%M.C pourcentage de mortalité corrigée

Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par inhalation

Tableau 13 : évaluation de l'effet choc des huiles essentielles sur *S.oryzae*

Dose utilisée	Temps (Min)	Log Temps	Romarin	Menthe verte	<i>E. globulus</i>	Thym	Gingembre	Clou de Girofle
			% M.C	% M.C	% M.C	% M.C	% M.C	% M.C
0,24 µl / Cm ³	60	8,7	2,5	17,5	12,5	21,25	12,5	18,75
	120	9,4	6,41	33,33	17,95	50	25,64	37,18
	180	9,8	17,95	39,74	28,21	75,64	38,46	48,72
	240	10,08	23,08	52,56	44,87	79,49	53,85	62,82
	300	10,3	35,06	55,84	49,35	88,31	68,83	84,42
	360	10,5	52,63	71,05	56,58	89,47	86,84	98,68
	1440	11,87	97,33	93,33	68	100	98,67	100

Mise au point d'une formulation et étude de son activité insecticide sur *Sitophilus oryzae* (L.)

► Efficacité insecticide des formulations poudreuses

Tableau 14: efficacité insecticide des formulations poudreuses

Produits	Durée de traitement	Répétitions			MM	%M
		R1	R2	R3		
Bentonite Naturelle	5	8	10	5	7,67±0.52	25,56
	10	9	5	4	6,00±0.54	20,00
	15	10	6	12	9,33±0.63	31,11
	20	3	5	4	4,00 ±0.20	13,33
	25	0	4	3	2,33±0.43	7,78
	30	0	0	2	0,67±0.23	2,22
Bentonite activée aromatisée	5	30	30	30		100
Bentonite non activée aromatisée	5	30	30	30		100

► **Effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1**

Tableau 15 : effet des formulations poudreuses sur l'émergence de la F1

	Pourcentage de réduction des adultes IR											
	27 Jours après traitement				29 Jours après traitement				30 Jours après traitement			
	R1	R2	R3	% IR	R1	R2	R3	% IR	R1	R2	R3	% IR
Bentonite naturelle	27	29	17	66,66	40	37	32	50,67	0	0	0	0
Bentonite activée aromatisée	12	25	15	76,47	25	29	27	63,34	0	0	0	0
Bentonite non activée aromatisée	23	28	13	71,04	31	38	35	52,94	0	0	0	0
blé non traité (témoin)	96	80	45	-	26	17	53	-	0	3	3	-

► **Etude de la rémanence des formulations poudreuses**

● **Bentonite activée aromatisée**

Tableau 16 : Etude de la rémanence de la formulation à base de bentonite activée aromatisée

Durée de traitement en jour	Répétitions			Mortalité moyenne	%Mortalité
	R1	R2	R3		
5	30	30	30	30,00±0.00	100,00
10	30	30	30	30,00±0.00	100,00
15	26	29	29	28,00±0.35	93,33
20	24	30	28	27,33±0.63	91,11
25	23	25	24	24,00±20	80,00
30	26	28	23	25,67±0.52	85,56
35	23	25	23	23,67±0.23	78,89
40	21	23	21	21,67±0.23	72,22
45	19	19	20	19,33±0.12	64,44
50	18	16	16	16,67±0.23	55,56
55	15	17	13	15,00±0.41	50,00
60	12	13	11	12,00±0.23	40,00
65	8	8	7	7,67±0.12	25,56
70	5	3	4	4,00±0.20	13,33

● **Bentonite non activée aromatisée**

Tableau 17: Etude de la rémanence de la formulation à base de bentonite non activée aromatisée

Durée de Traitement en jour	Répétitions			Mortalité moyenne	%M
	R1	R2	R3		
5	30	30	30	30,00±0.00	100,00
10	28	30	29	29,00±0.21	96,67
15	25	26	24	25,00±0.21	83,33
20	22	21	20	21,00±0.21	70,00
25	18	19	18	18,33±0.12	61,11
30	16	15	15	15,33±0.12	51,11
35	14	12	12	12,67±0.24	42,22
40	10	9	7	8,67±0.32	28,89
45	6	6	4	5,33±0.24	17,78
50	4	5	6	5,00±0.21	16,67
55	2	3	4	3,00±0.21	10,00
60	1	1	0	0,67±0.12	2,22
65	0	0	0	0,00±0.00	0,00
70	0	0	0	0.00 ±0.00	0,00

● **Bentonite naturelle**

Tableau 18 : Etude de la rémanence de la formulation à base de bentonite naturelle

Durée de traitement en jour	Répétitions			Mortalité	%Mortalité
	R1	R2	R3	moyenne	
5	10	8	15	11,00±0.75	36,67
10	9	16	16	13,67±0.84	45,56
15	18	11	9	12,67±0.98	42,22
20	15	10	19	14,67±0.93	48,89
25	16	11	15	14,00±0.55	46,67
30	14	15	19	16,00±0.55	53,33
35	13	17	13	14,33±0.48	47,78
40	11	16	8	11,67±0.84	38,89
45	14	12	15	13,67±0.32	45,56
50	16	12	11	13,00±0.55	43,33
55	10	15	13	12,67±0.55	42,22
60	12	13	11	12,00±0.21	40,00
65	9	15	9	11,00±0.71	36,67
70	10	15	11	12,00±0.54	40,00

Résumé

Notre travail propose d'étudier les propriétés insecticides des huiles essentielles de six plantes : *Rosmarinus officinalis*, *Thymus vulgaris*, *Mentha viridis*, *Eucalyptus globulus*, *Syzygium aromaticum* et *Zingiber officinale*, sur un ravageur redoutable très répandu dans nos stocks : *Sitophilus oryzae* L., et de mettre au point une formulation à base de l'huile essentielle qui donnera les meilleurs résultats. La méthodologie utilisée dans les différents bioessais repose sur l'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur, l'étude de leur composition chimique par GC/MS et l'évaluation de leur activité insecticide par différents modes d'action (inhalation, contact et ingestion). L'étude de la composition chimique des huiles essentielles sélectionnées par GC/MS a permis de dégager le chémotype de chacune d'elle. Les bioessais dans les conditions de laboratoire ($25^{\circ}\text{C}\pm 2$ et $75\% \text{HR}\pm 5$), ont montré que les modes d'action inhalation et contact donnent des résultats hautement significatifs que l'ingestion. Deux formulations poudreuses ont été préparées, le support choisi était la bentonite activée par l'acide sulfurique et la bentonite non activée, aromatisées avec l'huile essentielle du Clou de Girofle. Des tests sur leur effet adulticide et sur l'apparition de la descendance de la F1 de *S.oryzae* ainsi que leur rémanence ont été réalisés dans les conditions de laboratoire ($25^{\circ}\text{C}\pm 2$ et $75\% \text{HR}\pm 5$), un traitement à base de bentonite naturelle brute a été également réalisé dans les mêmes conditions. Les résultats obtenus ont montré que les deux formulations ont eu un grand pouvoir insecticide sur *S. oryzae*. La descendance de la génération F1 a été significativement réduite par les trois formes de bentonite. La rémanence de la bentonite activée aromatisée a été estimée à 55 jours, alors que pour la bentonite non activée aromatisée, son activité insecticide avait duré 30 jours. La bentonite naturelle brute a gardé son pouvoir insecticide 70 jours malgré son taux inférieur de mortalité enregistré. Il en ressort que l'activation par acide de la bentonite a augmenté son pouvoir adsorbant à l'huile essentielle du Clou de girofle, ce qui a amélioré significativement la rémanence de cette dernière.

Mots clés : *huile essentielle, bentonite, formulation, efficacité insecticide, Sitophilus oryzae.*

Abstract

Our work proposes to study the insecticidal properties of the essential oils of six plants: *Rosmarinus officinalis*, *Thymus vulgaris*, *Mentha viridis*, *Eucalyptus globulus*, *Syzygium aromaticum* and *Zingiber officinale*, on a very widespread pest in our stocks: *Sitophilus oryzae* L., and to develop a formulation based on the essential oil that will give the best results. The methodology used in the various bioassays is based on the extraction of essential oils by steam training, the study of their chemical composition by GC / MS and the evaluation of their insecticidal activity by different modes of action (inhalation, contact and ingestion). The study of the chemical composition of the essential oils selected by GC / MS revealed the chemotype of each one of them. Bioassays in laboratory conditions ($25^{\circ} \text{C} \pm 2$ and $75\% \text{RH} \pm 5$), showed that the modes of action inhalation and contact give high significant results than ingestion. Two powder formulations were prepared, the support chosen was the bentonite clay activated with sulfuric acid, and an unactivated bentonite, aromatized with Clove's essential oil. Tests on their adulticidal effect and on the progeny F1 production of *S. oryzae*, and their persistence were carried out under laboratory conditions ($25^{\circ} \text{C} \pm 2$ and $75\% \text{RH} \pm 5$), a treatment with natural bentonite was also carried out under the same conditions. The results obtained showed that both formulations had a high insecticidal power on *S. oryzae*. The progeny F1 production were significantly reduced by the three forms of bentonite. The persistence of the aromatized activated bentonite was estimated to be 55 days, whereas, for the aromatized and non-activated bentonite, its insecticidal activity had persisted 30 days. Natural bentonite kept its insecticidal power for 70 days despite its lower mortality rate recorded. These results allow us to assert that acid activation of the bentonite increased its capacity to adsorb the essential oil so that, the persistence of the latter, becomes better.

Word key: *Essential oil, bentonite, formulation, insecticidal properties, Sitophilus oryzae.*

ملخص

يقترح عملنا دراسة خصائص الزيوت الأساسية لست (6) نباتات لقتل الحشرة *S.oryzae* وهي: الإكليل *Rosmarinis officinalis*, الزعتر *Thymus vulgaris*, النعناع *Mentha viridis*, الكافور *Eucalyptus globulus*, القرنفل *Syzygium aromaticum*, الزنجبيل *Zingiber officinale* وتحضير مسحوق حشري يحتوي على الزيوت الأساسية الأكثر فعالية. المنهجية المتبعة في ذلك تعتمد على التقطير البخار للزيوت الأساسية و دراسة تركيبها الكيميائية بواسطة جهاز GC/MS و تقييم نشاطها كمبيد حشري عبر الاستنشاق و الاتصال و البلع وقد سمحت دراسة الزيوت الأساسية ب: GC/MS تحديد النوع الكيميائي لكل واحدة منها. لقد بينت التجارب المخبرية (بظروف 25°م ± 2 و 75% ± 5 من الرطوبة) أن كفاءة الزيوت الأساسية في قتل *S.oryzae* بالاستنشاق و الاتصال جد عالية مقارنة بالبلع . و قد تم تحضير مسحوق حشري باستعمال طين البنتونيت المنشط بواسطة حمض الكبريتيك (H2SO4) و غير المنشط كدعم مثبط للمادة الفعالة ألا و هي الزيت الأساسية للقرنفل , كما استعمل هذا الطين على هيئته الطبيعية. تمت دراسة فعالية هذا المسحوق الحشري في المختبر (في ظروف 25°م ± 2 و 75% ± 2 من الرطوبة) على الأطوار البالغة ل *S.oryzae* و على خروج الأطوار اليافعة من الجيل الأول (F1) و مدة فعاليته. بينت النتائج أن طين البنتونيت المنشط و المعطر و البنتونيت غير المنشط و المعطر, لهما فعالية كبيرة في قتل الأطوار البالغة ل *S.oryzae*. أما عن خروج الأطوار اليافعة من الجيل الأول F1 فقد لوحظ تراجعاً كبيراً في ذلك بعد مرور 27 يوماً. فيما يخص مدة الفعالية , فقد تبين أن المسحوق الحشري الذي يحتوي على البنتونيت المنشط و المعطر أبقى على فعاليته في القضاء على الأطوار البالغة ل *S.oryzae* مدة 55 يوماً. أما بالنسبة الى البنتونيت غير المنشط و المعطر فقد دامت مدة فعاليته 30 يوماً. البنتونيت الطبيعي حافظ على فعاليته لمدة 70 يوماً رغم ضعف نسبة الوفيات المسجلة. الاستنتاج المستنبط من هذه التجارب أن تنشيط طين البنتونيت بحمض الكبريتيك ساهم في تمديد فعالية الزيت الأساسية للقرنفل و ذلك بتنشيطها عليه.

الكلمات المفتاح: الزيت الاساسي , طين البنتونيت , تحضير مسحوق حشري , الفعالية ضد الحشرات, *Sitophilus oryzae*