

**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE-ELHARRACH**  
Thèse en vue de l'obtention du diplôme de Magister en sciences agronomiques  
Département du Zoologie agricole  
École doctorale : Biologie et Écologie en Zoologie Agro- Forestière

***Composition chimique et activité  
insecticide de trois extraits végétaux  
à l'égard de *Sitophilus oryzae* (L.)  
(Coleoptera: Curculionidae).***

Présenté par:

**Mme DERRADJI-HEFFAF Fatiha**

Directeur de thèse: Mme. MOUHOUCHE F. Professeur (E.N.S.A)  
07-07-2013

Soutenue devant le jury composé de Président : Mr DOUMANDJI S. Professeur (E.N.S.A)  
Examineurs Mme. DOUMANDJI - MITICHE B. Professeur (E.N.S.A) Mr HAZZIT M. Maître de  
conférence (E.N.S.A) Mr HAMMACHE M. Maître de conférence (E.N.S.A)



# Table des matières

Dédicace . . .	5
Remerciements . . .	6
Résumé . . .	7
ص غلجلا . . .	8
Abstract . . .	9
LISTES DES ABREVIATIONS . . .	10
Introduction . . .	11
Chapitre-I- Partie bibliographique . . .	12
I-1- Étude bioécologique du charançon du riz . . .	12
I-1-1- Caractères généraux des Curculionidés . . .	12
I-1-2- Position systématique de <i>Sitophilus oryzae</i> L. . . .	12
I-1-3- Origine et répartition géographique . . .	13
I-1-4- Régime alimentaire et dégâts causés par <i>S.oryzae</i> . . .	13
I-1-5- Description des états de développement et biologie de <i>Sitophilus oryzae</i> . . .	14
I-1-6- Distinction des sexes . . .	15
I-1-7- Ennemis naturels . . .	16
I-1-8- les moyens de lutte . . .	16
I-2- Description des plantes étudiées . . .	17
I-2-1- <i>Artemisia campestris</i> . . .	18
I-2-2- <i>Teucrium polium</i> sp <i>polium</i> . . .	19
I-2-3- <i>Thymus algeriensis</i> . . .	20
I-3- Les substances actives: les huiles essentielles et les composés phénoliques . . .	22
I-3-1- Les huiles essentielles . . .	22
I-3-2- Les composés phénoliques . . .	26
I-3-3- Les flavonoïdes . . .	28
Chapitre-II- Matériels et méthodes . . .	30
II-1- Objectifs . . .	30
II-2- Choix de matériel biologique . . .	31
II-2-1- Matériel végétal . . .	31
II-2-2- Matériel animal . . .	31
II-3- Etude des caractéristiques anatomiques des sites de production des HEde trois plantes étudiées . . .	32
II-4- Extraction des huiles essentielles . . .	33
II-4-1- Hydrodistillation avec l'appareil de Clevenger . . .	33
II-4-2- Extraction par micro-onde sous vide . . .	34
II-4-3- Rendement de l'extraction . . .	35
II-5- Préparation des extraits alcoolique . . .	35
II-6- Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles sur <i>Sitophilus oryzae</i> L. . .	36
II-6-1- Evaluation de la toxicité des huiles par effet contact . . .	36

II-6-2- Evaluation de la toxicité des huiles par effet inhalation . . .	38
II-7- Evaluation de l'action insecticide des extraits éthanolique sur <i>Sitophilus oryzae</i> . ..	39
II-7-1- Test du contact . . .	39
II-7-2- Traitement des graines: . . .	40
II-8- Analyse chimique par CPG et GC/MS . . .	42
II-8-1- Analyse qualitative par chromatographie en phase gazeuse (CPG) . . .	42
II-8-2- Analyse des huiles essentielles par GC/MS . . .	43
II-9- Dosages des composés phénoliques des extraits obtenus . . .	43
II-9-1- Dosages des phénols totaux . . .	43
II-9-2- Dosages des flavonoïdes . . .	44
II-10- Expressions des résultats . . .	45
II-10-1- Calcul de la mortalité . . .	45
II-10-2- Calcul des doses et temps létaux . . .	45
II-10-3- Identification des constituants des huiles essentielles . . .	45
II-10-4- Analyse statistique: . . .	46
CHAPITRE-III- RESULTATS ET DISCUSSION . . .	47
III-1- Caractéristiques anatomiques des sites de production des HE de trois plantes étudiées . . .	47
III-2- Rendements des extractions : . . .	48
III-2-1- Cas de l'armoise rouge . . .	48
III-2-2- Cas de thym d'Algérie . . .	49
III-2-3- Cas de la germandrée tomenteuse . . .	50
III-3- Analyse chimique des huiles essentielles des trois plantes . . .	51
III-3-1- Identification des constituants de l'huile essentielle de <i>Thymus algeriensis</i> . . .	51
III-3-2- Identification des constituants de l'huile essentielle de l'armoise rouge ( <i>Artemisia campestris</i> ) . . .	54
III-3-3- Identification des constituants de l'huile essentielle de <i>Teucrium polium</i> . . .	57
III-4- Composition chimique des extraits éthanoliques . . .	60
III-4-1- Phénols totaux . . .	61
III-4-2- Flavonoïdes . . .	62
III-5- Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles . . .	63
III-5-1- Evaluation de l'effet contact . . .	63
III-5-2- Evaluation de l'effet inhalation: . . .	68
III-6- Evaluation de l'activité insecticide des extraits éthanoliques . . .	71
III-6-1- Le test du contact . . .	71
III-6-2- Traitement des graines . . .	74
III-6-3- Comparaison entre l'effet des trois extraits éthanoliques . . .	75
III-6-4- Discussion des résultats . . .	75
CONCLUSION GENERALE . . .	77
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES . . .	79
ANNEXE . . .	90

## Dédicace

*A la mémoire de ma Kheira A mes parents A mon mari A mes adorables filles A mes frères et mes sœurs A toute ma famille A la famille DERRADJI A mes amies*

## **Remerciements**

*Mes* remerciements les plus vifs s'adressent à mon directeur de thèse Mme **MOUHOUCHE F**, Professeur au département de Zoologie agricole, qui m'a accordé l'honneur de diriger ce travail, sa précieuse aide, ses encouragements, ses conseils et remarques pertinentes et sa disponibilité.

*Mes* remerciements s'adressent également à **M DOUMANDJI S.A**, Professeur au département de Zoologie agricole, d'avoir accepté la présidence du jury de cette thèse, ainsi que pour ses encouragements tous au long de la réalisation de ce travail, qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

*J'exprime* également ma reconnaissance à **Mme DOUMANDJI-MITICHE B**, Professeur au département de Zoologie agricole, d'avoir bien voulu accepter de faire partie de mon Jury et pour ses encouragements.

*J'exprime* ma profonde gratitude à **M. HAZZIT M**, Maître de conférences au niveau de département de technologie alimentaire pour ses précieux conseils qui ont été pour moi un solide repère et réconfort dans tous les moments et d'avoir accepté de participer à ce jury.

*A M. HAMMACHE*, Maître de conférences au département de Zoologie agricole, qu'il veuille accepter mes sincères remerciements pour avoir bien voulu juger ce travail.

*Mes* remerciements vont également à **M. BENKACI**, Maître de conférence au niveau de département de chimie (USTHB), pour son aide de m'avoir permis d'intégrer le laboratoire de la chimie organique pour réaliser les analyses GC-MS, pour sa disponibilité et son aide dans l'interprétation des spectres.

*J'adresse* mes sincères remerciements à **M. BENCHAAABANE A**, Maître de conférence à l'ENSA (Département Technologie alimentaire), de m'avoir autorisé au niveau de laboratoire de son département.

*J'exprime* également ma reconnaissance à **Mme BENHACIR Fatima** (Technicienne au département de Botanique), pour son aide précieux dans la réalisation des coupes anatomiques.

*Mes* vifs remerciements vont également à mon mari et mon père, pour leurs aides et leurs encouragements qui m'ont permis de passer jusqu'à présent tous les obstacles.

*Mes* remerciements vont également à l'adresse de toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

---

## Résumé

Les huiles essentielles extraites par hydrodistillation de trois plantes aromatiques Algériennes, *Artemisia campestris* (Astéracées), *Thymus algeriensis* (Lamiacées) et *Teucrium polium* (Lamiacées), ont été testées pour évaluer leur activité insecticide par effet contact et inhalation à différentes doses sur les adultes de *Sitophilus oryzae*. L'huile extraite de l'armoise rouge est la plus toxique avec une  $DL_{50} = 0.71 \mu\text{l/ml}$  et  $DL_{90} = 2.12 \mu\text{l/ml}$ . L'analyse chimique de cette plante par GC/MS révèle sa richesse en #-phellandrene (15.88%), #- pinene (8.36 %), #-pinene (11.42 %) et Limonene (4.01 %) qui sont connus par leurs propriétés insecticides.

Les extraits éthanoliques des trois plantes choisies, ont été aussi testés par effet contact sur les adultes de *Sitophilus oryzae*. L'extrait de l'armoise rouge s'est montré le plus efficace avec une  $DL_{50} = 0.078 \text{ mg/cm}^2$  et  $DL_{90} = 0.5 \text{ mg/cm}^2$ . Le traitement des grains de blé avec les extraits des trois plantes testées a provoqué une diminution des émergences par rapport au témoin; 66,9% pour le thym d'Algérie, 69,66% pour l'armoise rouge et 95% pour la germandrée tomenteuse. Ces trois plantes possèdent des teneurs élevées en phénols totaux et spécifiquement en flavonoïdes. Cette diminution de la nouvelle génération est peut être due à l'activité antiappétante de ces extraits vis-à-vis *Sitophilus oryzae*.

Mots clé: *Sitophilus oryzae*- *Artemisia campestris*- *Thymus algeriensis*- *Teucrium polium*- huile essentielle- extraits alcooliques- activité insecticide

## ص خل مل ا

الزيوت الطيارة المستخرجة عن طريق التقطير بالبخار من ثلاث نباتات عطرية جزائرية، *Artemisia campestris*، *Thymus algeriensis* (العائلة الشفوية) و *Teucrium polium* (العائلة الشفوية). تم اختبارها عن طريق تأثير اللمس وتأثير الاستنشاق بجرعات مختلفة على حشرة سوسة الأرز (*Sitophilus oryzae*). الزيوت الطيارة المستخرجة من نبتة التقند هي الأكثر سمية بناءً على التركيز النصف المميت (DL50)=0.71 مل/مك و التركيز المميت (DL90)=2.12 مل/مك. كتف التحليل الكيميائي لهذا النبات بواسطة GC / MS المكونات الأساسية التالية:  $\alpha$ -phellandrene (15.88%)،  $\beta$ -pinene (8.36%)،  $\alpha$ -pinene (11.42%) و Limonene (4.01%) هذه المكونات جربت فعاليتها في قتل الحشرات المستخلصات الكحولية من النباتات الثلاثة المختارة تم اختبارها أيضا بتأثير اللمس على سوسة الأرز *Sitophilus oryzae* مستخلص التقند هو من قدم أكثر فعالية من الجرثيل بتركيز نصف مميت (DL50) = 0.078 مل/مك و التركيز المميت (DL90) = 0.5 مل/مك. علاج القمح بمستخلصات النبات أظهر فعالية في إنقاص الجيل الجديد بالنسبة إلى الاختبار الشاهد: 66.9% لنبتة الجرثيل، 69.66% لتقند و 95% للجمعيد. هذه النباتات تحتوي على نسب عالية من الفينول خصوصا الفلافونيد. نقص افراد الجيل الجديد ربما تكون بسبب خاصية تقليل شهية الأكل التي تحتوي عليها هذه المستخلصات ضد حشرة سوسة الأرز (*Sitophilus oryzae*).

الكلمات المفتاح

*Sitophilus oryzae*-*Artemisia campestris*-*Thymus algeriensis*-*Teucrium polium*  
الزيوت الطيارة- المستخلصات الكحولية- فاطية قتل الحشرات.



---

## Abstract

Essential oils extracted by hydrodistillation of three Algerian aromatic plants, *Artemisia campestris* (Asteraceae), *Thymus algeriensis* (Lamiaceae) and *Teucrium polium* (Lamiaceae) were tested to evaluate their insecticidal activity by contact and fumigant toxicity at different doses against adult of *Sitophilus oryzae*. The essential oil extracted from *Artemisia campestris* is the most toxic with an LD50 = 0.71  $\mu\text{l}$  / ml and LD90 = 2.12  $\mu\text{l}$  / ml. The chemical compositions of this essential oil were identified by gas chromatography-mass spectroscopy and the main compound were  $\alpha$ -phellandrene (15.88%),  $\alpha$ -pinene (8.36%),  $\beta$ -pinene (11.42%) and limonene (4.01%), which are renowned by their insecticidal activity.

The éthalonic extracts of three selected plants were also tested by contact effect against adult of *Sitophilus oryzae*. The toxicity of the extract of *Artemisia campestris* was the more important with an LD50 = 0.078 mg / cm<sup>2</sup> and LD90 = 0.5 mg / cm<sup>2</sup>. The treatment of wheat grains with the extracts of the three plants decrease the number of adult emergence as compared to the control; 66.9% for *Thymus algeriensis*, 69.66 % *Artemisia campestris* and 95% to *Teucrium polium*. These plants have a high content of polyphenols and flavonoids specifically. This decrease of the new generation may be due to the antifeedant activity of these extracts against *Sitophilus oryzae*.

Keywords: *Sitophilus oryzae* -*Artemisia campestris*- *Thymus algeriensis* - *Teucrium Polium* -essential oil - alcoholic extracts- insecticidal activity.

## LISTES DES ABREVIATIONS

- Abs: absorbance
- AFNOR : Association Française de Normalisation
- CG/MS: Chromatographie couplée à la spectrométrie de masse
- CPG: Chromatographie en phase gazeuse
- DL: dose létale
- EAG: équivalence en acide gallique
- Eq.Qr: Equivalence en quercétine
- eq: équivalent
- HE: huile essentielle
- TL: Temps létaux
- µl: microlitre

---

# Introduction

Les grains de céréales constituent depuis toujours la principale ressource alimentaire de l'homme et des animaux domestiques; c'est pourquoi la connaissance des phénomènes régissant leur conservation et la maîtrise des techniques de leur stockage sont déterminantes pour la survie des millions de personnes (MULTON, 1982). D'après BENCHARIF et CHAULET (1991), les céréales et leurs dérivés représentent un élément stratégique dans le système alimentaire de point de vue économique et nutritionnel.

Le stockage, qui est un des moyens sûrs pour répondre aux besoins en semences et pour assurer la sécurité alimentaire (NDIAYE S B., 1999), pose un problème auquel une attention toute particulière doit être accordée, si l'on veut limiter les dégâts causés par les déprédateurs des denrées après récolte.

Les pertes les plus importantes sont infligées par différentes espèces de coléoptères, lépidoptères et acariens (ALZOUMA *et al.*, 1994; FLEURAT-LESSARD, 1994). Parmi les coléoptères, le charançon du riz (*Sitophilus oryzae* L.) est un ravageur primaire et il est universellement considéré comme l'un des plus dévastateurs des céréales entreposées, non seulement en raison de sa propre consommation, mais aussi parce qu'il ouvre en plus la porte à tout un ensemble de ravageurs secondaires et tertiaires (DE-GROOT, 2004). Les larves et les adultes du *Sitophilus oryzae* peuvent réduire de 30 à 50 % parfois même 75 % du poids des grains des céréales (LEPESME, 1944; BELLOA *et al.*, 2000).

Les produits stockés sont généralement protégés par l'application d'insecticides ou des fumigants. Mais la présence, dans les denrées entreposées de résidus toxiques et l'apparition de souches d'insectes résistantes à ces insecticides devient de plus en plus fréquente.

Dans la recherche de méthodes alternatives de lutte, le règne végétal offre beaucoup de possibilités. Les techniques traditionnelles et les extraits de plantes pour la protection contre les infestations multiples sont utilisées depuis des siècles (PHILOGENE *et al.*, 2008). De nombreuses études se développent actuellement pour isoler ou identifier des substances secondaires, extraites de plantes, dotées d'activité insecticide, répulsive ou antiappétante vis-à-vis des insectes.

Les recherches récentes ont montré que les extraits végétaux présentaient plusieurs propriétés leur permettent de s'inscrire dans les stratégies alternatives visant à limiter l'emploi des pesticides organiques de synthèse dans l'agriculture (REGNAULT-ROGER, 2011). Les biopesticides sont considérés comme des produits à faible répercussion écologique et ils sont entièrement biodégradables (GLITHO, 2008).

Notre travail s'inscrit dans cette optique de valorisation des ressources naturelles locales et l'évaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles et des extraits non volatils de trois plantes algériennes. Il s'agit d'*Artemisia campestris*, de la famille des Asteracées, de *Thymus algeriensis* et *Teucrium polium* de la famille des Lamiacées.

Cette expérimentation est basée sur l'utilisation des méthodes et des techniques scientifiques de laboratoire pour mettre en évidence la relation entre la composition chimique des molécules actives des extraits végétaux et leurs activités insecticides.

# Chapitre-I- Partie bibliographique

## I-1- Étude bioécologique du charançon du riz

Parmi les insectes nuisibles des stocks, le charançon du riz est considéré comme l'ennemi le plus important des grains (DE-GROOT, 2004), car il est capable de casser l'enveloppe dure des grains sains.

### I-1-1- Caractères généraux des Curculionidés

---

La famille de Curculionidé regroupe la plupart des ravageurs des plantes cultivées. Elle est la plus grande famille du règne animal, la majorité de ces espèces sont des cléthrophages (CANGARDEL, 1978), qui désigne les insectes vivant à l'intérieur des graines (LEPESME, 1944).

Selon STEFFAN (1978), la tête des curculionidés est munie par un rostre qui permet aux femelles de creuser le grain pour déposer les œufs. En milieu tropical, ils sont essentiellement représentés par les espèces *Sitophilus oryzae* (charançon du riz) et *Sitophilus zeamais* (charançon du maïs).



**Figure 1** - L'adulte de *Sitophilus oryzae* vue par un stériomicroscope G: 3×10 (Original).

### I-1-2- Position systématique de *Sitophilus oryzae* L.

---

L'insecte étudié est un petit coléoptère appartenant à la super-famille des Phytophagoidae et la famille des Curculionidés. Cette famille regroupe la sous -famille des Rhynchophorinae qui renferme le genre *Sitophilus* pour l'ensemble l'espèce de *Sitophilus oryzae*.

Plusieurs appellations ont été attribuées à cet insecte (LEPESME, 1944; KRANZ *et al.*, 1977), dont les plus importants sont : *Calandra oryzae* , *Sitophilus sasakii* avec nom commun en français: Charançon du riz et nom en anglais: Rice weevil .

### **I-1-3- Origine et répartition géographique**

---

Le charançon du riz est largement répandu dans les régions tropicales et subtropicales (STEFFAN 1963., KRANZ *et al.*, 1977., SECK, 1994), il est transporté vers les régions tempérées parmi les matières premières d'importation. Selon LEPESME (1944), *Sitophilus oryzae* est d'origine indienne et largement répandu dans le monde entier et plus particulièrement aux indes, Australie, dans le sud des États- Unis et dans la région méditerranéenne (Afrique du nord).

### **I-1-4- Régime alimentaire et dégâts causées par *S.oryzae***

---

Les charançons du riz s'alimentent et se multiplient aux dépens de nombreuses céréales : seigle, avoine, orge, blé, riz, maïs.. etc (FLEURRAT-LESSARD, 1982 ., CRUZ et TROUDE, 1988) et peut même attaquer le pois chiche et le niébé (LEPESME, 1944; EGBON et AYERTEY., 2013).

Les dégâts de *S. oryzae* sont surtout causés par les larves, qu'ils peuvent consommer la moitié ou le tiers de l'endosperme d'un grain de blé (BALACHAWSKY, 1963) et les chiffres des pertes sont effrayants, il arrive qu'il atteigne 30 à 50% (LEPESME, 1944; BEKON et FLEURAT-LESSARD, 1989).

Le charançon du riz est l'un des ravageurs primaire pour les céréales emmagasinées sur lesquelles il provoque une diminution du poids des graines, une détérioration de la qualité en favorisant le développement des champignons (KRANZ *et al.*, 1977); facilitant le développement des ravageurs secondaires (DE-GROOT, 2004).

Les dégâts causés par *S. oryzae*, *S. zeamais* et *S. granarius* sont les mêmes, mais les deux derniers préfèrent les grains de plus grandes dimensions. Il n'est pas facile aussi de les distinguer à partir de leurs caractères morphologiques. *S. granarius* est moins fréquent et il peut toutefois remonter plus au nord et on l'a trouvé en Chine jusqu'au quarante-et-huitième degré de latitude Nord (LEPESME, 1944).



Figure 2 - Dégâts causés par *Sitophilus oryzae* (L.) (Original).

## I-1-5- Description des états de développement et biologie de *Sitophilus oryzae*

---

### I-1-5-1- L'œuf

L'œuf est oblong, blanc brillant et mesure en moyenne 0.5× 0.3 mm (STEFFAN, 1963), la durée de développement embryonnaire varie avec la température: 6 jours à 28 °C, elle atteint 10 jours à 20°C et 15 jours à 16°C (LEPESME, 1944).

### I-1-5-2- La larve

La larve mesure de 2,5 à 3mm, avec une couleur blanchâtre. Elle est apode, très peu velue et tout à fait caractéristique, très épaisse avec un profil dorsal semi-circulaire et un profil ventral presque rectiligne (LEPESME, 1944). la larve de cet insecte, se développe à l'intérieur de la graine et dévore aussi bien le germe que l'albumen (DELBEL et TRAN, 1993). Après l'éclosion, la jeune larve passe par quatre stades larvaires que l'on peut identifier par la longueur de la capsule céphalique (STEFFAN, 1978) et cesse toute activité à des températures inférieures à 5°C ou supérieures à 35°C. On outre, les larves ne peuvent pas se développer dans une graine contenant moins de 9.5-10% d'eau (HR de 40%) (STEFFAN, 1963).

### I-1-5-3- La nymphe

La nymphe est morphologiquement identique à l'imago, reste repliée à l'intérieur de la graine pendant 6 à 12 jours et ces téguments brunissent à mesure qu'elle vieillit (LEPESME, 1944; STEFFAN, 1963).

### I-1-5-4- L'adulte

L'adulte mesure 2,5 à 4,5 mm, de couleur brun à brun noirâtre avec quatre taches orangées sur les élytres qui sont ponctuées et striées et il possède des ailes postérieures membraneuses qu'ils lui permettent de voler (KRANZ *et al*, 1977; FLEURAT-LESSARD, 1982). La longévité moyenne de *Sitophilus oryzae* est d'environ 4 mois à 27°C 70% d'HR.

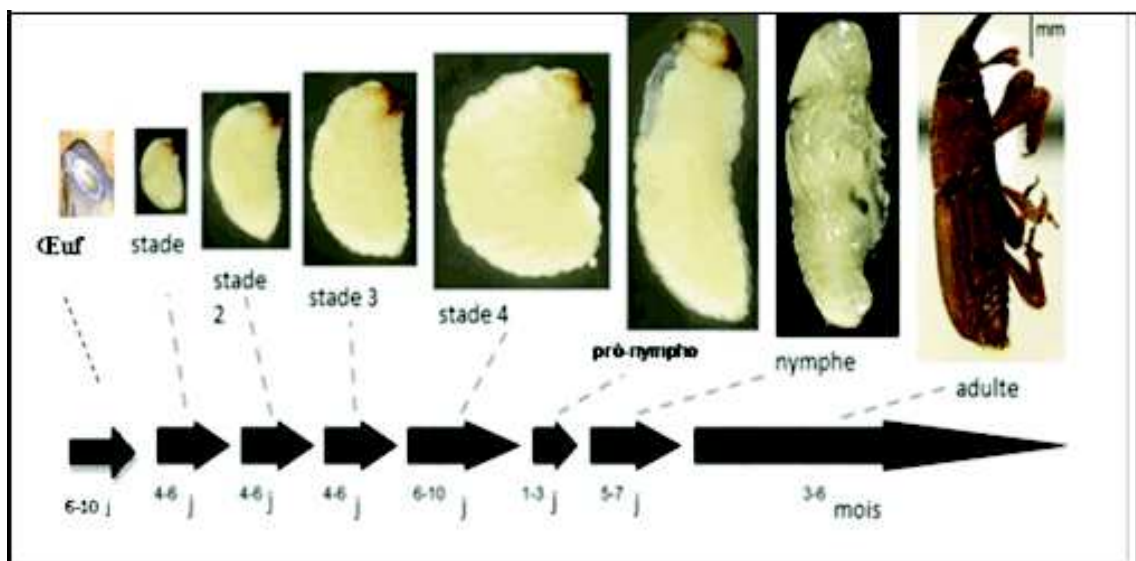
### I-1-5-5- Biologie

La maturité sexuelle est obtenue dès les premiers jours de l'émergence des adultes. En effet, les pontes débutent quelques jours après l'accouplement et se poursuivent pendant quatre mois. Les femelles déposent les œufs dans la cavité d'une graine qu'elles forent avec leur rostre (CRUZ et DIOP, 1989; DELOBEL et TRAN, 1993). Ce trou est ensuite rebouché par une sécrétion mucilagineuse de l'oviducte qui durcit rapidement à l'air (LEPESME, 1944; PAULIAN, 1988).

L'incubation dure 10 à 15 jours. La larve ronge l'intérieur du grain, se développe et s'y nymphose. Après le stade nymphal l'adulte sort du grain par un trou (CRUZ et DIOP, 1989). La ponte persiste toute la vie de l'insecte, le nombre d'œufs déposés par une femelle pouvant atteindre 200-400 œufs, selon STEFFAN (1963), le nombre de génération 5-8 par an dans les régions méditerranéennes.

Le cycle dure environ 26-30 jours dans les bonnes conditions (28 à 30°C; 70% HR). Les larves vivant à l'intérieur de la graine, les dommages demeurent invisibles, d'après PALIWAL *et al.*, (2004) la détection des stades de développement du *Sitophilus oryzae* ne s'effectue que par la spectroscopie à infrarouge. Ce sont les orifices de sortie de l'adulte qui permettent de repérer l'infestation. Quant celle-ci est importante, il ne subsiste que la partie externe de la graine avec ses perforations.

Les facteurs du milieu jouent un grand rôle sur la dynamique de population et la femelle peut pondre 10 œufs /jour à 32°C (FLEURAT-LESSARD, 1982; ZAGHLOUL *et al.*, 2012), le minimum en humidité relative de 45 à 50% ce qui correspond à 11 et 12 % de teneur en eau pour le blé (PERTTUNEN, 1972).



**Figure 3 - Les différents états de développement de *Sitophilus oryzae* L. (DAVIS S. R., 2011) modifiée.**

### I-1-6- Distinction des sexes

Cette distinction peut se faire à plusieurs niveaux; d'après LEPESME (1944), le rostre du mâle est plus épais, plus court et plus fortement ponctué que celui de la femelle. La face ventrale de l'abdomen est concave à l'apex chez le mâle, et plane chez la femelle (DELOBEL et TRAN, 1993).





**Figure 4** - les adultes de *Sitophilus oryzae* vue par stéréomicroscope G:3 × 10(original).

### I-1-7- Ennemis naturels

---

Une douzaine d'Hyménoptères, Chalcidiens et Bélylides, attaquent les larves et les nymphes des charançons, les plus communs appartenant aux familles des Spalangides et des Ptéronalides (LEPESME, 1944; STEFFAN, 1963) qui sont en particulier : *Lariophagus distinguendus* Forst, *Aplastomorpha calandrae* How et *Chaetospila elegans* West (KRANZ, 1977).

### I-1-8- les moyens de lutte

---

La lutte a pour but de détruire les insectes dans les stocks à leurs différents états de développement et d'empêcher toute infestation ou réinfestation.

#### I-1-8-1- la lutte préventive

La méthode mécanique par le transilage des grains et leur nettoyage est pratiquée pour prévenir l'apparition des insectes des stocks (CRUZ et DIOP, 1989). De même que la sélection des variétés résistantes révèlent efficace en cherchant des variétés de blé résistantes aux attaques des insectes (SECK, 1989).

#### I-1-8-2- la lutte physique

Plusieurs technique physique ont été pratiquées contre les insectes des denrées stockées plus spécifiquement le charançon du riz. D'après PAULIAN (1988) l'irradiation des adultes fait varie le nombre des ovarioles par fusion de ceux-ci entre eux. D'autres auteurs, ont pratiqué des méthodes plus simples tels que: la désinsectisation par la chaleur 50-55°C pendant 12 heures, ou le contraire avec la diminution de la température (magasin réfrigéré) qui ralentit le développement des insectes. En outre, la modification de l'atmosphère du milieu par l'ensilage hermétique dans un silo diminue la concentration en O<sub>2</sub> qui provoque par la suite la mort des calandres (STEFFAN, 1963; CRUZ et DIOP, 1989).

#### I-1-8-3- La lutte chimique



Les produits chimiques sont représentés par différentes formulations, qui agissent par contact et d'autres par fumigation (FLEURAT-LESSARD, 2011). Les insecticides du contact tuent l'insecte qui entre en contact avec eux et représentent comme inconvénient majeur la persistance des résidus sur les grains et les denrées alimentaires.

En effet, les insecticides de contact n'ont pas d'effet toxique sur les formes cachées d'insectes contrairement aux produits fumigatoires qui peuvent pénétrer dans la masse du grain et dans les fissures et ne laissent aucune trace sur les grains. Cependant, L'utilisation des produits chimiques agissant par fumigation peut endommager le pourvoir de germination (DE-GROOT, 2004). Selon le même auteur, les principaux insecticides sont les organo-phosphorés, les carbamates et les pyréthrinoides de synthèse. Tous ces insecticides chimiques, peuvent être toxiques pour l'homme et les animaux domestiques et leur emploi peut causer des risques d'empoisonnement (ISMAN, 2006).

#### **I-1-8-4- lutte biologique**

Le développement de la résistance des insectes des stocks aux insecticides chimiques (LEPEUVRE., 1985; HAUBRUGE et AMICHOT., 1998), a incité à la recherche d'autres alternatives de lutte comme l'utilisation des ennemis naturels et les biopesticides d'origine végétales. Ces derniers ont fait l'objet de plusieurs travaux. FIELDS *et al.*, (2010), ont trouvé que la combinaison entre les saponines et de peptide extrait du pois ont un effet synergique sur la mortalité du *Sitophilus oryzae*. Plusieurs auteurs, ont étudié l'efficacité de l'alpha-amylase, la farine du pois chiche et celle du pois contre les adultes de *S. oryzae* (HOU *et al.*, 2006; GUPTA, 2013).

L'utilisation des extraits végétaux contre les insectes des stocks, est connu depuis longtemps, selon LIPPERT (1988), la pulvérisation de l'infusion à base des têtes d'ail et de feuilles d'absinthe séchées sur les céréales stockées afin d'éloigner les charançons et les vers de la farine. En effet, plusieurs plantes ont été utilisées pour lutter contre les insectes des denrées stockées.

La plante *Eleusine coracana* ou petit mil a la capacité d'inhiber l' $\alpha$ -amylase des charançons et les bruches (HUSSON *et al.*, 2012). Les extraits végétaux peuvent être toxique vis-à-vis *Sitophilus oryzae*, nous citons *Duabanga grandiflora*, *Olax zeylamica*, *Solanum argentinum*, *Gymnema sylvestri* et *Cymbopogon citratus* (VIGLIANCO *et al.*, 2008; CAMARA, 2009; AUAMCHAROEN *et al.*, 2012; AHALYA., 2013 ; FERNANDO et KARUNARATNE., 2013).

Parmi les méthodes de lutte alternatives aux pesticides organiques de synthèse, citons l'utilisation des médiateurs chimiques qui sont impliqués dans les relations intra et interspécifique (PICIMBON, 2008), et l'utilisation des hormones, qui présentent une spécificité contre les formes immatures des insectes des stocks (MOHANDAS *et al.*, 2006).

D'après GUEYE *et al.*, (2011), les différents méthodes présentées comme alternatives aux pesticides présentent chacune des avantages, mais aussi quelques limites . C'est là tout le sens d'une gestion intégrée basée sur la combinaison de plusieurs procédés pour circonscrire l'activité des insectes redoutables.

## **I-2- Description des plantes étudiées**

---

Le bassin méditerranéen offre une profusion de plantes aromatiques grâce à son climat riche en luminosité et en chaleur (REGNAULT-ROGER, 2008). L'Algérie, de part de sa situation géographique et ces différents étages bioclimatiques, favorise le développement des plantes médicinales dont l'intérêt et l'utilisation sont très variables.

Trois plantes algériennes poussant à l'état spontané, et appartenant à deux familles botaniques différentes, sont étudiées au cours de cette partie, en vue de présenter leur caractéristiques morphologiques et écologiques: *Artemisia campestris*, *Teucrium polium* et *Thymus algeriensis*.

## **I-2-1- Artemisia campestris**

---

### **I-2-1-1- Généralités**

Les artémises entrent dans les aromatiques par la porte de la médecine. On récolte les rameaux prêt à fleurir pour obtenir 0.25 à 1 % d'essence, et d'après GILLY (2005), c'est au niveau des poches sécrétrices des feuilles que s'accumule l'huile essentielle. En Algérie, le genre *Artemisia* est représenté par 11 espèces spontanées, parmi ces espèces, nous avons l'armoise rouge connue par "Dgouff".

### **I-2-1-2- Description botanique de la plante**

L'armoise des champs est une plante vivace munie de plusieurs tiges dressées brun-rougeâtre avec une hauteur varie de 30-150 cm. Les feuilles basales munies de pétiole, limbe comportant 2-3 lobes pennés, duvetés, se desséchant à la floraison et les feuilles supérieures alternes, sans pétiole. Les fleurs : Fleurons tubulaires organisés en disque brun-jaunâtre regroupés en petites capitules, 1,5-4,5 mm de diamètre avec la corolle de cinq pétales fusionnés. Calice rudimentaire ou absent, aucune aigrette. Le fruit est très petit capsule cylindrique de couleur marron clair. La période de floraison est comprise entre Août et Septembre (QUEZEL et SANTA, 1963).



**Figure 5 - L'armoise rouge poussant dans les montagnes (Original).**

### **I-2-1-3- Position systématique**

L'armoise rouge appartient au genre *Artemisia* et à la famille des Astéracées selon la classification suivante:

- Embranchement: Spermaphytes;
- Sous-Embranchement: Dicotylédones;
- Sous classe: Gamopétales;
- Ordre: Asterales;
- Famille: Asteracées;
- Genre: *Artemisia*
- Espèce: *Artemisia campestris* (DE Litardière)

#### **I-2-1-4- Noms vernaculaires**

Plusieurs appellations sont données à l'armoise rouge dont les plus communs sont:

- Nom scientifique: *Artemisia campestris*
- Nom français: L'armoise rouge, l'armoise des champs et l'aurone (TRABUT, 1933).
- Nom en arabe: دفقت
- Nom en Algérie: Tagouft, dgouft et Tieredyli.

#### **I-2-1-5- Habitat et répartition géographique**

Le genre *Artemisia* se trouve dans les régions tempérées du Nord, (ABAD *et al.*, 2012). D'après QUEZEL et SANTA (1963), l'armoise rouge est très fréquente en zones arides et semi-arides.

#### **I-2-1-6- Domaines d'application**

Le pouvoir antiseptique, antimicrobien, antifongique et antiparasitaire de l'armoise rouge et de ses extraits, leur a accordé des application dans de nombreux domaines (EREL *et al.*, 2012). Traditionnellement utilisée pour traiter les troubles digestifs (OULD HADJ DIDI *et al.*, 2003), détruire les parasitoses intestinales et récemment des études ont été faites sur les extraits de cette plante afin de tester leur efficacité vis-à-vis les cellules cancérigènes du colon (AKROUT *et al.*, 2011). Selon ESCUDER (2007), les parties utilisées de la plantes sont: les tiges, les feuilles et inflorescences.

## **I-2-2- *Teucrium polium* sp *polium***

---

### **I-2-2-1- Généralités**

*Teucrium polium* connue sous le nom de germandrée tomenteuse, appartient à la famille des Lamiacées (syn: Labiées). Cette famille est comparée à une pharmacie naturelle (LIPPERT, 1988). En effet, nous trouvons dans cette famille, des plantes qui élaborent des substances aromatiques et des huiles essentielles. Les lamiacées sont munies toutes d'un appareil sécréteur à HE. Celle-ci s'accumule dans une cellule évoluant vers la glande sécrétrice (GILLY, 2005).

### **I-2-2-2- Description botanique de la plante**

La germandrée tomenteuse, herbe coriace de 10-30 cm, à feuilles laineuses, tiges ligneuses, ascendantes blanches tomenteuses et fleurs blanches assez grandes (QUEZEL et SANTA, 1963; BOULLARD, 2001). Cette espèce est très polymorphe; la détermination des micromorphes reste toujours délicate.

### I-2-2-3- Position systématique

- Règne : Plantae
- S / règne : Tracheobionta
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- S / Classe : Asterdae
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiaceae
- Genre : *Teucrium*
- Espèce : *Teucrium polium* ssp *polium*(DE Litardière)



Figure 6 - La germandrée tomenteuse.(Original)

### I-2-2-4- Noms vernaculaires

- Nom scientifique: *Teucrium polium* ssp *polium*
- Nom français: La germandrée tomenteuse.
- Nom en arabe: تدي عجاج
- Nom en Algérie: Djaad, djaida et Timzourin (TRABUT, 1933).

### I-2-2-5- Habitat et répartition géographique

L'aire de répartition de *Teucrium polium*, s'étend en Europe et en régions méditerranéennes. Elle existe en Algérie avec plusieurs sous-espèces: *Teucrium polium* ssp. *aurasiacum* M, ssp. *aureiforme* (Pomel) Batt, ssp. *capitatum* (L.) Briq, ssp. *Chevallieri* M., ssp. *cylindricum* M, ssp. *f1avovirens* Batt et ssp. *Geyrii* M. (QUEZEL et SANTA., 1963).

### I-2-2-6- Domaines d'application

Le domaine de l'utilisation de cette germandrée est très vaste. En phytothérapie, elle est utilisée comme: anti- diarrhéique, fébrifuge, stimulante vulnéraire apte à soigner le refroidissement (BOULARD, 2001). Les extraits alcooliques de cette plantes, ont une forte activité antimicrobienne et antifongique (DABABNEH *et al.*, 2007; HAMMOUDI *et al.*, 2012).

## I-2-3- *Thymus algeriensis*

---

### I-2-3-1- Généralités

---

*Thymus algeriensis* connue sous le nom Thym de l'Algérie (BELOUAD, 2005), appartient au genre de *thymus* et la famille des Lamiacées (Labiacées) . Le genre *Thymus* vient du nom grec de la plante thumos qui signifie parfumer (ESCUDEUR, 2007). Il est caractérisé par les plantes sous-ligneuses, érigées ou prostrées et odorantes; les feuilles plus ou moins contractées, calice tubuleux à deux lèvres (QUEZEL et SANTA, 1963).

### I-2-3-2- Description botanique de la plante

Cette plante est ligneuse, formant souvent des coussinets, rameaux serrés et velus recouvert de feuilles opposées effilées, courtement pétiolées. Les fleurs rosées en capitules terminaux avec un calice glanduleux (BELOUAD, 2005). Les épis florifères court et étroits ne dépassant pas 15×12 mm, et fleurs de 5 à 6 mm (QUEZEL et SANTA, 1963).

### I-2-3-3- Position systématique

- Règne : Plantae
- S / règne : Tracheobionta
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- S / Classe : Asterdae
- Ordre : Lamiales
- Famille : Lamiaceae
- Genre : *Thymus*
- Espèce : *Thymus algeriensis* (Boissier et Reuter)



Figure 7 - *Thymus algeriensis*(Original).

### I-2-3-4- Noms vernaculaires

Plusieurs appellations ont été données à cette plante dont les plus utilisées sont:

- Nom scientifique: *Thymus algeriensis*
- Nom français: Le thym de l'Algérie.
- Nom en arabe: ليترج
- Nom en Algérie: Djertil, Khieta et Azoukni.(TRABUT, 1933)

### I-2-3-5- Habitat et répartition géographique



Le thym est d'origine méditerranéen et il pousse dans les endroits secs (KOTHE, 2011). Il résiste bien à la sécheresse d'été et à des températures de moins de 10°C. Remarquons que, suivant l'altitude, la plante fleurit en jour long ou en jour court (GILLY, 2005). En Algérie, cette plante fréquente les pelouses et rocailles des régions montagneuses et elle est rare ailleurs (BELOUAD, 2005).

### **I-2-3-6- Domaines d'application**

Le thym d'Algérie est amer astringent, stomachique, diaphorétique, antispasmodique et stimulant. On utilise les sommités et les jeunes rameaux fleuris (BELOUAD, 2005). En outre, la distillation des tiges fraîches donne une essence riche en thymol. ESCUDER en 2007 a signalé qu'il n'y a pas de toxicité avérée par l'utilisation des thymus, mais il est préférable de ne pas les utiliser en cure prolongée.

## **I-3- Les substances actives: les huiles essentielles et les composés phénoliques**

### **I-3-1- Les huiles essentielles**

---

#### **I-3-1-1- Définition des huiles essentielles**

La norme AFNOR NF T 75-006, définit une huile essentielle comme étant un produit odorant généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale soit par entraînement à la vapeur d'eau soit par des procédés mécaniques. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques (BRUNETON, 2009). La pharmacopée européenne, précise que la matière première peut être fraîche, flétri, sèche, entière ou pulvérisée.

#### **I-3-1-2- Localisation des huiles essentielles**

Les huiles essentielles se trouvent dans tout le règne végétal. Il existe 17000 espèces aromatiques répartis dans tout le monde, produisent les huiles essentielles notamment: Myrtacées, Lauracées, Lamiacées et les Astéracées.

Les huiles essentielles sont emmagasinées dans des structures spécialisées de la plante au niveau des fleurs, des feuilles, des fruits, des graines, des écorces ou des racines (PHILOGENE *et al.*, 2008). Les entités productrices d'huiles essentielles se présentent sous la forme de très fines vésicules situées entre les cellules.

#### **I-3-1-3- Caractéristiques physiques des huiles essentielles**

Les huiles essentielles sont volatiles, liquides à température ambiante. Elles ne sont que très rarement colorées, solubles dans les solvants organiques usuels. Elles sont peu solubles dans l'eau, altérable et très sensible à l'oxydation (LIS-BALCHIN M., 1998).

#### **I-3-1-4- Composition chimiques des huiles essentielles**

Ces huiles sont des mélanges complexes et éminemment variables de constituants (Fig.8) qui appartiennent, de façon quasi exclusive, à deux groupes distincts caractérisés par des origines biogénétiques distinctes (BRUNETON, 2009).

#### **I-3-1-4-1- Les terpénoïdes**

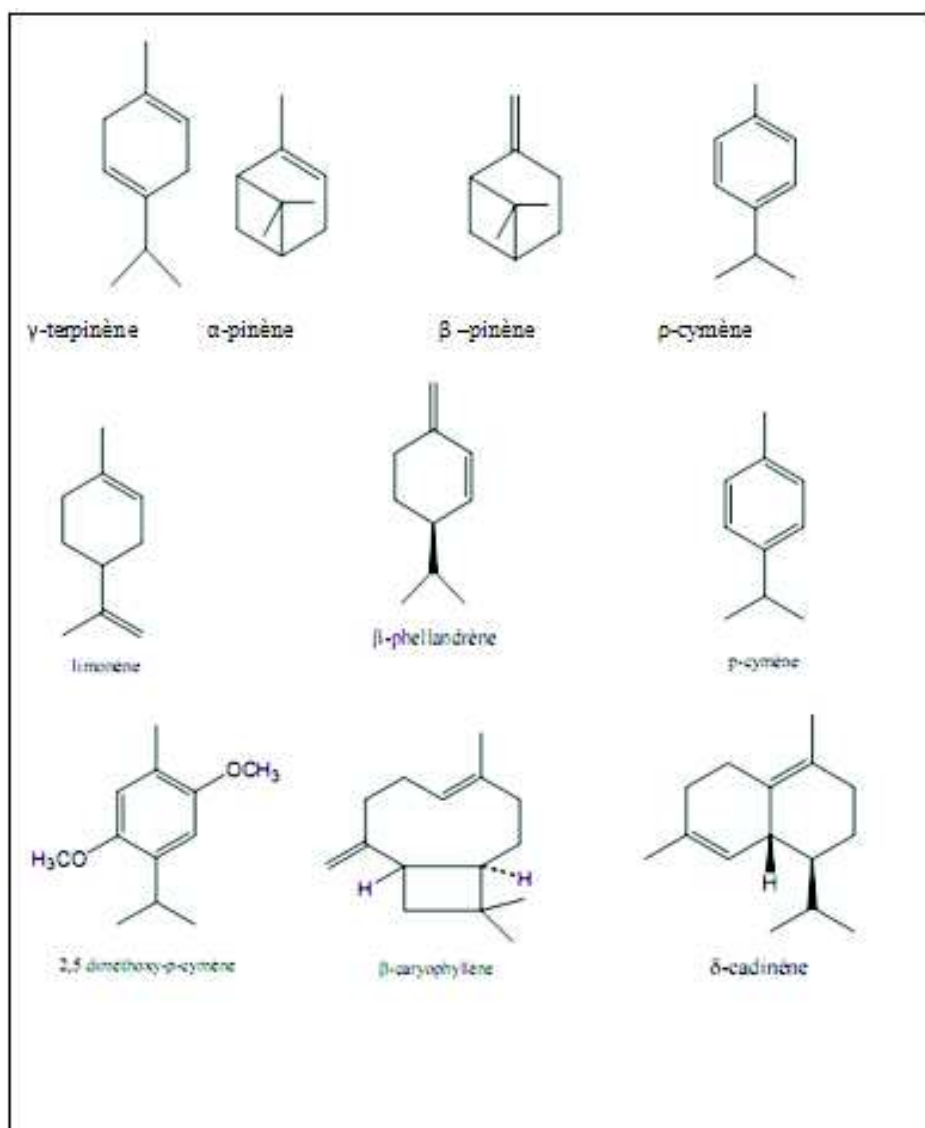
Ce sont des hydrocarbures de nature terpéniques dont la formule générale est  $(C_5H_8)_n$ . Ces terpènes sont très volatils et regroupent: les mono-terpènes ( $C_{10}H_{16}$ ) et les sesquiterpènes ( $C_{15}H_{24}$ ). Les monoterpènes sont les plus répandus et ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène), monocycliques ( $\alpha$  et  $\gamma$ -terpinène, p-cymène) ou bicycliques (pinène, camphène, sabinène). Les variations structurales justifient l'existence de nombreuses molécules: alcools (géraniol, borneol), phénols, esters; aldéhydes et autres (BRUNETON, 2009). Les sesquiterpènes sont les moins répandus et ils sont mono- ou polycycliques ( $\beta$ -caryophyllène).

#### **I-3-1-4-2- Les composés aromatiques**

Les dérivés du phénylpropane ( $C_6-C_3$ ) sont moins fréquents que les précédents. Ce sont parfois des aldéhydes ou des prophenyphenols.

#### **I-3-1-4-3- Composés d'origine diverses**

Il s'agit là de produits résultant de la transformation de molécules non volatiles (alcools, esters et des produits azotés ou soufrés).



**Figure 8** - Structure chimique de quelques constituants rencontrés dans certaines huiles essentielles (BENCHOHRA., 2011).

### I-3-1-5- Procédés d'obtention des HE

- Extraction des huiles essentielles se fait par hydrodistillation à la vapeur d'eau (KOTHE, 2007). L'hydrodistillation simple consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite portée à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide de l'huile essentielle se sépare par différence de densité.
- Extraction par micro-onde sous vide: L'extraction réalisée sous micro-ondes permet le gain du temps avec une cinétique 3 fois plus rapide et de plus de rendement. Dans le cas de la plante fraîche, l'extraction est faite en absence de solvant ceci, présente un grand intérêt sur le plan économique (RAMDANI *et al.*, 2010).
- Hydrodiffusion: le principe de ce nouveau procédé consiste à pulser de la vapeur d'eau à très faible pression à travers la masse végétale, cette technique permet un gain de temps et d'énergie (BRUNETON, 2009).



- Extraction à l'eau surchauffée: ce mode d'extraction utilise l'eau surchauffée à une température entre 125 à 175 °C sous pression. Ce procédé utilisé avec du romarin donne un rendement plus élevée que l'entraînement à la vapeur (BASILE *et al.*, 1998).

### **I-3-1-6- Facteurs de variabilité des huiles essentielles**

La composition chimique des huiles essentielles varie (REGNAULT-ROGER, 2008) selon plusieurs facteurs:

- Les facteurs génétiques: la composition en molécule allélochimique varie d'une espèce à une autre et même dans la même espèce.
- Les facteurs physiologiques: Proportion varie en fonction du cycle végétatif.
- Les facteurs pédologiques et climatiques: comme exemples chez les citrus, la teneur en huile essentielle est plus élevée quand la température est plus élevée.
- Et enfin, les facteurs analytiques: les différents procédés d'obtention des huiles essentielles interfèrent sur les constituants extraits.

### **I-3-1-7- Activité insecticide des HE et leur mode d'action**

Certaines huiles essentielles ont une action neurotoxique (HUIGNARD *et al.*, 2008). Compte tenu de la grande diversité des monoterpènes contenus dans les huiles essentielles, plusieurs études confirment que leur activité insecticide est due à plusieurs mécanismes synergiques qui affectent des cibles multiples et perturbent ainsi plus efficacement l'activité cellulaire (HUIGNARD *et al.*, 2008).

L'action des monoterpènes oxygénés comme l'eugénol, aurait un effet toxique sur les récepteurs de l'octopamine qui est un neuro-hormone chez les invertébrés (ENAN, 2005) et ils développent à degrés divers, une toxicité aiguë sur l'adulte et ainsi que, des activités ovicides et larvicides précoces ou tardives (REGNAULT-ROGER et HAMRAOUI, 1995). Les travaux de MILLS (2004), montrent que le terpinène-4-ol et le 1,8-cineole (extraient de feuilles du thé), provoquent une inhibition de l'acétylcholinestérase.

L'effet létal et l'inhibition de la reproduction, ne se superposent pas forcément, ainsi, la muscade possède une faible toxicité inhalatrice sur adulte mais elle a un effet antinutritionnel élevé (NGAMO et HANCE, 2007). D'autres travaux (DUCROT, 2002), montrent que les composés terpéniques manifestent une activité antiappétante pour les insectes. ENAN (2001), a fait le lien entre l'application de l'eugénol de l' $\alpha$ -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 un autre.

En effet, la nature lipophile de l'huile essentielle peut dégrader la couche cireuse et causer des pertes en eau. Les trachées et les sacs d'air des insectes sont induits de cette couche cireuse et sont affectés par l'huile essentielle ce qui peut entraîner l'asphyxie (CHIASSON et BELOIN, 2007).

Ces travaux montrent que les phytopesticides valorisables sous la forme des huiles essentielles présentent un réel avantage du fait de leur faible rémanence, leur faible toxicité pour l'homme et de leur mode d'action sur les ravageurs ((KEITA *et al.*, 2001; NGAMO et HANCE, 2007).

### **I-3-1-8- Toxicité des HE**

L'analyse des données bibliographiques faites par HUIGNARD *et al.*, en 2008, montre que des fortes doses d'huile essentielle, peuvent être neurotoxiques chez les rats. Néanmoins et d'après ISMAN 2000, l'utilisation des HE tout au moins aux doses utilisées pour tuer les insectes ne présentent pas de risques pour les utilisateurs.

### **I-3-1-9- Analyse chimique des huiles essentielles**

Parmi les méthodes d'analyse des HE, les méthodes chromatographiques sont les plus utilisées.

#### **I-3-1-9-1- La chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

La CPG est une technique consiste à séparer les constituants d'un mélange par entraînement au moyen d'une phase mobile le long d'une phase stationnaire qui peut être solide ou liquide fixée. La phase mobile est un gaz inerte, qui ne réagit pas chimiquement. Les éléments essentiels de cet appareillage sont: une chambre d'injection, une colonne de séparation et un système de détection (MULTON et RICHARD, 1992).

#### **I-3-1-9-2- La spectrométrie de masse**

C'est une technique très sensible qui désigne une méthode d'analyse repose sur la détermination des masses des espèces atomiques ou moléculaires individuelles puis le spectre obtenu représente l'abondance relative des différents espèces ioniques.

#### **I-3-1-9-3- La chromatographie en phase gazeuses couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS)**

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse identifie les différents constituants d'un mélange grâce à leur spectre de masse (BURGOT et BURGOT, 2006). Les molécules, séparées par CPG, sont ionisées à l'état gazeux, dans un vide très poussé et soumises à des champs électriques et magnétiques puissants. Les fragments dissociés sont sélectionnés en fonction support de leur charge électrique.

#### **I-3-1-9-4- Chromatographie liquide**

Cette technique est peu intéressante pour les fractions volatiles. Elle est efficace pour s'assurer de l'authenticité des huiles essentielles de Citrus. C'est une très bonne méthode pour étudier les constituants non volatils et elle peut être accouplée à un analyseur de masses (BRUNETON., 2009).

## **I-3-2- Les composés phénoliques**

---

### **I-3-2-1- Généralités**

Les composés phénoliques (ou polyphénols) sont des métabolites secondaires végétaux (EL-MODAFAR *et al.*, 2008). Ils peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes (d'où la dénomination de métabolites secondaires). Par opposition aux métabolites primaires qui alimentent les grandes voies du métabolisme basal, mais ils sont essentiels dans l'interaction de la plante avec son environnement.

Ces composés ont tous en commun la présence d'un ou de plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles (URQUIAGA et LEIGHTON,

2000). La structure des composés phénoliques naturels varie depuis les molécules simples (acides phénoliques simples) vers les molécules les plus hautement polymérisées (tanins condensés) (MACHEIX *et al.*, 2005), avec plus de 8000 structures phénoliques identifiées (URQUIAGA et LEIGHTON, 2000).

### I-3-2-2- Méthode d'extraction des polyphénols

L'utilisation des solvants polaires, conduit à une teneur élevée en composés phénoliques (HAYOUNI *et al.*, 2007). Les extraits obtenus à l'aide de solvants organiques volatils - éther de pétrole, hexane, éther éthylique, alcool éthylique, acétone, dioxyde de carbone, chlorure de méthylène, benzène, toluène, etc... - sont plus complets que les huiles essentielles car ils contiennent non seulement les composés volatils mais aussi d'autres constituants qui n'étaient pas entraînés par la vapeur d'eau (triglycérides, cires, colorants de nature lipidique et composés sapides). Un meilleur rendement en polyphénols, est obtenu par l'extraction avec du l'éthanol par rapport aux méthanol, l'eau et l'acétone (KOFFI *et al.*, 2010).

Notons que le solvant doit être éliminé avec le plus grand soin de manière à ne pas faire disparaître les constituants les plus volatils. Par ailleurs, la plupart des solvants utilisés font l'objet d'une réglementation stricte dictée par des considérations de santé. En particulier, leur teneur résiduelle dans les aliments doit être inférieure à 1 mg/kg, par ailleurs, seuls les solvants sans risque de toxicité sont autorisés (BRUNETON., 2009).

### I-3-2-3- Formes chimiques et classification des composés phénoliques

Les polyphénols naturels regroupent donc un vaste ensemble de substances chimiques comprenant au moins un [noyau aromatique](#) , portant un ou plusieurs groupes [hydroxyles](#) , en plus d'autres constituants. Ils peuvent aller de molécules simples, comme les [acides phénoliques](#) (acide gallique), à des composés hautement polymérisés, comme les [tanins](#) ( [acide tannique](#) ).

Cette classification permet de distinguer deux grandes formes de composés phénoliques:

- Formes simples: ce sont les formes phénoliques qui présentent des structures chimiques allant de simple phénol en C6 aux flavonoïdes en C15 (MACHEIX *et al.*, 2005).
- Formes condensés: *les tannins* qui sont responsable de l'astringence de nombreuses fruits, légumes, boissons fermentés et le traitement des peaux des animaux; Les lignines qui sont les constitutives des tissus végétaux qui présentent une forte résistance mécanique (MACHEIX *et al.*, 2005; BRUNET, 2007).

### I-3-2-4- Facteurs influençant la teneur des plantes en composés phénoliques

Différents facteurs physiques, chimiques et biologiques externes ou endogènes, jouent un rôle important dans la modulation de l'expression du métabolisme phénolique.

En fonction du stade physiologique, les organes jeunes sont plus riches en composés phénoliques que les organes âgés et à l'échelle tissulaire, les composés des feuilles se caractérise avec une forte teneur des anthocyanes et des flavonols dans les épidermes. Les variations des teneurs en composés phénoliques sont considérables d'une espèce à une autre, à l'intérieur même d'une espèce et peuvent être influencé par les facteurs externes comme la lumière et la température.

### **I-2-3-5- Rôle physiologique**

Les composés phénoliques participent activement aux interactions de la plante avec son environnement en jouant soit le rôle des signaux de reconnaissance entre les plantes (Allélopathie), entre les plantes et les symbioses, ou bien lui permettant de résister aux diverses agressions vis-à-vis des organismes pathogènes (EL-MODAFAR *et al.*, 2008). Ils participent de manière très efficace à la tolérance des végétaux à des stress variés, donc ces composés jouent un rôle essentiel dans l'équilibre et l'adaptation de la plante au sein de son milieu naturel (MACHEIX *et al.*, 2005).

D'un point de vue appliqué, ces molécules constituent la base des principes actifs que l'on trouve chez les plantes médicinales, alliées à leur difficulté de production. Chez l'homme, ces molécules traces jouent un rôle important en agissant directement sur la qualité nutritionnelle des fruits et légumes et leur impact sur la santé des consommateurs (effet antioxydant, effet protecteur contre l'apparition de certains cancers...) (MACHEIX *et al.*, 2005).

Le rôle des composés phénoliques est maintenant reconnu dans différents aspects de la vie de la plante et dans l'utilisation que fait l'homme des végétaux (MACHEIX *et al.*, 2005).

### **I-2-3-6- Effet des polyphénols sur les insectes**

De nombreux composés polyphénoliques, acides phénols et flavonoïdes, provoquent une perturbation de la motricité naturelle de l'insecte. Celle-ci est altérée dès le premier jour pour la quercétine ou de manière plus tardive, le quatrième jour pour la naringine, le syringaldéhyde ou l'acide vanillique. Dans certains cas, notamment pour la lutéoline-7-glucoside, un effet Knock-down se produit et au bout de 8 jours, les insectes sont dans un état comateux ou morts. La toxicité des polyphénols est corrélée positivement avec le pouvoir attractif des composés (REGNAULT-ROGER *et al.*, 2004).

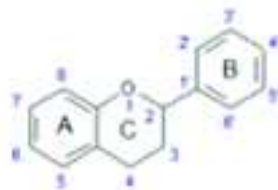
Contrairement aux monoterpènes, les polyphénols exercent une action insecticides d'une intensité moindre, mais qui dure longtemps que les huiles essentielles (REGNAULT-ROGER, 2008).

## **I-3-3- Les flavonoïdes**

---

### **I-3-3-1- Structure et origine des flavonoïdes**

Les flavonoïdes (Fig.9) sont des molécules très répandues dans le règne végétal. Ils font partie de la classe des polyphénols, principaux métabolites secondaires des plantes. Les flavonoïdes ont une origine biosynthétique commune et, de ce fait, présentent le même élément structural de base (sauf exceptions : chalcones, aurones, isoflavones), à savoir quinze atomes de carbone constitués de deux cycles en C6 (A et B) reliés par une chaîne en C3 (noyau 2-phényl-1- benzopyrane), (MACHEIX *et al.*, 2005).



**Figure 9 - Squelette de base des flavonoïdes.**

Les flavonoïdes ont une origine biosynthétique commune dérivant de la voie de l'acide shikimique. Le précurseur de ces molécules est le 4-hydroxycinnamate-coenzyme A, synthétisé à partir de la phénylalanine. Tous les flavonoïdes sont formés via un intermédiaire commun : la 2', 4,4',6'- tétrahydroxychalcone. Ce précurseur dérive de la condensation de trois molécules d'acétylcoenzyme.

### **I-3-3-2- Propriétés et applications des flavonoïdes**

Une des propriétés majeures des flavonoïdes est de contribuer à la couleur des plantes et notamment à celle des fleurs. Or, c'est par la couleur de ses fleurs que la plante exerce un effet attracteur sur les insectes et les oiseaux pollinisateurs, assurant par ce biais une étape fondamentale de sa reproduction. On peut également noter que les flavonoïdes, en repoussant certains insectes par leur goût désagréable, peuvent jouer un rôle dans la protection des plantes (MACHEIX *et al.*, 2005).

Les flavonoïdes montrent d'autres propriétés intéressantes dans le contrôle de la croissance et du développement des plantes en interagissant d'une manière complexe avec les diverses hormones végétales de croissance. Certains d'entre eux jouent également un rôle de phytoalexines, c'est-à-dire de métabolites que la plante synthétise en grande quantité pour lutter contre une infection causée par des champignons ou par des bactéries.

L'action inhibitrice des flavonoïdes sur la croissance bactérienne était étudiée par Katarzyna et ses collaborateurs (2007). Ils ont démontré que de nombreux composés flavoniques (apigénine, kaempférol et d'autres) sont doués d'un effet important sur différentes souches bactériennes à gram négatif (*Escherichia coli...*) et gram positif (*Staphylococcus aureus...*).

D'autres activités, thérapeutiques, ont été décrites dans la littérature pour les flavonoïdes. Elles seraient la conséquence des propriétés antioxydantes, d'inhibition d'enzyme et décomplexations des métaux. Ils protègent également les plantes contre les attaques des bactéries, les champignons et les insectes.

Les flavonoïdes sont le groupe le plus commun des composés polyphénoliques dans l'alimentation humaine et se retrouvent de façon ubiquitaire dans les plantes (MACHEIX *et al.*, 2005). Les flavonols, les bioflavonoïdes originaux tels que la quercétine, sont également trouvés ubiquitaire, mais en quantité moindre. Les deux ensembles de composés ont des preuves de la santé modulant les effets chez les animaux qui les mangent.

La distribution généralisée des flavonoïdes, leur variété et leur toxicité relativement faible comparé à d'autres composés actifs de plantes (pour les alcaloïdes, par exemple) signifie que de nombreux animaux, y compris les humains, d'ingérer des quantités significatives dans leur alimentation. Sur la base d'étude scientifique, les flavonoïdes ont un potentiel d'être biologique "modificateurs de la réponse", comme les activités antiallergique, anti-inflammatoires, antimicrobiennes et anti-cancer montré des études in vitro.

## Chapitre-II- Matériels et méthodes

### II-1- Objectifs

L'expérimentation comporte les volets suivants (Fig.10):

- Localisation des sites de production des huiles essentielles par les coupes histologiques au niveau des tiges et les feuilles;
- L'extraction des huiles essentielles par l'hydrodistillation et les extraits éthanoliques par la méthode décrite par Taquet (1985);
- Dosages des phénols totaux et des flavonoïdes dans les extraits alcooliques;
- Etude de la composition chimique des huiles essentielles par la chromatographie en phase gazeuse pour l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* et par la chromatographie couplée à la spectrométrie de masse pour *Teucrium polium* et *Artemisia campestris*;
- Activité insecticide de trois huiles essentielles et extraits alcooliques sur les adultes de *Sitophilus oryzae*.

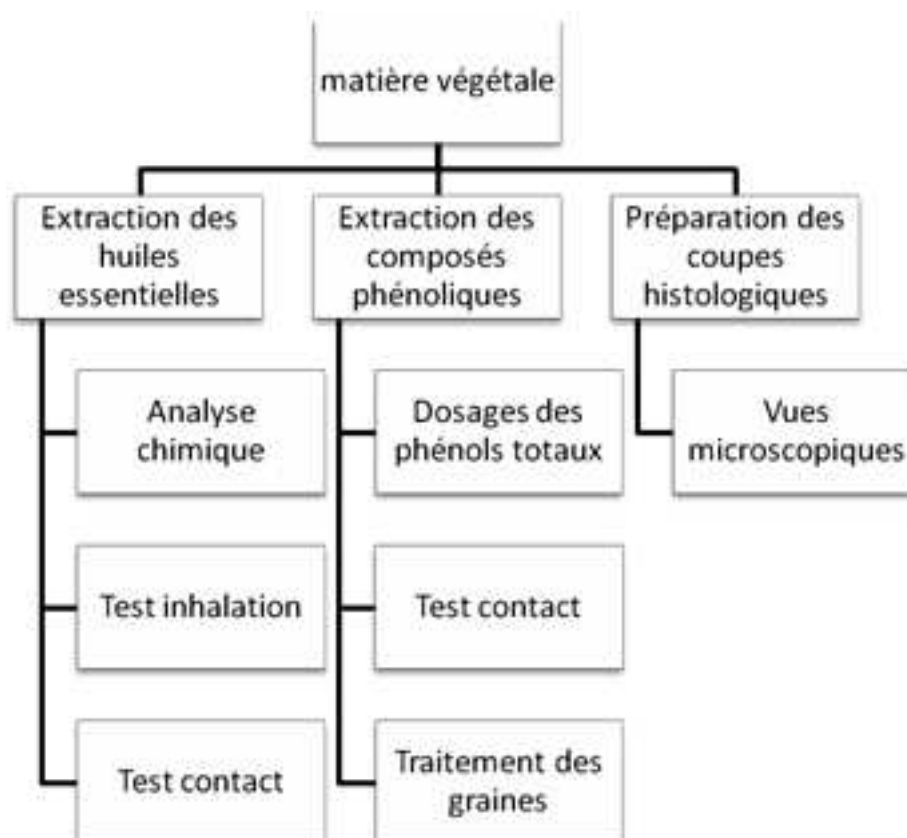


Figure 10 - Plan de l'expérimentation.



## II-2- Choix de matériel biologique

### II-2-1- Matériel végétal

Les critères de choix du matériel végétal reposent sur la disponibilité de la plante en Algérie et sur son usage en pharmacopée traditionnelle locale. Les trois plantes étudiées poussent à l'état spontané dans la commune de Charef située dans la wilaya du Djelfa. Cette région se caractérise par un climat semi-aride à hiver froid avec sol calcaire et steppique et une altitude plus de 1000m, ce qui lui donne une richesse énorme et très spécifique aux plantes aromatiques et médicinales.

Les plantes étudiées ont été récoltées durant le mois de Juin 2011, seules les parties aériennes ont été cueillies. Le tableau suivant consigne les données sur plantes choisies.

Tableau 1 - Les trois plantes étudiées et leurs provenances.

Nom scientifique	Nom commun	Famille botanique	Partie de la plante utilisée	Stade de développement	Matière extraite
<i>Artemisia campestris</i>	L'armoise rouge	Astéracées	Tige et feuille	Avant la floraison	Huile essentielle et extrait éthanolique
<i>Teucrium polium</i>	La germandrée tomenteuse	Lamiacées	Tige, feuille et fleur	Floraison	Huile essentielle et extrait éthanolique
<i>Thymus algeriensis</i>	Le thym d'Algérie	Lamiacées	Tige, feuille et fleur	Floraison	Huile essentielle et extrait éthanolique

### II-2-2- Matériel animal

L'expérimentation est réalisée sur *Sitophilus oryzae*, ce choix de matériel animal se justifie par l'importance des dégâts de ce ravageur qui infeste les denrées stockées d'importance économique et il s'élève facilement au laboratoire afin de tester un nombre important d'individus.

L'élevage de masse des insectes, est réalisé au laboratoire de phytopharmacie du département de Zoologie agricole de l'ENSA (EL-harrach), dans des bocaux en verre sur du blé tendre (Fig.11). L'ensemble des bocaux est placé dans une étuve obscure réglée à une température de  $28 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $70 \pm 5$  %, ce qui constitue les conditions optimales de développement de cet insecte.

Les insectes utilisés pour l'expérimentation sont d'âge connu, obtenus par tamisage des grains de blé.



*Figure 11 - Élevage de masse de Sitophilus oryzae L. (Original).*

### **II-3- Etude des caractéristiques anatomiques des sites de production des HEde trois plantes étudiées**

Afin de comprendre les phénomènes d'extraction et localiser les organes sécréteurs des huiles essentielles des parties aériennes, nous avons préparés des coupes histologiques selon la méthode de Deysson (1954) au niveau du laboratoire de botanique de l'ENSA.

Le mode opératoire s'effectue en trois étapes (Fig.12).

- Préparation des coupes

Les fragments frais des végétaux, ont été placés entre deux morceaux de moelle de sureau et ensuite coupés à main levée avec une lame de rasoir afin d'obtenir des coupes très minces. Les coupes obtenues sont récupérées dans un microplaine contenant de l'eau de Javel (12°) pendant 20 minutes afin de vider les cellules de leur contenu et seul la paroi restera intacte. Un rinçage est nécessaire dans de l'eau distillée et pour faciliter la fixation des colorants, les coupes ont été trempées dans l'acide acétique (5%) pendant 5minutes suivi aussi par un rinçage pendant 2 à 5 minutes.

- Coloration des coupes

Les coupes rincées sont colorées avec le carmino-vert (pendant 1 minute), qui permet la différenciation des parois cellulosesiques. Après la coloration, les coupes sont rincées et les plus fines sont sélectionnées pour l'observation microscopique.

- Montage et observation des coupes



Les coupes sélectionnées ont été placées entre lame et lamelle avec quelques gouttes d'eau, ensuite, elles ont été observées à l'aide d'un microscope photonique intégrée par une appareil photo. Plusieurs photos ont été prises avec différents grossissements.

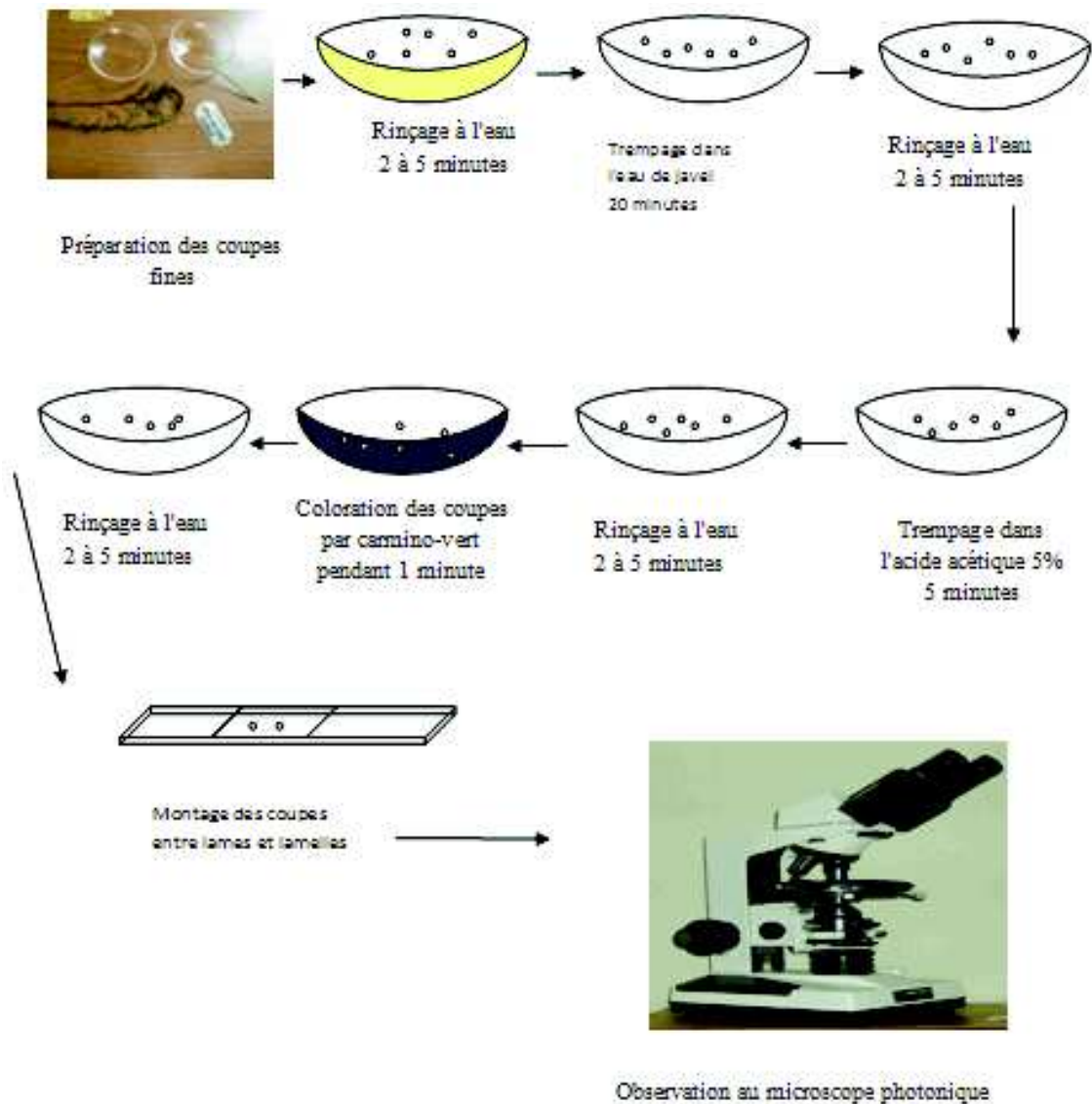


Figure 12 - Les différentes étapes de la préparation des coupes histologiques.

## II-4- Extraction des huiles essentielles

Le choix du mode d'extraction dépend de la nature de la matière traitée pour cela nous avons choisi l'extraction par l'hydrodistillation car cette technique permet de séparer l'huile essentielle à l'état pur et de donner le meilleur rendement. Deux méthodes d'hydrodistillation ont été utilisées pour l'extraction des huiles essentielles.

### II-4-1- Hydrodistillation avec l'appareil de Clevenger

- 150g de matière végétale sèche (feuilles et tiges fragmentés), sont introduits dans un ballon de 2 litres, rempli aux 2/3 de son volume d'eau distillée. Ensuite, le ballon a été chauffé à l'aide d'une chauffe ballon pendant 3 heures jusqu'à la température d'ébullition. La vapeur produite entraîne les constituants volatils qui après condensation et refroidissement dans le réfrigérant, sont recueillis dans un récipient de collecte et afin d'éliminer toute trace d'eau, l'huile récupérée est séchée avec de sulfate de sodium anhydre. L'huile essentielle est enfin conservée à une température de 4°C dans un petit flacon fermé hermétiquement jusqu'au moment de l'utilisation.



*Figure 13 - Montage de l'appareil Clevenger- modifié.*

#### **II-4-2- Extraction par micro-onde sous vide**

---

L'extraction réalisée sous micro-ondes permet le gain du temps (RAMDANI *et al*, 2010) et s'effectue de la manière suivante:

- 200g de la matière fraîche sont découpées en petits fragments et transformées dans un bœcher pour leur ajouter une quantité d'azote (pour maximiser la quantité d'huile à extraire), cette étape est suivie par un broyage avec un mixeur pour obtenir une poudre. La poudre récupérée est mise dans un ballon de deux litres et mélangée avec un litre d'eau distillée. Le ballon ensuite est placé dans la microonde.
- L'extraction par micro-ondes a été effectuée à pression atmosphérique par un dispositif reliant un four à micro-ondes à un extracteur Clevenger identique au précédent. La puissance utilisée étant de 850 W et la durée d'extraction est fixée à 30 minutes à ondes diffuses.

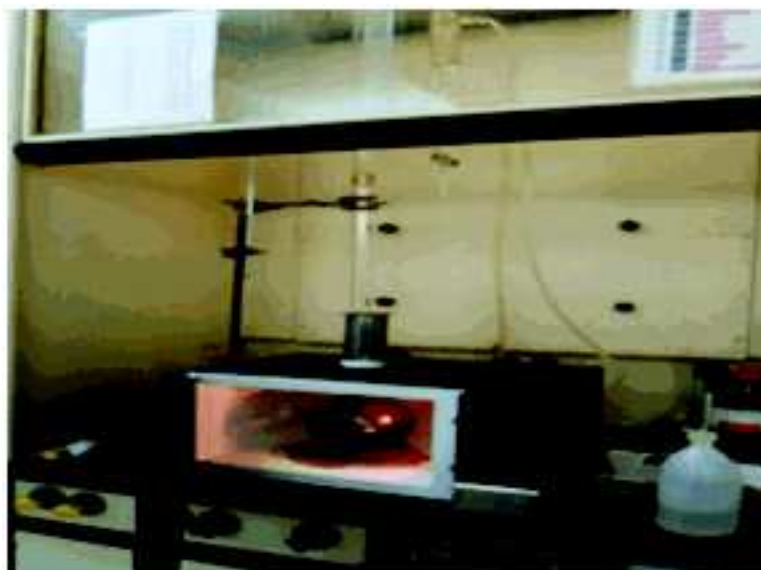


Figure 14 - Dispositif de l'hydrodistillation par microonde (Original).

### II-4-3- Rendement de l'extraction

Le rendement en huile essentielle  $R_{HE}$  est déterminé comme étant le rapport entre le poids d'huile recueillie ( $P_{HE}$ ) et le poids de la matière végétale sèche ou fraîche utilisée ( $P_m$ )

$$R_{HE} (\%) = (P_{HE} / P_m) \times 100$$

### II-5- Préparation des extraits alcoolique

Les extraits alcooliques ont été obtenus à partir des feuilles des trois plantes choisis suivant la méthode décrite par TAQUET (1985).

- Mode opératoire

Les feuilles séchées ont été broyées jusqu'à obtention d'une poudre très fine conservée dans un flacon en verre étiqueté. Dans notre étude, la macération des poudres dans l'éthanol absolu a été réalisée au laboratoire à raison de 25 g de poudre / 200ml d'éthanol absolu.

Après 24 heures de macération, on a obtenu un solvant riche en substances extraites, ce solvant a été filtré par un papier filtre puis transformé dans un ballon de 500 ml. La majorité du solvant a été évaporé dans un évaporateur rotatif (Fig.15). L'extrait ainsi récupéré, a été placé dans un dessiccateur pendant 24 heures afin d'éliminer le reste du solvant, et puis il a été pesé et diluée encore dans du l'éthanol et enfin la solution obtenu a été conservée à 4°C jusqu'à l'utilisation.

- Rendement en extrait

Le taux en extrait éthanolique est calculé selon la formule suivante:

$$\text{Taux de la matière extraite (\%)} = [(P_1 - P_2) / E] \times 100$$

- E: Poids de la poudre en gramme;
- P<sub>1</sub>: Poids du ballon après évaporation du solvant (g);
- P<sub>2</sub>: Poids du ballon vide (g).

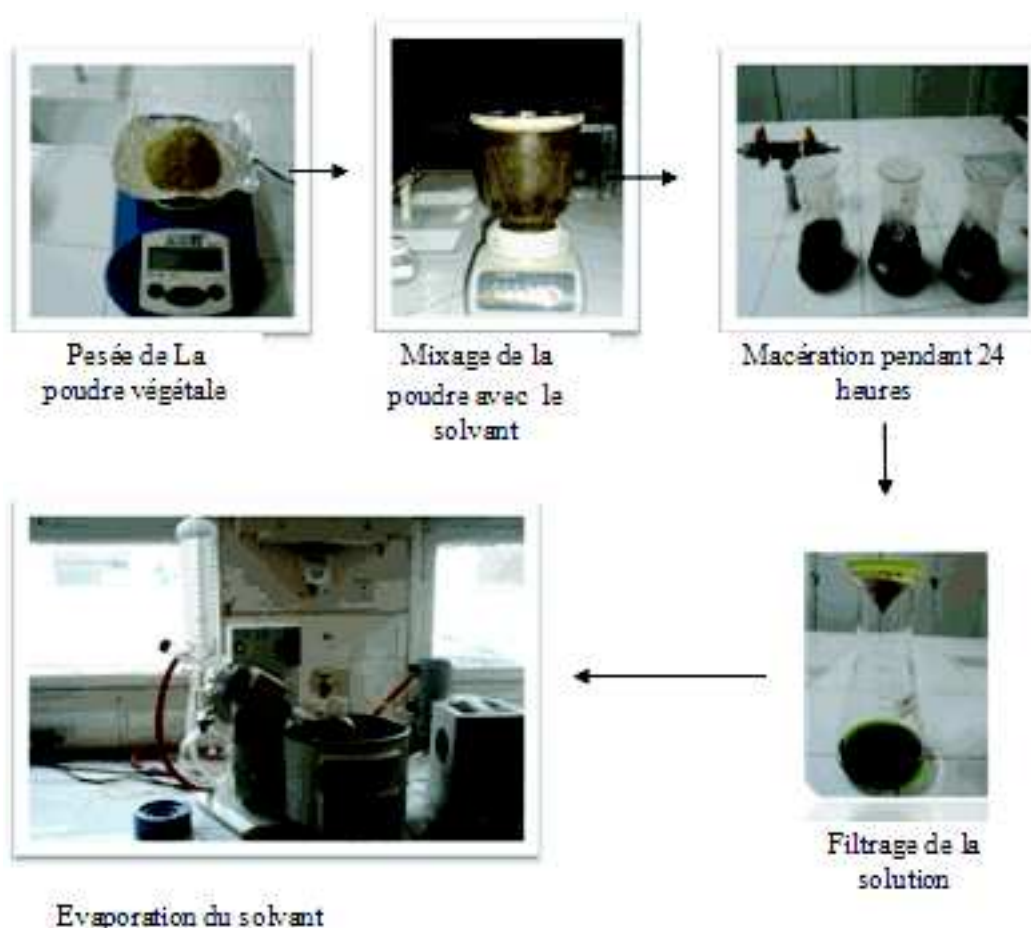


Figure 15 - Les différents étapes de la préparation des extraits éthanoliques.

## II-6- Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* L.

### II-6-1- Evaluation de la toxicité des huiles par effet contact

Le contact de l'insecte s'effectue par méthode d'imprégnation de papier filtre avec la solution d'huile essentielle et après l'évaporation du solvant (acétone), les adultes de *Sitophilus oryzae* ont été déposés. Ces adultes ont un âge connu grâce au tamisage régulier des bocal d'élevage.

### II-6-1-1- Préparation des solutions d'huile essentielle

Le choix des doses des huiles essentielles est basé sur plusieurs tests préliminaires. Quatre doses ont été choisies à partir une dose initiale et selon une progression géométrique de raison de 2 pour chaque plante. Les huiles essentielles étudiées sont diluées dans un solvant organique représenté par l'acétone. Ce dernier est choisi pour sa rapidité d'évaporation et pour son absence d'effet résiduel déjà démontrée.

Tableau 2 - Les doses choisies pour préparer les solutions d'huiles essentielles.

Plantes choisies	Doses d'HE ( $\mu\text{l/ml}$ d'acétone)	Doses ( $\mu\text{l}$ d'HE/ $\text{cm}^2$ )
<i>Artemisia campestris</i>	D1= 1 D2= 2 D3= 4 D4= 8	D1 = 0.013 D2 = 0.025 D3 = 0.051 D4 = 0.102
<i>Thymus algeriensis</i>	D1 = 1 D2 = 2 D3 = 4 D4 = 8	D1 = 0.013 D2 = 0.025 D3 = 0.051 D4 = 0.102
<i>Teucrium polium</i>	D1 = 1 D2 = 2 D3 = 4 D4 = 8	D1 = 0.013 D2 = 0.025 D3 = 0.051 D4 = 0.102

### II-6-1-2- Evaluation de la toxicité des huiles par effet contact

- Quatre solutions de 20 ml de volume, ont été préparées à base des doses d'huile essentielle préalablement choisies.
- Des papiers filtres de 10 cm de diamètre, ont été placés dans des boîtes de Petri en verre de 10 cm de diamètre, puis ont été imprégnés chacun avec 1 ml de solution appropriée d'huile essentielle ou d'acétone par le témoin. Quatre répétitions sont réalisées pour chaque dose de même que pour le témoin.
- Après évaporation du solvant, 20 adultes de *Sitophilus oryzae* âgés de 1-15 jours sont déposés sur le papier filtre traité. Les boîtes ainsi préparées sont fermées à l'aide d'une moustiquaire fine (Fig.16).

Enfin, La mortalité des insectes a été relevée quotidiennement pendant 8 jours.

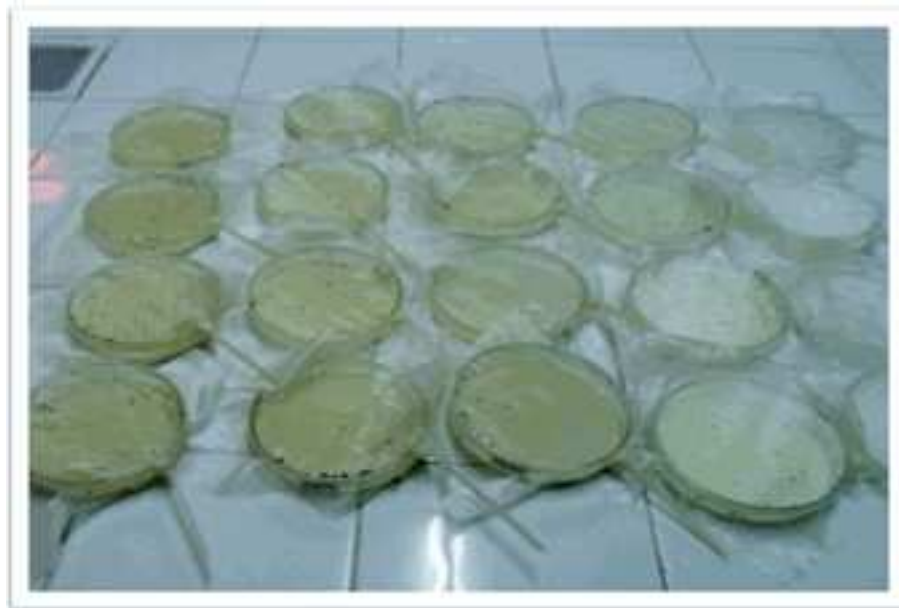


Figure 16 - Dispositif expérimental adopté pour l'essai contact.

## II-6-2- Evaluation de la toxicité des huiles par effet inhalation

L'évaluation de l'effet par inhalation s'effectue dans des pots à vis préalablement saturés par l'huile essentielle. Pour chaque dose retenue 4 temps d'exposition ont été testés, il s'agit de 24 h, 48h, 72h et 92h.

Tableau 3 - Les doses et les temps choisis pour le test d'inhalation.

Plantes	Doses d'HE choisis	Doses ( $\mu\text{l}$ d'HE/cm <sup>3</sup> )	Temps de lecture
<i>Artemisia campestris</i>	D1= 2 D2= 4 D3= 8 D4= 16	D1= 0.024 D2= 0.049 D3= 0.098 D4= 0.196	T1=24 h T2=48h T3=72h T4=96h
<i>Thymus algeriensis</i>	D1= 2 D2= 4 D3= 8 D4= 16	D1= 0.024 D2= 0.049 D3= 0.098 D4= 0.196	
<i>Teucrium polium</i>	D1= 4	D1= 0.049	

- Des papiers filtres de 3.5 cm de diamètres sont traités chacun avec les dose fixées dans le tableau précédant. Chaque papier filtre traité, est placé dans le couvercle d'un petit pot cylindrique (81.64cm<sup>3</sup>). Les petits pots ont été fermés afin de saturer l'atmosphère par l'huile essentielle.
- Après 10 minutes, les pots ont été ouvert rapidement pour mettre 20 individus d'âges connus (1 - 15 jours) et avant de fermer une moustiquaire est placée sur l'ouverture du pot pour éviter tout contact de l'insecte avec le papier filtre traité.



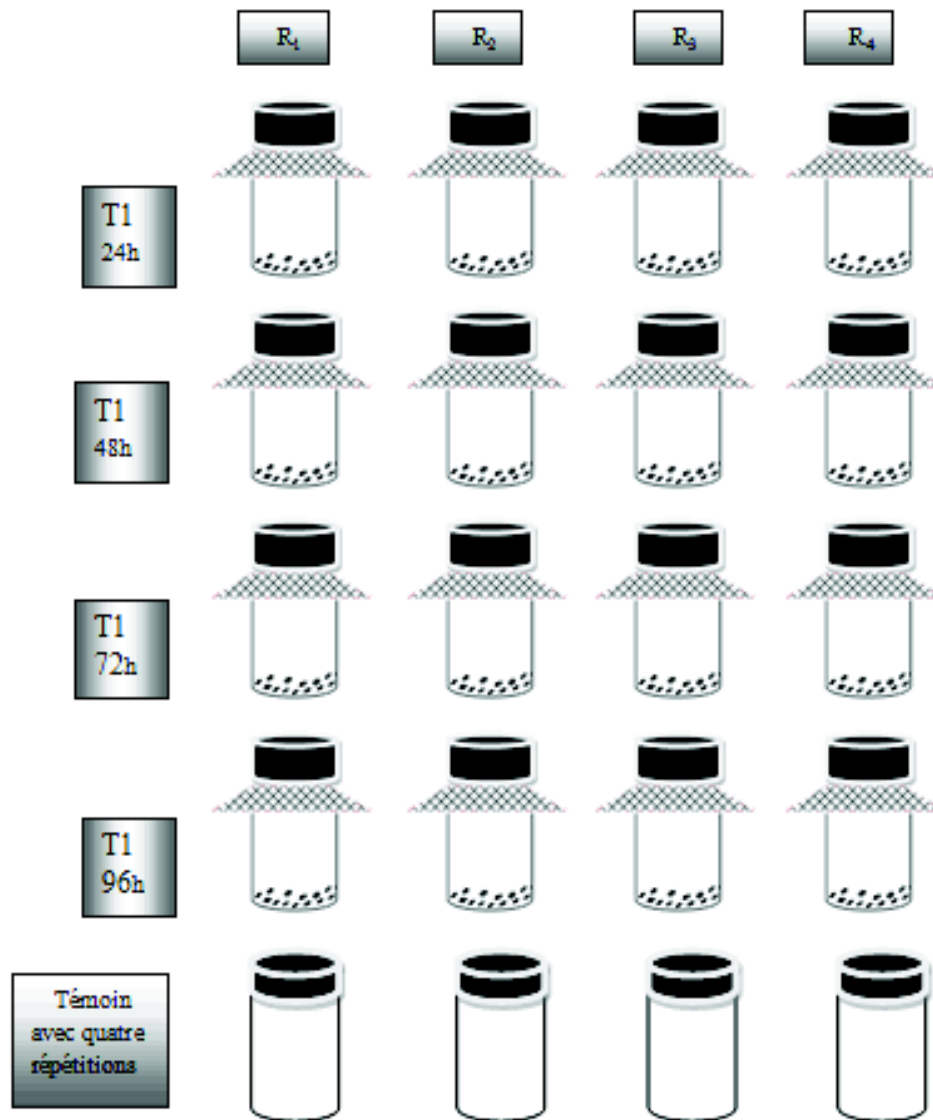


Figure 17 - Dispositif expérimental adopté pour l'essai d'inhalation.

## II-7- Evaluation de l'action insecticide des extraits éthanolique sur *Sitophilus oryzae*.

### II-7-1- Test du contact

De même que pour le test du contact à partir les huiles essentielles, le choix des doses se fait à base des tests préliminaires. Quatre doses ont été fixées avec quatre répétitions.

Tableau 4 - Les doses choisies pour préparer les solutions d'extraits éthanoliques.

**Composition chimique et activité insecticide de trois extraits végétaux à l'égard de *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae).**

Plantes choisies	Doses d'extraits E (mg/ml d'acétone)	Doses d'extraits E (mg/cm <sup>2</sup> )
<i>Artemisia campestris</i>	D1= 5 D2= 10 D3= 20 D4= 40	D1 = 0.063 D2 = 0.127 D3 = 0.254 D4 = 0.509
<i>Thymus algeriensis</i>	D1 = 5 D2 = 10 D3 = 20 D4 = 40	D1 = 0.063 D2 = 0.127 D3 = 0.254 D4 = 0.509
<i>Teucrium polium</i>	D1 = 5 D2 = 10 D3 = 20 D4 = 40	D1 = 0.063 D2 = 0.127 D3 = 0.254 D4 = 0.509

## **II-7-2- Traitement des graines:**

La dose retenue pour ce test correspond à la DL<sub>50</sub> obtenue à partir l'étude de l'effet contact par la méthode d'imprégnation du papier filtre.

### **II-7-2-1- Techniques d'obtention des couples de *Sitophilus oryzae***

L'obtention des couples de *Sitophilus oryzae* se fait à l'obscurité, dans des boîtes en plastiques contenant des graines du maïs concassés et fermés avec une moustiquaire. Les boîtes sont placées dans une étuve réglée à 23°C et 70 % d'humidité. Les couples d'insectes sont prélevés, délicatement avec une pince à l'aide d'une lumière d'une torche, ensuite chaque couple a été mis dans un petit tube en verre bien fermé (Fig.18).

Selon DELOBEL et TRAN (1993), le maïs écrasé a une forte synergie avec le sitophinone (phéromone d'agrégation sécrété par les mâles) ce qui favorisent l'accouplement.





**Figure 18** - Les différentes étapes d'obtention des couples de *Sitophilus oryzae*.

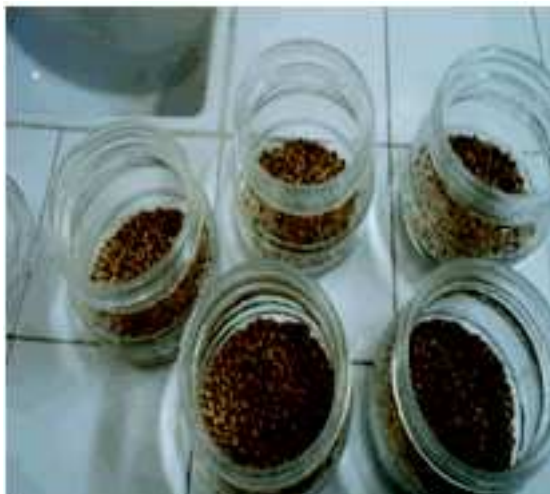
- a)- Accouplement des adultes de *Sitophilus oryzae* sur maïs
- b)- Prélèvement des couples
- c)- Séparation des couples

### II-7-1-2- Traitement des graines

Le traitement des graines s'effectue dans des bocaux en verre bien fermés avec une moustiquaire. Dans chaque bocal, nous avons mis 50 g des graines du blé tendre (HD1220) où nous avons ajoutés 1 ml de la solution d'extrait.

Les graines sont infestées par cinq couples, le tout sont placé dans un bocal en verre d'une capacité de 0.5L. Le nombre de répétitions est de cinq et le même protocole est adopté pour chaque plante étudiée.

Quinze jours après le traitement les couples sont retirés des graines pour éviter toute confusion dans le dénombrement des adultes nouvellement émergents.



*Figure 19 - Le du blé tendre traitée par la solution d'extrait éthalonique.*



*Figure 20 - Les bocaux contenant le blé traité dans l'étuve.*

## II-8- Analyse chimique par CPG et GC/MS

### II-8-1- Analyse qualitative par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

L'analyse qualitative par CPG de l'échantillon d'huile essentielle de *Thymus algeriensis*, a été effectuée au laboratoire d'analyse instrumentale du département de Technologie alimentaire de L'ENSA dans les conditions opératoires suivantes:

- Appareil du type CP.Chrompack. 9002 muni d'une colonne capillaire DB.5 de phase stationnaire diméthylpolysiloxane, longueur 30 mètres; diamètre interne 0.32 mm. Programmation de la température 50°C en isotherme pendant 3 minutes puis augmentation de la température à raison de 2°C/min jusqu'à 220°C. Le mode d'injection split avec un rapport de division de 1/50. La température de détection est

de 280°C et la pression est de 30K Pascal. Le gaz vecteur azote avec un débit de 1 ml/ min avec le volume injecté 0.2 µl.

## II-8-2- Analyse des huiles essentielles par GC/MS

---

Les échantillons d'huiles essentielles ont été d'abord injectés dans un chromatographe de type HP avec une colonne apolaire HP5 (Hewlett Packard, 60 m x 0,25 mm x 0,25 µm, 5 % diphenyl, 95 % diméthylpolysiloxane), équipé d'un détecteur FID, l'injecteur et le détecteur étant respectivement à des températures de 280°C et 300°C. L'injection a été effectuée en mode splitless avec un volume d'injection de 0,1 µl. La programmation de température est de 60°C durant 8 minutes, puis la température de la colonne monte à 250 °C à 4°C / minute pour rester constante durant 20 minutes. Le débit du gaz vecteur qui est l'azote est de 0,30 ml/mn.

Les échantillons d'huiles essentielles ont été injectés dans un chromatographe polarisé couplé à un spectromètre de masse à impact électronique avec une énergie d'ionisation de 70 eV; les conditions opératoires de la colonne (HP5-capillaire), d'injection et de programmation de température étant identiques à celles de la chromatographie en phase gazeuse. Le débit du gaz vecteur (hélium) est de 0,5 ml/mn. La température de l'interface du spectromètre de masse est fixée à 280 °C. Afin de calculer les indices de rétention des différents constituants, un mélange d'alcane a été injecté en GC et GC/MS sous les mêmes conditions.

Les huiles extraites ont été injectées en GC et GC/MS pour établir une analyse qualitative et semi-quantitative de l'huile essentielle. L'identification des constituants a été effectuée par comparaison des indices de rétention et des spectres de masse obtenus à ceux cités en littérature.

## II-9- Dosages des composés phénoliques des extraits obtenus

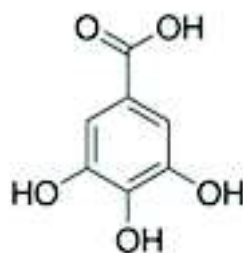
### II-9-1- Dosages des phénols totaux

---

#### · Principe des dosages

Le dosage des composés phénoliques repose sur la méthode de Folin-Ciocalteu, en utilisant l'acide gallique comme standard (SINGLETON *et al.*, 1999). Ce réactif est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. L'oxydation des phénols réduit ce réactif en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. L'intensité de la couleur est proportionnelle au taux de composés phénoliques oxydés.

Le phénol standard utilisé dans cette méthode est l'acide gallique dont la formule chimique est représentée sur la figure 21.



**Figure 21** - la formule de l'acide gallique.

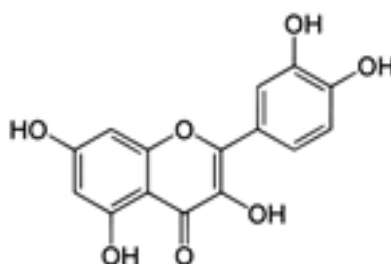
- Préparation des réactifs
  - Réactif de Folin-Ciocalteu: 1 mL du réactif de Folin à diluer avec 9 mL de l'eau distillée;
  - Carbonate de Sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ): Préparer une solution, on diluant 75 g du ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) dans un litre d'eau distillée.
- Mode opératoire
  - Un volume de 1.25 mL du réactif de Folin est mélangé avec 0.25 mL de l'échantillon d'extrait dilué dans l'éthanol (Chaque concentration est répétée trois fois);
  - Après 3 minutes de réaction, ajouter 1 mL de solution de carbonate de sodium;
  - Après 30 minutes les solutions sont laissées à l'abri de la lumière et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765 nm;
  - Un essai à blanc est effectué sans ajouter l'échantillon (c'est-à-dire le remplacer avec le solvant);
  - La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique et sera exprimée en  $\mu\text{g}$  équivalent d'acide gallique par mg d'extrait.

## II-9-2- Dosages des flavonoïdes

---

- Principe

La teneur en flavonoïdes est évaluée selon la méthode au trichlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ ) modifiée (LAMAISON et CARNET, 1990), où l' $\text{AlCl}_3$  forme un complexe avec les flavonoïdes dont on dose l'absorbance à 420 nm. Le flavonoïde standard utilisé dans cette méthode est la quercétine dont la formule chimique est la suivante:



**Figure 22** - La formule chimique de la Quercétine.

- Mode opératoire
  - 1ml d'extrait dilué est ajouté à 1ml de la solution éthanolique de trichlorure d'aluminium (chaque concentration est répété trois fois);
  - Après une heure d'incubation à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 420nm;
  - La teneur en flavonoïde est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de la quercétine et sera exprimée en µg équivalent de quercétine par mg d'extrait.

## II-10- Expressions des résultats

### II-10-1- Calcul de la mortalité

L'efficacité d'un produit biocide est évaluée par la mortalité de l'organisme cible. Cependant, le nombre d'individus dénombrés morts dans une population traitée par un toxique n'est pas le nombre réel d'individus tués par ce toxique. Il existe en fait dans toute population traitée une mortalité naturelle qui vient s'ajouter à la mortalité provoquée par le toxique, pour cela les pourcentages de mortalité doivent être corrigés par la formule d'Abbott qui est la suivante :

$$MC(\%) = \frac{M - Mt}{100 - Mt} \times 100$$

Avec:

MC : pourcentage de mortalité corrigé

M : pourcentage de morts dans la population traitée

Mt : pourcentage de morts dans la population témoin

### II-10-2- Calcul des doses et temps létaux

Selon Finney (1971), les valeurs de ces doses sont déduites à partir des tracés des droites de régression des probits en fonction des doses.

- Les doses létales: La toxicité des huiles essentielles se mesure par sa DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> qui entraînent la mortalité de 50 % et 90 % d'individus.
- Les temps létaux: La TL<sub>50</sub> est le temps au bout duquel la moitié des individus meurent.

### II-10-3- Identification des constituants des huiles essentielles

Pour identifier les composés, nous avons d'abord calculé leurs indices de Kovats selon la formule suivante:

$$IK = 100 \frac{TR_{z+N} - TR_z}{TR_z - TR_c}$$

Avec:

- $TR_c$ : Temps de rétention du composé étudié (mn);
- $TR_z$ : Temps de rétention de l'alcane à z atomes de carbone qui précède le composé étudié (mn);
- $TR_{z+N}$ : Temps de rétention de l'alcane à z+n atomes de carbone qui suit le composé (mn);
- n: Différence des nombres d'atomes de carbone.

#### II-10-4- Analyse statistique:

---

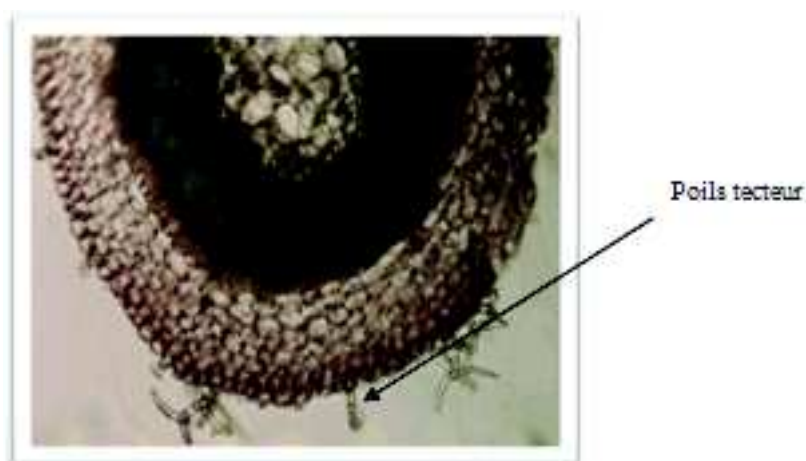
Les résultats obtenus ont fait l'objet d'une analyse de la variance ANOVA (Logiciel Statistica 2010). Ce logiciel a permis de faire l'analyse de variance au seuil de 5 % et lorsqu'une différence significative a été mise en évidence, les groupes homogènes ont été constitués à partir du test de NEWMAN-KEULS.

# CHAPITRE-III- RESULTATS ET DISCUSSION

## III-1- Caractéristiques anatomiques des sites de production des HE de trois plantes étudiées

Les coupes anatomiques sont réalisées sur deux organes aériens à savoir les feuilles et les tiges. L'observation microscopique a été faite avec plusieurs grossissements afin de préciser les organes de sécrétion des huiles essentielles. Elles peuvent se présenter sous forme de poils sécréteurs chez les Lamiacées, sous forme de poches sécréteurs chez les Myrtacées et les Rutacées, sous forme de canaux sécréteurs chez les Astéracées.

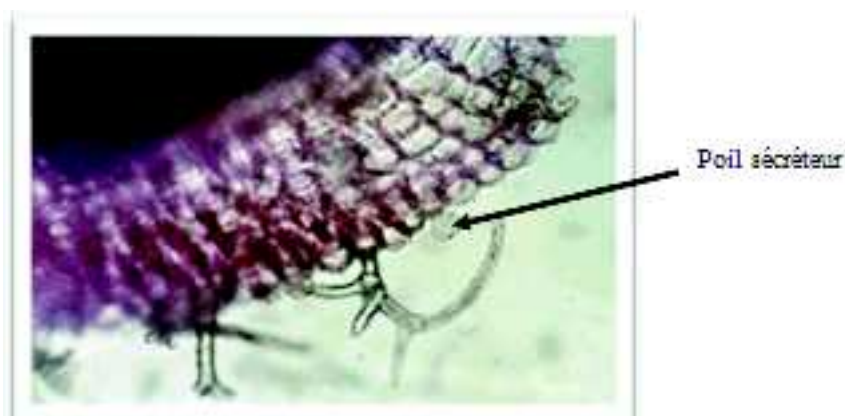
Les photos des coupes réalisées sur les parties aériennes des trois plantes révèlent la présence des poils tecteurs, sécréteurs et glandulaires représentées par les figures suivantes.



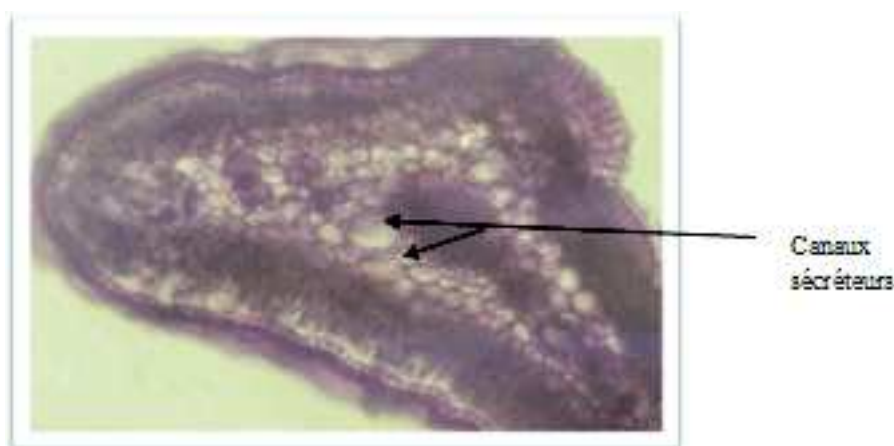
**Figure 23** - Coupe transversale de la tige de la germandrée tomenteuse mettant en évidence les structures sécrétrices (G: 3.2 × 12.5).

fig24.gif





**Figure 25** - Photo montrant les poils sécréteurs de la tige de *Thymus algeriensis* (G: 3.2 × 25).



**Figure 26** - Coupe transversale de la feuille de l'armoise rouge mettant en évidence les canaux sécréteurs (Gr: 3.2 × 12.5).

Après l'observation microscopique des différentes coupes histologiques, nous avons remarqué que les poils sécréteurs sont beaucoup plus abondants sur les feuilles que sur les tiges dans le cas de la germandrée tomenteuse. Au niveau des feuilles de l'armoise rouge, la vue microscopique montre la présence des canaux sécréteurs plus ou moins sphérique qui sont responsable de la sécrétion des huiles essentielles.

Ces résultats confirment le choix de l'extraction des huiles essentielles par la technique d'hydrodistillation pour obtenir le meilleur rendement.

## III-2- Rendements des extractions :

Les rendements en extraits des trois plantes étudiées sont regroupés dans les tableaux suivants.

### III-2-1- Cas de l'armoise rouge

---

**Tableau 5 - Comparaison des rendements en huile essentielle et extraits éthaloniques d' *Artémisia campestris*.**

Espèce	Lieu de récolte	Rendement en huiles essentielles (ml/100g)	Rendements des extraits alcooliques (g/100g)	Référence
<i>Artémisia campestris</i>	Djelfa	1	12.8	Echantillon étudié
	Boussada (M'sila)	0.66	-	BELHATTAB <i>et al.</i> , (2011)
	Anatolia	0.7	21.96	EREL <i>et al.</i> , 2012
		-	14.4	JAWAD (2007)
	Serbia	0.2	-	CHALCHAT <i>et al.</i> , (2003)

En ce qui concerne l'échantillon étudié, le rendement enregistré 1ml/100g est supérieur par rapport aux autres échantillons de la même espèce mais issus d'autres régions géographiques dont les rendements varient entre 0.2 % et 0.7 %. Cette différence peut être attribué au stade de la plante au moment de la récolte ou sur la technique d'extraction.

De même, cette différence de rendement en huile essentielle, est observée avec autre espèce du même genre *Artemisia mesatlantica* qui égale a 0.5 % de rendement (BENCHEQROUN *et al.*, 2012).

Par contre, le rendement en extraits éthaloniques est inférieur aux rendements des plantes de la même espèce mais issus d'autres régions et il varie entre 14.4 % et 21.96 %. Cette différence est due à la méthode d'extraction utilisée ou au type du solvant choisis.

### III-2-2- Cas de thym d'Algérie

**Tableau 6 - Comparaison des rendements en huile essentielle de *Thymus algeriensis*.**

Espèce	Lieu de récolte	Rendement en huile essentielle (ml/100g)	Rendements des extraits alcooliques (g/100g)	Référence
<i>Thymus algeriensis</i>	Djelfa	1.1	5.6	Echantillon étudié
	Sud-ouest d'Alger	0.4-1.45	-	CHEMAT <i>et al.</i> , (2012)
	Maroc	0.3	-	AMARTI <i>et al.</i> ,(2010)

D'après le tableau précédent, le rendement en huile essentielle de cette plante est élevé par rapport aux deux autres plantes étudiées. En outre, ce rendement est aussi plus élevé par rapport à celui de la même espèce originaire du Maroc ce qui explique l'influence des régions géographiques. Selon CHEMAT *et al.*, (2012), la variation de rendement est influencée par la durée de conservation de la plante après la récolte et peut varier de 0.4 % après 8 jours de récolte et à 1.45% si l'extraction des huiles essentielles, est effectuée le jour même de la récolte de la plante.

### III-2-3- Cas de la germandrée tomenteuse

Tableau 7 - Comparaison des rendements en huile essentielle et extraits éthaloniques de *Teucrium polium*.

Espèce	Lieu de récolte	Rendement en huile essentielle (ml/100g)	Rendements des extraits alcooliques (g/100g)	Référence
<i>Teucrium polium</i>	Djelfa	0.2	4.8	Echantillon étudié
	Croatia	0.5	-	BEZIC <i>et al.</i> , (2011)
	Tlemcen	0.21	-	BELMEKKI <i>et al.</i> , (2013)
	Iran	0.75	-	MOGHTADER, (2009)

Le rendement en huile essentielle de cette espèce est très faible. De plus, il est relativement proche à celui obtenu par BELMEKKI *et al.*, (2013) dans la région du Tlemcen. Plusieurs rendements varient entre 0.5 % et 0.75 % ont été obtenu par rapport à d'autres régions géographiques.

Les figures suivantes (Fig.27 et Fig.28) montrent la différence entre les rendements des huiles essentielles et des extraits éthaloniques des trois plantes étudiées.

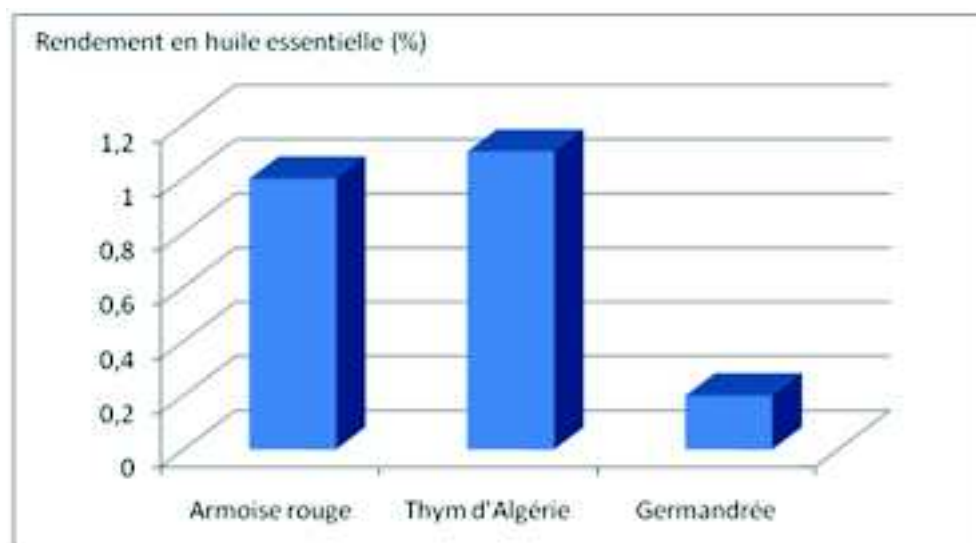


Figure 27 - Rendement en huile essentielle des trois plantes étudiées.

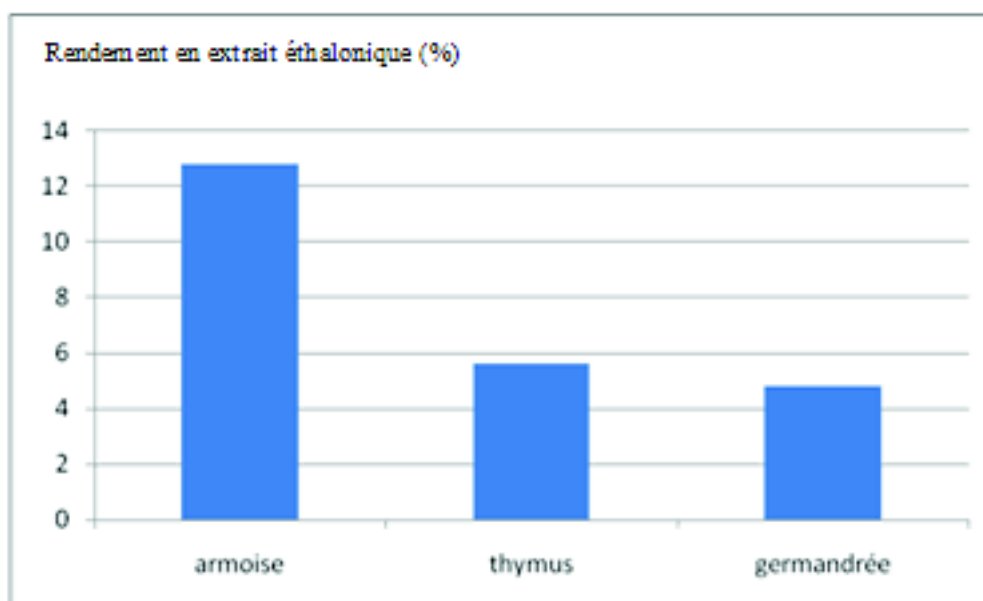


Figure 28 - Rendement en extraits éthanoliques des trois plantes étudiées.

### III-3- Analyse chimique des huiles essentielles des trois plantes

#### III-3-1- Identification des constituants de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*

L'analyse a été faite par la chromatographie en phase gazeuse et l'identification des composés a été effectuée par comparaison des indices de rétention calculés par rapport à ceux de la littérature, obtenus sur le même type de colonne (DB5) (ADAMS, 2007). Certains composés ont été aussi identifiés par rapport à des étalons injectés dans les mêmes conditions sur la même colonne.

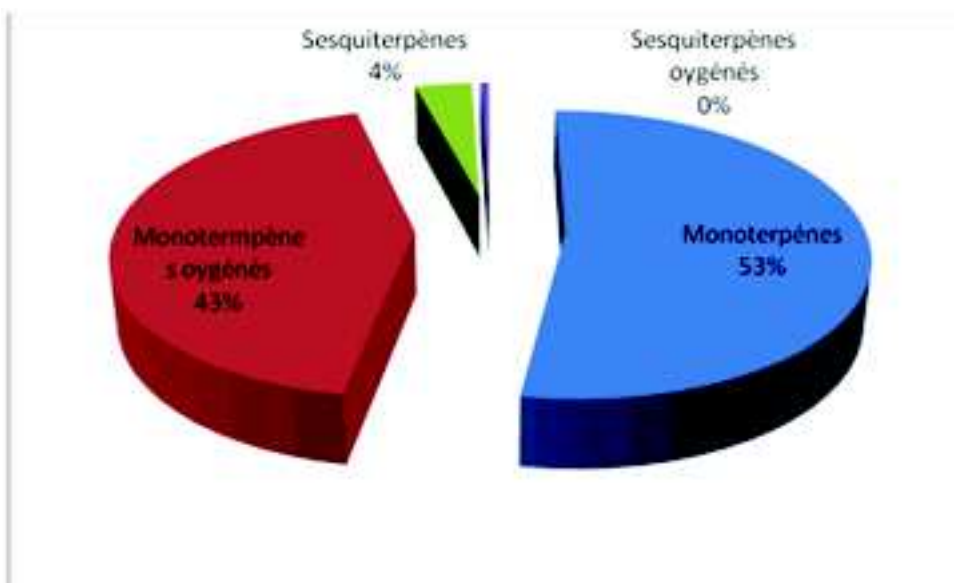
**Composition chimique et activité insecticide de trois extraits végétaux à l'égard de *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae).**

Composés	IR	Teneur relative %	Identification
Tricyclène	921		IR
$\alpha$ -thugène	924		IR
$\alpha$ -pinène	932		IR- Etalon
Camphène	946		IR- Etalon
Sabinène	969		IR
$\beta$ -pinène	974		IR- Etalon
$\beta$ -myrcène	988		IR
<i>p</i> -cymène	1020		IR
Limonène	1024		IR- Etalon
1,8- Cinéole	1026		IR- Etalon
$\gamma$ -terpinène	1054		IR
Linalool	1095		IR- Etalon
Borneol	1165		IR- Etalon
$\alpha$ -terpineol	1186		IR- Etalon
Thymol-méthyl-ether	1232		IR
Thymol	1289		IR- Etalon
Carvacrol	1298		IR
$\beta$ -caryophyllène	1417		IR
Caryophyllène oxide	1582		IR
Composés identifiés (%)		68.6	
Monoterpènes		37.8	
Monoterpènes oxygénés		31	
Sesquiterpènes		2.6	
Sesquiterpènes oxygénés		0.4	

**Tableau 8 - Identification des constituants de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*.**

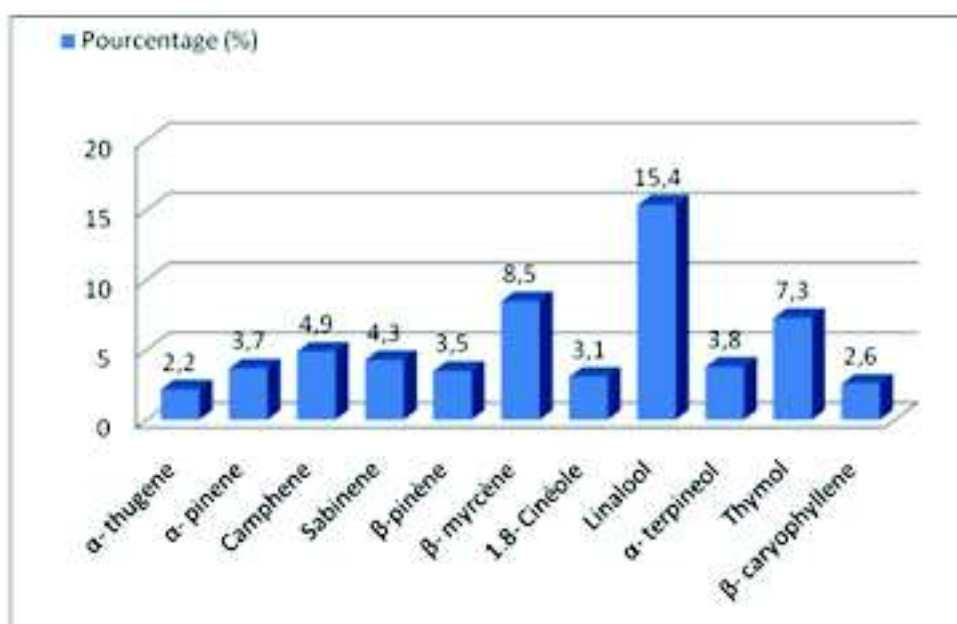
IR: indice de rétention relatif aux n-alcanes: C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub>

L'analyse chimique de cette huile, a révélé la présence de plusieurs composés chimiques qui représentent 68.6 % de la totalité des pics. Nous remarquons la prédominance des hydrocarbures monoterpènes et les monoterpènes oxygénés qui déterminent les caractéristiques olfactives et aromatiques de cette huile essentielles (Fig.29).



**Figure 29** - Familles chimiques de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*.

Les constituants majoritaires sont : Linalool (15.4 %),  $\beta$ - myrcène (8.5 %), Thymol (7.3 %), Camphene (4.9 %), Sabinene (4.3 %),  $\alpha$ -pinène (3.7 %),  $\beta$ -pinène (3.5 %) et 1.8- Cinéole (3.1 %). Ces teneurs sont présentés dans la figure 30.



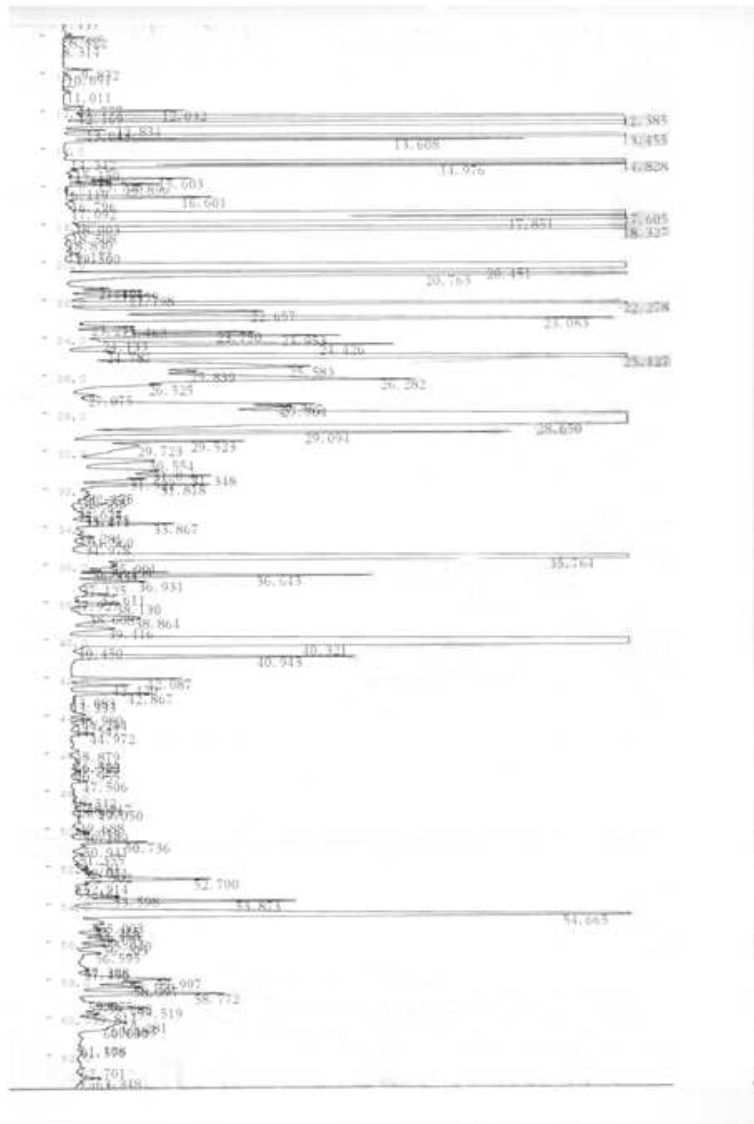
**Figure 30** - Les composés majoritaires de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*.

En Algérie, plusieurs travaux ont fait l'objet d'une étude de la composition chimique de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*, et ils ont remarqué la dominance du thymol (71 %), Linalool (8 %) et carvacrol (4 %) (CHEMAT *et al.*, 2012). De même que GIWELI *et al.*, (2013), ont analysé l'huile essentielle de cette plante par GC et GC-MS et ils ont trouvé que le thymol est le composé majoritaire avec un pourcentage de 38.5 %.

ZOUARI *et al.*, (2012), a étudié la composition chimique de cette plante aux différents stades végétatives et dans différentes régions géographiques et ils ont trouvé que les stades

phénologiques n'ont pas d'effet sur la composition chimique des huiles essentielles et les composés majoritaires obtenus sont :  $\alpha$ -pinene (7.41-13.94 %), 1.8-cineole (7.55-22.07 %), cis-sabinene hydrate (0.1-12.95 %), camphor (6.8-19.93%), 4-terpineol (1.55-11.86 %). Des travaux réalisés au Maroc par AMARTI *et al.*, (2010), ont trouvé que l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* de cette région est formée en majorité par le camphre (27.7 %) et  $\alpha$ -pinene (20.5 %).

Par contre, AIT-OUAZZOU *et al.*, (2011) a constaté que cette plante est très riche en borneol (23.48 %). Ces résultats expliquent l'influence des régions géographiques et les étages bioclimatiques sur la composition chimiques des huiles essentielles.



**Figure 31 - Chromatogramme CPG de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis*.**

### **III-3-2- Identification des constituants de l'huile essentielle de l'armoise rouge (*Artemisia campestris*)**

---



	IR	IR calculés	IR (Adams)	Composés identifiés	%
1	11.43	939	939	$\alpha$ -Pinene	11.42
2	12.24	954	954	Camphene	0.15
3	13.38	977	975	Sabinene	1.09
4	13.71	983	979	$\beta$ -Pinene	8.36
5	14.28	994	1002	$\alpha$ -phellandrene	15.88
6	15.51	1020	1017	$\alpha$ -Terpinene	0.21
7	15.90	1029	1024	p-Cymene	1.91
8	16.14	1034	1029	Limonene	4.01
9	16.42	1040	1037	Z- $\beta$ Ocimene	6.49
10	16.88	1050	1050	E- $\beta$ Ocimene	3.08
11	17.51	1064	1059	$\gamma$ -Terpinene	6.81
12	18.65	1089	1088	Terpinolene	0.37
13	19.76	1114	1114	trans -Thujone	0.1
14	20.43	1131	1132	Allo-ocimene	2.33
15	28.25	1339	1338	$\delta$ - Elemene	0.58
16	29.66	1380	1375	Linalool isohutanoate	0.1
17	29.82	1384	1382	$\beta$ Pansasene	0.27
18	30.12	1393	1392	Z-Jasmone	0.12
19	30.28	1398	1395	Ethyl geranate	1.94
20	30.52	1405	1403	Methyl eugenol	0.44
21	31.28	1429	1432	$\beta$ Copasene	0.72
22	31.67	1441	1441	Aromadendrene	0.3
<hr/>					
23	32.14	1456	1451	$\alpha$ -Himachalene	0.5
24	32.38	1463	1466	9-epi-(E)-Caryophyllene	0.15
25	33.06	1484	1482	$\gamma$ -Curcumen e	0.56
26	33.39	1494	1493	Cis- $\beta$ - Guaiene	5.44
27	33.99	1514	in	in	9.91
28	34.42	1528	1523	$\delta$ -cadimene	0.41
29	35.55	1565	1557	trans-Dauca-4(11),7-diene	0.15
30	36.02	1581	1578	Spathulenol	0.23
31	36.35	1592	1583	Caryophyllene oxide	1.28
32	36.77	1606	1596	Fokienol	0.18
33	37.21	1622	1619	Isolongifolan-7-ol	0.11
34	37.94	1647	1641	Hinesol	0.31
35	43.25	1841	1837	Occidol	2.73
36	44.83	1915	1931	in	2.85
Composés identifiés (%)					89.14
Monoterpènes					62.11
Monoterpènes oxygénés					2.58
Sesquiterpènes					9.08
Sesquiterpènes oxygénés					2.61
Autres					12.76

**Tableau 9 - Identification des constituants de l'huile essentielle de l'armoise rouge.**

IR: Indice de rétention relatifs au n-alcanes C7-C28 calculés sur la colonne HP-5MS /  
in: indéterminé

L'analyse chimique de l'huile essentielle de l'armoise rouge montre la dominance des monoterpènes (62.11%) par rapport aux autres familles chimiques (Fig.32) avec les composés majoritaires suivants:  $\alpha$ -phellandrene (15.88%),  $\beta$ - pinene (8.36 %),  $\alpha$ -pinene (8.36 %), Limonene (4.01 %), Z- $\beta$  Ocimene (6.49 %).

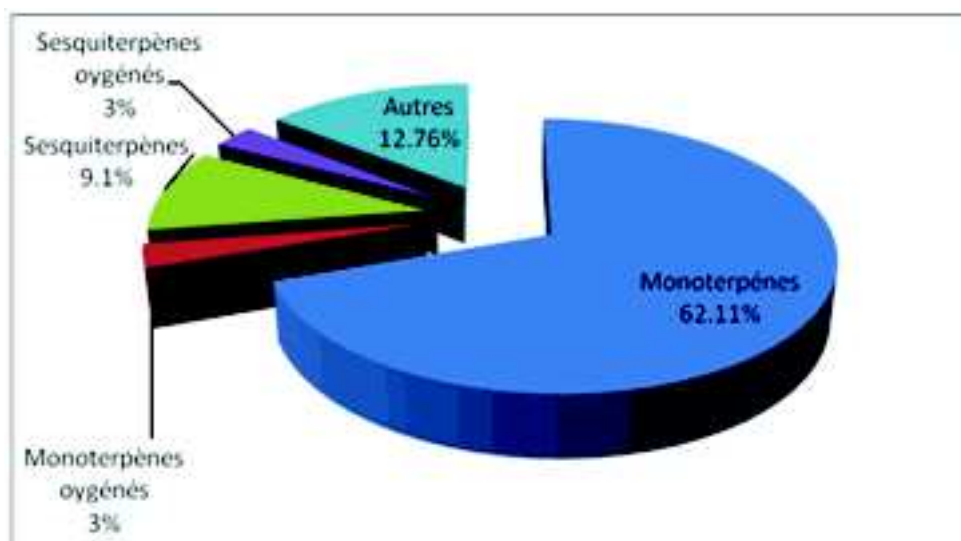


Figure 32 - Familles chimiques de l'huile essentielle d'*Artemisia campestris*.

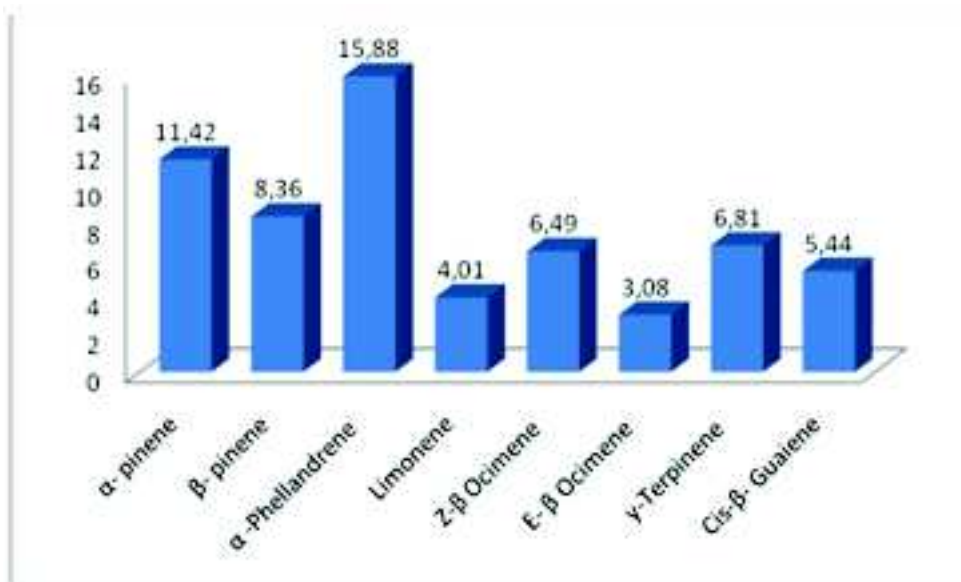
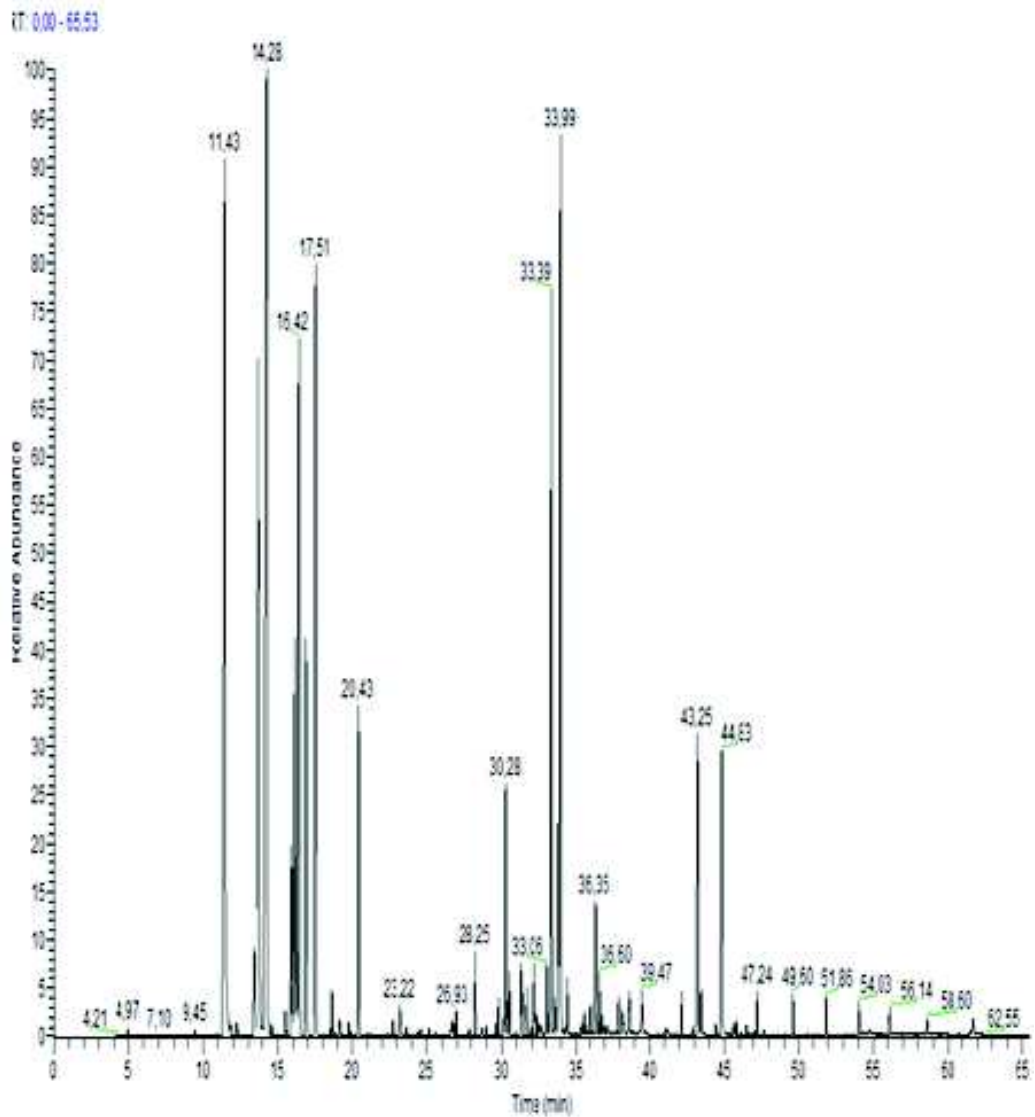


Figure 33 - Les composés majoritaires de l'huile essentielle d'*Artemisia campestris*.

Plusieurs chercheurs ont analysé la composition chimique de l'armoise rouge issu des régions géographiques différentes. BALHATTAB *et al.*, (2011), ont marqué les composés majoritaires suivants:  $\alpha$ -terpinene (18.8 %),  $\alpha$ -pinene (18.4 %), camphore (9.2%), camphene (7.7%) et limonene + borneol (5.2%). La même espèce récoltée dans le sud-est de la Tunisie, est analysée par AKROUT (2001) et il a consigné la composition chimique suivante: bêta-pinene (24.2-27.9 %), p-cymene (17.4-22.3 %) et alpha-pinene (4.1-11%).

Par contre, EREL *et al.*, (2012) ont trouvé une composition très différente à celle signalée en Algérie et en Tunisie avec une dominance de 1,2-dehydroacénaphthylène (20.71%), Tremetone (15.83%) et Capillin (10.38%). Cependant, CHALCHAT *et al.*, (2003), ont remarqué que l'armoise rouge venant de Serbia est plus riche en sesquiterpène. Cette grande différence confirme l'influence des caractéristiques climatiques des régions géographiques sur la composition chimique des huiles essentielles.



**Figure 34** - Chromatogramme GC/MS de l'huile essentielle d'*Artemisia campestris* (Armoise rouge) sur la colonne non polaire HP5-MS.

### III-3-3- Identification des constituants de l'huile essentielle de *Teucrium polium*

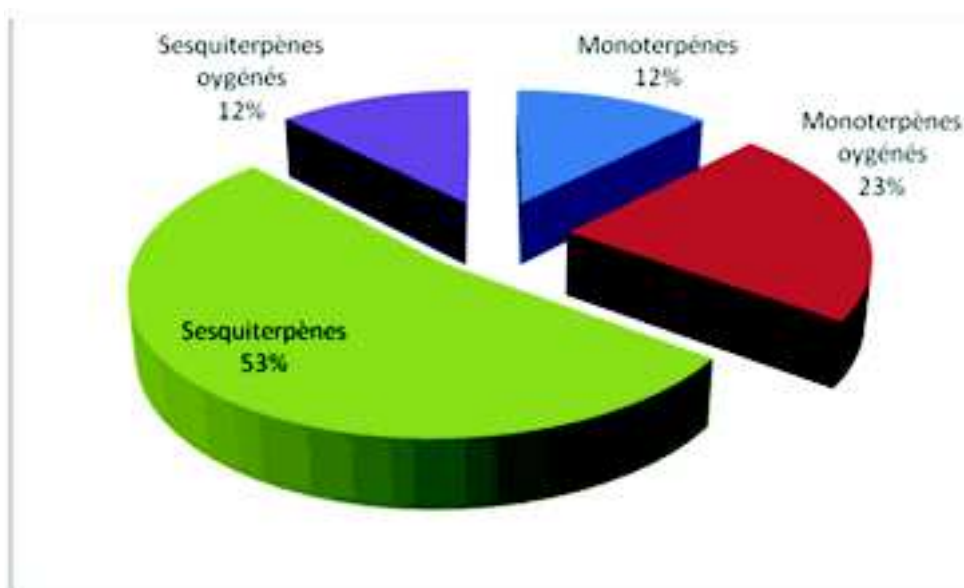
**Composition chimique et activité insecticide de trois extraits végétaux à l'égard de *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae).**

N°	TR	IR calculé	IR Adami	Composé identifié	%
1	11,31	936	939	$\alpha$ -Pinène	0,41
2	13,62	981	979	$\beta$ -Pinène	3,51
3	14,09	990	990	Myrcène	1,84
4	16,09	1033	1029	Limonène	3,37
5	16,81	1049	1037	(E)- $\beta$ -Ocimène	0,91
6	19,21	1101	1098	Trans- $\alpha$ -Sabinène hydrate	0,97
7	20,47	1132	1126	$\alpha$ -Campholène	0,37
8	21,13	1149	1139	Pinocaradiol <trans->	1,48
9	21,28	1152	1144	Verbénol <trans->	0,55
10	21,41	1156	1146	Camphor	0,52
11	22,01	1170	1164	Pinocarvone	1,27
12	22,4	1180	1177	Rosulfurane éponide	0,51
13	23,35	1204	1193	Myrcinal	3,46
14	24,28	1229	1228	Dihydrocaradiol	0,55
15	25,12	1251	1241	Cumin aldéhyde	0,63
16	26,58	1291	1288	Bornyl acetate	1,81
17	27,92	1329	1326	Myrcinal acetate	0,44
18	28,25	1339	1338	$\alpha$ -Eliénène	0,94
19	28,75	1353	1349	$\alpha$ -Terpinyl acetate	4,14
20	29	1360	1359	Eugénol	1,15
21	29,82	1384	1376	$\alpha$ -Copaène	1,13
22	30,13	1393	1388	$\beta$ -Bourbonène	1,34
23	31,29	1429	1420	$\beta$ -Vianène	1,31
24	31,67	1441	1432	$\beta$ -Copaène	1,44
25	33,05	1484	1477	$\beta$ -Chamaigène	1,55
26	33,39	1494	1483	Germacrène D	10,4
27	33,63	1502	1502	Patchoulène <syn->	1,42
28	33,82	1508	1513	Cadinène <syn->	4,84
29	34,48	1530	1523	$\delta$ -Cadinène	15,48
30	34,9	1544	1546	Saligne-2,7(11)-diène	0,74
31	35,56	1566	1561	Germacrène B	1,38
32	36,31	1590	1590	Globulol	2,94
33	36,55	1598	1592	virglool	1,23
34	37,74	1640	1632	Eudémol <syn->	0,91
35	38,2	1658	1654	Cadinol <exo->	1,42
36	38,61	1670	1668	Bitabol-ol	2,05
37	38,87	1679	1669	Calamanen-10-ol <trans->	1,14
Composé identifiés (%)					79,05
Monoterpènes					9,84
Monoterpènes oxygénés					17,83
Sesquiterpènes					41,67
Sesquiterpènes oxygénés					9,71

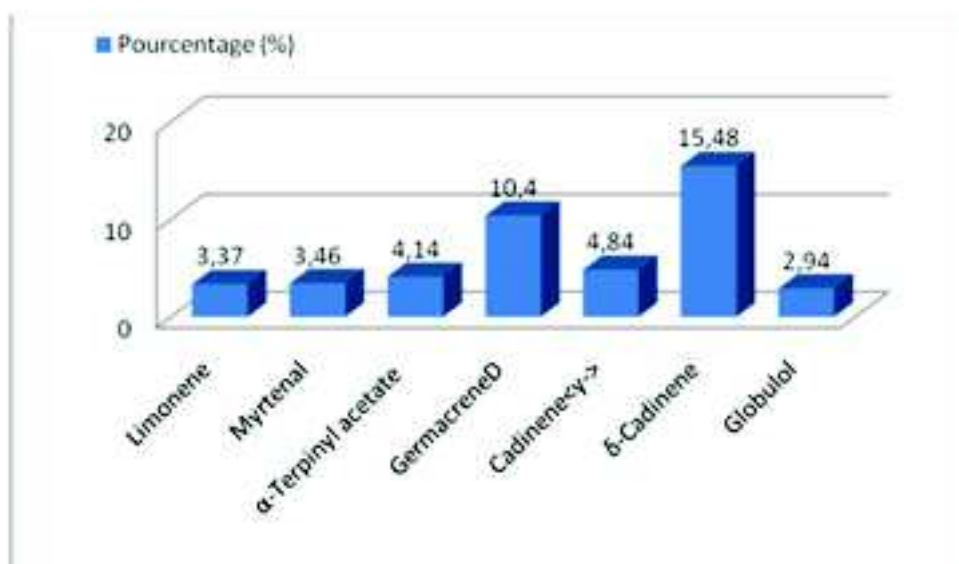
**Tableau 10 - Identification des constituants de l'huile essentielle de la germandrée tomenteuse.**

IR: Indice de rétention relatifs au n-alcanes C7-C28 calculés sur la colonne HP-5MS.

L'huile essentielle obtenue à partir de la partie aérienne de la germandrée tomenteuse révèle l'existence de 37 composés (Tableau 10). De nos analyses, il ressort que les composés majoritaires de cette plante sont:  $\delta$ -Cadinène (15.48 %), D germacrène (10.4 %),  $\alpha$ -terpinyl-acétate (4.14 %). Ces résultats montrent la dominance des composés appartenant à la famille chimique des sesquiterpènes (Fig.35).



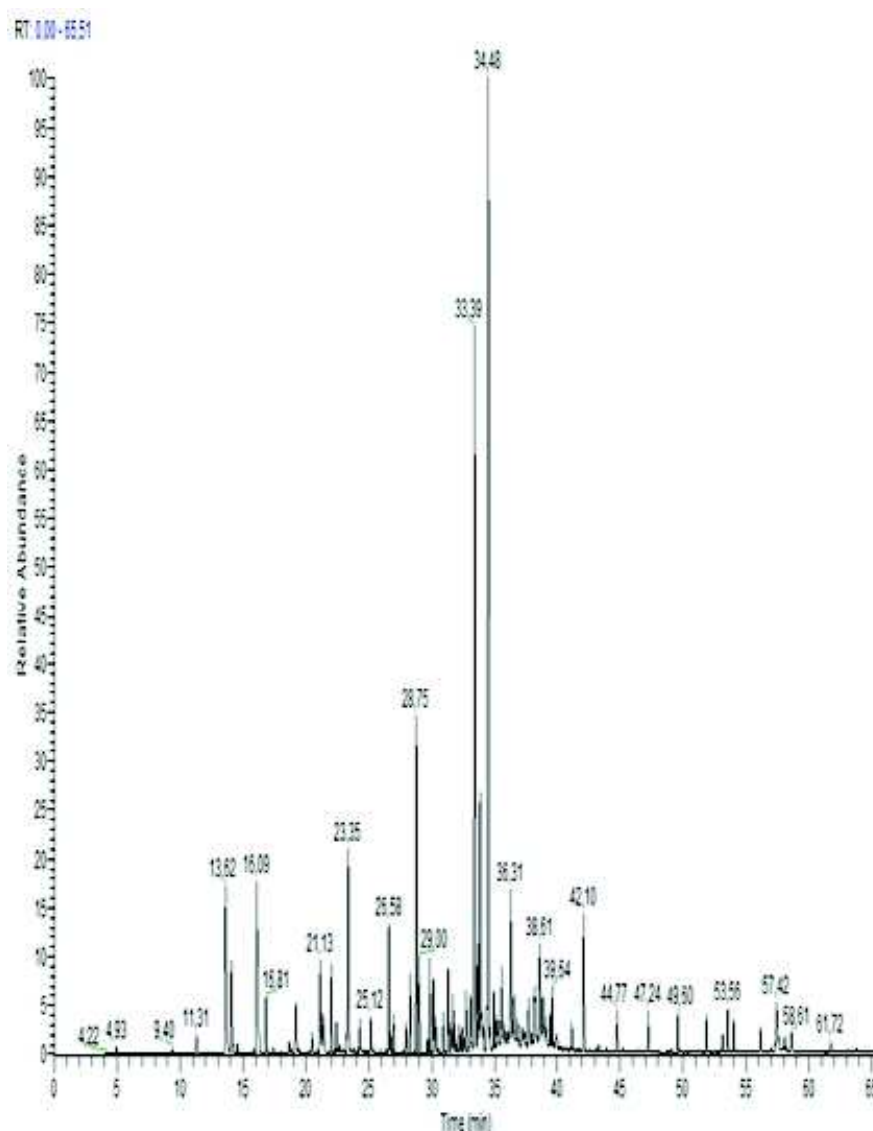
**Figure 35** - Familles chimiques de l'huile essentielle de *Teucrium polium*.



**Figure 36** - Composés majoritaires de l'huile essentielle de *Teucrium polium*.

BEZIĆ *et al.*, (2011) ont mentionné la dominance des sesquiterpènes et ils ont obtenu les composés suivants:  $\beta$ -caryophyllene (52%), D-germacrene (8.4%).

Plusieurs travaux ont mentionné la dominance des monoterpènes, ainsi ROWSHAN et NAJAFIAN (2012), ont reconnu 48 composés dont les composés majoritaires sont:  $\alpha$ -pinene (30.8%),  $\beta$ -pinene (12%), myrcene (8.9%), limonene (7.9%), D-germacrene (6.9%). Cependant BELMEKKI *et al.*, (2013), ont identifié les composés suivants: D-germacrene (25.81%), Bicyclogermacrene (13%),  $\beta$ -pinene (11.69%) et MOGHTADDER (2009) a consigné les composés suivants:  $\alpha$ -pinene (12.52 %), Linalool (10.63%), caryophyllene oxide (9.69%),  $\beta$ -pinene (7.09%) et  $\beta$ -caryophyllene.



**Figure 37** - Chromatogramme GC/MS de l'huile essentielle de *Teucrium polium* (Germandrée tomenteuse) sur la colonne non polaire HP5-MS.

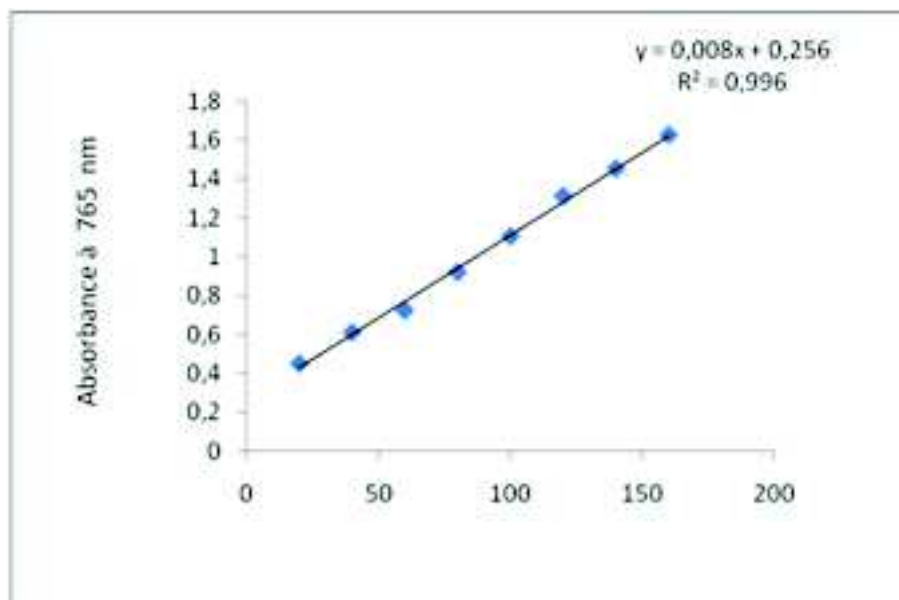
### III-4- Composition chimique des extraits éthanoliques

Les extraits éthanoliques des trois plantes étudiées ont été soumis à une étude quantitative au moyen de techniques spectrophotométriques dans le but de déterminer leur teneur en phénols et en flavonoïdes. Pour cela nous avons établi deux courbes d'étalonnage réalisées avec l'acide gallique et la quercétine, pour le dosage des phénols totaux et des flavonoïdes respectivement.

Les quantités des polyphénols et des flavonoïdes correspondantes ont été rapportées en équivalent gramme de l'étalon utilisé et déterminées par les deux équations de type :  $y = ax + b$ .

### III-4-1- Phénols totaux

La teneur en polyphénols totaux est calculée à partir des valeurs des absorbances à une longueur d'onde de 765 nm en utilisant la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Fig.38).



**Figure 38 - Droite d'étalonnage de l'acide gallique.**

Les résultats présentés dans la figure révèlent que l'extrait de l'armoise rouge est très riche en phénols totaux suivi par le Thym de l'Algérie et la germandrée tomenteuse.

Les résultats des dosages sont élevés et proche de ceux obtenus par EREL *et al.*, (2012), les phénols totaux de l'armoise rouge  $201.4 \pm 1.41$  (ME 0.1 mg/ml), et les flavonoïdes:  $93.86 \pm 16.36$  (ME: 1g/l).

Dans le cas de la germandrée tomenteuse, HAMMOUDI *et al.*, (2012), ont confirmé que l'acétate d'éthyl obtenue par macération renferme 89.05mg/g en phénols totaux. Cependant, les dosages des phénols totaux pour ALBAHTITI (2012) est égal à  $170.62 \pm 1.05$  mg/g.

Cette variation en composés phénoliques des extraits végétaux dépend essentiellement de leur origine géographique, la méthode d'extraction et le type du solvant utilisé (HAYOUNI, 2007; EBRAHIMZADEH *et al.*, 2008). Pour cela, il est difficile de comparer les résultats obtenus avec ceux cités dans la littérature.



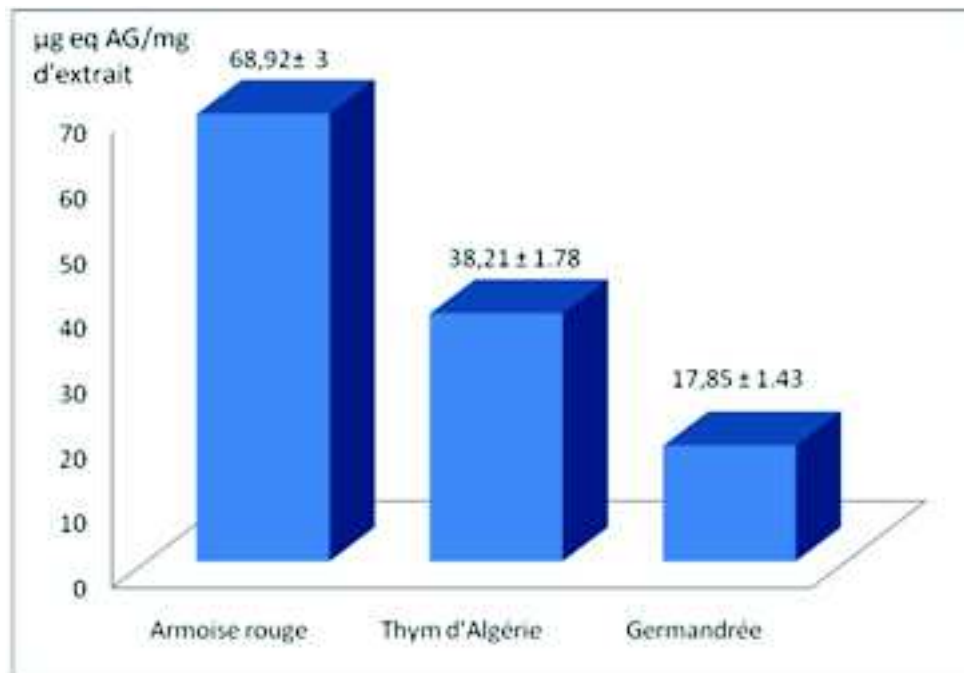


Figure 39 - Teneurs en phnols totaux des trois extraits étudiés.

### III-4-2- Flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes a été réalisé selon la méthode d'AlCl<sub>3</sub>, en utilisant la courbe d'étalonnage obtenue avec la quercétine.

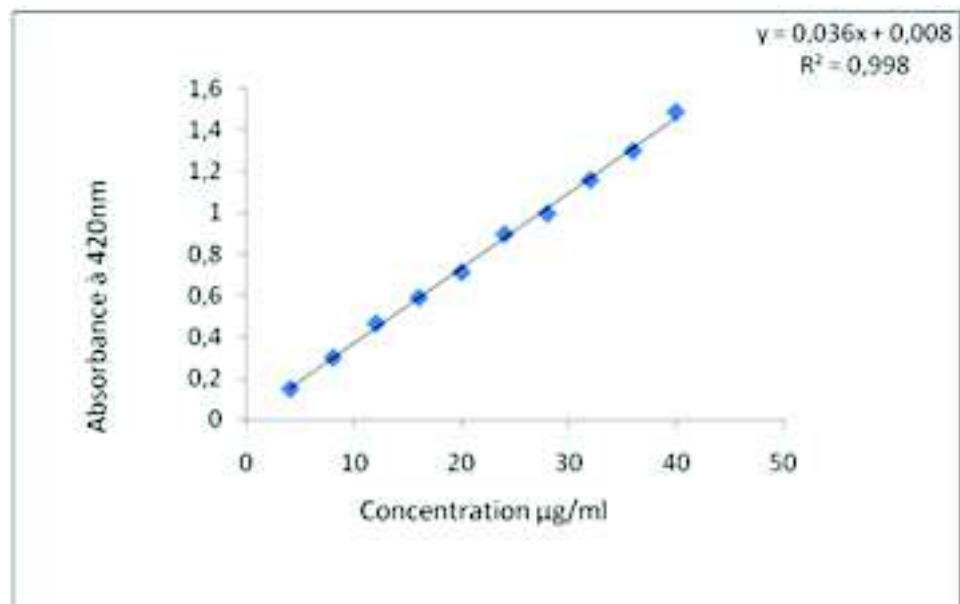


Figure 40 - Droite d'étalonnage de la quercétine.

Les résultats obtenus du dosage quantitatif des flavonoïdes, montrent que l'extrait de la germandrée tomenteuse est très riche en flavonoïdes. Cependant, l'armoise rouge est plus riche en flavonoïdes que celui du thym d'Algérie, ceci malgré la teneur élevée en phénols totaux de ce dernier (fig.38). Le dosage des flavonoïdes de la germandrée tomenteuse dans

notre échantillon est plus élevé que celui trouvé par KHOSHNOOD-MANSOORKHANI *et al.*, (2010) égale à  $1.89 \pm 0.18$  mg /ml.

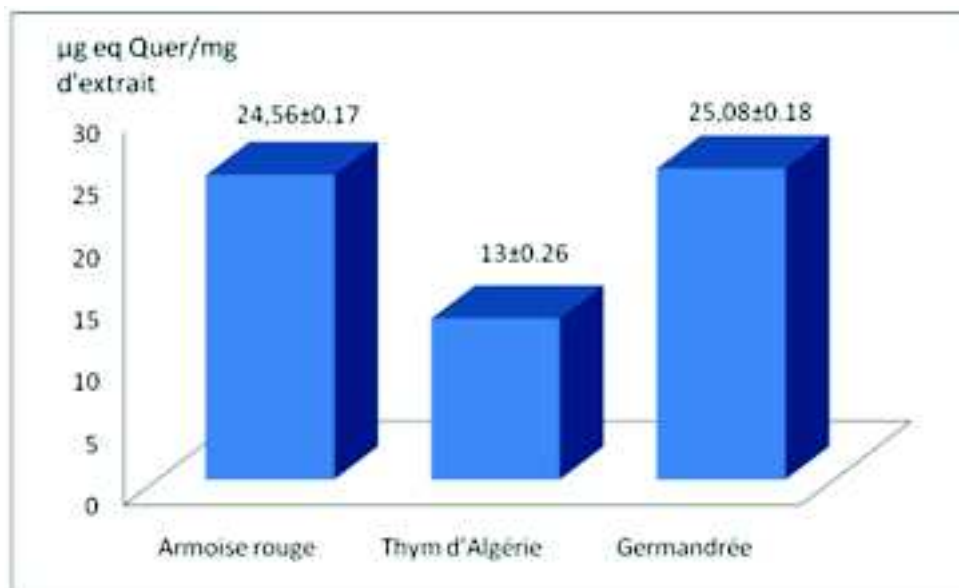


Figure 41 - Teneurs en flavonoïdes des extraits étudiés.

## III-5- Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles

### III-5-1- Evaluation de l'effet contact

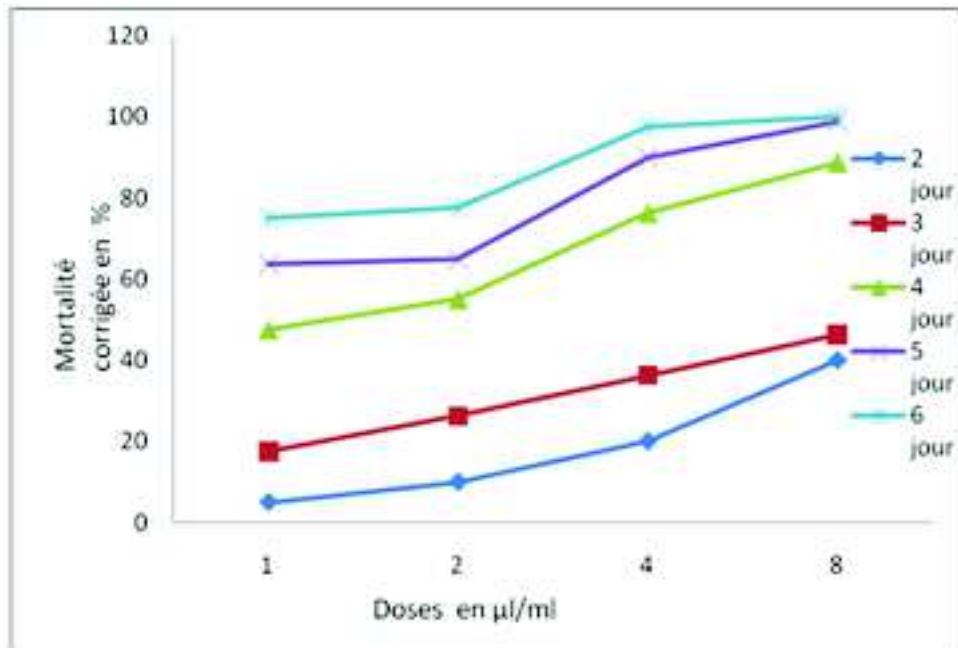
L'évaluation de la toxicité des huiles essentielles se fait par le comptage des insectes morts et le calcul de la mortalité corrigé. Les résultats obtenus révèlent que les huiles essentielles expérimentées manifestent une activité insecticide par contact relativement variable selon les plantes vis-à-vis de *Sitophilus oryzae*. Pour toutes les huiles testées, l'efficacité augmente avec la dose d'huile déposée sur le papier filtre. Cette efficacité est basée sur la comparaison des DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> calculées à partir des courbes de régressions des probits en fonction des logs dose.

#### III-5-1-1- Cas de l'armoise rouge " *Artemisia campestris* "

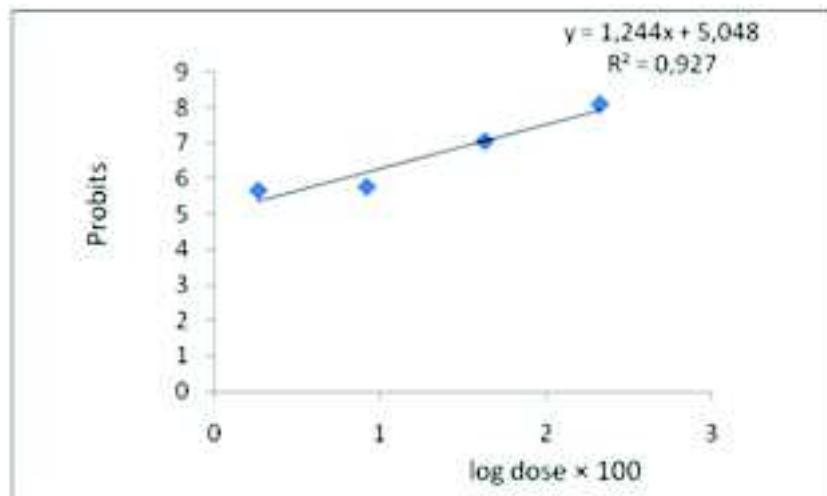
Pour l'essai contact les résultats obtenus montrent que le pourcentage de mortalité est proportionnel aux doses et aux temps (Fig.42). Nous remarquons que la mortalité corrigée de deuxième jour de traitement, varie entre 5 et 40% en augmentant les doses et en troisième jour, elle varie entre 17.5 % et 46.25 %. Après le quatrième jour, la mortalité corrigée augmente progressivement et dépasse les 50 % pour toutes les doses testées. La dose létale 50 enregistrée pour l'huile essentielle, est de  $0.009 \mu\text{l}/\text{cm}^2$  ( $0.71 \mu\text{l}/\text{ml}$ ) et la DL<sub>90</sub> est de  $0.027 \mu\text{l}/\text{cm}^2$  ( $2.12 \mu\text{l}/\text{ml}$ ).

Nous constatons par ailleurs, que la dose  $D_4 = 0.102 \mu\text{l}/\text{cm}^2$  ( $8 \mu\text{l}/\text{ml}$ ), s'est avérée la plus efficace et la plus toxique vis- à -vis les adultes de *Sitophilus oryzae* car elle provoque

une mortalité totale des adultes au bout de 6 jours. En outre, la mortalité dans les boîtes de témoin est absolument nulle, ce qui confirme la toxicité des huiles essentielles des plantes choisies.



**Figure 42** - Variation de la mortalité corrigée par contact des différentes doses de l'huile essentielle de l'armoise rouge sur *Sitophilus oryzae*.



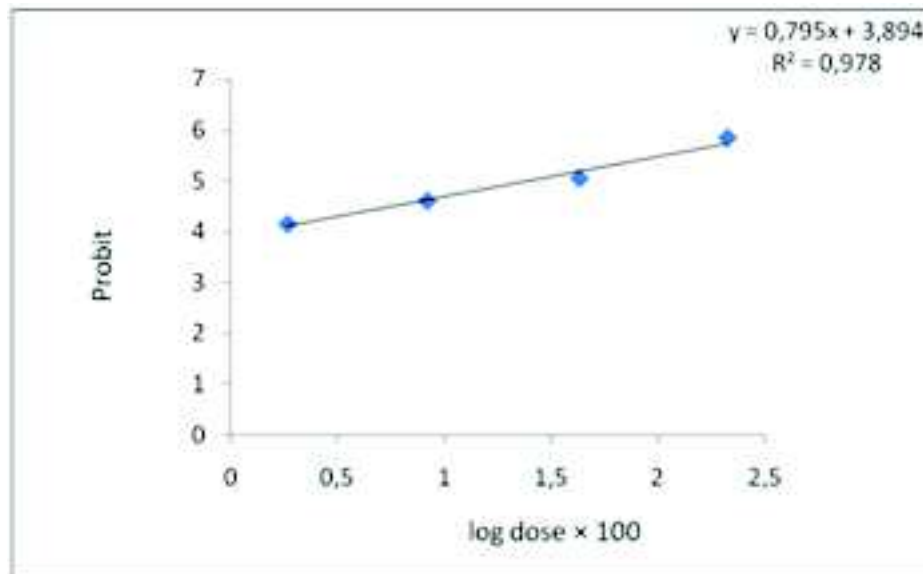
**Figure 43** - Régression linéaire de l'effet contact d'huile essentielle de l'armoise rouge à l'égard de *Sitophilus oryzae*.

### III-5-1-2- Cas de thym d'Algérie:

Pour le thym d'Algérie, la réponse de *Sitophilus oryzae* à l'effet contact de l'huile essentielle est strictement liée avec l'augmentation des doses.

Dans les conditions de l'expérimentation, on enregistre une évolution de la mortalité en fonction des doses qui passe de 20 % pour 0.013 µl/cm<sup>2</sup> à 35 % pour 0.025 µl/cm<sup>2</sup>, et passe de 53.75 % pour 0.051 µl/cm<sup>2</sup> à 80 % pour la plus forte dose (0.102 µl/cm<sup>2</sup>).

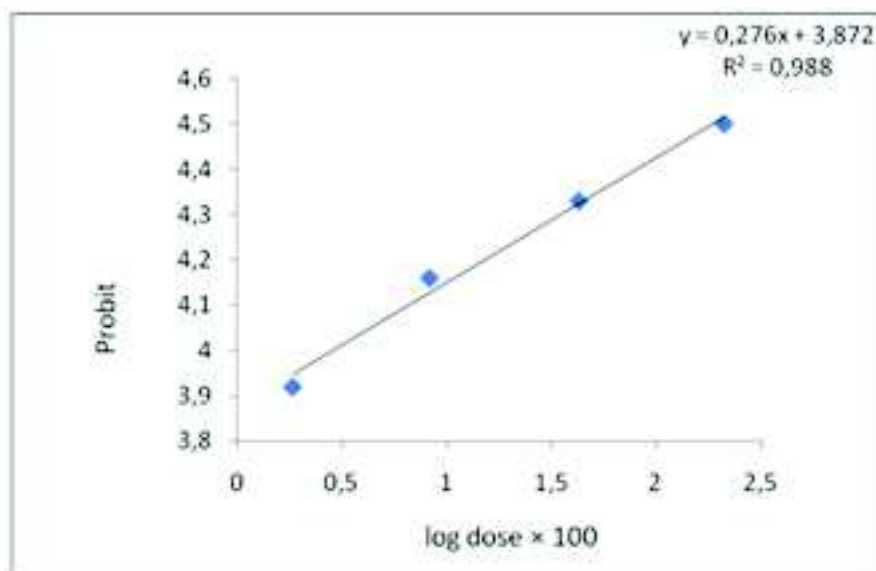
La DL<sub>50</sub> (Fig.44) est égale à 0.04 µl/cm<sup>2</sup> (= 3.14 µl/ml), ainsi que la DL<sub>90</sub> est estimée à 0.2 µl/cm<sup>2</sup> (= 15.7 µl/ml). La mortalité de *Sitophilus oryzae* dans les boîtes du témoin est nulle.



**Figure 44** - Régression linéaire de l'effet contact d'huile essentielle de Thym d'Algérie sur la mortalité de *Sitophilus oryzae*.

### III-5-1-3- Cas de la germandrée tomenteuse

Les résultats de mortalité pour l'huile essentielle de cette plante varient de 13.75 % pour la plus faible dose et ne dépasse pas 31.25 % pour la plus forte dose. La mortalité n'a pas dépassé les 50 %, pour cela nous avons essayé de la calculer à partir la droite de régression (Fig.45) et la valeur est estimée à 0.59 µl/cm<sup>2</sup>.



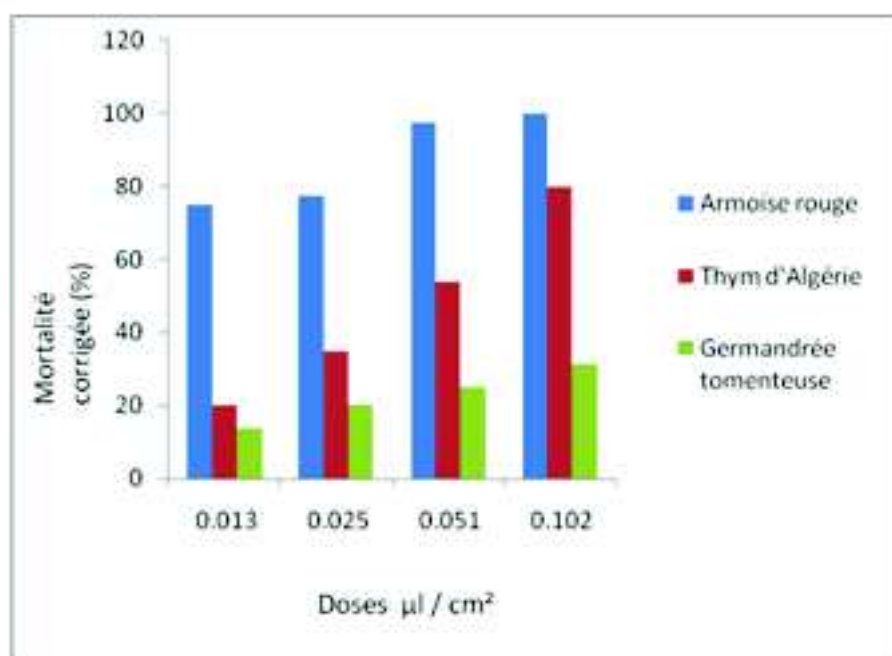
**Figure 45** - Régression linéaire de l'effet dose d'huile essentielle de la germandrée tomenteuse sur la mortalité de *Sitophilus oryzae*.

### III-5-1-4- Comparaison de l'effet contact des trois plantes sur *S.oryzae*:

Les pourcentages de mortalité obtenus varient de 75 à 100 % pour l'armoise rouge, de 20 à 80 % pour le thym d'Algérie et de 13.75 à 31.25 % pour la germandrée tomenteuse. Nous constatons qu'il existe une différence d'efficacité entre les trois huiles essentielles utilisées à l'égard du charançon du riz.

Tableau 11 - Mortalité de *Sitophilus oryzae* par effet contact des huiles essentielles.

Armoise rouge		Thym d'Algérie		Germandrée tomenteuse	
Dose en $\mu\text{l}/\text{cm}^2$	MC (%)	Dose en $\mu\text{l}/\text{cm}^2$	MC (%)	Dose en $\mu\text{l}/\text{cm}^2$	MC (%)
D1 = 0.013	75	D1 = 0.013	20	D1 = 0.013	13.75
D2 = 0.025	77.5	D2 = 0.025	35	D2 = 0.025	20
D3 = 0.051	97.5	D3 = 0.051	53.75	D3 = 0.051	25
D4 = 0.102	100	D4 = 0.102	80	D4 = 0.102	31.25



**Figure 46 - Efficacité des huiles essentielles par effet contact vis-à-vis *Sitophilus oryzae*.**

La comparaison des trois huiles essentielles en fonction des taux de mortalité obtenus et de leurs  $DL_{50}$  et  $DL_{90}$ , montre la forte toxicité de l'huile essentielle de l'armoise rouge suivi par l'huile essentielle de thym d'Algérie. En effet, les  $DL_{50}$  et  $DL_{90}$  pour l'armoise rouge sont respectivement  $0.71 \mu\text{l}/\text{ml}$  et  $2.12 \mu\text{l}/\text{ml}$  et  $3.14 \mu\text{l}/\text{ml}$  et  $15.7 \mu\text{l}/\text{ml}$  avec l'huile essentielle de thym d'Algérie (Fig.47 et Fig. 48).

Par contre, pour l'huile essentielle de la germandrée les 50 % de mortalité n'ont pas été atteints aux doses testées et la  $DL_{50}$  est estimée à  $46.3 \mu\text{l}/\text{ml}$  qui est calculé à partir la droite de régression de la figure 46. D'après ces résultats, nous constatons que l'huile essentielle de la germandrée tomenteuse ne présente pas une toxicité vis-à-vis les adultes de *Sitophilus oryzae*.

L'analyse de la variance nous a révélé un effet des doses sur la mortalité très hautement significatif quelque soit l'huile essentielle utilisée (Annexe, tableau1).

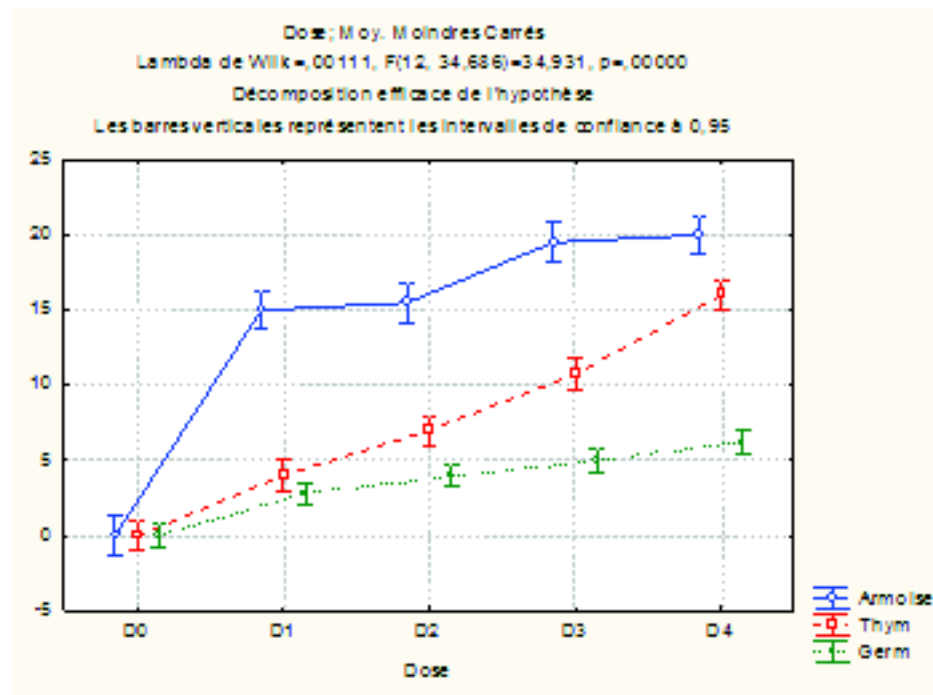


Figure 47 - Variation de la mortalité moyenne par effet contact des trois huiles essentielles à l'égard de *Sitophilus oryzae*.

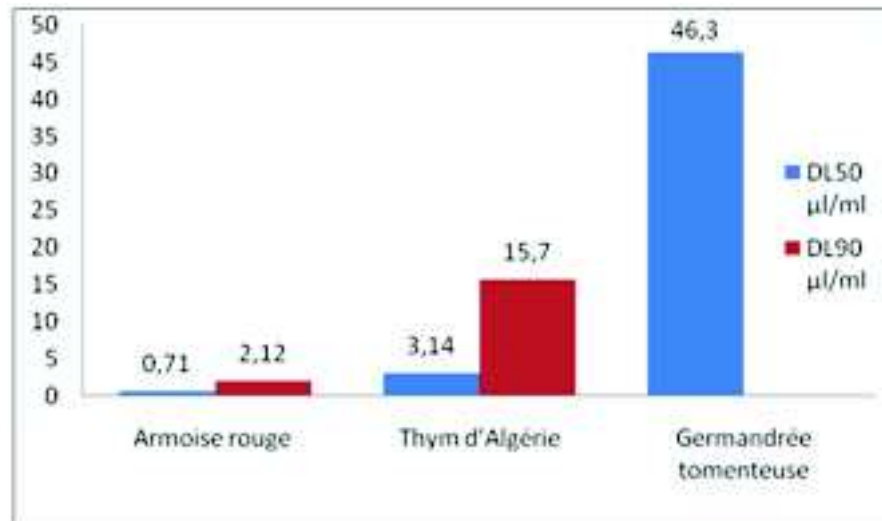


Figure 48 - Les doses létales (DL50 et DL90) des trois huiles essentielles.

### III-5-1-5- Discussion des résultats

Dos nos conditions expérimentales, les trois huiles essentielles présentent des effets très variables sur la mortalité des adultes de *Sitophilus oryzae* et la lumière de ces résultats, nous pouvons classer ces huiles essentielles ont deux groupes. Le premier groupe est celui des huiles essentielles qui provoquent plus de 70 % de mortalité c'est le cas de l'armoise

rouge et de thym d'Algérie, le deuxième groupe des huiles essentielles inefficaces c'est bien le cas de la germandrée tomenteuse.

Cette différence de degré de la toxicité, peut être due à la composition chimique des huiles essentielles. Nous remarquons que l'huile essentielle de l'armoise rouge est très riche en monoterpènes plus particulièrement l'alpha-pinene, la myrcene et la beta-pinene. Plusieurs études confirment que l'activité insecticide des monoterpènes, est due à plusieurs mécanismes synergiques qui affectent des cibles multiples et perturbent ainsi plus efficacement l'activité cellulaire (HUIGNARD *et al.*, 2008).

Selon PARK 2000, d'autres composés comme alpha-phellandrene, terpinolene et (+) limonene peuvent avoir une forte activité insecticide vis à vis *Sitophilus oryzae* et d'après HASHEMI et SAFAVI, (2012), l'activité insecticide d'une plante peut être due à sa richesse en alpha pinene. D'autres travaux ont prouvé que l'alpha-pinene est toxique vis-à-vis *Tribolium confusum* (OJIMELUKWE et ADLER, 1999., TAPONDJOU *et al.*, 2005).

Les travaux de PARK *et al.*, (2003) ont isolé sept constituants de l'huile essentielle de *Chamaecyparis obtusa* par contact et inhalation et ils sont prouvés l'activité insecticide des trois constituants : Bormyl acetate,  $\alpha$ -phellandrene et terpinolene avec mortalité peut dépasser 90 %.

Par ailleurs, l'huile essentielle riche en linalool, thymol et carvacrol montre une activité toxique vis-à-vis des insectes. Ce ci est confirmé par les travaux de TRABOULSI *et al.*, (2002), qui ont testé huit composés purs contre les larves de moustique et ils ont prouvé que l'alpha-pinene, le thymol et le carvacrol présentent une activité insecticide très élevée.

En outre, GIWELI *et al.*, (2013) ont confirmé que l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* présente une activité antimicrobienne et antifongique. L'activité insecticide de cette plante est due à la présence du thymol qui est un constituant active de certains insecticides botaniques (ISMAN, 2006). Nos résultats se rapprochent de ceux trouvés par HEYDARZADE et MORAVVEJ (2012) qui ont remarqué que l'huile essentielle de *Teucrium polium* est moins toxique sur *Callosobruchus maculatus* avec une concentration de 1263  $\mu\text{l}/\text{cm}^2$ .

Cette faible toxicité de l'huile essentielle de *Teucrium polium* est liée à plusieurs paramètres. Selon Séri-Kouassi (2004), la différence de degré d'intoxication des insectes avec les huiles essentielles est en fonction de leur composition chimique qui est influencé beaucoup plus par la région géographique des plantes. Malgré cette inefficacité contre les insectes, l'huile essentielle de cette plante présente une forte activité toxique vis-vis les virus, les bactéries et les champignons (BEZIĆ *et al.*, 2011 et BELMEKKI *et al.*, 2013).

L'action toxique par contact de certaines plantes sous formes d'huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae* a été mise en évidence par plusieurs chercheurs. HASHEMI et SAFAVI (2012), ont étudié l'activité insecticide de l'*Artemisia haussknechtii* sur *sitophilus oryzae* (LC<sub>50</sub> à 19.54  $\mu\text{l}/\text{L}$  à 72h ) et contre *Callosobruchus maculatus* qui est plus sensible et les composé majoritaires de cette plante sont: Camphor (29.24 %), 1.8-cineole (27.62 %) Yomogi alcohol (5.23 %) et Camphene (4.8 %). En outre, NGASSOUM *et al.*, (2007), ont testé l'efficacité des HE de *Vepris heterophylla*, *ocimum canum* et *Hyptis spicigera* ces derniers HE sont riches par les monoterpènes. D'autres travaux ont affirmé l'efficacité de la plante *Lippia rugosa* (Verbenaceae) sur *Sitophilus oryzae* (NGAMO *et al.*, 2007).

### **III-5-2- Evaluation de l'effet inhalation:**

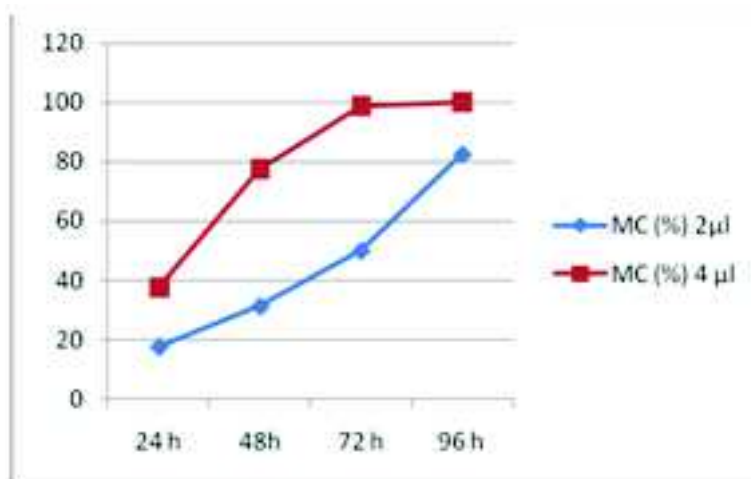
---



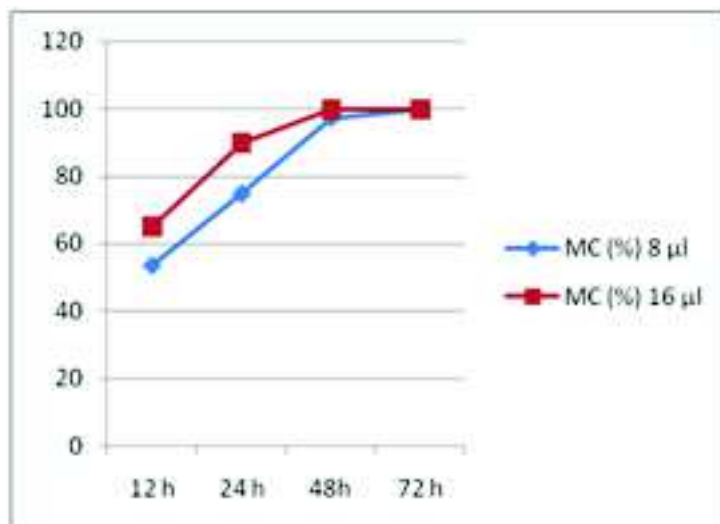
### III-5-2-1- L'armoise rouge

Les résultats obtenus montrent que l'huile essentielle de *Artemisia campestris* a également une activité insecticide sur les adultes de *Sitophilus oryzae* par effet inhalation (Fig.49 et Fig.50). Au bout de 12 heures d'exposition la mortalité des adultes varie de 53.75 % pour la dose 8  $\mu$ l /ml et 65 % pour la dose 16  $\mu$ l/ml, qui augmentent rapidement dans les jours qui se suivent. En ce qui concerne les faibles doses 2  $\mu$ l et 4  $\mu$ l, la mortalité varie de 17.5% et 37.5% après 24 heures et au bout de 96 heures la mortalité enregistrée est de 82.5 % pour la dose 2  $\mu$ l et 100 % pour la dose 4  $\mu$ l.

En effet, les fortes doses provoquent la mortalité de plus de 50 % des individus et arrivent à 100% de mortalité au bout de 48 heures.



**Figure 49** - Variation de mortalité corrigée par effet inhalation sur *Sitophilus oryzae* des faibles doses.

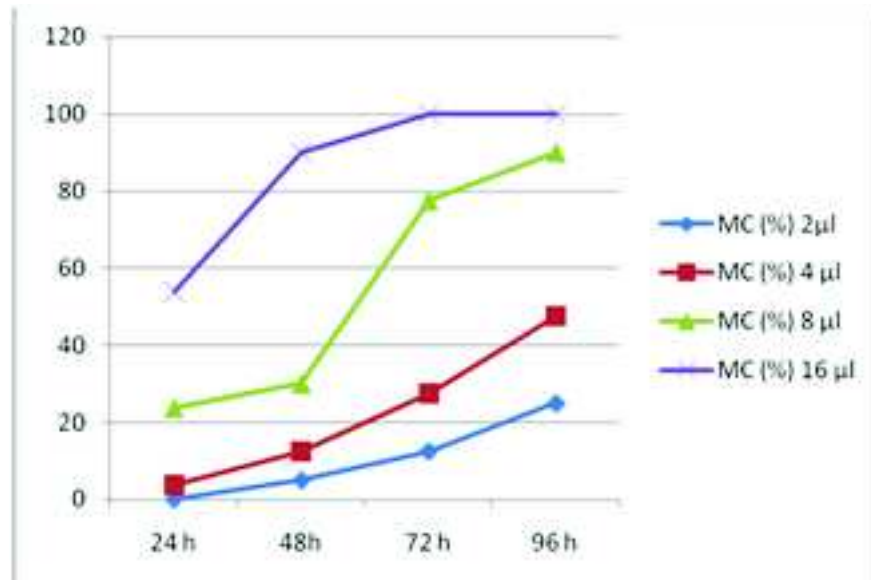


**Figure 50** - Variation de mortalité corrigée par effet inhalation sur *Sitophilus oryzae* des fortes doses.

### III-5-2-2- Le thym d'Algérie

Lorsque les adultes de *Sitophilus oryzae* sont exposés à l'huile essentielle de *Thymus algereinsis*, les mortalités ont été notées à partir 24 heures d'exposition. La mortalité augmente avec l'accroissement des doses et avec l'allongement du temps. Pour la dose de 4  $\mu$ l, la mortalité passe de 3.75 % pendant 24 heures à 47.5 % après 4 jours et pour la dose 8  $\mu$ l, elle passe de 23.75 % (24 h) à 90 % (96 h).

Ces résultats montrent nettement l'action efficace de l'huile essentielle de cette plante surtout pour la plus forte dose qui provoque 100% de mortalité au bout de 72 h d'exposition.



**Figure 51** - Variation de la mortalité corrigée par effet inhalation de l'huile essentielle de thym d'Algérie sur *Sitophilus oryzae*.

### III-5-2-3- Comparaison de l'effet inhalation des trois huiles essentielles sur *Sitophilus oryzae*

La comparaison est effectuée par le calcul des temps létaux, ces derniers ont été évalués par les droites de régression. La TL<sub>50</sub> de l'armoise rouge est de 10.59 heures pour la plus forte dose à 58.55 heures pour la plus faible dose. Ainsi, la TL<sub>90</sub> de la forte dose est 20.28 heures et 164.02 heures à la plus faible dose testée.

La réponse de *Sitophilus oryzae* à l'huile essentielle de thym d'Algérie par inhalation était relativement lente. Lorsque les adultes sont exposés à la dose 2  $\mu$ l la TL<sub>50</sub> égale à 157.59 heures et à la dose 4  $\mu$ l la TL<sub>50</sub> égale à 109.94 heures. En effet, la plus forte dose provoque les meilleurs résultats avec la TL<sub>50</sub> égale à 20.28 heures et la TL<sub>90</sub> à 24.53 heures.

Cependant, l'huile essentielle de *Teucrium polium* n'a provoqué aucune mortalité par effet inhalation avec les quatre répétitions. Cette inefficacité est due à la pauvreté de cette huile essentielle en monoterpènes.

En effet, l'analyse de la variance de l'effet de la variation des doses et du temps sur la mortalité moyenne, montre un effet très hautement significatif. (Annexe, tableau 5).

**Tableau 12** - Les temps létaux TL<sub>50</sub> et TL<sub>90</sub> (en heure) en fonction de plusieurs doses.

Plante	Temps létaux (heure)	Dose 2µl	Dose 4 µL	Dose 8µL	Dose 16µL
Armoise rouge	TL50	58,55	29,37	13,06	10,59
	TL90	164,02	48,91	27,93	20,28
Thym d'Algérie	TL50	157,59	109,94	46,06	24,53
	TL90	395,44	302,53	108,85	40,04

### III-5-2-5- Discussion des résultats

D'après ces résultats, nous constatons que l'huile essentielle d'*Artemisia campestris* est plus efficace sur le charançon du riz avec des valeurs de TL<sub>50</sub> et TL<sub>90</sub> plus faibles que celles enregistrée pour l'huile de *Thymus algeriensis*.

De même grâce à leurs récepteurs sensoriels olfactifs, les insectes des denrées stockées sont très sensibles aux spectres et à l'intensité des odeurs dégagées par les huiles essentielles (REGNAULT-ROGER *et al.*, 2008). En effet, les vapeurs d'huiles essentielles agirait sur le système nerveux des insectes entraînant le déclenchement rapide de feed back négatif

Plusieurs auteurs ont étudié l'effet d'inhalation des huiles essentielles à l'égard des insectes des denrées stockées. NEGAHBAN *et al.*, (2006) ont étudié l'activité insecticide de l'huile essentielle d'*Artemisia sieberi* par fumigation sur trois insectes des stocks et ils ont trouvé que LC<sub>50</sub> est égale à 1.45 ul / l sur *callosobruchus maculatus* et 3.86 ul / l sur *Sitophilus oryzae*. De même REGNAULT-ROGER et HAMRAOUI (1995), ont montré l'effet de la fumigation du alpha-pinene contre *Acanthoscelides obtectus* (la bruche du haricot).

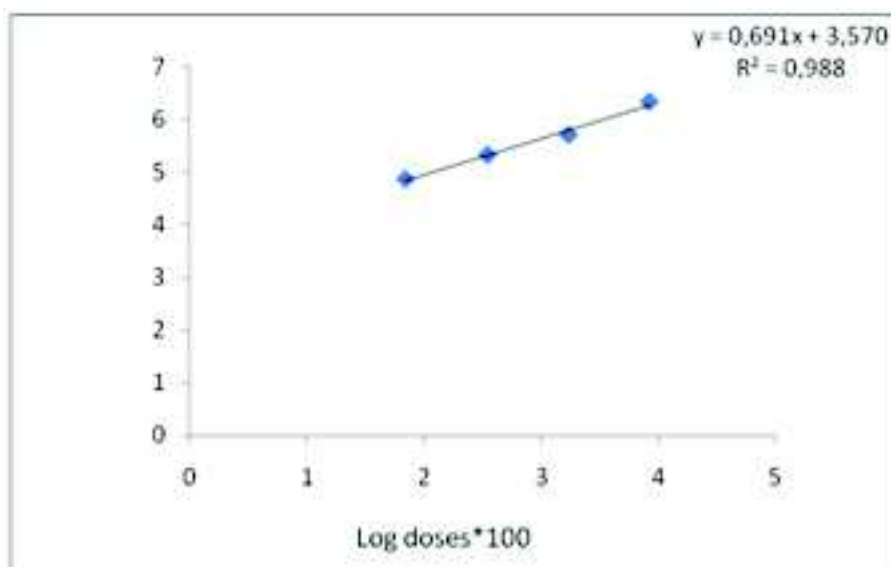
## III-6- Evaluation de l'activité insecticide des extraits éthanoliques

### III-6-1- Le test du contact

De même que pour les huiles essentielles, l'évaluation de la toxicité des extraits éthanoliques par contact, est basée sur la comparaison des DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> calculées à partir les courbes de régressions des probits en fonction des logs dose.

#### III-6-1-1- Cas de l'armoise rouge

Les résultats de la mortalité corrigée de l'extrait brut d'armoise rouge changent progressivement en augmentant les doses. Les mortalités varient entre 44.74 % pour la dose 0.063 mg/cm<sup>2</sup> (5mg/ml) à 90.79 % pour la dose 0.509 mg/cm<sup>2</sup> (40 mg/ml) avec une mortalité naturelle de 5 %.

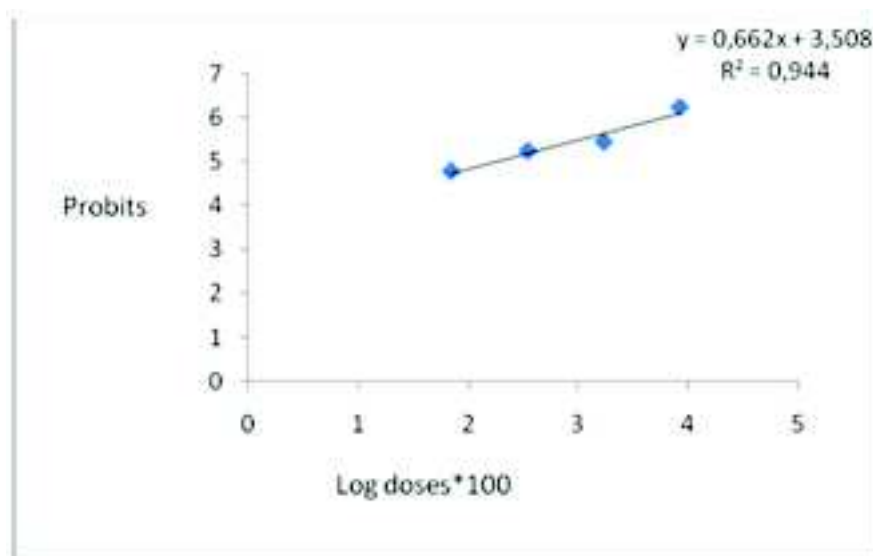


**Figure 52** - Régression linéaire de l'effet contact de l'extrait de l'armoise rouge sur *Sitophilus oryzae*.

### III-6-1-2- Cas du thym d'Algérie

La mortalité des adultes dans les boîtes traitées par l'extrait de thym d'Algérie, est calculée pendant 6 jours avec une mortalité naturelle de 5%. La mortalité enregistrée pour la faible dose passe de 10 % au bout de 48 heures à 40.78 % au bout de 144 heures, et pour la plus forte dose, elle varie de 20 % au bout de 48 heures à 78.94 % après six jours du traitement.

La figure 53 représente la droite de regression montrant la relation entre les log doses et les probits.

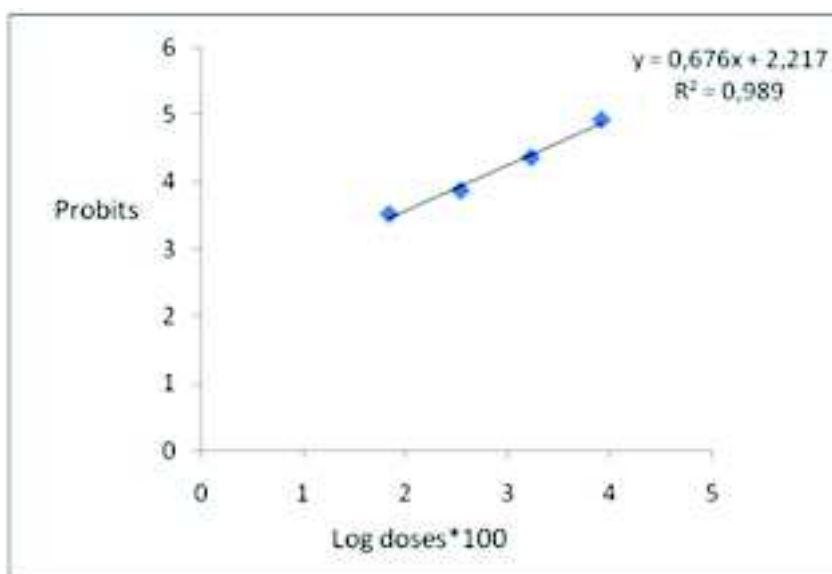


**Figure 53** - Régression linéaire de l'activité insecticide par contact de l'extrait de thym d'Algérie sur *Sitophilus oryzae*.

### III-6-1-3- Cas de la germandrée tomenteuse

L'extrait éthalonique de *Teucrium polium* provoque une toxicité relativement lente à l'égard des adultes de *Sitophilus oryzae*. Au bout de six jours de contact, la mortalité corrigée est égale à 6.58 % pour la dose 0.063 mg/cm<sup>2</sup> (5mg/ml) et elle s'élève avec l'augmentation des doses jusqu'à une mortalité égale à 47.37 % pour la dose 0.509 mg/cm<sup>2</sup> (40 mg/ml). Les pourcentages de mortalité ont été transformés en probits afin de tracer une droite de régression (Fig.54) pour calculer les doses létales (DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub>).

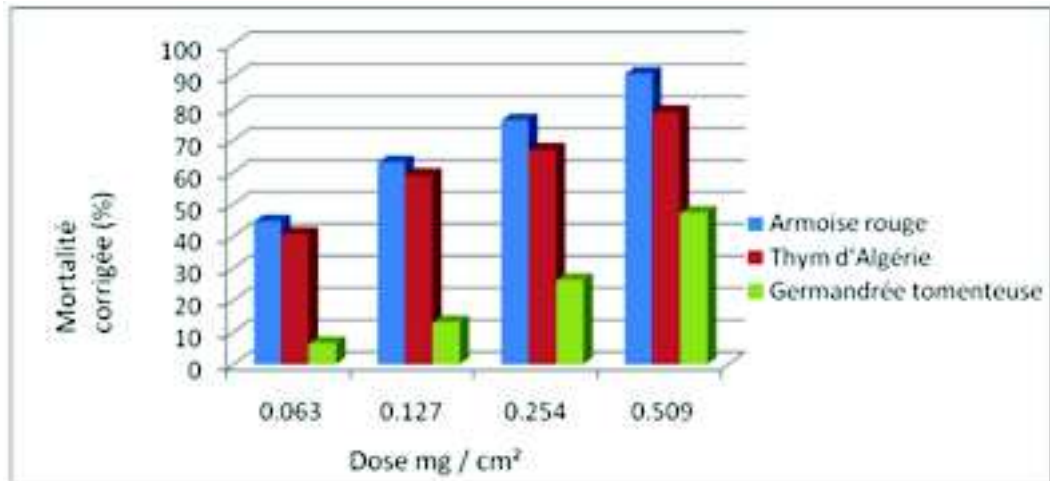
Toutefois, le pourcentage de mortalité dans les boîtes non traitées n'a pas dépassé le 5 % au sixième jour.



**Figure 54** - Régression linéaire de l'effet contact de l'extrait de la germandrée tomenteuse sur *Sitophilus oryzae*.

#### III-6-1-4- Comparaison de l'efficacité des trois extraits éthaloniques sur *Sitophilus oryzae*

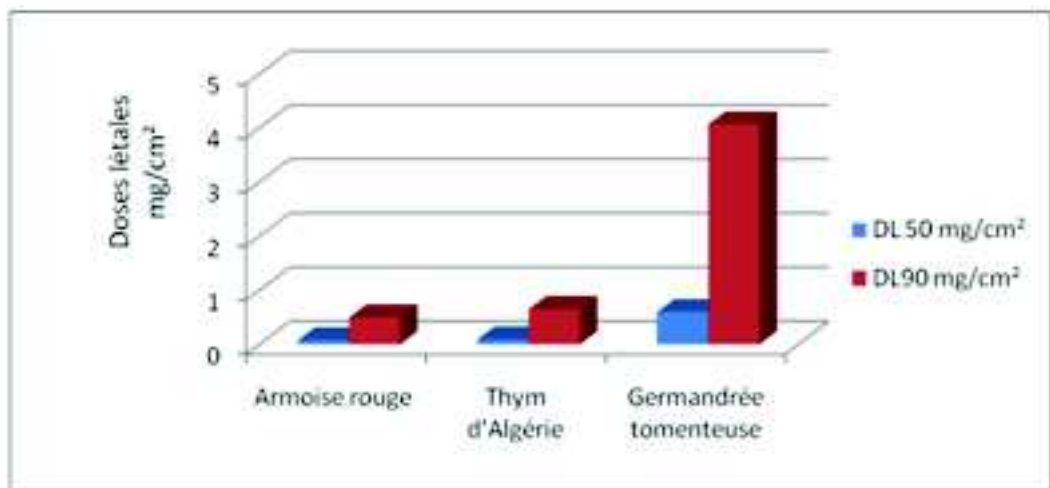
L'action insecticide des trois extraits des trois plantes étudiées varie en fonction des doses. En effet, la mortalité enregistrée est faible pour les extraits de *Teucrium polium* et ne dépasse pas les 50 % pour la plus forte dose (40mg/ml). Le thym d'Algérie et l'armoise rouge présentent des mortalités qui dépassent les 70 % (Fig.55).



**Figure 55** - Efficacité des extraits éthaloniques par effet contact vis-à-vis *Sitophilus oryzae*.

La comparaison des trois extraits éthaloniques en fonction des taux de mortalité obtenue et de leurs DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub>, montre la forte toxicité par contact de l'extrait de l'armoise rouge suivi par l'extrait éthalonique de thym d'Algérie. En effet, les DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> pour l'armoise rouge sont respectivement 0.078 mg/cm<sup>2</sup> et 0.5 mg/cm<sup>2</sup> et pour l'extrait de thym d'Algérie sont 0.094 mg/cm<sup>2</sup> et 0.65 mg/cm<sup>2</sup> (Fig.56).

Par contre, pour l'extrait de la germandrée tomenteuse, la dose létale qui provoque la 50 % de mortalité est estimée à 0.6 mg/cm<sup>2</sup> qui est très élevée par rapport aux doses létales des autres plantes. De même pour les HE, l'analyse de la variance pour essai contact des extraits éthaloniques est hautement significatif ( $P < 0.05$ ).



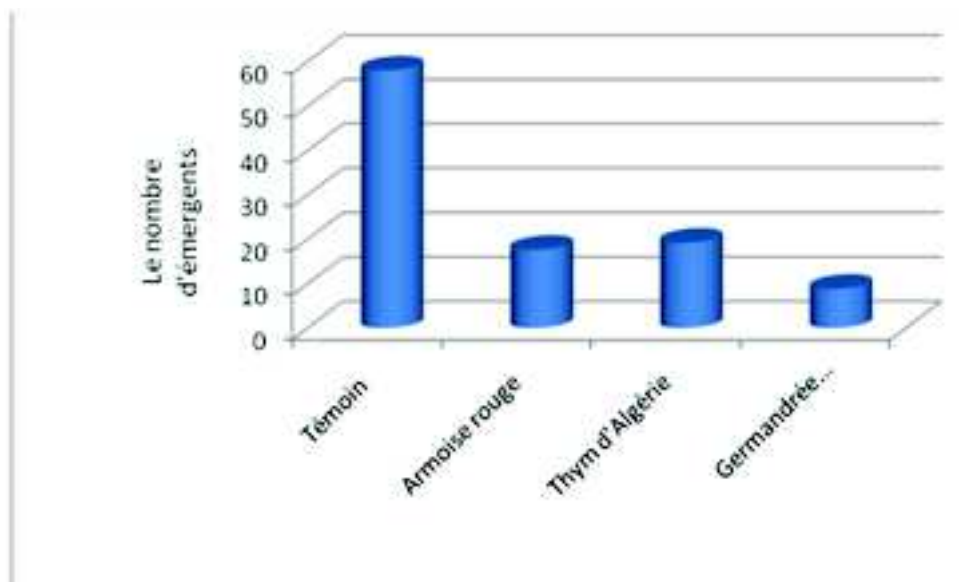
**Figure 56** - Les doses létales (DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub>) des trois extraits éthaloniques.

## III-6-2- Traitement des graines

### III-6-2-1- Effet sur les émergences

La mortalité des adultes est calculée à partir le quatrième jour du traitement jusqu'au quatorzième jour, ensuite nous avons retiré les adultes afin de faciliter le dénombrement des adultes émergents.

Quinze jours après le retrait des adultes ayant servi à l'infestation des grains, nous avons surveillé quotidiennement l'apparition des émergents de la nouvelle génération. Le comptage a été fait dès l'apparition des premiers adultes jusqu'à l'absence totale des émergents. Les résultats obtenus sont regroupés dans la figure 57.



**Figure 57** - Le nombre des individus émergents après le traitement des graines avec les extraits éthaloniques.

### III-6-3- Comparaison entre l'effet des trois extraits éthaloniques

L'effet insecticide des trois extraits éthaloniques se répercute aussi sur le nombre des adultes de la F<sub>1</sub>. Les traitements ont réduit le nombre d'émergents comparativement à la série témoin qui a donné une moyenne de 58 individus et le cycle complet a duré 36 jours à 28 ± 2 °C. Nous remarquons que l'extrait de la germandrée tomenteuse, a réduit significativement le nombre des émergents avec une moyenne de 8.8 individus pour les cinq répétitions.

Ainsi, le cycle a duré 39 jours donc il a accusé de 3 jours dans le cycle de développement par rapport à celui enregistré pour le témoin. Le nombre des adultes de la F<sub>1</sub> pour les extraits de l'armoise rouge et pour le thym d'Algérie sont respectivement 17,6 et 19,2. Par rapport au témoin, les pourcentages des émergents réduits avec l'action des extraits sont respectivement: 66.9%, 69.66% et 95 % pour le thym d'Algérie, l'armoise rouge et la germandrée tomenteuse.

### III-6-4- Discussion des résultats

Les résultats obtenus par les trois extraits éthaloniques révèlent leur effet réducteur d'émergents des adultes de la F<sub>1</sub>. Cette diminution est plus importante chez les grains traités avec l'extrait de la germandrée. Cette diminution est due à l'effet contact des extraits



qui ont éliminé la moitié des adultes utilisés pour infester les grains ce qui provoque une diminution de la nouvelle génération ou par l'action antiappétante vis-à-vis de l'insecte, ce qui empêche les larves de se nourrir et donc d'arriver au stade adulte. JOHN *et al.*, (2008), a signalé l'activité antiappétante de plusieurs sesquiterpènes comme le cinnamodiol vis-à-vis *S. zeamais*.

Plusieurs auteurs ont observé une réduction significative du nombre d'émergents chez *Sitophilus oryzae*. KHANI *et al.*, (2011), ont testé plusieurs extraits (ex: *Piper nigrum*) avec des doses variant de 2-10 ul/g (LC50= 1.61 ul /g qui provoque 99.5 % de mortalité ), et ils ont retrouvé une F1 nul pour la dose 2 ul/g. Ainsi, KIM *et al.*, (2003), ont testé des extraits de *Cinnamomum cassia* et *Cinnamomum sieboldii* sur *Sitophilus oryzae* avec 100 % de mortalité et AUAMCHAROEN *et al.*, (2012), ont testé l'efficacité des extraits de *Duabanga grandiflora* contre les adultes de *Sitophilus oryzae* à une dose de 32 mg/ml la mortalité est à 32 % au 7 jours elle représente plus un effet répulsif.

D'autres produits, comme les huiles d'ail et de celeri ont aussi réduit le nombre des émergents de *Sitophilus oryzae* (Hamed *et al.*,2012). GOVINDAN et NELSON (2009), ont étudiés l'effet de plusieurs poudres de plantes sur la mortalité du *Sitophilus oryzae* et leur effet sur la nouvelle génération: le minimum des adultes à été enregistré pour *Azadirachta indica* (18 individus) par rapport au témoin (98 individus).

Récemment, AKROUT *et al.*, 2011 ont confirmé activité antioxydante, activité insecticide, antibactérienne, antifongique et antiviral des extraits éthanolique de l'armoise rouge et selon EREL *et al.*, 2012 les extraits méthanolique de l'armoise rouge ont une forte activité antioxydante et une activité antimicrobienne avec les composés majoritaire: les flavonoïdes et terpènes .

Cependant, l'activité insecticide de l'extrait éthanolique de la germandrée tomenteuse, n'a pas été démontré mais leur activité antimicrobienne et antifongique est très largement étudiée (DABABNEH *et al.*,2007., HAMMOUDI *et al.*,2012). D'après SHARIFIFAR *et al* (2009), les extraits bruts de *Teucrium polium* contiennent du rutin et apigenin et selon GOULAS *et al* 2012 a confirmé la présence d'apigenin avec ces dérivés et les phenylpropanoid glycosides.

Enfin, les polyphénols affectent plus ou moins rapidement la motricité naturelle de l'insecte celle-ci est altérée dès le premier jour pour la Quercétine ou de manière plus tardive pour la naringine et notamment pour la lutéoline-7- glucodide, un effet knock-down se produit. Au bout de 8 jours tous les insectes sont dans un état comateux ou morts (REGNAULT-ROGER, 2004).

# CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation de la flore algérienne. Il a porté sur trois plantes aromatiques: l'armoise rouge (*Artemisia campestris*) de la famille des Astéracées, le thym d'Algérie (*Thymus algeriensis*) et la germandrée tomenteuse (*Teucrium polium*) de la famille des Lamiacées.

Nous avons commencés par l'étude des caractéristiques anatomiques des feuilles et des tiges des plantes choisies. Les deux plantes de la famille de Lamiacées ont révèlent la présence des poils tecteurs et sécréteurs qui constituent les structures responsables de la synthèse et de la sécrétion de l'huile essentielle. Toutefois, les coupes anatomiques réalisées pour l'armoise rouge révèlent la présence des poches glandulaires qui sont aussi responsable de la sécrétion des huiles essentielles.

La détermination du rendement d'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation des parties aériennes a montré des rendements variables qui sont respectivement: 1%, 1.1% et 0.2% pour l'armoise rouge, thym d'Algérie et la germandrée tomenteuse.

La caractérisation des huiles essentielles étudiées par une analyse qualitative et quantitative nous a permis d'identifier:

- 21 composés de l'huile essentielle de *Thymus algeriensis* dont Linalool (15.4 %),  $\beta$ -myrcène (8.5 %), Thymol (7.3 %) sont les composés majoritaires suivants;
- 35 composés ont été identifiés pour l'huile essentielle d'*Artemisia campestris* avec la dominance de  $\alpha$ -phellandrene (15.88%),  $\beta$ - pinene (8.36 %),  $\alpha$ -pinene (8.36 %), Limonene (4.01 %) et Z- $\beta$  Ocimene (6.49 %);
- 37 composés de l'huile essentielle de *Teucrium polium* avec les composés majoritaires suivants:  $\delta$ -Cadinene (15.48 %), D germacrene (10.4 %),  $\alpha$ -terpinyl-acetate (4.14 %).

Le rendement en extraits éthaloniques révèle une différence quantitative, qui est respectivement de 12.8%, 5.6% et 4.8% pour l'armoise rouge, thym d'Algérie et la germandrée tomenteuse. Les valeurs des phénols totaux des extraits sont respectivement 68.92 EAG/mg d'extrait, 38.21 EAG/mg d'extrait et 17.85 EAG/mg d'extrait pour l'armoise rouge, thym d'Algérie et la germandrée tomenteuse. Ainsi, les valeurs des flavonoïdes sont 24.56 Eq.Qr/mg d'extrait, 13 Eq.Qr/mg d'extrait et 25.08 Eq.Qr/mg d'extrait.

Les huiles essentielles expérimentées manifestent une activité insecticide par contact relativement variable selon les espèces végétales. Les doses létales obtenues pour cet essai montrent que l'armoise rouge est la plus efficace ( $DL_{50} = 0.71 \mu\text{l/ml}$  et  $DL_{90} = 2.12 \mu\text{L/ml}$ ), suivie par le thym d'Algérie ( $DL_{50} = 3.14 \mu\text{l/ml}$  et  $DL_{90} = 15.7 \mu\text{L/ml}$ ) et la germandrée tomenteuse qui est la moins efficace.

La toxicité par inhalation de ces huiles essentielles, est aussi variable en fonction des doses et de temps de lectures. L'armoise rouge est la plus efficace car elle provoque plus de mortalité dans un temps plus court. En effet, les fortes doses provoquent la mortalité de plus de 50 % des individus et arrivent à 100% de mortalité au bout de 48 heures. En outre, l'huile essentielle de thym d'Algérie est plus toxique par inhalation que par contact et peut atteindre 100 % de mortalité au bout de 72 heures. La toxicité des huiles essentielles

de ces deux plantes, est due à leur richesse en monoterpènes qui sont très toxiques vis-à-vis les insectes.

L'évaluation de l'activité insecticide des extraits éthaloniques des trois plantes étudiées, a été étudiée par l'effet contact et par le traitement des graines. Ce traitement est testé par la DL<sub>50</sub> obtenus par le test du contact afin de savoir l'effet de cette dose sur la nouvelle génération. La comparaison des trois extraits éthaloniques en fonction des taux de mortalité obtenue et de leurs DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub>, montre que l'extrait de l'armoise rouge est plus toxique par contact (DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> sont respectivement 0.078 mg/cm<sup>2</sup> et 0.5 mg/cm<sup>2</sup>), suivi par l'extrait éthalonique de thym d'Algérie avec DL<sub>50</sub> et DL<sub>90</sub> sont respectivement 0.094 mg/cm<sup>2</sup> et 0.65 mg/cm<sup>2</sup>. Toutefois, l'extrait de la germandrée tomenteuse, est le moins toxique par contact avec une dose létale estimée à 0.6 mg/cm<sup>2</sup>.

En plus de la mortalité enregistrée par contact, l'extrait éthalonique de l'armoise rouge réduit significativement le taux d'émergence de la F<sub>1</sub> (17.6) par rapport au nombre moyen des adultes rencontrés pour le témoin (58). L'extrait de thym d'Algérie a donné une moyenne des adultes émergents égale à 19.2. Le taux d'émergence le plus faible est enregistré pour l'extrait de la germandrée tomenteuse égale à 8.8. La faible toxicité par contact de l'extrait de la germandrée tomenteuse prouve leur activité anti appétant vis-à-vis *Sitophilus oryzae*.

La réduction significative des émergents par l'action des trois extraits éthaloniques, est due à leur richesse en phénols totaux et en flavonoïdes.

Par ce travail nous avons essayé d'étudier l'activité insecticide des huiles essentielles et des extraits éthaloniques de trois plantes algériennes aromatiques pouvant être utilisées comme biopesticides pour lutter contre les insectes des denrées stockées

Dans la perspective de poursuivre et d'approfondir ce travail, il serait intéressant:

- D'évaluer l'activité insecticide des plantes étudiés sur d'autres insectes ravageurs;
- D'approfondir l'analyse de la composition chimique des différents extraits alcooliques obtenus afin d'identifier les espèces chimiques responsables de leurs activités biologiques;
- De tester les principaux composés et comparer leurs pouvoirs insecticides;
- De mener des études toxicologiques afin de déterminer le mode d'action des huiles essentielles et des extraits phénoliques.

---

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ABBOTT W.S., 1925** - A method of computing the effectiveness of an insecticide. *J. Econ. Entomol.* 18: 265-267.
- ABAD M J., BEDOYA L M., APAZA L and BERMEJO P., 2012**- The *Artemisia* L. Genus: A Review of Bioactive Essential Oils. *Molecules.*, 17: 2542-2566.
- ADAMS R.P., 2007**- Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/ Mass Spectrometry, Allured 4<sup>ème</sup> Ed., 804p.
- AHALYA S and MIKUNTHAN G., 2013**- The Potential of Using Insecticidal Properties of Medicinal Plant *Gymnema Sylvestre* (R.Br) against *Sitophilus Oryzae* (L.), *Ind J of Sci*, 3(7): 65-69.
- AIT-OUAZZOU A., LORÁN S., BAKKALI M., LAGLAOUI A., ROTA C., HERRERA A., PAGÁN R, and CONCHELLO P., 2011**- Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils of *Thymus algeriensis*, *Eucalyptus globulus* and *Rosmarinus officinalis* from Morocco. *J Sci Food Agric.*, 91(14): 2643-2651.
- AKROUT A., 2001**- Analysis of the essential oil of *Artemisia campestris* L. *Flavour and Fragrance Journal.*, 16(5): 337-339.
- AKROUT A., GONZALEZ L. A., ELJANI H et MADRID P. C., 2011**- Antioxidant and antitumor activities of *Artemisia campestris* and *Thymelaea hirsuta* from southern Tunisia. *Food.Chem. Toxi*, 49: 342-347.
- ALBAHTITI N. H., 2012**- *Teucrium polium* extracts Jordanian ja'adeh. *Asi. J. Agric. Sci.*, 4(6): 379-382.
- ALZOUMA I., HUIGNARD J., et LENGA, A 1994**. Les coléoptères Bruchidae et les autres insectes ravageurs des légumineuses alimentaires en zone tropicale. In Post-Récolte, principe et application en zone tropicale, ESTEM/AUPELF, pp: 79-103.
- AMARTI F., SATRANI B., GHANMI M., FARAH A., AAFI A., AARAB L., EL-AJJOURI M et CHAOUCH A., 2010**- Composition chimique et activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Thymus algeriensis* Boiss. & Reut. et *Thymus ciliatus* (Desf.) Benth. du Maroc. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ*, 14 (1), 141–148.
- AOUINTY B ., OUFARA S., MELLOUKI F et MAHARI S., 2006**- Évaluation préliminaire de l'activité larvicide des extraits aqueux des feuilles du ricin (*Ricinus communis* L.) et du bois de thuya (*Tetraclinis articulata* (Vahl) Mast.) sur les larves de quatre moustiques culicidés : *Culex pipiens* (Linné), *Aedes caspius* (Pallas), *Culiseta longiareolata* (Aitken) et *Anopheles maculipennis* (Meigen). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 10 (2), p. 67 – 71
- ARNASON J.T., DURST T., PHILOGENE B.J.R. et SCOTT L.M., 2008**- Prospection d'insecticides phytochimiques de plantes tempérés et tropicales communes ou rares. In REGNAULT-ROGER, C., PHILOGÈNE; B.JR ET VINCENT, C. Biopesticides d'origine Végétale 2<sup>ème</sup> éd. Lavoisier, Paris, TEC & DOC, pp: 87-97.

- ARTHUR F.H., YANG Y ET WILSON L.T., 2011-** Use of a web-based model for aeration management in stored rough rice. *J. Econ. Entomol.* 104: 702-708.
- ARTHUR F.H., 2012-** Aerosols and contact insecticides as alternatives to methyl bromide in flour mills, processing plants, and food warehouses. *J. Pest Sci.* 85: 323-329.
- ATHANASSIOU, C.G., F.H. ARTHUR, et J.E. THRONE. 2009-** Efficacy of grain protectants against four psocid species on maize, rice and wheat. *Pest Manag. Sci.* 65: 1140-1146.
- ATHANASSIOU C.G., ARTHUR F.H., KAVALLIERATOS N.G and THRONE J.E., 2011-** Efficacy of spinosad and methoprene, applied alone or in combination, against six stored-product insect species. *J. Pest Sci.* 84: 61-67.
- AUAMCHAROEN W., CHANDRAPATYA A., KIJJOA A and KAINOH Y., 2012-** Toxicity and Repellency Activities of the Crude Methanol Extract of *Duabanga grandiflora* (Lythraceae) Against *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae), *Pakistan J. Zool.*, vol. 44(1): 227-232.
- 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* 10(21), 13pp.
- BALACHOWSKY A. S., 1962 -** Entomologie appliquée à l'agriculture. Coléoptères. Ed. Masson et Cie, Paris, Vol. I, T. I, 564 p.
- BALACHOWSKY A.S., 1963-** Entomologie appliquée à l'agriculture. Traité, Tome I, Coléoptères. Ed. Masson et Cie. Paris. 874-1236.
- BASILE A., JIMENEZ-CARMONA M ., 1998-** Extraction of rosemary by super heated water. *J. Food.Chem.*, 46 (12): 5205-5209.
- BEKON K et FLEURAT-LESSARD F., 1989-** Evolution des pertes en matière sèche des grains dues à un ravageur secondaires: *Tribolium castaneum* (Herbst) coléoptère Tenebrionidae, lors de la conservation des céréales in Céréales en régions chaudes, AUPELF-UREF, éd: John Libbey, Paris, pp: 97-104.
- BENCHARIF A. et CHAULET C., 1991-** Problématique et organisation du projet d'étude. ENIAL- séminaire méthodologique sur la mise en marché des céréales et les stratégies des entreprises de la filière. Blida, pp: 1-30.
- BELHATTAB R., BOUDJOUREF M., BARROSO J. G., PEDRO L. P et FIGUEIRIDO., 2011-** Essential oil composition from *Artemisia campestris* grown in Algeria. *Adv. Envi. Bio.*, 5(2): 429-432.
- BELMEKKI N., BENDIMERAD N., BEKHECHI C et FERNANDEZ X., 2013-** Chemical analysis and antimicrobial activity of *Teucrium polium* L. essential oil from Western Algeria. *J. Med.Plan. Res.*, 7(14): 897-902.
- BELLOA G.D., PADINA S., LASTRAB C.L. and FABRIZIO M., 2000.** Laboratory evaluation of chemical biological control of rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.) in stored grain. *J. Stored Prod. Res.*, 37: 77-84.
- BELOUED A., 2005-** *Plantes médicinales d'Algérie*. Ed. Office Des Publications Universitaires, Alger. 284 P.



- BENCHOHRA H. A., HAMEL L., BENDIMERED F. Z et BENCHOHRA M., 2011-** Composition chimique des huiles essentielles de l'*Inula viscos*. *ScienceLib Editions Mersenne* : Volume 3 , N °1.
- BEZI# N, VUKO E, DUNKI# V, RUŠ#I# M, BLAŽEVI# I et BUR#UL F., 2011-** Antiphytoviral Activity of Sesquiterpene-Rich Oils from Four Croatian *Teucrium* Species. *Molecules.*, 16: 8119-8129.
- BOULLARD B., 2001-** Dictionnaire: plantes médicinales du monde, réalités et croyances. Ed. ESTEM, 636p.
- BOUMERFEG S ., BAHIANI A., DJARMOUNI M., ARRAR L., 2012-** Inhibitory activity on xanthine oxidase and antioxidant properties of *Teucrium polium* L. extracts. *Chinese. Med.*, 3: 30-41.
- BRUNET P., 2007-** *Plantes médicinales: les reconnaître facilement sans se tromper*. Ed. Marabout, 191p.
- BRUNTON J., 2009-** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Lavoisier, 4<sup>ème</sup> éd, Paris. 1292p.
- BURGOT G et BURGOT J-L, 2006-** Méthodes instrumentales d'analyse chimique et applications: Méthodes chromatographiques, électrophorèses et méthodes spectrales. 2<sup>ème</sup> éd, TEC et DOC. 320p.
- BUQUET R., CANGARDEL H., COULON J., DUCON P., FLEURAT -LESSARD F et RIGNAU E., 1978-** *Les insectes et les acariens des céréales stockées*. AFNOR-ITCF. 237p.
- CAMARA A., 2009.** Lutte contre *Sitophilus oryzae* L. (coleoptera: curculionidae) et *Tribolium castaneum herbst* (coleoptera: ténébrionidae) dans les stocks de riz par la technique d'étuvage traditionnelle pratiquée en basse-guinée et l'utilisation des huiles essentielles végétales, comme exigence partielle du doctorat en sciences de l'environnement. *Université du Québec à Montréal*. 173p.
- CANGARDEL H., 1978-** Facteurs favorables au développements des insectes et des acariens in BUQUET R et al., les insectes et les acariens des céréales stockées. AFNOR-ITCF. 237p.
- CANGARDEL H et FLEURAT LESSARD F., 1978-** Méthodes de détection et de détermination des insectes et des acariens in BUQUET R et al., Les insectes et les acariens des céréales stockées. AFNOR- ITCF. 237p.
- CHALCHAT J-C., CABASSU P., PETROVIC S. D., MAKSIMOVIC Z. A. and GORUNOVIC M. S., 2003-** Composition of Essential Oil of *Artemisia campestris* L. from Serbia, *J. Ess.Oil. Res*, 15:4, 251-253.
- CHEMAT S., CHERFOUH R., MEKLATI B. Y and BELANTEUR K., 2012-** Composition and microbial activity of thyme (*Thymus algeriensis genuinus*) essential oil. *J of Ess. Oil Res*, 24(1): 5-11.
- CHIAPUSIO G., PELLISSIER F et GALLET C., 2008-** A la découverte de molécules allélopathiques phytotoxiques dans les écosystèmes forestiers et les agrosystèmes in Biopesticides d'origine végétales. 2<sup>ème</sup> éd. Lavoisier, Paris, TEC & DOC., pp: 65-80.

**CHIASSON H., BOSTANIAN N.J., et VINCENT C., 2004-** Acaricidal properties of a Chenopodium based biopesticides. *Econ. Entomol.*, 97: 1373-1377.

**43- CHIASSON H et BELOIN N., 2007-** Les huiles essentielles, des biopesticides " Nouveau genre". *Bull. Soc. entomo du Québec, Antennae* vol14, n°1, pp: 3-6.

**CHIASSON H., DELISLE U., BOSTANIAN N.J et VINCENT C., 2008-** Recherche, développement et commercialisation de FACIN, Étude d'un cas de réussite en Amérique du Nord,. In biopesticide d'origine végétale. 2<sup>ème</sup> éd, TEC & DOC, pp: 451-463.

**CRUZ J F et TROUDE F., 1988-** Conservation des grains en régions chaudes. Collection du Ministère de la Coopération et du Développement. Techniques rurales en Afrique. CEEMAT/CIRAD, Montpellier, 548 p.

**CRUZ J. F et DIOP A., 1989-** *Génie agricole et développement : techniques d'entreposage*. Bulletin des services agricoles de la FAO, 124p.

**DABABNEH B. F and KHALIL A., 2007-** The inhibitory effect of extracts from Jordanian medicinal plants against phytopathogenic Fungi. *Plant. J.*, 6(2): 191-194.

**DAVIS S R., 2011-**Rostrum structure and development in the rice weevil *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae: Dryophthoridae). *Arthropod Structure and development* Vol 40(6): 549–558.

**DE-GROOT I., 2004-**Protection des céréales et des légumineuses stockées. Agrodok 18, fondation Agromisa, Wageningen, 74p.

**DELOBEL A et TRAN M., 1993-** Les coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes. Ed. ORSTOMICTA, Paris: 425 p.

**DUCROT P H., 2002-** Contribution de la chimie à la compréhension de l'activité biopesticide de produits naturels d'origine végétale. In : Biopesticides d'origines végétales. . Ed. TEC & DOC. Paris, pp : 53-65.

**EBRAHIMZADEH M. A., POURMMORAD F et HAFEZI S., 2008-** Antioxidant activities of Iranian corn silk. *Turkish journal of biology.*, 32: 43-49.

**EGBON I.N and AYERTEY J.N., 2013-** Incidence of *Sitophilus oryzae* and Other Stored-product Pests on Cowpea in Local Markets in Accra: Management Strategies Employed by Retailers. *Pakistan Journal of Biological Sciences*, 16: 435-438.

**ELGUILLI M., ACHBANI E., FAHAD K et JIJAKLI H., 2009-** Biopesticides : alternatives à la lutte chimique. Symposium international « Agriculture durable en région méditerranéenne », Rabat, Maroc, 14-16 Mai.

**EL-MODAFAR C, EL- BOUSTANI E et EL-AABIDINE A, Z., 2008-** Rôles polyphénols dans la défense naturelle des plantes contre les phytopathogènes: résistance du palmier dattier à la fusariose in Biopesticides d'origine végétale. TEC et DOC., pp: 259-271.

**ENAN E., 2001-** Insecticidal activity of essential oils: octopaminergicsites of action. *Comp. Biochem. Physiol. Part.*, 130: 325-337.

**ENAN E., 2005-** Molecular response of *Drosophila Melanogaster tyramine* receptor cascade to plant essential oils. *Insect Biochem Mol Biol*, 35(4): 309-321.

---



- EREL B., REZNICEK G., ENOL S. G., KARABAY YAVA#O#ULU N. U., KONYALIO#LU S and ZEYBEK A. U, 2012-** Antimicrobial and antioxidant properties of *Artemisia L.* species from western Anatolia. *Turk J Biol* 36: 75-84.
- ERLER F., CEYLAN F., ERDEMIR T and TOKER C., 20 09-** Preliminary results on evaluation of chickpea, *Cicer arietinum*, and genotypes for resistance to the pulse beetle, *Callosobruchus maculatus*. *Journal of Insect Science*, 58 (9), 14pp.
- ESCOUDER O., 2007-** Plantes médicinales: mode d'emploi, les reconnaître dans la nature, les utiliser, les cultiver au jardin. Ed. ULMER., 256p.
- FERNANDO H. S. D and KARUNARATNEFERNANDO M. M. S. C., 2013-** Mella (*Ola zeylanica*) Leaves as an Eco-friendly Repellent for Storage Insect Pest Management. *Journal of Tropical Forestry and Environment.*, 3(1): 64-69.
- FIELDS P.G., WOODS S and TAYLOR W. G., 2010-** Triterpenoid saponins synergize insecticidal pea peptides: effect on feeding and survival of *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae). *The Canadian Entomologist*, 142 (5): 501-512.
- FLEURAT-LESSARD F., 1982-** Les insectes et les acariens. In MULTON, J.L: Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés. Lavoisier, Paris, 2: 394-436.
- FLEURAT-LESSARD F., 1994-** Ecophysiologie des Arthropodes nuisibles aux stocks de céréales en Afrique tropicale In Post-Récolte, principes et application en zone tropicale. Ed. ESTEMI AUPELF., pp: 1-61.
- FLEURAT-LESSARD F ., 2005-** Méthodes physique contre les ravageurs des cultures et des denrées stockées. In : enjeux phytosanitaire pour l'agriculture et l'environnement, Ed. TEC et DOC. Paris, pp : 787-829.
- FLEURAT-LESSARD F ., 2011-** Les stratégies de lutte chimique en pré- et post-récolte en Afrique in HUIGNARD et al: Insectes ravageurs des graines de légumineuses: biologie des bruchinae et lutte raisonnée en Afrique. Ed. QUÆ., pp: 75-90.
- GILLEY G., 2005-** Les plantes aromatiques et huiles essentielles à grasse. Ed. HARMATTAN, 414p.
- GIWELI A. A., DŽAMI# A. M., SOKOVI# M. D., RISTI# M. C and MARIN P. D., 2013-** Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of essential oil of *Thymus algeriensis* wild-growing in Libya. *Central European journal and biology.*, 8(5): 504-511.
- GLITHO LA., KETOH K.G., NUTO P.Y., AMEVOIN S.K.et HUIGNARD J ., 2008** -Approches non toxiques et non polluantes pour le contrôle des populations d'insectes nuisibles en Afrique du Centre et de l'Ouest. 207-217. In Regnault-Roger, C, Philogène, B.JR. et Vincent, C (éds). Biopesticide d'origine Végétale. 2<sup>ème</sup> éd. Lavoisier, TEC & DOC, Paris, 550p.
- GLITHO L.A., 2002-** Post-récolte et biopesticides en Afrique. In Regnault-Roger, c., Philogène, B.JR. et Vincent, C. in Biopesticide d'origine Végétale. 2<sup>ème</sup> éd. Lavoisier, TEC & DOC, Paris, 313-321.
- GLITHO LA. , 2011-** Comment assurer la protection des graines de légumineuses dans le cadre d'une agriculture durable, in HUIGNARD J et al : insectes ravageurs des graines de légumineuses. Ed. QUÆ., pp: 121-125.

- GOVINDAN K and NELSON J. S., 2009**-Insecticidal activity of twenty plant powders on mortality, adult emergence of *Sitophilus oryzae* L. and grain weight loss in paddy. *Journal of Biopesticides*, 2(2): 169 - 172.
- GUEYE M T., SECK D., WATHELET J-P et LOGNAY G., 2011**- Lutte contre les ravageurs stocks de céréales et de légumineuses au Sénégal et en Afrique occidentale: synthèse bibliographique. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 15(1): 183-194.
- GUPTA L., DESHPANDE S., GEORGE S and SABHARWAL S., 2013**- Bioefficacy of #-amylase inhibitors from the seeds of *macrotyloma uniflorum* and *vigna unguiculata* against *Sitophilus oryzae*. *Inter. J. Curr. Agric.Sci.*, 3(1): 1-4.
- HAMED R. A., AHMED S. M. S., ABOTALEB A. O.B and ELSAWAF B. M., 2012**- Efficacy of certain plant oils as grain protectants against the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae) on wheat. *Egypt. Acad. J. Biolog. Sci.*, 5(2):49-53.
- HAMMOUDI R., HADJ MOHAMMED M., RAMDANE F et KHODIR A. A., 2012**- Activité antibactérienne des extraits phénoliques de la plante *Teucrium polium* geyrii. *Alg. J. Arid. Envi.*, 2(1): 49-55.
- HASHEMI S. M and SAFAVI S. A., 2012**- Chemical Constituents and Toxicity of Essential Oils of Oriental Arborvitae, *Platycladus orientalis* (L.) Franco, against Three Stored-Product Beetles. *Chilean J. Agric. Res.* vol.72 no.2.
- HAYOUNI E.K., ABEDRABBA M., BOUX M. and HAMDY M. 2007**- The effect of solvents and extraction method on the phenolic contents and biological activities in vitro of Tunisian *Quercus coccifera* L and *Juniperus phoenicea* L. fruit extracts. *Food chemistry*, 105 (3): 1126-1134.
- HEYDARZADE A et MORAVVEJ G., 2012**- Contact toxicity and persistence of essential oils from *Foeniculum vulgare*, *Teucrium polium* and *Satureja hortensis* against *Callosobruchus maculatus* (Fabricius) adults (Coleoptera: Bruchidae). *Türk. entomol. derg.*, 36 (4): 507-519.
- HOU X, TAYLOR W and FIELDS P., 2006**- Effect of pea flour and pea flour extracts on *Sitophilus oryzae*. *Can. Entomol.* 138: 95–103.
- HUSSON O, CHARPENTIER H., MICHELLON R., RAZAFINTSALAMA H., MOUSSA N., ENJALRIC F., NAUDIN K., RAKOTONDRAMANANA et SEGUY L., 2012**- Fiches techniques plantes de couverture : Légumineuses pérenne Eleusine coracana. Manuel pratique du semis direct à Madagascar. Vo III. Chap 3. Edition : GSDM/CIRAD, 8p.
- HUIGNARD J., DUGRAVOT S., KETOH K G., THIBOUT É et GLITHO A I , 2002**. Utilisation de composés secondaires des végétaux pour la protection des graines d'une légumineuse, le niébé. Conséquences sur les insectes ravageurs et leurs parasitoïdes. In : Biopesticide d'origine Végétale. Ed. Lavoisier, TEC & DOC, Paris, pp : 133-149.
- HUIGNARD J., LAPIED B., DUGRAVOT S., MAGNIN-ROBERT M et KETOH G, K, 2008**- Modes d'action neurotoxiques des dérivés soufrés et de certaines huiles essentielles et risque liés à leur utilisation in Biopesticide d'origine Végétale .Ed. Lavoisier, TEC & DOC, Paris, pp : 219-230.

- HUIGNARD J., GLITHO I. A., MONGE J-P et REGNAULT-ROGER C., 2011** - Insectes ravageurs des graines de légumineuses: biologie des bruchinae et lutte raisonnée en Afrique, QUÆ édition. 145p.
- ISMAN M.B., 2000**- Plant essential oils for pest and disease management. *Crop Protection*. 19: 603-608.
- ISMAN M.B., 2006**- Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review of Entomology*, 51: 45-66.
- JAWAD A- L., 2007**- Activity determination of plant extracts in the control of cyanobacteria. *Iraq. Aqua. J.*, 1: 17-24.
- JONES W.P and KINGKORN A.D., 2006**- Extraction of plant secondary metabolites, in *Natural Products Isolation* , (eds S.D. Sarker , Z. Latif and A.I. Gray ), *Methods in Biotechnology* ,2nd éd , Humana Press , Totowa, NJ, USA., 20: 323 – 351 .
- KATARZYNA U., ANNA M., MARTA M., JOANNA J.B., and GRZEGORZ W. 2007.** Assessment of antibacterial effects of flavonoids by estimation of generation times in liquid bacterial cultures. *Biologia.*, 62 (2) : 132-135.
- 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 insecticidal fumigant and powder to control *Callosobruchus maculatus* (Fab.) (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Stored Product research*, 37, 339-349.
- KHANI M., AWANG R. M., OMAR D., RAHMANI M et REZAZADEH S., 2011**- Tropical medicinal plant extracts against rice weevil, *Sitophilus oryzae* L. *Journal of medicinal plants research.*, 5 (2) :259-265.
- KHOSHNOOD-MANSOORKHANI M. J., MOEIN M. R and OVEISI N., 2010** - Anticonvulsant activity of *Teucrium polium* against seizure induced by PTZ et MES in mice. *Ira. j. Pharma. Res.*, 9 (4): 395-401.
- KIM S-IL., ROHA J-Y., KIMA D.-H., LEEB H.-S and AHNA Y.-J., 2003**- Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus chinensis*. *J. Stored Prod.Res.*, 39: 293-303.
- KOFFI E., SEA T., DODEHE Y and SORO S., 2010**- Effect of solvent type on extraction of polyphenols from twenty three Ivorian plants. *J. Ani. Plan.Sci.*, 5(3): 550-558.
- KOSSOU D.K., ATACHI P., ZANNOU T. E et BOUGOUROU S., 2007**- Evaluation de l'activité insecticide de deux plantes *Hyptis suaveolens* (Linn) et *Khaya senegalensis* (A. Juss) sur les insectes ravageurs du niébé (*Vigna unguiculata* L. Walp.), *Sci. Nat.*, 4 (1) : 17 - 26.
- KOTHE H. W., 2007**- 1000 plantes aromatiques et médicinales: propriétés et usages. Ed. Terre ., 336p.
- KOTHE H. W., 2011**- Encyclopédie essentielles des herbes: plantes aromatiques. KOMET éd, 256p.
- KRANZ J., SCHMUTIERER H and KOCH W., 1977**- *Diseases Pest and Weeds in tropical crops*. V. Parey. Berlin., 666 p.
- LAMAISON J.L.C., et CARNET A., 1990**- Teneurs en principaux flavonoïdes des fleurs de *Crataegus monogyna* Jacq et de *Crataegus aevigata* (Poiret D. C) en fonction de la végétation. *Pharmaceutica Acta Helvetiae*, vol.65, pp: 315-320.

- LEE S.E., LEE B.H., CHOI W.S., PARK B.S., KIM J.G. and CAMPBELL B.C., 2001-** Fumigant toxicity of volatile natural products from Korean spices and medicinal plants towards the rice weevil *Sitophilus oryzae* L. *Pest Management Science*, 57, 6, 548-553.
- LEPESME P., 1944-** Les Coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels. Encycl. Entomol. Ed, le chevalier, Paris. 335p.
- LEFEUVRE J. C., 1985-** Insectes, insecticides et santé: colloque national, utilisation des insecticides. Angers, éd: ACTA, 609p.
- LIPPERT F., 1988-** Utilisation des plantes aromatiques et médicinales en agriculture. Guy TREDANIEL. 150p.
- LIS-BALCHIN M., BUCHBAUER G., RIBISCH K et WENGER M.T., 1998-** Comparative antibacterial effects of novel Pelargonium essential oils and solvent extracts. *Lett. Appl. Microbiol*, 27(3): 135-141.
- MACHEIX J. J., FLEURIET A et JAY-ALLEMAND C., 2005-** *Les composés phénoliques des végétaux, un exemple de métabolites secondaires d'importance économique*. Presses polytechniques et universitaires romandes, 192p.
- MILLS C., CLEARY J. B., GILMER J. F and WALSH J., 2004-** Inhibition of acetylcholinesterase by Tea Tree Oil. *Journal of Pharmacy and Pharmacology.*, 56: 375- 379.
- MOGHTADER M., 2009-** Chemical composition of the essential oil of *Teucrium polium* from Iran. *Amer-Eur. J. Agric. Env.*, 5 (6): 843-846.
- MOHANDAS S.M., ARTHUR F.H., ZHUA K.Y and THRONEET J.E., 2006-** Hydroprene: mode of action, current status instored-product pest management, insect resistance, and future prospects. *Crop Prot.*, 25: 902-909.
- MULTON J.L., 1982-** Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés. Ed. Lavoisier, Paris, tome 1, 576 p.
- MULTON J.L et RICHARD H., 1992-** Les aromes alimentaires, collection sciences et techniques agroalimentaires. Tec et Doc, Lavoisier., 438p.
- NAILI M. B. et ALGHAZEERA R. O., 2010-** Evaluation of antibacterial and antioxidant activities of *Artemisia campestris* (Astraceae) and *Ziziphus lotus* (Rhamnaceae). *Arabian Journal of Chemistry.*, 3(2): 79–84.
- NDIAYE S B., 1999-** Manuel de stockage et de conservation des céréales et des oléagineux. Coopération autrichienne pour le développement, 61p.
- NEGAHBAN M., MOHARRAMIPOUR S and SEFIDKON F., 2006-** Fumigant toxicity of essential oil from *Artemisia sieberi* Besser against three stored-product insects. *J of Stored Prod. Res.*
- NGAMO L.S.T et HANCE, Th., 2007-** Diversité des ravageurs des denrées et méthodes alternatives de lutte en milieu tropical. *Tropicultura.*, 25 (4): 215-220.
- OJIMELUKWE P. C and ADLER C., 1999-** Potential of zimtaldehyde, 4-allylanisol, linalool, terpineol and other phytochemicals for the control of confused flour beetle (*Tribolium confusum* J.D.V.) (Col: Tenebrionidae). *Journal of Pesticide Science*, 72:81-86.

- OPIT G.P., ARTHUR F.H., BONJOUR E. L., JONES C.L and PHILLIPS T.W., 2011-** Efficacy of heat treatment for disinfestation of concrete grain silos. *J. Econ. Entomol.* 104: 1416-1422.
- PALIWAL J., WANG W ., SYMONS S.J., and KARUNAKARAN C., 2004-** Insect species and infestation level determination in stored wheat using near-infrared spectroscopy. *Canadian Biosystems Engineering/Le génie des biosystèmes au Canada* 46: 717 - 724.
- PARK C., 2000-** Insecticidal activity of asarrone derived from *Acorus gramineus* rhizome against insect pests. Thes. Seoul. National. University, Suwon, Republic of Korea.
- PARK I. K., LEE S. G., CHOIB D. H., PARK, J. D. AND AHNA, Y. J., 2003.** Insecticidal activities of constituents identified in the essential oil from leaves of *Chamaecyparis obtusa* against *Callosobruchus chinensis* (L.) and *Sitophilusoryzae* (L.). *J. Stored Prod. Res.*, 39: 375–384.
- PAULIAN R. 1988-** *Biologie des coléoptères*. Lechevalier, Paris, 720 p.
- PARIS M et HURABIELLE., 1981-** Abrégé de matière médicale. Pharmacognosie. Tome 1.Masson. Paris. France.
- PERTTUNEN V., 1972-** Humidity and light reactions of *Sitophilus granarius* (L.), *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera-curculionidae), *Rhysopertha dominica* () and acantho. *Ann.entomol.Fenn.*, 38(4), pp.161-176.
- PHILOGENE B.J.R., REGNAULT-ROGER C et VINCENT C., 2008-** Biopesticides d'origine végétale: bilan et perspectives, In Regnault-Roger, c., Philogène, B.JR., Vincent, C. (éds) Biopesticides d'origine végétale, 2<sup>ème</sup> éd., Lavoisier, Paris. p.1-24.
- PHILOGENE B.J.R., REGNAULT-ROGER C et VINCENT C., 2002-** Produits phytosanitaires insecticides d'origine végétale : promesses d'hier et d'aujourd'hui. In : Biopesticides d'origines végétales. Tec & Doc Eds. Paris, pp : 1-17.
- PICIMBON J. F et REGNAULT-ROGER C., 2008-** Composés sémiocchimiques volatils, phytoprotection et olfaction: cibles moléculaires pour la lutte intégrée *in* Biopesticide d'origine Végétale édition. Lavoisier, TEC & DOC, Paris, pp: 383-415.
- QUEZEL P et SANTA S., 1963-** *Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales*. TOME II, éd centre national de la recherche scientifique., Paris, pp: 571-1170.
- REGNAULT-ROGER C and HAMRAOUI A., 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* 31:291-299.
- REGNAULT-ROGER C., Philogène B.J.R. et Vincent C., 2002-** *Biopesticides d'origines végétales*. Ed. Tec & Doc, Paris, 337 p.
- REGNAULT-ROGER C, 2002-** De nouveaux phyto-insecticides pour le troisième millénaire. In : Biopesticides d'origines végétales. Tec & Doc Eds. Paris, pp: 19-39.
- REGNAULT-ROGER C et al. , 2004-** Disturbance of *Acanthoscelides obtectus* behaviour by polyphenolic compounds identified in insecticidal (labiateae botanicals) *.Journal of Stored Product Research*, 40: 395-408.



- REGNAULT-ROGER C., 2005-** *Enjeux phytosanitaire pour l'agriculture et l'environnement*, Edition TEC et DOC. Paris, 1012p.
- REGNAULT-ROGER C., 2005-** Molécules allélochimiques et extraits végétaux : quelles perspectives en phytoprotectons?. In : enjeux phytosanitaire pour l'agriculture et l'environnement. Ed. TEC et DOC. Paris, pp : 651-661.
- REGNAULT-ROGER C., SILVY C et ALABOUVETTE C., 2005-** Biopesticides : réalités et perspectives commerciales. In : enjeux phytosanitaire pour l'agriculture et l'environnement. Ed. TEC et DOC. Paris, pp : 849-878.
- REGNAULT-ROGER C., 2008-** Recherche de nouveaux biopesticides d'origine végétale à caractère insecticides: démarche méthodologiques et application aux plantes aromatiques méditerranéennes in Biopesticides d'origines végétales. Tec & Doc Eds. Paris, pp : 25-49.
- REGNAULT-ROGER C., PHILOGÈNE, B.J.R ET VINCENT, C., 2008-** *Biopesticides d'origine végétale*, 2<sup>ème</sup> éd, Lavoisier, Paris., 550p.
- ROWSHAN V and NAJAFIAN S., 2012-** Comparison of volatile compounds in *Teucrium polium* L. by headspace and hydrodistillation techniques. Int. J. App. Bio. Pha. Tech., 3(2): 151-157.
- SECK D., 1994-** Développement de méthodes alternatives de contrôle des principaux insectes ravageurs des denrées emmagasinées au Sénégal par l'utilisation de plantes indigènes. Thèse de doctorat en science agronomique. Faculté des sciences agronomiques de Gembloux. 185p.
- SECK D., 1989-** Importance et développement d'une approche de lutte intégrée contre les insectes ravageurs des stocks de Mais de mil et de niébé en zone sahélienne. *Rev. sénégal des recherches agric*, vol: 2, n°3-4-1989.
- SERI-KOUASSI, P.B., KANKO, C., ABOUA, N.L.R., BEKON, AK., GLITHO, I.A, KOUKOUA, G. et N'GUESSAN, T.Y. 2004-** Action des huiles essentielles de deux plantes aromatiques de Côte-d'Ivoire sur *Callosobruchus maculatus* Fab. du niébé». *C. R Chimie*, 7: 1043-1046.
- SHAHAF, B.Z., MOHARRAMIPOUR, S., et MESHKATASADAT, M.H., 2008-** Fumigant toxicity of essential oil from *Vitex pseudo-negundo* against *Tribolium castaneum* (Herbst) and *Sitophilus oryzae* (L.). *J. Asia. Pac. Entomol.* 11: 175-179.
- SHARIFIFAR et al ., 2009-** Major flavonoides with antioxidant activity from *Teucrium polium* L. *Food chemistry.*, 112: 885-888.
- SINGLETON V.L., ORTOFER R. ET LAMUELA-RAVENTOS R.M., 1999-** Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, Vol. 299 p.p. 152 – 178.
- STEFFAN J.R., 1963-** Tribu des Calandriini. Les Calandres des grains (*Sitophilus*). In *BALACHOWSKYA.S., Entomologie appliquée à l'Agriculture*. Paris, Masson éd 1, 2: 1070 1099.
- STEFFAN J R., 1978-** Description et biologie des insectes in BUQUET R et al., Les insectes et les acariens des céréales stockées. AFNOR-ITCF. 237p.

- 
- TAQUET B., 1985-** Les mécanismes physiologiques de la réaction de défense du palmier à huile contre la fusariose vasculaire. Application à la recherche de nouveaux moyens de lutte. Thèse de Doctorat 3<sup>e</sup> cycle. Université Paris 6, France. 151 pp.
- TAPONDJOU, A.L., ADLER C., FONTEM D.A., BOUDA H and REICHMUT C., 2005-** Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* (Motschulsky) and *Tribolium confusum* (du Val). *Journal Stored Product Research.*, 41:91-102.
- TRABOULSI AF, TAOUBI K, EL-HAJ S, BESSIERE JM, and RAMMAL S, 2002-** Insecticidal properties of essential plant oils against the mosquito *Culex pipiens molestus* (Diptera: Culicidae). *Pest Manag Sci.* 58(5):491-5.
- TRABUT., 1933-** Flore du nord de l'Afrique: répertoire des noms indigènes des plantes spontanés, cultivées et utilisées dans le nord de l'Afrique. 335p.
- TRIPATHI, A.K.V. PRAJAPATI, K.K. AGGARWAL, S.P.S. KHANUJA, et S. KUMAR. 2001-** Repelleney and toxicity of oil from *Artemisia annua* to certain stored product beetles. *J Ecan. Entamai.*, 93: 43-47.
- TOEWS M.D., PEREZ-MENDOZA J., THRONE J.E., DOWELL F.E., MAGHIRANG E., ARTHUR F.H and CAMPBELL J.F., 2007-** Rapid assessment of insect fragments in flour milled from wheat infested with known densities of immature and adult *Sitophilus oryzae* (Coleoptera: Curculionidae). *J. Econ. Entomol.* 100: 1714-1723.
- URQUIAGA I. and LEIGHTON F., 2000-** Plant polyphenol antioxidants and oxidative stress. *Biological Research.*, 33 (2) : 55-64.
- VIGLIANCO A. I et al., 2008-** Antifeedant and repellent effects of extracts of three plants from Cordoba (Argentina) against *Sitophilus oryzae* (L.) (COLEOPTERA: Curculionidae). *BioAssay.*, 3 (4): 1-6.
- ZAGHLOUL O. A., EL-KADY M.B., EL-WAKIL H. F., AHMED S.M.S and MACKLED M.I., 2012-** Biological and genetical studies on the rice weevil, *Sitophilus oryzae* (L.) (Curculionidae: Coleoptera), *Egypt. Research Journal of Agriculture and biological Sciences*, 8(2) : 92-97.
- ZOUARI N., AYADI I., FAKHFAKH N., REBAI A et ZOUARI S., 2012-** Variation of chemical composition of essential oils in wild populations of *Thymus algeriensis* Boiss. et Reut., a North African endemic Species., 11:28.



## ANNEXE

Analyse de la Variance (Feuille de données2) Effets significatifs marqués à $p < ,05000$								
	SC	dl	MC	SC	dl	MC	F	p
Armoise	1062,000	4	265,5000	22,00000	15	1,466667	181,0227	0,000000
Thym	606,200	4	151,5500	12,75000	15	0,850000	178,2941	0,000000
Germ	91,300	4	22,8250	7,50000	15	0,500000	45,6500	0,000000

**Tableau 1** - Analyse de la variance de l'activité insecticide par contact des trois huiles essentielles étudiées.

Test de Newman-Keuls ; variable Armoise (Feuille de données2) Groupes Homogènes, alpha = ,05000 Erreur : MC Inter = 1,4667, dl = 15,000					
	Dose	Armoise	1	2	3
1	D0	0,00000			****
2	D1	15,00000	****		
3	D2	15,50000	****		
4	D3	19,50000		****	
5	D4	20,00000		****	

**Tableau 2** - Les groupes homogènes des doses testés pour l'armoïse rouge.

Test de Newman-Keuls ; variable Thym (Feuille de données2) Groupes Homogènes, alpha = ,05000 Erreur : MC Inter = ,85000, dl = 15,000							
	Dose	Thym	1	2	3	4	5
1	D0	0,00000	****				
2	D1	4,00000		****			
3	D2	7,00000			****		
4	D3	10,75000				****	
5	D4	16,00000					****

**Tableau 3** - Les groupes homogènes des doses testées pour l'HE de thym d'Algérie.

Test de Newman-Keuls ; variable Germ (Feuille de données2) Groupes Homogènes, alpha = ,05000 Erreur : MC Inter = ,50000, dl = 15,000						
	Dose	Germ	1	2	3	4
1	D0	0,000000		****		
2	D1	2,750000			****	
3	D2	4,000000	****			
4	D3	5,000000	****			
5	D4	6,250000				****

**Tableau 4** - Les groupes homogènes des doses testées pour l'HE de la germandrée tomenteuse.

	Test	Valeur	F	Effet	Erreur	p
ord. origine	Wilk	0,001692	17403,98	2	59	0,00
Dose	Wilk	0,000241	936,24	8	118	0,00
Temps	Wilk	0,013522	149,46	6	118	0,00
Dose*Temps	Wilk	0,005806	59,61	24	118	0,00

**Tableau 5** - L'interaction entre l'effet dose et l'effet temps.

Analyse de la Variance (Feuille de données18) Effets significatifs marqués à $p < ,05000$								
	SC	dl	MC	SC	dl	MC	F	p
Armoise	5107,050	19	268,7921	30,50000	60	0,508333	528,7714	0,00
Thym	3985,237	19	209,7493	30,25000	60	0,504167	416,0318	0,00

**Tableau 6 - Analyse de la variance de mortalité par effet inhalation.**

Test de Newman-Keuls ; variable Armoise (Feuille de données18) Groupes Homogènes, alpha = ,05000 (Recherche Non-Exhaustive) Erreur : MC Inter = ,50833, dl = 60,000

	Dose	Temps	Armoise	1	2	3	4	5	6	7	8	9
2	D0	T2	0,00000	****								
3	D0	T3	0,00000	****								
4	D0	T4	0,00000	****								
1	D0	T1	0,00000	****								
9	D1	T1	3,50000		****							
10	D1	T2	6,25000			****						
13	D2	T1	7,50000				****					
11	D1	T3	10,00000					****				
17	D3	T1	15,00000						****			
14	D2	T2	15,50000							****		
12	D1	T4	16,50000								****	
5	D4	T1	18,00000									****
18	D3	T2	19,50000									****
15	D2	T3	19,75000									****
16	D2	T4	20,00000									****
7	D4	T3	20,00000									****
8	D4	T4	20,00000									****
6	D4	T2	20,00000									****
19	D3	T3	20,00000									****
20	D3	T4	20,00000									****

**Tableau 7 - Les groupes homogènes en fonction de temps et de doses de l'HE de armoise rouge.**

Test de Newman-Keuls ; variable Thym (Feuille de données18) Groupes Homogènes, alpha = ,05000 (Recherche Non-Exhaustive) Erreur : MC Inter = ,50417, dl = 60,000

	Dose	Temps	Thym	1	2	3	4	5	6	7	8
1	D0	T1	0,00000	****							
2	D0	T2	0,00000	****							
3	D0	T3	0,00000	****							
4	D0	T4	0,00000	****							
9	D1	T1	0,00000	****							
13	D2	T1	0,75000	****							
10	D1	T2	1,00000	****							
14	D2	T2	2,50000		****						
11	D1	T3	2,50000		****						
17	D3	T1	4,75000			****					
12	D1	T4	5,00000				****				
15	D2	T3	5,50000					****			
18	D3	T2	6,00000						****		
16	D2	T4	9,50000							****	
5	D4	T1	10,75000								****
19	D3	T3	15,50000								****
6	D4	T2	15,50000								****
20	D3	T4	18,00000								****
8	D4	T4	20,00000								****
7	D4	T3	20,00000								****

**Tableau 8 - Les groupes homogènes en fonction de temps et de doses d'HE de thym d'Algérie.**

Composition chimique et activité insecticide de trois extraits végétaux à l'égard de *Sitophilus oryzae* (L.) (Coleoptera: Curculionidae).

---

Analyse de la Variance (Feuille de données1) Effets significatifs marqués à $p < ,05000$								
	SC	dl	MC	SC	dl	MC	F	p
Armoise	776,7000	4	194,1750	9,50000	15	0,633333	306,5921	0,000000
Thym	606,2000	4	151,5500	17,00000	15	1,133333	133,7206	0,000000
Germ	226,3000	4	56,5750	10,50000	15	0,700000	80,8214	0,000000

**Tableau 9** - Analyse de la variance de l'activité insecticide des extraits éthaloniques par contact.