

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

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

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département Génie Chimique



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

**Pour l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie
Chimique**

**Extraction et évaluation de l'effet insecticide
des essences de *Peganum harmala* (L.).**

Proposé par :

Pr. E.H.BENYOUSSEF

Dr. O.KHALFI

Présenté par:

LAHMAR Fayçal

RAHMOUNI Salim

Dirigé par :

Pr.E.H.BENYOUSSEF

Dr. O.KHALFI

2007 / 2008

Dédicaces

Ce travail est dédié :

À mes très chers parents pour leurs amours, leurs soutiens et leurs sacrifices, à qui je dois tout

À mon frère Merouane

À ma sœur Nesrine

À ma grande mère Aïcha que j'aime beaucoup

À tous mes oncles et tantes en particulier :

Ilhème et Nadja

À tous mes cousins et cousines

À toute la famille LAHMAR et KECHACHA

À tous les camarades de ma promo

À tous mes amis.

Fayçal. LAHMAR

Dédicaces

A mes parents pour leurs amours et sacrifices

A mes frères Tarek et Khaled

A mes sœurs Soumia et Amina

A toute ma famille

A tous mes amis

RAMOUNA Salim

Remerciements

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à toutes les personnes qui nous ont aidés à l'accomplissement de notre mémoire.

Nous tenons à exprimer notre plus grande gratitude à notre promoteur Monsieur BENYOUSSEF. E-H. Professeur au Département Génie Chimique à l'Ecole Nationale Polytechnique, pour la sollicitude qu'il nous a manifestée, pour son aide, ses conseils et la constante disponibilité dont il a fait preuve pour suivre le cheminement de ce travail.

Toutes nos respectueuses reconnaissances vont particulièrement à Madame Khalfi. O. Docteur au Département de Zoologie Agricole et forestière de l'Institut National d'Agronomie pour son suivi et sa disponibilité.

Nous tenons à remercier également :

Mme Boutekdjiret. C. Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'avoir acceptée de présider le Jury de ce mémoire.

Monsieur Ahmed Zaid. T. Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique et à Madame HADDOUM. S. Chargée de cours à l'Ecole Nationale Polytechnique pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner et d'évaluer ce travail.

Nos plus vifs remerciements sont destinés tout particulièrement à Mme OUARED.K élève ingénieur en zoologie, option : phytopharmacie à l'Institut National d'Agronomie d'El Harrach pour sa gentillesse et son aide précieuse qui nous a été très utile.

Un grand Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Ce travail a été réalisé dans le cadre des activités de l'équipe « valorisation des espèces végétale » du laboratoire « valorisation des énergies fossiles » dirigé par monsieur le Pr. C.E.CHITOUR.

Soutenu le 23/06/2008 en présence de membre de jury suivant :

Présidente :

C. Boutekdjiret. Professeur à l'E.N.P.

Examineurs :

*T. Ahmed Zaid. Professeur à l'E.N.P.
S.HADDOUM. Chargée de cours à l'E.N.P.*

Promoteurs :

*E-H.BENYOUSSEF. Professeur à l'E.N.P.
O. Khalfi. Docteur à l'I.N.A.*

الملخص

استخدام النباتات كمصدر لمبيدات الحشرات أخذ قسطا وافرا من الدراسات هذا لاحتوائهم على الزيوت الأساسية التي تعتبر في الوقت الحاضر الحل الأفضل لمواجهة الحشرات.

وفي ضمن هذا السياق حاولنا تثمين و دراسة نبتة محلية و هي " الحر مل " *Peganum harmala* من خلال تقييم تأثير مستخلصات هذه النبتة التي حصلنا عليها بواسطة التقطير ببخار الماء واستخلاص بالمذيبات (المياه ، الهكسان ، الايثانول) على حشرة (*Callosobruchus maculatus* (F.) ، حشرة ضارة جدا على البقوليات المخزونة في الجزائر. **الكلمات المفتاحية:** الحر مل, التقطير ببخار الماء, واستخلاص بالمذيبات, المستخلصات.

Summary

The use of plants as source of pesticides is very common and cited in the scientific literature. Because vegetable matter contains variable amounts of essential oil and due to the insecticidal properties of these substances, it is no surprise that these plants are used to destroy insects. In this context that we have studied the insecticidal effect of the extract of *Peganum harmala* (L.) on a particular insect *Callosobruchus maculatus* (F.) which is very detrimental on various vegetables during their storing.

The extract is obtained in a laboratory scale both by steam distillation and solvent extraction using different solvents (water, hexane and ethanol).

Keywords: *Peganum harmala* (L.), *Callosobruchus maculatus* (F.), steam distillation, solvent extraction, insecticidal effect, extracts.

Résumé

L'utilisation des plantes comme source de pesticides est relatée par une abondante littérature. De part les huiles essentielles qu'elles renferment, de nombreuses plantes sont réputées actuellement comme possédantes des propriétés insecticides. C'est dans ce contexte que nous avons essayé de valoriser une espèce végétale locale, *Peganum harmala* (L.) par l'évaluation de l'effet insecticide de ses essences obtenues par entraînement à la vapeur d'eau et extraction par solvant (eau, hexane, éthanol) à l'échelle laboratoire sur le *Callosobruchus maculatus* (F.), insecte très nuisible aux légumineuses stockées en Algérie.

Mots clés: *Peganum harmala* (L.), *Callosobruchus maculatus* (F.), entraînement à la vapeur d'eau, extraction par solvant, effet insecticide, essences.

Liste des Figures

- Figure 1 :** *Peganum harmala* (L.) (Tiges et fleurs), page 4.
- Figure 2 :** *Peganum harmala* (L.) (Ovaires et graines), page 5.
- Figure 3 :** *Callosobruchus maculatus* (F.), page 12.
- Figure 4 :** Dégâts causés par les larves de Bruchidae sur le niébé, page 13.
- Figure 5 :** Schéma de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, page 28.
- Figure 6 :** Schéma de l'extraction par hydrodistillation, page 29.
- Figure 7 :** Diagramme schématique des trois états d'un composé, page 31.
- Figure 8 :** Représentation schématique d'une chaîne d'extraction par dioxyde de carbone supercritique, page 32.
- Figure 9 :** Schéma représentant les différentes étapes d'extraction de l'huile essentielle, page 36.
- entraînement à la **Figure 10 :** Dispositif expérimental d'extraction de l'huile essentielle par vapeur d'eau à l'échelle laboratoire, page 38.
- Figure 11 :** Le dispositif du Dean et Stark pour le calcul du taux d'humidité, page 39.
- Figure 12 :** Evolution du débit de la vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, page 42.
- Figure 13 :** Evolution au cours du temps du rendement en l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, page 44.
- Figure 14 :** Evolution au cours du temps de la masse des composés hydrosolubles trouvée dans la phase aqueuse après l'extraction à la vapeur d'eau, page 45.
- Figure 15 :** Extraction par solvant : extracteur de Soxhlet, page 47.
- Figure 16 :** Elevage de *Callosobruchus maculatus* (F.), page 51.
- Figure 17 :** Essais réalisés par effet « contact inhalation », page 53.
- Figure 18 :** Pourcentage moyen de mortalité corrigée pour chaque extrait, page 55.
- Figure 19 :** Pourcentage d'éclosion moyen pour chaque extrait, page 58.

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Teneur relative des substances volatiles de *Peganum harmala* (L.), page 8,9,10.

Tableau 2 : Variation du débit en fonction du temps, page 41.

Tableau 3 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.) par entraînement à la vapeur d'eau, page 43.

Tableau 4 : Effet de séchage sur le rendement, page 43.

Tableau 5 : Résultats de la cinétique de la phase aqueuse par entraînement à la vapeur d'eau, page 45.

Tableau 6 : Récapitulatif des résultats obtenus après les différentes extractions, page 49.

Tableau 7 : Matériel végétal utilisé, page 51.

Tableau 8 : Résultats de la mortalité obtenue pour les différents extraits et leurs témoins, page 54.

Tableau 9 : Résultats du traitement ovocide par les différents extraits et leurs témoins, page 57.

Liste des symboles

C : la dose en (mg/ml).

H : le taux d'humidité en (%).

MC : la mortalité corrigée en (%).

O.E : œufs éclos.

O.T : œufs traités.

R : rendement en (%).

Veau : le volume de l'eau en (ml).

ρ_{eau} : densité de l'eau à la température prise le jour de l'expérience.

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I :

La matière végétale : *Peganum harmala* (L.)

I.1. Classification.....	3
I.2. Noms communs et synonymes.....	3
I.3. Description botanique.....	4
I.4. Origine et distribution.....	5
I.5. Propriétés et indications principales.....	6
I.6. Principaux constituants.....	7
I.6.1. Les toxines.....	7
I.6.2. Teneur relative des substances volatiles de <i>Peganum harmala</i> (L.).....	7
I.6.3. Autres constituants chimiques de la plante.....	10
I.7. Effets des extraits de <i>Peganum harmala</i> (L.) sur le criquet pèlerin.....	10

Chapitre II :

Matériel biologique animal : (*Callosobruchus maculatus*) (F.) et les moyens de lutte utilisés pour la protection des légumineuses stockées.

II.1. Caractères généraux des <i>Bruchidae</i>	11
II.2. Pertes et dégâts.....	13
II.3. Moyens de lutte.....	14
II.3.1. Lutte physique.....	15
II.3.1.1. Lutte par le froid.....	15
II.3.1.2. Lutte par la chaleur.....	15
II.3.1.3. Modification de l'atmosphère du milieu.....	15
II.3.1.4. Irradiation aux rayons gamma.....	15
II.3.2. Lutte chimique.....	16
II.3.3. Lutte biologique.....	16

Chapitre III :
Les essences végétales.

III .1. Les huiles essentielles.....	18
III .1.1. Historique.....	18
III .1.2. Définition de l'huile essentielle.....	18
III .1.3. Localisation des huiles essentielles.....	19
III .1.4. Les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles.....	19
III .1.5. Composition Chimique des huiles essentielles.....	20
III .1.5.1. Terpénoïdes.....	20
III .1.5.1.1. Les monoterpènes.....	20
III .1.5.1.2. Les sesquiterpènes.....	22
III .1.5.2. Les composés aromatiques.....	22
III .1.6. Fonction biologique des huiles essentielles.....	22
III .1.7. Qualité des huiles essentielles.....	23
III .1.8. Toxicité des huiles essentielles.....	23
III .1.9. Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles.....	24
III .1.10. Conservation des huiles essentielles.....	24
III .2. Domaine d'utilisation des extraits végétaux.....	25
III .2.1. La thérapie.....	25
III .2.2. L'agroalimentaire.....	25
III .2.3. La parfumerie.....	25
III .2.4. La cosmétologie.....	26
III .2.5. La pharmacie.....	26

Chapitre IV :
Les procédés d'extraction.

IV .1. Les différents procédés d'extraction.....	27
IV .1.1. Extraction à la vapeur d'eau.....	27
IV .1.1.1. Entraînement à la vapeur.....	27
IV .1.1.2. L'hydrodistillation.....	28
IV .1.1.3. L'hydrodiffusion.....	29

IV .1.2. Extraction par solvant fixe.....	30
IV .1.2.1. Enfleurage.....	30
IV .1.2.1.1. Enfleurage à froid.....	30
IV .1.2.1.2. Enfleurage à chaud.....	30
IV .1.3. Extraction par solvants volatils.....	31
IV .1.4. Extraction par dioxyde de carbone liquide ou supercritique.....	31
IV .1.5. Autres types d'extraction.....	32
IV .2. Facteurs intervenant dans l'extraction solide liquide.....	33
IV .2.1. La température.....	33
IV .2.2. L'agitation du fluide.....	34
IV .2.3. Le taux d'humidité.....	34
IV .2.4. La nature du solvant.....	34
IV .2.5. La durée d'extraction.....	34
IV .2.6. Degré de division de solide.....	34

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre V :

Extractions.

V.1. Entraînement à la vapeur d'eau.....	36
V.1.1. Paramètres influençant le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau.....	37
V.1.1.1. Le débit de vapeur.....	37
V.1.1.2. La durée d'extraction.....	37
V.1.2. Appareillage.....	37
V.1.3. Le protocole expérimentale.....	38
V.1.4. Détermination du taux d'humidité du matériel végétal.....	39
V.1.4.1. Le dispositif du Dean et Stark.....	39
V.1.4.2. Mode opératoire.....	40
V.1.5. Le rendement en huile essentielle.....	41
V.1.6. Résultats de l'expérience.....	41
V.1.6.1. Evaluation du débit de vapeur au cours de l'extraction.....	41
V.1.6.2. Le rendement.....	42

V.1.6.3. La cinétique de l'extraction.....	42
V.1.6.4. Evolution du rendement des composés hydrosolubles.....	44
V.2. L'extraction par solvant.....	46
V.2.1. Principe.....	46
V.2.2. Appareillage.....	47
V.2.3. Résultats expérimentaux.....	47
V.2.3.1. Extraction par « eau ».....	48
V.2.3.2. Extraction par « n-hexane ».....	48
V.2.3.3. Extraction par « éthanol ».....	49

Chapitre VI :

Evaluation de l'effet insecticide des essences.

VI.1. Différents types de pénétration.....	50
VI.2. Matériels et méthodes.....	50
VI.2.1. Matériels.....	50
VI.2.1.1. Matériel entomologique.....	50
VI.2.1.2. Matériel végétal.....	50
VI.2.1.3. Matériel de laboratoire.....	51
VI.2.2. Méthodes expérimentales.....	51
VI.2.2.1. Méthode d'élevage.....	51
VI.2.2.2. Méthode d'obtention des extraits de <i>Peganum harmala</i> (L.).....	52
VI.3. Correction de la mortalité.....	52
VI.4. Activité insecticide des extraits de <i>Peganum harmala</i> (L.).....	52
VI.4.1. Effet adulticide.....	52
VI.4.1.1. Résultats expérimentaux.....	53
VI.4.1.2. Discussion des résultats.....	55
VI.4.2. Effet ovocide.....	56
VI.4.2.1. Résultats expérimentaux.....	56
Conclusion générale.....	60
Références bibliographiques.....	62

Introduction générale

Introduction générale

Le monde végétal offre des ressources inépuisables et l'Homme, depuis les temps les plus anciens, a appris à utiliser les végétaux avec opportunité pour ses besoins élémentaires, en ramassant tout d'abord les racines, les feuilles, les graines et les fruits sauvages et en se consacrant ensuite à la culture des espèces les plus intéressantes pour être sûr d'obtenir une récolte abondante.

L'une des valorisations possibles de cette richesse naturelle, que sont les plantes, est l'extraction de leurs essences, produits très recherchés par les industries de l'aromatization, de la parfumerie, des cosmétiques, de la pharmacie, de la chimie fine,...

De nos jours, une activité économique considérable se développe tant pour les arômes artificiels que naturels, et la recherche d'une production élevée et variée pose le problème de valorisation de nouvelles espèces végétales et de mise en œuvre de procédés d'extraction plus efficaces.

Les graines de légumineuses représentent la principale source de protéines dans de nombreux pays en voie de développement. Malheureusement elles subissent des pertes considérables durant le stockage. [1]

Les produits stockés sont généralement attaqués par des insectes, des champignons et des rongeurs. Les pertes dues aux insectes sont considérables, pour remédier à cette situation, la protection des denrées stockées devient indispensable. Cette protection soulève des problèmes variés et doit faire appel à un ensemble de techniques convenables. [2]

De nombreuses méthodes de lutte curatives non polluantes existent déjà comme la lutte par le froid, la lutte par la chaleur, la lutte par les radiations ionisantes, mais ces méthodes très coûteuses en énergie sont peu ou pas utilisées dans les pays en voie de développement. [2]

Cependant nous sommes encore limités à l'utilisation des insecticides chimiques. Ces derniers ont pris de l'ampleur et sont devenues l'arme la plus rapide et la plus efficace dans la lutte contre les déprédateurs. [2]

Par ailleurs, les inconvénients qu'ils entraînent comme le développement du phénomène de résistance aux insecticides et l'accumulation des résidus de pesticides dans les grains stockés sont actuellement connus et redoutés. [2]

Face à ces problèmes, la nécessité de développer de nouvelles stratégies de lutte s'impose. De nombreux chercheurs se sont orientés ces dernières années vers une nouvelle méthode de lutte basée sur l'utilisation des extraits végétaux. Ces derniers connaissent de nos jours un regain d'intérêt pour leur activité biocide vis-à-vis de nombreux ravageurs de champs et de stocks. Plusieurs plantes sont réputées pour leurs huiles essentielles qui présentent des propriétés insecticides, acaricides, fongicides, anti-appétantes, et répulsives. [3]

Dans ce contexte, nous nous proposons de valoriser une espèce végétale locale, *Peganum harmala* (L.) par l'évaluation de l'effet insecticide de ses essences obtenues par différents procédés sur le *Callosobruchus maculatus* (F.), insecte très nuisible aux légumineuses stockées en Algérie.

Ainsi notre travail comporte deux parties :

- Une partie bibliographique relative aux espèces végétales, à la biologie de l'insecte et aux procédés d'extraction.
- Une partie expérimentale composée de deux volets :

-Le premier volet est consacré à la mise en œuvre de l'extraction des essences de *Peganum harmala* (L.) par différents procédés afin d'évaluer les rendements des opérations et d'étudier l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée de l'extraction pour l'entraînement à la vapeur d'eau.

-Le deuxième volet a porté sur l'évaluation de la toxicité des essences produites vis-à-vis de *Callosobruchus maculatus* (F.) par contact-inhalation.

Chapitre I

*La matière végétale :
Peganum harmala (L.)*

Dans le chapitre suivant, nous décrivons le matériel biologique végétal *Peganum harmala* (L.) par : l'origine et la distribution, une description botanique, les différentes propriétés et les principaux constituants de cette plante.

I. Matériel biologique végétal : *Peganum harmala* (L.):

L'harmel appartient à la famille des Zygophyllaceae qui compte environ 24 genres avec 240 espèces xérophytes et hallophytes. Cette famille largement représentée dans les régions arides et semi-arides du globe, est connue pour la toxicité de certaines espèces pour l'homme telles *Peganum harmala* (L.) et *Larrea divaricata*. [4]

I.1. Classification : [5]

Découverte par Linné en 1753, *Peganum harmala* est classée dans le règne végétal comme suit :

Règne : -----» Plantae.

Sous règne : -----» Tracheobionta.

Division : -----» Magnoliophyta.

Classe : -----» Magnoliopsida.

Sous classe : -----» Rosidae.

Ordre : -----» Sapindales.

Famille : -----» Zygophyllaceae.

Genre : -----» *Peganum*.

Espèce : -----» *Peganum harmala* (L.), 1753.

I.2. Nom(s) commun(s) et synonyme(s) : [6]

Cette plante est désignée par plusieurs autres noms selon les régions:

- L'harmel au Maghreb;
- Bender tiffin en Tamachek (Touareg);
- Spélanè en Afghanistan;
- Pégane (en France);
- Harmel Eshari (en Algérie);
- Bizr el harmel (en Egypte);

On trouve aussi d'autres noms comme : Harmel; Armel; Rue sauvage; Rue verte, Rue de Syrie.

I.3. Description botanique : [6]

L' harmel est une plante herbacée, vivace, glabre, buissonnante de 30 à 90 cm de hauteur à rhizome épais, à odeur forte, désagréable qui rappelle celle de la rue.

Les tiges dressées, très rameuses disparaissent l'hiver; elles portent des feuilles alternes, découpées en lanières étroites.

Les fleurs solitaires, assez grandes (25 à 30 mm), d'un blanc jaunâtre veinées de vert sont formées de:

- cinq sépales verts, linéaires, persistants qui dépassent la corolle.
- cinq pétales elliptiques.
- dix à quinze étamines à filet très élargi dans leur partie inférieure. (Figure 1)
- l'ovaire, globuleux, repose sur un disque charnu et aboutit à un fruit qui est une capsule sphérique, à trois loges, de 6 à 8 mm déprimée au sommet, entourée des sépales persistants et s'ouvrant par 3 ou 4 valves pour libérer les graines.
- les graines: nombreuses, petites, anguleuses, subtriangulaires, de couleur marron foncé, dont le tégument externe est réticulé, ont une saveur amère; (Figure 2).



Figure 1 : *Peganum harmala* (L.) (tiges et fleurs). [7]

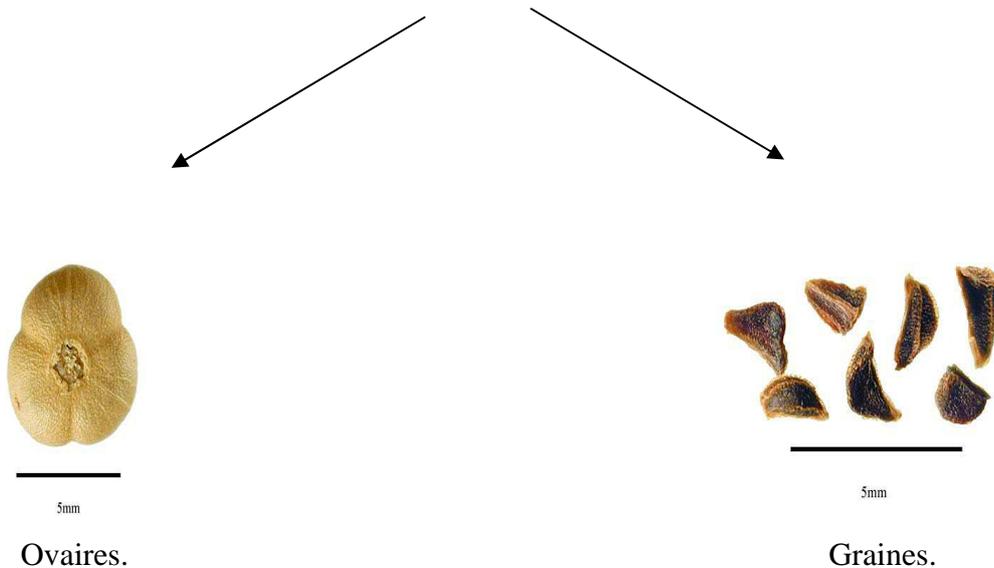


Figure 2 : *Peganum harmala* (L.) (ovaires et graines). [7]

I.4. Origine et distribution : [6]

Largement répandue dans les zones arides de l'ancien monde, sur les sols sableux et légèrement nitrés. *Peganum harmala* (L.) abonde en :

-**Europe:** très commune dans les zones sèches (Espagne, steppe de la Russie méridionale, Hongrie).

-**Afrique:** particulièrement répandue dans les zones arides méditerranéennes (Maroc oriental, Sahara septentrional et hauts plateaux Algériens, Tunisie, steppe de la Libye, désert d'Egypte).

-**Asie:** répandue dans les steppes de l'Iran, du Pakistan, du Turkestan jusqu'au Tibet et en Sibérie.

I.5. Propriétés et indications principales :

Toute la plante est toxique mais le taux d'alcaloïdes est beaucoup plus élevé dans la graine (3 à 4 %) que dans la racine, la tige (0,36 %) et la feuille (0,52 %).

La teneur en alcaloïdes s'élève brusquement en été, durant la phase de mûrissement du fruit, au moment de la récolte des graines.

Elle est responsable de la paralysie du système nerveux et entraîne la mort par arrêt respiratoire chez les vertébrés, et peut provoquer l'interruption de grossesse chez les femmes.

L'ingestion d'une cuillère à café de graines (2,5 g) par un adulte de 27 ans s'est traduite successivement par: des céphalées violentes, des hallucinations visuelles, des douleurs abdominales, des vomissements et une asthénie intense; ces phases ont évolué favorablement en 7 heures.

L'harmaline, à la dose de 4 mg par kg, produirait chez l'homme des effets psychomimétiques. [6]

Traditionnellement au Maghreb, les feuilles sont couramment utilisées dans la confection d'onguent et les graines mises dans des macérations à l'huile d'olive car l'harmel à des propriétés antispasmodique, antitussif, anthelminthique, antidépressive, dépurative, emménagogue, hypnotique, neurasthénique et sudorifique. Cette plante est prescrite sous forme de fumigation, ou en macérât pour traiter les problèmes digestifs et intestinaux, aussi en usage externe (onguent) pour traiter les dermatoses, les hémorroïdes, pour soigner brûlures et plaies (antiseptique et cicatrisant), morsures de serpent, ou encore en friction pour soulager les crises de sciatique et les rhumatismes. [8]

Depuis la nuit des temps, dans de nombreuses civilisation, elle a été utilisée dans des rituelles magiques sous forme de fumigation évidemment elle entrait dans la confection de philtre d'amour ou philtre de désenvoûtement. [8]

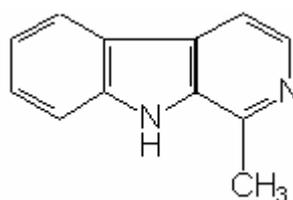
I.6. Principaux constituants de la plante:

I.6.1. Les toxines :

Les principales toxines sont des alcaloïdes dont la structure chimique associe un noyau indole à un noyau pyridine: harmane, harmine, harmaline, harmalol ou harmol.

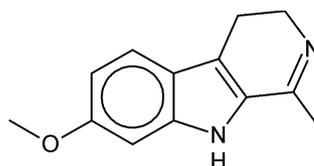
L'harmaline est un méthoxy-harmalol et une dihydroharmine, elle constitue les 2/3 des alcaloïdes totaux de la graine, elle serait deux fois plus toxique que l'harmine. [6]

Harmane: $C_{12} H_{10} N_2$



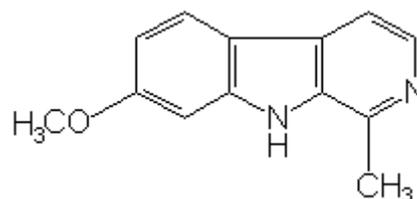
[9]

Harmaline: $C_{13} H_{14} N_2 O$



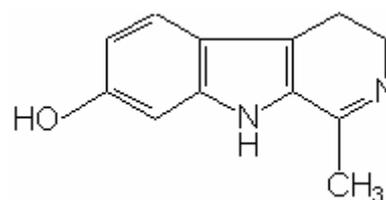
[10]

Harmine: $C_{13} H_{12} N_2 O$



[9]

Harmalol (Harmol): $C_{12} H_{12} N_2 O$



[9]

I.6.2. Teneur relative des substances volatiles de *Paganum harmala* (L.) :

D'après l'étude faite par S. TAHROUCH et Coll [11], trente et un composés volatils ont été identifiés à partir des organes frais et secs de *Paganum harmala* (L.). Ces chercheurs n'ont pas détecté de substances volatiles dans les graines et les fruits. En revanche, ils ont remarqué que les feuilles sont plus riches qualitativement, en ces composés que les tiges et les

racines. En effet, les feuilles fraîches et sèches contiennent, respectivement, 12 et 19 constituants volatils. La Nacétylaniline (0,19ppm), l'aniline (0,11ppm) et l'isoquinoline (0,10ppm) sont les composés essentiels des feuilles fraîches alors que le 2,3-dihydrobenzofurane (3,39ppm) et l'acide propylique (3,10ppm) sont ceux des feuilles sèches.

Les tiges fraîches contiennent six composés volatils avec le 2,3-dihydrobenzofurane (1,24ppm) et la pipéridone (0,36ppm) comme composés majoritaires. Alors que les tiges sèches contiennent treize substances volatiles dont la 3-octanone (3,24ppm), l'acide propylique (1,94ppm) et la N-formylaniline (1,53ppm) comme composés majoritaires. Six constituants volatils ont été identifiés dans les racines tels l'acide propylique (46,67ppm) et l'acide tiglique (13,71ppm).

Le 3-octanone et l'isoquinoline ont été détectés dans les parties aériennes (fraîches et sèches). L'isovanilline et l'acide caproïque sont présents uniquement dans les organes secs ; ceci est probablement dû au processus de séchage.

Donc ils trouvent que les substances volatiles évoluent en richesse qualitative des racines aux feuilles de la plante.

Tableau1 : Teneur relative des substances volatiles de *Peganum harmala* (L.). [11]

Composés	Feuilles fraîches (ppm)	Tiges fraîches (ppm)	Feuilles sèches (ppm)	Tiges sèches (ppm)	Racine sèches (ppm)
Non identifié	-	-	0,70	-	-
Acide propanoïque	0,04	-	3,10	1,94	46,67
Butanol	-	-	0,98	-	-
Pent-3-en-2-one	0,08	-	0,89	-	-
Non identifié	0,03	-	-	-	-
Acide valérique	-	-	1,40	-	7,56
(E)-3-Hexenol	0,03	-	-	-	-
4-methyl valérate de methyl	0,04	0,06	-	0,15	-
(E)-2-heptenal	-	-	0,36	-	-
Acide tiglique	-	-	-	-	13,71
3-Octanone	0,04	0,04	1,48	3,24	-
5-Methyl tetrahydrofurfural	-	-	-	-	6,75

(E,E)-2,4-hexadienal	0,01	-	1,20	-	-
Acide hexanoïque	-	-	0,17	0,44	8,97
Non identifié	0,05	-	-	0,56	-
Non identifié	0,07	0,05	-	-	-
Aniline	0,11	-	-	-	-
Non identifié	0,03	0,36	-	-	-
N-Formylaniline	-	-	1,26	1,53	-
Isoquinoline	0,10	0,11	0,39	0,36	-
Non identifié	0,06	-	0,78	-	-
2,3-Dihydrobenzofurane	-	1,24	3,49	0,15	-
Nacetylaniline	0,19	-	1,06	-	-
(E,Z)-2,4-decadienal	-	-	0,78	-	-
Indole	0,02	-	-	-	-
Thymol	-	-	-	0,34	-
(E,E)-2,4-decadienal	-	-	1,56	-	-
Piperitenone	-	0,36	-	-	-
5-Ethyldihydrofuran-2-one	-	-	0,14	0,71	-
Isovanillin	-	-	0,50	0,39	13,51
Non identifié	-	-	0,73	0,56	-
Acide 3,4-dihydroxybenzoïque	-	-	-	0,83	-
b-ionone	-	-	-	1,37	-
Dihydroactinidiolide	-	-	0,25	-	-
6-Méthyl-2-propyl pyrimidone	-	-	0,98	0,86	-
Pentadecane	0,02	-	0,14	-	-
Non identifié	0,07	-	0,22	-	-
Non identifié	0,13	-	-	-	-
1,2-Dihydropyridin-6-one	-	0,06	-	-	-
Non identifié	-	-	4,83	-	-
Non identifié	-	0,12	-	0,13	3,53
Non identifié	-	-	0,53	2,39	-
Non identifié	-	-	-	0,62	-
Acide myristique	0,07	-	-	-	-

Non identifié	0,26	-	-	-	-
Non identifié	0,09	-	-	-	-

I.6.3. Autres constituants chimiques de la plante : [6]

- acides aminés: phénylalanine, valine, proline, thréonine, histidine, acide glutamique et carbohydrates.

- flavonoïdes, coumarines, bases volatiles, tanins, stérols/triterpènes.

- pigment: le tégument externe de la graine renferme un pigment rouge connu sous le nom de "Turkey red".

- composé fluorescent.

I.7. Effets des extraits de *Peganum harmala* (L.) sur le criquet pèlerin : [12]

L'effet de l'extrait des feuilles de *Peganum harmala* (L.) au stade végétatif ou au stade de fructification a été testé sur la survie, la prise de nourriture, le poids, le développement ovarien et la fécondité des femelles du *Schistocerca gregaria*, dans des conditions de laboratoire. Les résultats obtenus révèlent que: l'extrait des feuilles (végétatif ou fructification) entraîne chez les femelles, Une diminution de la prise de nourriture, une baisse de poids et une réduction de la motricité.

L'extrait des feuilles (végétatif) engendre un taux de mortalité de 29% atteint le 14^{ième} jour du stade adulte, un retard de la maturité sexuelle chez les femelles (survivantes au traitement), une réduction de la fécondité et du taux d'éclosion.

L'extrait des feuilles (stade de fructification) entraîne un taux mortalité de 15% et un retard de la maturité sexuelle chez 16,6% des femelles. Parallèlement, l'étude phytochimique menée sur les extraits éthanolique testés, a révélé que le contenu alcaloïdique des feuilles varie au cours des stades phénologiques de la plante.

Chapitre II

*Matière biologique animal :
(Callosobruchus maculatus) (F.) et les
moyens de lutte utilisés pour la protection
des légumineuses stockées*

Pour cette partie nous exposons le matériel biologique animal en décrivant la famille des *Bruchidae* en général, *Callosobruchus maculatus* (F.) en particulier ainsi que les moyens de lutte pour la protection des légumineuses stockées.

II.1. Caractères généraux des *Bruchidae* :

Les différentes espèces de cette famille sont réparties en une soixantaine de genre.

Les adultes mesurent de 1.5 à 5 mm, le corps est large pubescent, la tête est bien dégagée et le menton pédonculé. Les antennes insérées près des yeux ne sont pas filiformes. Les élytres recouvrent incomplètement l'abdomen. Les pattes postérieures sont toujours plus développées que les autres pattes avec des fémurs fréquemment dilatés ou renflés. [13]

Les ailes sont fonctionnelles chez presque toutes les espèces de cette famille. Les larves ont un régime cléthrophage car elles vivent exclusivement dans les graines.

Le premier stade apode ou pourvu de pattes et de soies aidant aux déplacements pour la bruche d'haricot *Acanthoscelides obtectus*, permet aux larves après l'éclosion de se diriger à la recherche d'une graine adéquate pour s'y installer. [13]

Selon DELOBEL & TRAN [14], la famille des *Bruchidae* comprend deux groupes :

Le premier renferme les bruches se développant dans les champs, dans les graines encore vertes et ont une seule génération annuelle (espèces univoltines) comme *Bruchus pisorum* (la bruche du pois), *Bruchus rufimanus* (la bruche de la fève) ou *Bruchus lentis* (la bruche des lentilles).

Le deuxième groupe renferme les bruches qui se multiplient à l'intérieur des entrepôts, dans les graines sèches. Elles ont plusieurs générations annuelles (espèces polyvoltines) et c'est le cas de *Callosobruchus maculatus* (la bruche du niébé), *Callosobruchus chinensis* (la bruche chinoise), *Acanthoscelides obtectus* (la bruche d'haricot), *Caryedon serratus* (bruche de l'arachides) ou *Bruchidus atrolineatus* (bruche africaine du niébé). [13]

Selon BALACHOWSKY [15], les bruches sont répartis dans les zones tropicales et subtropicales.

Quant à l'espèce *Callosobruchus maculatus* (découverte par **Fabricius en 1792**), elle est considérée parmi les ravageurs majeurs des denrées stockées en Afrique et en Asie.

La Bruche du pois chiche appartient à l'ordre des Coléoptères, à la super famille des *phytophagoidea*, à la série *phytophaga* et à la famille des *Bruchidae*. [16]

Le genre *Callosobruchus* renferme une vingtaine d'espèces. Selon **HOFFMAN** et **Coll**, c'est un genre caractérisé par un prothorax conique, des fémurs postérieurs pourvus d'une dent au bord infero-externe. [16]

L'espèce *Callosobruchus maculatus* mesure 3 à 3,8 mm de long, le corps est oblongue, le revêtement rougeâtre. Le prothorax est noir et orné à sa base d'une tache blanc-jaunâtre. Les élytres ne recouvrent pas entièrement l'abdomen et possèdent quatre macules noires arrondies placées latéralement, les deux plus grosse vers le milieu, les deux autres vers l'apex. Les antennes sont assez longues, les quatre premiers articles sont roux. (Figure 3). [16]



Figure 3 : *Callosobruchus maculatus* (F.) [17]

Le male est moins coloré et de plus petite taille que la femelle. C'est un ravageur économiquement important c'est-à-dire il cause des dégâts pour l'économie d'un pays.

L'étude réalisée par KHALFI [18], a révélé que cette espèce a un développement maximal à une température de 28°C et une humidité de 75,85%. Sous ces deux facteurs abiotiques la fécondité moyenne des femelles est de 82 œufs par femelle et la durée du cycle est de 30 jours. Par contre la fertilité est maximale à une température de 30°C et une hygrométrie de 90%.

II.2. Pertes et dégâts : [13]

Les femelles des *Bruchidae*, pondent sur les gousses dans les cultures et les attaques se poursuivent dans les stocks. Plusieurs générations peuvent se succéder dans les systèmes de stockage provoquant des pertes élevées. Des études réalisées ont montré que les pertes en poids des graines pouvaient être supérieures à 80 % après six ou sept mois de stockage.

Selon SHAAYA et Coll [19], les pertes dues aux insectes sur les légumineuses et les céréales sont de l'ordre de 10 à 40% dans les pays où les techniques modernes de stockage ne sont pas introduites.

Les larves des *Bruchidae* creusent des galeries dans les cotylédons utilisant les réserves contenues à ce niveau (figure 4) et rejettent leurs excréments riches en acide urique dans ces galeries. L'apport d'acide urique et de fragments de chitine rend les lots contaminés inconsommables. *Acanthoscelides obtectus* peut entraîner des réactions allergiques graves aux personnels manipulant des graines de *Phaseolus vulgaris* fortement contaminées.



Figure 4 : Dégâts causés par les larves de *Bruchidae* sur le niébé. [20]

Les dégâts perpétrés par les larves sont de deux types :

- Une perte quantitative qui peut être de l'ordre de 33%, et par exemple sur niébé les pertes dépassent et de 800 g/Kg après 7 mois de stockage.
- Une perte qualitative qui se traduit, par une diminution de la thiamine, une dénaturation des protéines, et une augmentation de l'acidité des graisses des graines. [13]

Le pouvoir germinatif des graines attaquées est très fortement diminué. En effet la perforation des grains entraîne des attaques importantes par des germes pathogènes.

Par les déchets qu'ils produisent dans les graines, l'échauffement et le dégagement de vapeur d'eau qu'ils occasionnent par leur respiration, les insectes tendent à créer un milieu favorable au développement des micro-organismes qui vont accélérer le processus de dégradation.

II.3. Moyens de lutte : [13]

L'importance des dégâts occasionnés aux cultures et aux denrées stockées par les divers organismes nuisibles ou encore bio-agresseurs, contraint l'agriculteur à recourir à des mesures de protection.

Il est donc nécessaire de rechercher des méthodes de contrôle efficace des populations d'insectes ravageurs afin de limiter les pertes, dues aux Coléoptères *Bruchidae*, qui sont parmi les principaux ravageurs des grains.

Cette lutte consiste en une hygiène rigoureuse des moyens de transport, des locaux de stockage, des installations de manutention et des machines de récolte. Il est important d'isoler les nouvelles récoltes de celles qui sont anciennes dans l'entrepôt.

Comme les locaux de stockage, les alentours des bâtiments doivent être propres et parfaitement dégagés. Pendant le stockage, le produit doit être régulièrement contrôlé et les locaux régulièrement nettoyés.

Pour la lutte contre les *Bruchidae* dans les champs, en pratique la culture en mélange. Lorsqu'un champ comporte une seule espèce, les parasites de cette espèce ont toutes les facilités pour s'y développer et pulluler. Par contre s'il y a plusieurs espèces associées, l'extension et la pullulation du déprédateur sont limitées.

LABEYRIE [21] affirme que les associations culturales entre céréale et une légumineuse telles qu'elles sont pratiquées en Amérique du sud et en Afrique peuvent limiter la contamination des gousses de légumineuses par les *Bruchidae*.

Parmi ces moyens de lutte, on trouve :

II.3.1. Lutte physique :

II.3.1.1. Lutte par le froid :

Au-dessous de 10° C le développement des insectes est bloqué.

Quand on sait que l'activité de la Bruche est nettement ralentie, voire arrêtée lorsque la température descend au dessous de 10°C, on peut éviter le développement de l'insecte en conservant les graines dans un local suffisamment frais.

Le maintien des entrepôts à une température de 10°C pendant un mois ou quelques heures à -1 °C, entraîne la mortalité des adultes.

II.3.1.2. Lutte par la chaleur :

Toutes les formes des ravageurs des denrées, se trouvent dans une masse de grains sont éliminées après 10 minutes d'exposition à une température de 60°C sans conséquence sur le pouvoir germinatif des grains.

Selon KHELIL [22] le maintien d'une température de 40°C pendant deux jours empêche toute éclosion possible des oeufs d'âge très jeune, pour les oeufs âgés de 96 à 120 heures, la sensibilité ne se manifeste qu'à partir du troisième jour.

II.3.1.3. Modification de l'atmosphère du milieu :

Il s'agit d'abaisser le taux d'oxygène de l'atmosphère inter granulaire jusqu'à un taux létal pour les insectes (inférieur à 1 % d'O₂). En effet les insectes des grains stockés ne survivent pas dans une atmosphère riche en gaz carbonique (60%) et en nitrogène (97 à 99%) en raison de la raréfaction de l'oxygène (-1%), ce qui provoque l'asphyxie des insectes.

II.3.1.4. Irradiation aux rayons gamma :

C'est une technique utilisée dans de nombreux pays pour lutter contre les insectes ravageurs, les doses élevées tuent les insectes alors que les faibles doses les stérilisent.

Des dangers certains pèsent cependant sur l'opération, lors de la manipulation et même à long terme sur les consommateurs.

II .3.2. Lutte chimique :

Le groupe d'insecticides polyvalents le plus utilisé contre les insectes des grains est celui des organophosphorés, la substance la plus employée et la plus efficace est le primiphos-méthyle fréquemment utilisés dans le passé, ils ne sont quasiment plus employés aujourd'hui à cause de leur toxicité pour l'homme et les animaux domestiques.

Dans le cas des grands lots de stockage, l'usage de fumigation est une technique efficace.

Les fumigants donnent une protection totale liée à leur diffusion à l'intérieur des grains, pouvant atteindre les formes cachées des ravageurs.

L'intérêt majeur de la fumigation est la faculté du gaz insecticide de pénétrer à l'intérieur du grain et donc de détruire les oeufs, larves et nymphes qui s'y développent.

Malheureusement ils présentent une incidence défavorable sur l'homme et les animaux domestiques, insectes pollinisateurs, et même la faculté germinative des grains.

La résistance aux fumigants (phosphine et bromure de méthyle) a été observée chez de nombreux insectes ravageurs des grains dans le monde, dont certains pays africains et asiatiques.

C'est pour ces raisons la, que les chercheurs s'orientent maintenant vers des luttes par les méthodes biologiques.

II .3.3. Lutte biologique :

Comme les coûts des pesticides reste élevé et présente un certain nombre d'inconvénients, il est préférable d'appliquer une lutte ou un contrôle biologique pour les *Bruchidae*.

La lutte biologique contre les ravageurs d'une culture est celle qui utilise les parasites ou les prédateurs de ces ravageurs en vue de diminuer leurs dégâts, il y a deux façons de la pratiquer :

- La lutte biologique directe est celle qu'on réalise en introduisant dans les champs les ennemis du ravageur.

- La lutte biologique indirecte est celle qui consiste à aménager le milieu de culture de telle sorte qu'il accueille le plus grand nombre possible d'ennemis des principaux ravageurs des plantes cultivées.

L'une des méthodes de lutte dite traditionnelle est la lutte par des produits naturels (extrait de plantes, huiles,...etc.) contrairement à la lutte par produits artificiels (chimiques). Leur toxicité pour l'homme et les animaux est souvent faible sinon nulle, et sans inconvénients sur les grains.

Le mélange d'huile (arachide...) au grain (notamment de légumineuses) dans des proportions de 5 ml/kg est une technique qui a été proposée pour la lutte contre les insectes. Cette pratique empêche l'adhésion des oeufs à la graine, et donc présente une méthode de protection très efficace.

Quelle que soit la forme de lutte, il faut accepter que les ravageurs prennent leur part de récoltes, Le but de ces différentes formes de lutte (préventives et curatives) est de diminuer le taux de parasitisme au dessous d'un seuil acceptable.

Chapitre III

Les essences végétales

III.1. Les Huiles essentielles :

III.1.1. Historique : [2]

Les huiles essentielles sont des substances naturelles connues depuis l'antiquité. Les arômes et les parfums furent parmi les premiers signes de la reconnaissance qui marquèrent la vie de l'homme.

La médecine était basée sur une grande connaissance de l'herboristerie et de la botanique, lesquelles permettaient de lutter efficacement contre les divers maux dont souffraient les patients, cette médecine, à la fois symptomatologique et empirique mettait en jeu un arsenal insoupçonné d'armes chimiques, physiques et biologiques dont les vertus préventifs et/ou curatifs n'ont été démontrés que bien plus tard, au moment de l'essor des sciences modernes dont les huiles essentielles que l'on redécouvre aujourd'hui.

L'importance de ces huiles était fondamentale, elles sont à l'origine de l'industrie des arômes, bien qu'on connaisse plus de 3000 essences, il n'y en a guère que 150 qui aient actuellement une importance commerciale.

III.1.2. Définition de l'huile essentielle :

C'est un ensemble de substances volatiles extraites d'un végétal. Elles peuvent être extraites des feuilles, des fleurs, des baies, de la tige, du tronc, de l'écorce ...etc. [23]

Le terme « huile » souligne le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances et le terme « essentielle » désigne la caractéristique principale de la plante à travers ses exhalaisons. [2]

La teneur en huiles essentielles dans une plante est généralement de l'ordre de 1 à 3% et ayant les caractéristiques suivantes :

- Odorantes,
- Huileuses,
- Peu solubles dans l'eau,
- Moins denses que l'eau (la phase organique se trouve donc souvent au-dessus de la phase aqueuse),
- Toxiques à forte dose,
- Et s'altèrent à l'air. [23]

III.1.3. Localisation des huiles essentielles : [24], [25]

Les huiles essentielles se rencontrent dans tout le règne végétal ; cependant elles sont particulièrement abondantes chez certaines familles : Conifères, Rutacées, Ombellifères, Myrtacées, Labiées. Tous les organes peuvent en renfermer, on les trouve dans :

- les fleurs bien sur : oranger, rose, lavande ; le bouton floral (girofle) ou les bractées (ylang-ylang).
- les feuilles très souvent : eucalyptus, menthe, thym, laurier, sarriette, sauge, aiguilles de pin et sapin.
- les organes souterrains : racines (vétiver), rhizomes (gingembre, acore).
- les fruits : fenouil, anis, épicarpes des Citrus.
- les graines : noix de muscade.
- le bois et les écorces : cannelle, santal, bois de rose.

III.1.4. Les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :

La plupart des huiles essentielles présentent les propriétés suivantes:

- À la température ambiante, les huiles essentielles sont des substances à l'état liquide avec une odeur très forte.
- En général, elles sont incolores à jaune pâle à quelques exceptions telles que l'huile essentielle de camomille dont la couleur bleu clair.
- Les huiles essentielles sont solubles dans les alcools dans la plupart des solvants organiques, mais peu solubles dans l'eau.
- Les huiles essentielles sont extrêmement solubles (propriété par excellence) sauf qu'elles perdent rapidement leurs propriétés lorsqu'elles sont exposées au soleil (chaleur), pour cela elles doivent être présentées dans des flacons ombrés pour une meilleure protection.
- Densité inférieure à l'unité, exception faite des huiles essentielles de cannelle, girofle et sassafras.
- Vieillesse au bout de six mois et ne présentent plus de propriétés thérapeutiques après deux années. [2]
- Leur point d'ébullition se situe entre 60°C et 240°C. [26]

- On utilise souvent l'indice de réfraction pour le contrôle de purification et l'identification des substances organiques (liquides).
- Elles s'oxydent facilement à la lumière et se résinifient en absorbant l'oxygène en même temps que leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente, leur solubilité diminue.
- Elles absorbent le chlore, le brome, l'iode avec dégagement de chaleur.
- Elles peuvent se combiner avec l'eau pour former des hydrates. [27]

L'efficacité des huiles essentielles dépend de nombreux facteurs en particulier des qualités de la plante et des conditions de distillation.

Pour obtenir une huile essentielle de qualité ayant des effets spécifiques, il est nécessaire de procéder à la distillation de la plante fraîchement cueillies, si possible sur les mêmes lieux de récolte. [2]

III.1.5. Composition chimique des huiles essentielles : [24]

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de constituants qui appartiennent, de façon quasi exclusive, à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes: le groupe des terpénoïdes d'une part et le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane -beaucoup moins fréquents- d'autre part.

III.1.5.1. Terpénoïdes : [28]

Se sont des hydrocarbures de nature terpéniques. Ces terpènes sont des substances volatiles à masse moléculaire peu élevée. Les plus fréquents sont les monoterpènes et les sesquiterpènes qui sont moins répandus.

III.1.5.1.1. Les monoterpènes : [28]

Ce sont des hydrocarbures volatils présents dans la quasi-totalité des huiles essentielles ; ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène), monocyclique (p-cymène, limonène), bicyclique (camphène, sabinène)...

Ils constituent parfois plus de 90% des huiles essentielles (citron, térébenthine).

En plus de ces carbures [29], plusieurs molécules fonctionnalisées sont rencontrées telles que :

- Aldéhydes :

Les aldéhydes sont des composés organiques qui possèdent des propriétés anti-infectieuses, anti-inflammatoires, antiseptiques, calmantes et sédatives. On les trouve dans plusieurs huiles dégageant un arôme de citron, incluant les huiles de lemongrass, de mélisse et de citronnelle. Un des principaux composés aldéhydes, le citral, est très anti-infectieux et antiviral. Ils peuvent irriter les muqueuses et la peau.

- Phénols :

Les phénols sont bactéricides. Ils contiennent des niveaux élevés de molécules oxygénées et possèdent de puissantes propriétés antioxydantes. Ils sont parmi les composés les plus bénéfiques de tous les groupes aromatiques pour aider les ajustements immunitaires. Certains composés phénols incluent le thymol qui est très antiseptique, l'eugénol qui est stimulant et aussi très antiseptique ainsi que le carvacrol qui est antiseptique et très énergisant. Ils peuvent irriter les muqueuses et la peau.

- Alcools :

Les alcools possèdent des propriétés fortement anti-bactériennes et antivirales. De plus, les molécules de sesquiterpénol possèdent des propriétés anti-inflammatoires et peuvent aider au bon fonctionnement du système immunitaire. Le linalol, un des constituants les plus bénéfiques des alcools, possèdent des propriétés fortement antibactériennes et aident au bon fonctionnement du système immunitaire.

- Cétones :

Les cétones aident à stimuler la régénération des cellules et à favoriser la formation de tissus. Elles peuvent aussi aider à dissoudre et à éliminer le mucus.

- Esters :

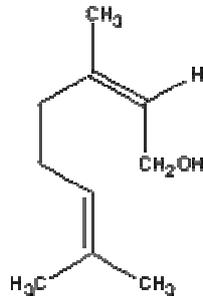
Les esters produisent un effet relaxant et calmant pour le corps. De plus, ils possèdent des propriétés antispasmodiques.

D'autres composés chimiques que l'on retrouve dans les huiles essentielles possèdent des propriétés bénéfiques pour la santé, par exemple :

- Alcools terpénique.
- Azulène.
- Bisabolol.

- Flavonoïdes.
- Limonène...etc.

Exemple de monoterpène :



Néral

[24]

III.1.5.1.2. Les sesquiterpènes : [2]

Ces composés sont souvent représentés en faibles quantités dans les huiles essentielles et n'apportent pas ou peu d'effets toxiques. Nous trouvons quelques exemples de sesquiterpènes caractéristiques des huiles essentielles : carbures (béta-bisabolène, béta-caryophyllène), les alcools (farnésol, carotol), les cétones (béta-vétifone), les aldéhydes (sinénals) et les esters (acétate de cedryl).

III.1.5.2. Les composés aromatiques : [2]

Les composés de cette série sont beaucoup moins fréquents que les monoterpènes et les sesquiterpènes.

Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C3-C6) sont très souvent des Allyles et Prophenylphenols, parfois des aldéhydes, caractéristiques de certaines huiles essentielles d'Apiaceae telle que l'Eugénol, l'Apiol.

III.1.6. Fonction biologique des huiles essentielles : [30]

Les huiles essentielles sont stockées dans des structures cellulaires spécialisées (cellules à huile essentielle, cellules à poils sécréteurs comme dans la menthe, canaux sécréteurs) et ont vraisemblablement un rôle défensif : protection du bois contre les insectes et les champignons, action répulsive contre les animaux herbivores. La présence des huiles essentielles au niveau des racines (vétuver, gingembre), les écorces (cannelle), le bois (santal)

correspond à un effet antiseptique vis-à-vis des parasites présent dans le sol ou pouvant attaquer le bois.

Les spécialistes considèrent les huiles essentielles comme des sources de signaux chimiques permettant à la plante de contrôler ou réguler son environnement (rôle écologique): attraction des insectes pollinisateurs, action répulsive sur les prédateurs, inhibition de la germination des graines, voire communication entre les végétaux (émission de signaux chimiques signalant la présence d'animaux herbivores par exemple).

III.1.7. Qualité des huiles essentielles : [31]

Pour obtenir une huile essentielle de qualité, il est préférable de distiller des plantes sauvages ou de culture biologique plutôt que des plantes cultivées chimiquement.

La partie de la plante distillée a également son importance, car certains composés de l'huile essentielle vont se retrouver dans des parties différentes suivant les plantes.

Le pays d'origine, la qualité de l'ensoleillement et les caractéristiques du terrain de récolte ont aussi une influence sur la qualité de l'huile essentielle.

Pour résumer, les indications qui doivent figurer sur un flacon d'huile essentielle de façon à garantir sa qualité sont : le nom courant de la plante, la variété botanique (généralement en latin), la partie de la plante distillée, la région et le pays d'origine.

III.1.8. Toxicité des huiles essentielles : [32]

Les huiles essentielles peuvent aussi être toxiques à des doses élevées. Ainsi, celle du romarin est cholérétique, qui provoque une action spasmodique due au bornéol.

En générale chez l'homme l'ingestion de 10 à 30 ml d'une huile essentielle peut être mortelle. A des doses plus faibles on note des troubles digestives, de l'hypotension, de l'hypothermie et une confusion mentale.

III.1.9. Evaluation de l'activité insecticide des huiles essentielles : [16]

L'activité insecticide par contact et inhalation des huiles essentielles a été bien démontrée contre les insectes des stocks et autres déprédateurs. Dans une étude détaillée par Shaaya et Coll, ils ont mis en évidence la toxicité de 28 huiles essentielles et 10 de leurs constituants contre quatre Coléoptères des denrées stockées. Parmi les huiles expérimentées pour leur toxicité inhalatoire à l'égard d'*A.obtectus*, celles de *Thymus serpyllum* (L.) (Riche en phénol, thymol et carvacrol) et d'*Origanum majorama* (L.) (Riche en Terpinene-4-ol) se sont montrées les plus toxiques. De nombreux travaux réalisés par Ho et Coll, ont démontré l'efficacité insecticide par contact et inhalation ainsi que l'effet antiappétant de nombreux composés d'huiles essentielles (cinnaldehyde, α -pinène, anetole....) contre *T.castaneum* et *S. Zeamais*.

Aussi, divers ordres d'insectes sont sensibles aux extraits d'*Allium*. Ces derniers se révèlent toxiques pour les pucerons (*Sitobion avenae* F. et R. *Padi*), les Orthoptères (*Shistocerca gregaria* Forskal), les Coléoptères (*leptinotarsa decemlineata* say, *trogoderma granaria* Everts), les Lépidoptères (*pierris brassicea* linnaeus, *Phthorimaea operculella* Zeller) et les Diptères (*Musca domestica* linnaeus et 5 espèces appartenant au genre *Culex* et *Aedes*).

III.1.10. Conservation des huiles essentielles : [33], [34]

Les huiles essentielles sont fragiles et volatiles. Elles doivent être conservées dans des flacons soigneusement bouchés de couleur brune, à l'abri de l'air, de la lumière et des variations de température, car en refermant mal le flacon, les arômes s'échappent.

Le lieu idéal pour l'entrepôt doit être frais et sombre afin d'empêcher les huiles essentielles de s'oxyder et de se transformer en résine.

Les huiles essentielles ont la faculté de "ronger" le plastique, alors il faut garder les flacons debout, afin de protéger le bec compte-goutte et le bouchon souvent en matière plastique.

III.2. Domaine d'utilisation des huiles essentielles : [16]

Depuis l'aube des temps les hommes ont employé les plantes pour divers usages (condiments, médecine, et pour lutter contre les entomopathogènes).

Les huiles essentielles sont naturellement actives. Contrairement aux produits de synthèse, elles présentent des garanties d'efficacité d'hygiène et de santé indiscutables.

Quel que soit le mode d'utilisation, les huiles essentielles prolongeront leur action sur tous les plans grâce à leur volatilité et à leur extraordinaire pouvoir de pénétration. De nos jours, les huiles essentielles sont utilisées dans divers domaines comme :

III.2.1. La thérapie :

Les huiles essentielles sont employées soit pour leurs propriétés aromatisantes, soit en raison de vertus curatives propres. Souvent une huile essentielle a plusieurs propriétés.

III.2.2. L'agroalimentaire :

Les huiles essentielles trouvent également des applications dans diverses industries telles que les industries agroalimentaires. Ce sont d'excellents condiments et aromatisants (menthe, thym, laurier, anis...). Chacune de ces espèces doit en effet sa saveur à un ou plusieurs principes particuliers entrant dans sa composition. De plus, à faible dose certaines substances ont un effet favorable sur la digestion.

III.2.3. La parfumerie :

L'industrie de la parfumerie est le débouché principal des huiles essentielles qui consomme d'importants tonnages d'essences : rose, jasmin, verveine, citron.

On utilise généralement des essences fines présentes en quantités très faibles. L'enfleurage se révèle alors être la méthode d'isolation la plus appropriée.

III.2.4. La cosmétologie :

L'aromathérapie est largement utilisée dans la cosmétique moderne. Les utilisations sont nombreuses citons :

- Le bêta carotène de l'huile des racines de carottes séchées, principe actif à la base de nombreuses crèmes solaires.
- L'huile de blé utilisée notamment dans la fabrication des crèmes anti-âge, des rouges à lèvres, des crèmes de jours, des gels et des huiles solaires.

III.2.5. La pharmacie : [31]

Certaines huiles essentielles sont aussi utilisées dans l'industrie pharmaceutique, en particulier dans le domaine des antiseptiques externes, et plus généralement pour l'aromatisation des formes médicamenteuses destinées à être administrées par voie orale.

Chapitre IV

Les procédés d'extraction

Dans ce qui suit, nous allons exposer les différents procédés d'extraction existant dans l'industrie et les paramètres influençant l'extraction solide-liquide.

IV .1. Les différents procédés d'extraction :

Divers procédés sont actuellement utilisés pour l'extraction des produits aromatiques des végétaux, et selon la technique utilisée, l'extraction permet d'obtenir des huiles essentielles, des pommades, des concrètes, des absolues, des résinoïdes ou des infusions.

Plusieurs procédés d'extraction sont utilisés de longue date, toutefois les normes liées à l'utilisation industrielle des extraits limitent en général le choix du procédé. La localisation histologique des composés aromatiques dans le végétal peut aussi orienter le choix technologique.

IV .1.1. Extraction à la vapeur d'eau :

IV .1.1.1. Entraînement à la vapeur d'eau : [2]

Depuis toujours l'extraction des huiles essentielles contenant la majeure partie des arômes d'une plante est pratiquée selon une technologie inchangée à ce jour dans son principe. Le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau est basé sur le fait que la plus part des composés odorants contenus dans les végétaux sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau.

Pour ce faire, la plante ou organe de la plante est placé dans un alambic, traversé par un courant de vapeur d'eau. Les principes volatils, solubles dans l'eau sont entraînés et après condensation, séparés du distillat par décantation. (Figure 5)

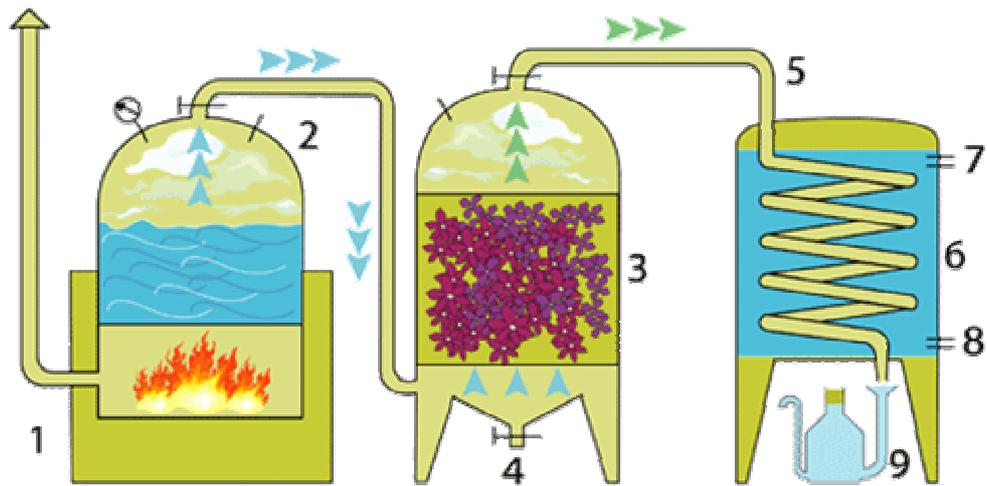


Figure 5: Schéma de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau. [35]

1. Foyer
2. Chaudière
3. Vase à fleurs
4. Vidange de condensation
5. Col de cygne
6. Réfrigérant avec serpentin
7. Sortie d'eau chaude
8. Arrivée d'eau froide
9. Essencier (vase florentin) où sont décantés hydrolat et huile essentielle

IV .1.1.2. Hydrodistillation : [35]

Ce mode a été proposé par Garnier en 1891, c'est la méthode la plus utilisée pour extraire les huiles essentielles.

Dans la pratique (Figure 6), on place les matières à extraire dans une chaudière avec de l'eau et on chauffe.

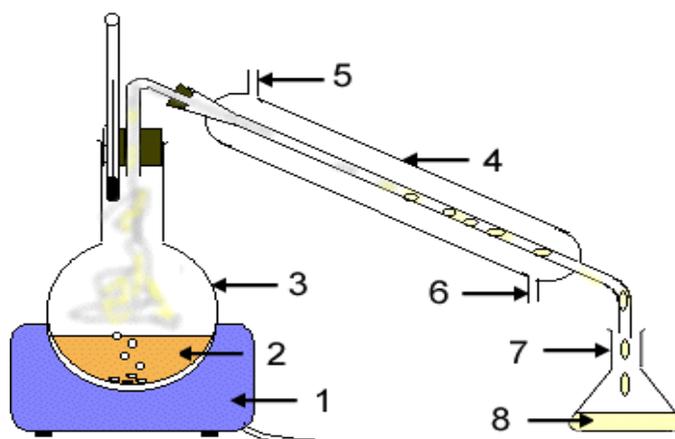


Figure 6 : Schéma de l'extraction par hydrodistillation. [38]

- | | |
|--------------------|-------------------------|
| 1. Chauffe ballon. | 2. liquide à distiller. |
| 3. Ballon. | 4. Réfrigérant. |
| 5. Sortie d'eau. | 6. Entrée d'eau. |
| 7. Erlenmeyer. | 8. Distillat. |

La vapeur d'eau produite va entraîner avec elle un composé donné selon un phénomène physique particulier : la création d'un azéotrope.

Il s'agit en fait d'un mélange de composés, non miscibles, (ici l'eau et une molécule odorante) dont la température d'ébullition est inférieure à celle du composé le moins volatil.

La vapeur d'eau chargée en molécules organiques est condensée puis récupérée. Il y a alors séparation en deux phases : l'une aqueuse et l'autre organique, cette dernière contenant le composé que l'on a cherché à extraire.

IV .1.1.3. Hydrodiffusion : [26]

Ce mode d'extraction diffère de celui de l'entraînement à la vapeur par le fait que le flux de vapeur est descendant et circule dans le même sens que les eaux de condensation.

L'avantage de cette technique est de faciliter l'écoulement de la vapeur et conduit dans la plus part des cas à des rendements supérieurs à ceux obtenus par entraînement à la vapeur classique à titre d'exemple citons le cas de la sarriette des montagnes où le rendement passe de 0,16 % à 0,25 % dans l'hydrodistillation normale à 1,56 % par hydrodiffusion.

IV .1.2. Extraction par solvant fixe :

IV .1.2.1. Enfleurage :

Cette technique est réservée aux organes végétaux particulièrement fragiles que sont les fleurs. Cette méthode consiste à mettre en contact la fleur avec un corps gras qui se sature d'essence puis ce dernier sera épuisé.

On trouve deux types d'enfleurages :

IV .1.2.1.1. L'enfleurage à froid : [36], [37]

Les graisses absorbent les odeurs. Autrefois, la graisse inodore était étalée sur des plats en céramique mais depuis le début du XIX^e siècle, on la déposait sur les deux faces en verre d'un châssis en bois. La graisse était ensuite rayée avec une fourchette.

L'enfleurage à froid, consiste à disposer des fleurs fraîches et fragiles (jasmin, tubéreuse, violette,...) sur des châssis de verre sertis de bois, enduits de graisse. Selon les espèces, les fleurs sont renouvelées tous les trois, cinq ou sept jours durant soixante jours.

Ces graisses, parfumées sont traitées à l'alcool dans des batteuses, permettent d'obtenir des pommades, elles aussi parfumées et employées telles quelles pour les cosmétiques ou "épuisées" par l'alcool pour la parfumerie : l'absolue de pommade. Il faut environ une tonne de fleurs de jasmin pour obtenir un litre d'absolue.

IV .1.2.1.2. L'enfleurage à chaud : [36]

Utilisé pour les fleurs moins fragiles supportent la chaleur comme la rose centifolia, la violette, la fleur d'oranger et la cassie.

Déjà connu dans l'Antiquité par les Egyptiens, l'enfleurage à chaud ou digestion, il consiste à faire fondre de la graisse dans de grandes marmites chauffées au bain-marie et on y jette les fleurs. On remue le mélange pendant deux heures. Le lendemain, on enlève les fleurs de la veille avec une passoire plate et on les remplace par des fleurs fraîches. On répète au moins 10 fois l'opération. Lorsque la graisse ne peut plus absorber le parfum des fleurs, on filtre pour séparer la graisse des fleurs. On obtient une pâte parfumée appelée pommade que l'on traite par la même technique d'extraction que pour un enfleurage à froid.

IV .1.3. Extraction par solvants volatils : [38]

L'extraction par solvant est la mise en présence d'un solvant dans lequel l'espèce chimique à extraire se met en solution. Cette opération consiste à utiliser des produits organiques, c'est donc un procédé récent (XIX^{ème} siècle) car ces produits n'étaient pas connus auparavant.

L'extraction par solvant consiste à séparer la phase organique de la phase aqueuse une fois que le produit recherché dans un solvant non miscible avec l'eau est dissout.

Les inconvénients de l'extraction par solvant volatils : [26]

Des analyses sérieuses par les méthodes les plus contemporaines montrent que les proportions de solvants résiduels dans les concrètes se situent entre 2 % et 4 % atteignant souvent 6 %, les absolues obtenues par lavage à l'alcool des concrètes contiennent encore des taux relativement importants des solvants utilisés, alors que les quantités admises par la « US Food and Drugs Administration » est au maximum de 25ppm pour l'hexane.

IV .1.4. Extraction par dioxyde de carbone liquide ou supercritique: [36]

Il s'agit d'un récent procédé d'extraction des matières premières végétales. Elle utilise une propriété singulière du gaz carbonique lorsqu'il atteint un état supercritique :

Lorsque le CO₂ est à une température supérieure à 31°C et sous pression, il présente un état intermédiaire entre le gazeux et le liquide. (Figure 7)

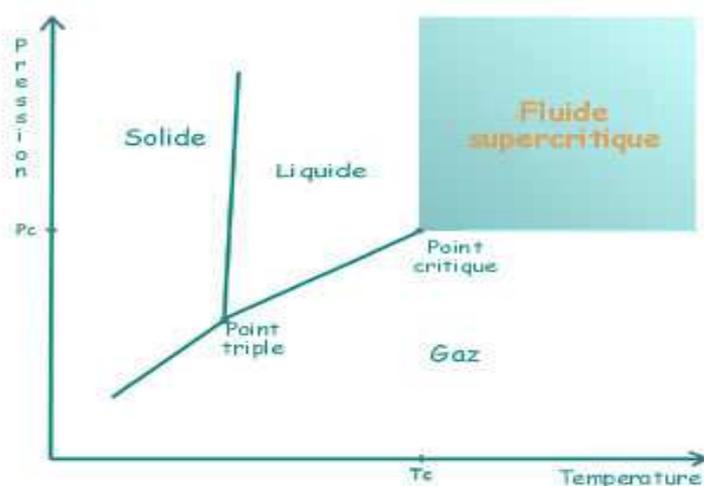


Figure 7 : Diagramme schématisant des trois états d'un composé. [35]

Dans cet état, il présente la particularité de pouvoir dissoudre de nombreux composés de tissus vivants sans risque de laisser des traces de produits indésirables comme les solvants.

La figure ci-dessous représente la chaîne d'extraction par dioxyde de carbone.

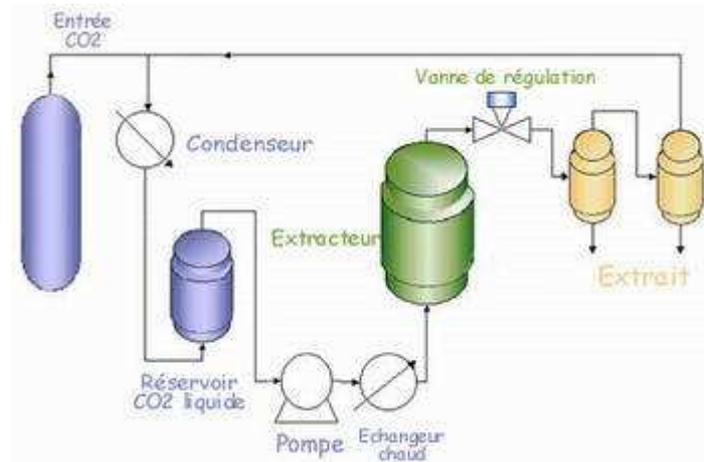


Figure 8 : Représentation schématique d'une chaîne d'extraction par dioxyde de carbone supercritique. [35]

IV .1.5. Autre type d'extraction : [39]

IV .1.5.1. La lixiviation ou lessivage :

Elle s'applique essentiellement à l'hydrométallurgie. Le solide (minéral), finement divisé, est mis en contact avec une liqueur d'attaque, chaude ou froide, qui solubilise le soluté.

IV .1.5.2. La percolation :

Cette méthode consiste à laisser couler le solvant chaud sur un lit de solide finement divisé afin de dissoudre les composants solubles qui y sont contenus.

IV .1.5.3. La décoction :

C'est l'opération dans laquelle le solide est mis à bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles.

IV .1.5.4. L'infusion :

C'est la mise en suspension d'un solide dans un liquide chaud ou l'arrosage du solide par ce liquide afin de dissoudre les constituants utiles, suivis du refroidissement du mélange.

IV .1.5.5. La macération :

C'est la mise en contact plus ou moins prolongé à froid d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles.

IV .1.5.6. La digestion :

C'est une macération à chaud. Cette opération et la macération sont utilisées particulièrement en pharmacie et en parfumerie.

IV .1.5.7. L'élu­tion :

Elle consiste à enlever un soluté fixé à la surface d'un solide par un simple contact avec un solvant c'est l'opération complémentaire à la fixation dans les opérations d'échange d'ions. Elle est fréquemment employée dans les méthodes d'analyse (chromatographie).

IV .1.5.8. L'expression à froid :

Ce procédé est utilisé pour extraire les huiles essentielles des agrumes (Hespérides).

Ces derniers facilement peroxydables ne supportent pas les préparations à chaud. Ce procédé consiste soit à presser les péricarpes sous un courant d'eau soit à écraser les agrumes entiers entre des cylindres mécaniques. Les essences sont ensuite séparées de la phase aqueuse (eau d'entraînement ou jeu de fruit) par centrifugation.

IV .2. Facteurs intervenant dans l'extraction solide liquide : [39]

L'extraction par solvant peut être influencée par plusieurs facteurs :

IV .2.1. La température :

L'élévation de la température permet généralement l'accroissement de la solubilité, de la diffusion et la diminution de la viscosité de la solution. Elle est limitée par le risque d'extraire des composés nuisibles, par le risque de dégradation thermique du soluté.

IV .2.2. L'agitation du fluide :

L'agitation du solvant en contact du solide permet le maintien des particules en suspension et l'homogénéité du milieu. Elle a un effet toujours favorable sur l'opération.

IV .2.3. Le taux d'humidité :

Généralement l'humidité influe négativement sur le rendement dans le cas d'utilisation des solvants hydrophobes qui peuvent pénétrer dans la cellule pour extraire les produits.

IV .2.4. La nature du solvant :

Le choix du solvant repose sur plusieurs paramètres :

- Sélectivité.
- Température d'ébullition peu élevée.
- Grande capacité de dissolution.
- Faible viscosité.
- Sécurité de manipulation (point éclair, inflammabilité, toxicité).
- Prix du solvant et possibilité de recyclage.

IV .2.5. La durée d'extraction :

Il est conseillé d'arrêter l'extraction à l'instant où le rendement en produit de meilleure qualité soit maximum.

IV .2.6. Degré de division de solide :

Plus la matière est divisée et plus la surface d'échange est grande et plus le parcours moyen du soluté est petit. La fragmentation fine s'impose lorsque le soluté est occlus dans un réseau d'inerte, mais une grande finesse du solide peut devenir un inconvénient quoique la division ne soit pas toujours une règle générale.

Partie expérimentale

Chapitre V

Extractions

Ce chapitre présente les méthodes utilisées pour l'extraction de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.) ainsi que les résultats des différentes expériences effectuées.

V.1. Entraînement à la vapeur d'eau :

La méthode d'extraction adoptée est l'entraînement à la vapeur d'eau, elle est la mieux adaptée pour obtenir des huiles essentielles pures. La matière végétale est extraite progressivement pour obtenir le maximum d'huile essentielle (Figure 9).

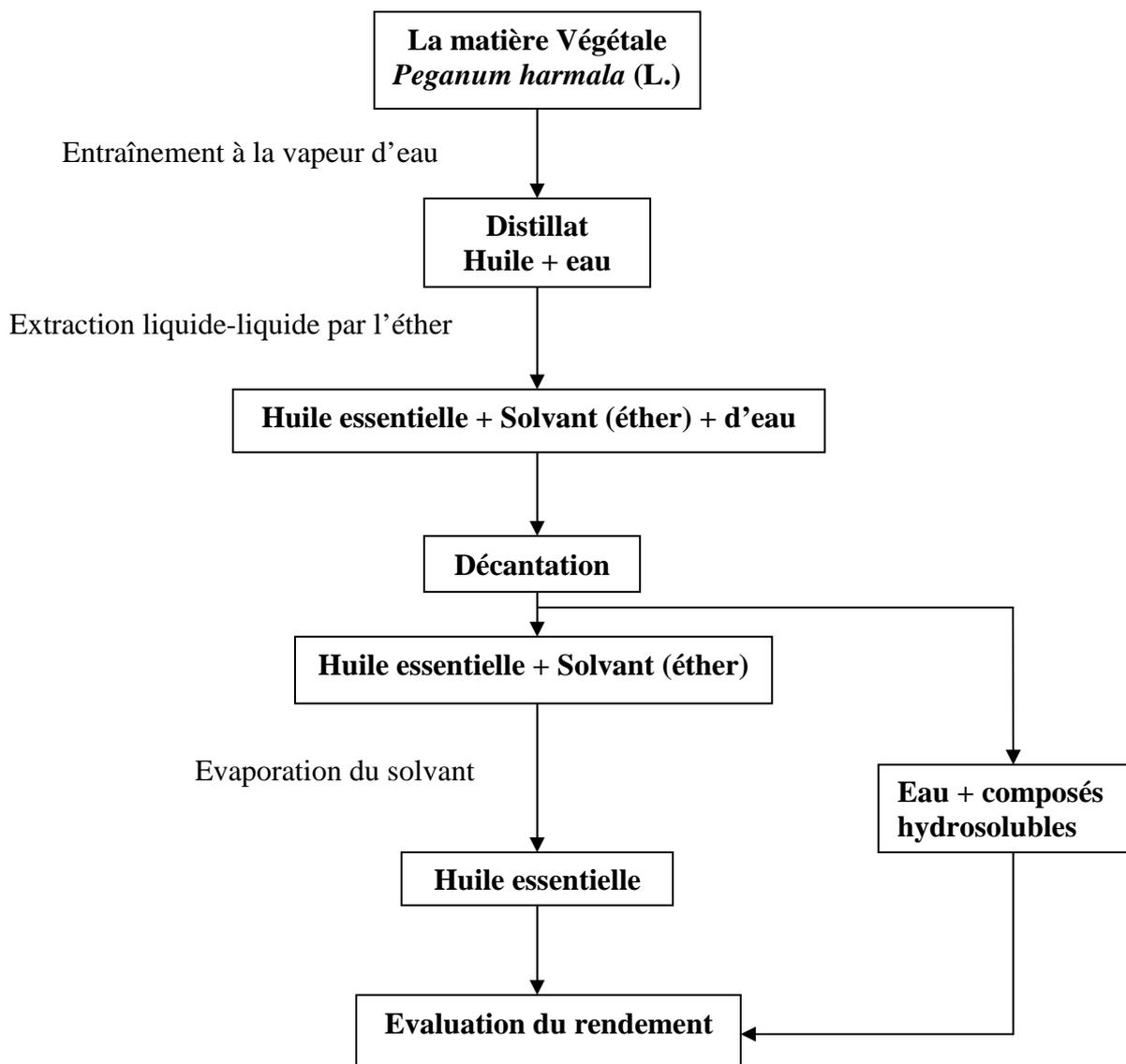


Figure 9 : Schéma représentant les différentes étapes d'extraction de l'huile essentielle.

V.1.1. Paramètres influençant le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau :

Avant d'entamer notre expérience à l'échelle laboratoire, il a fallu régler les paramètres de ce procédé, ces derniers influent sur le rendement de l'huile essentielle obtenue. Ces paramètres sont :

V.1.1.1. Débit de vapeur : [40]

La maîtrise du débit de vapeur permet d'éviter des dysfonctionnements de type hydraulique, comme l'engorgement qui provoquerait une accumulation du liquide dans l'extracteur.

À cet effet, nous avons procédé aux mesures du débit de vapeurs traversant le dispositif expérimental. La puissance de chauffe a été fixée à $\frac{3}{4}$ de la puissance maximale. Pour l'évaluation du débit de vapeur, l'eau est portée à ébullition et le temps nécessaire à la récupération d'un volume donné de distillat est mesuré.

V.1.1.2. La durée d'extraction :

Le rendement et la composition de l'huile essentielle obtenue par l'entraînement à la vapeur d'eau dépendent de la durée d'extraction.

En effet, pour des plantes à dépôts exogènes des durées d'extraction relativement courtes sont suffisantes pour épuiser le végétal de son huile essentielle alors que pour les plantes à dépôts endogènes, il faut prévoir des durées d'extraction plus longues du fait de la difficulté rencontrée par la vapeur pour accéder à l'intérieur du tissu végétal et entraîner les composés volatils. Dans notre cas nous avons fixé le temps de l'extraction à **2h**.

V.1.2. Appareillage : [40]

L'extraction de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.) par entraînement à la vapeur a été réalisée à l'échelle laboratoire, en utilisant le dispositif expérimental schématisé dans la figure 10 suivante :

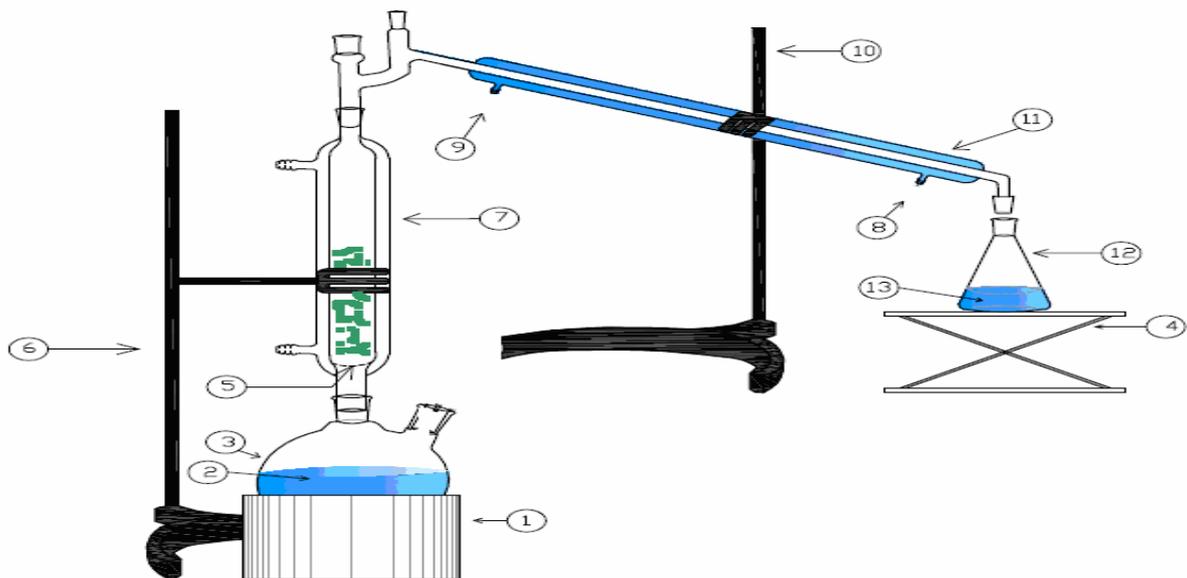


Figure 10 : Dispositif expérimental d'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire.

- | | |
|--|--|
| 1) Chauffe ballon. | 2) Eau. |
| 3) Ballon. | 4) Support élévateur. |
| 5) Distributeur de vapeur. | 6) Support de l'extracteur. |
| 7) Extracteur contenant la matière végétale. | 8) Sortie de l'eau de refroidissement. |
| 9) Entrée de l'eau de refroidissement. | 10) Support du réfrigérant. |
| 11) Réfrigérant. | 12) Récipient de recette. |
| 13) Distillat. | |

Ce dispositif est constitué d'un ballon de 4 litres, rempli au deux tiers de son volume d'eau pour la production de la vapeur. La source de chaleur est un chauffe-ballon à puissance de chauffe variable. Une colonne à double paroi, jouant le rôle d'extracteur, surmonte le ballon - chaudière et est relié à un réfrigérant. Le distillat est récupéré dans un récipient de recette.

V.1.3. Protocole expérimental : [41]

La matière végétale, préalablement pesée, est introduite dans l'extracteur. La vapeur, issue de l'ébullition de l'eau dans le ballon, traverse le lit de matière végétale, entraînant ainsi l'huile essentielle. Les vapeurs sont condensées dans le réfrigérant et le mélange eau-huile est

récupéré dans le récipient de recette à différents intervalles de temps pendant toute la durée d'extraction. Cette dernière a été fixée à deux heures pour l'ensemble des essais. L'huile est séparée des eaux de distillation par extraction à éther diéthylique. La masse d'huile récupérée est déterminée par pesée, après l'évaporation de l'éther.

V.1.4. Détermination du taux d'humidité du matériel végétal :

Pour calculer le taux d'humidité de *Peganum harmala* (L.), nous avons eu recours à la distillation azéotropique dans le dispositif de Dean et Stark.

V.1.4.1. Le dispositif du Dean et Stark : [45]

Le dispositif du Dean et Stark est un montage de verrerie de laboratoire, utilisé en chimie des synthèses pour extraire l'eau du milieu réactionnel. Il est utilisé en association avec un réfrigérant à eau et un chauffe-ballon afin d'éliminer l'eau produite par une réaction chimique s'effectuant en chauffage à reflux. (Figure 11)

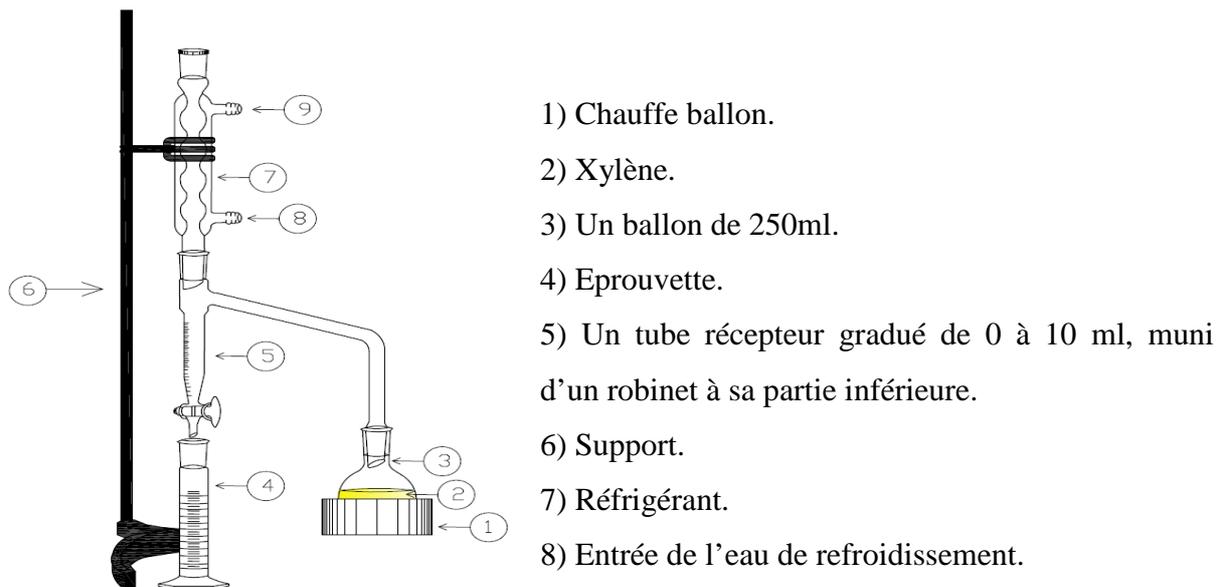


Figure 11 : Le dispositif du Dean et Stark pour le calcul du taux d'humidité [40]

9) Sortie de l'eau de refroidissement.

L'appareil de Dean Stark en laboratoire se compose généralement d'un élément de verrerie cylindrique et vertical, étant généralement gradué sur toute sa longueur et se terminant par un robinet, tout comme une burette. Le haut du cylindre est ajusté au bas du condenseur à reflux, mais possède aussi un bras qui est ajusté au ballon ou réacteur contenant le milieu réactionnel.

Au cours de la réaction, des vapeurs contenant le solvant et l'espèce à extraire montent jusqu'au condenseur et, une fois liquéfiées, tombent dans le cylindre gradué. A l'intérieur de celui-ci les liquides non miscibles se séparent en deux phases.

V.1.4.2. Mode opératoire :

On introduit une masse de la plante dans le ballon, ce dernier est rempli de solvant qui est le xylène jusqu'à ce que la plante soit immergée. On place le dispositif en marche durant 2h, le temps d'avoir une bonne immiscibilité entre les deux phases, l'une contenant l'eau et l'autre le xylène. L'eau étant plus dense, il se trouvera en bas dans la burette. Après que les deux phases soient totalement distinctes, il faut noter le volume d'eau obtenu.

À l'aide de la formule suivante on peut déterminer le taux d'humidité de la plante étudié :

$$\mathbf{H\% = [(Veau * \rho_{eau}) / M] * 100} \quad (1)$$

H : le taux d'humidité.

Veau : le volume de l'eau.

M : la masse du végétal.

ρ_{eau} : densité de l'eau à la température prise le jour de l'expérience.

V.1.5. Le rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue en fin d'expérience (après l'extraction liquide-liquide à l'aide de l'éther) et la masse végétale sèche.

$$R \% = (m / M) * 100$$

m : masse de l'huile essentielle.

M : la masse végétale sèche.

V.1.6. Résultats de l'expérience :

V.1.6.1. Evaluation du débit de vapeur au cours de l'extraction :

Les résultats de ces mesures et les valeurs du débit de vapeur obtenues sont regroupés dans le tableau 2 suivant :

Tableau 2 : Variation du débit en fonction du temps.

Volume du distillat (ml)	Temps (min)	Débit (ml/min)
12	5	2,4
24	10	2,4
36	15	2,4
73,5	30	2,45
113	45	2,51
154	60	2,56
242	90	2,68
332	120	2,76

La figure 12 représente l'évolution du débit de vapeur au cours de l'extraction de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.) pour l'entraînement à la vapeur d'eau.

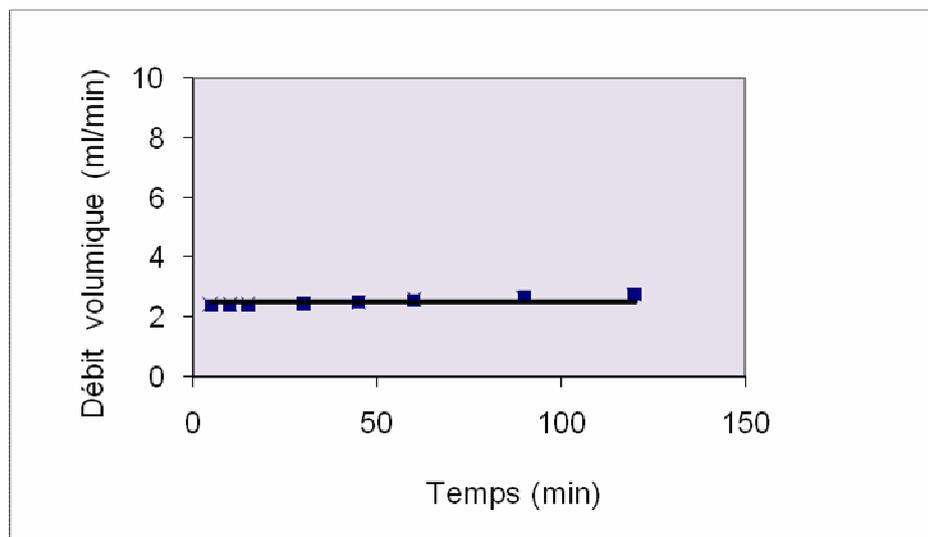


Figure 12 : Evolution du débit de la vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau.

Nous constatons que le débit de vapeur traversant l'extracteur, est compris entre une valeur minimale 2.4 ml/min est une valeur maximale de 2,76 ml/min.

Cette variation nous permet de considérer le débit de vapeur comme étant constant au cours de l'extraction et égal à la valeur moyenne de 2,52 ml/min avec une erreur inférieure à 10%.

V.1.6.2. Le rendement :

Après une extraction qui a duré 2h en utilisant une masse initiale de 34,8924 g de *Peganum harmala* (L.) avec un taux d'humidité de 59,15 %, la masse d'huile essentielle obtenue est de 0,0057 g, ce qui nous donne un rendement de :

$$R (\%) = [0,0057 / (34,8924 (1 - 0,5915))] * 100 = \mathbf{0,039 \%}$$

V.1.6.3. La cinétique de l'extraction :

Afin d'étudier la cinétique de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.), des essais ont été réalisés, l'huile essentielle a été récupérée à des intervalles de temps réguliers.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 3 suivant, cela on utilisant une masse de 32,5149 g de *Peganum harmala* (L.) :

Tableau 3 : Résultats de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *Peganum harmala* (L.) par entraînement à la vapeur d'eau.

Temps (min)	Masse d'huile essentielle obtenue (g)	Rendement en (%)
0	0,0000	0,0000
5	0,0009	0,0043
10	0,002	0,0097
15	0,0038	0,0184
30	0,0052	0,0250
45	0,0064	0,0310
60	0,0081	0,0370
90	0,0097	0,0475
120	0,0100	0,0495

Nous constatons que le rendement obtenu lors de l'étude de la cinétique après deux heures de traitement est supérieur à celui obtenu dans un premier essai mené pendant deux heures, dans les mêmes conditions. Cette différence serait due au séchage de la matière végétale comme le montre le tableau 4 suivant :

Tableau 4 : Effet de séchage sur le rendement

	Humidité (%)	Rendement (%)
Premier essai	59,15	0,039
Etude de la cinétique	36,67	0,0495

Ce résultat laisse supposer que le séchage aurait un effet positif sur le rendement en huile essentielle.

La figure 13 représente l'évolution au cours du temps du rendement en huiles essentielles de *Peganum harmala* (L.) par l'entraînement à la vapeur d'eau.

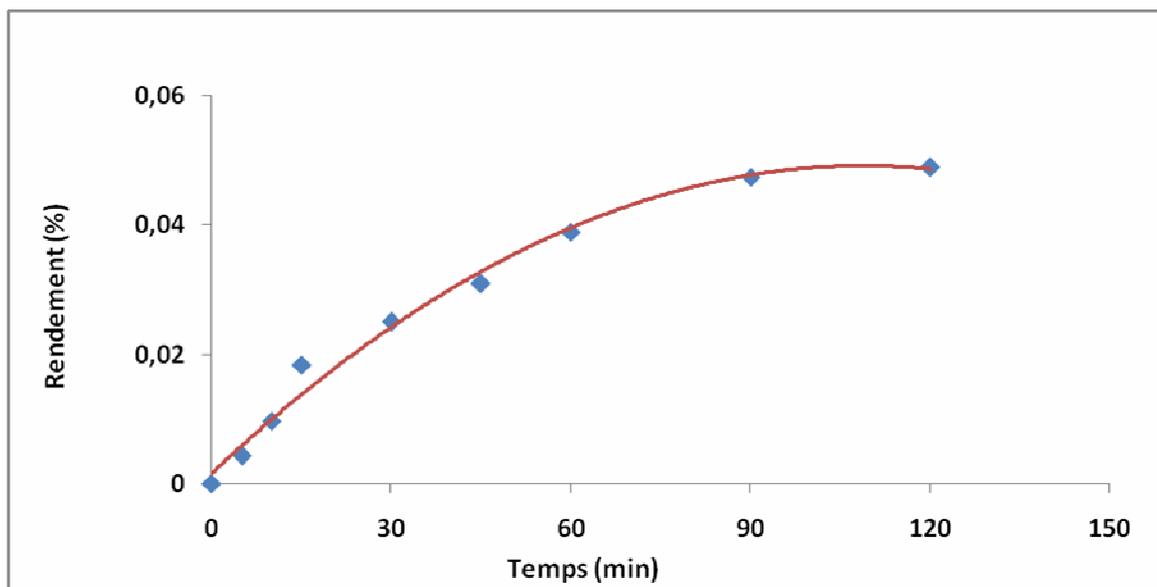


Figure 13 : Evolution au cours du temps du rendement en l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau.

L'évolution du rendement en huile essentielle au cours de l'entraînement à la vapeur d'eau présentée sur la figure 13, montre une allure ascendante durant la première heure de traitement puis nous constatons une tendance vers un palier. Notons que la quasi-totalité de l'huile essentielle est extraite au bout de 90 min.

L'augmentation du rendement au début du processus serait probablement due à l'extraction de l'huile essentielle superficielle. La récupération de l'huile essentielle dans des sites internes serait la cause du ralentissement du processus d'extraction. [42]

V.1.6.4. Evolution du rendement des composés hydrosolubles :

Lors des essais préliminaires, nous avons constaté que la phase aqueuse du distillat était colorée d'un jaune pâle, ce qui laisse supposer l'existence de composés hydrosolubles.

Dans un premier temps nous avons tenté de récupérer ces composés par extractions successives avec l'éther diéthylique et l'hexane, mais ces essais ont montré que ces composés ne sont pas solubles dans ces solvants et sont restés en phase aqueuse.

Ce comportement très peu courant pourrait s'expliquer par le fait que la chaleur apportée par la vapeur permet d'évaporer des composés solubles dans l'eau mais pas dans les solvants organiques tel que l'éther et l'hexane.

Nous avons alors pensé après récupération de la phase organique et évaporation de l'eau, à doser les composés hydrosolubles non extractibles à l'éther au cours de l'entraînement à la vapeur d'eau. Les résultats sont regroupés dans le tableau 5 suivant :

Tableau 5 : Résultats de la cinétique de la phase aqueuse par entraînement à la vapeur d'eau.

Temps (min)	Masse des composés hydrosolubles
0	0,0
5	0,0003
10	0,0005
15	0,0008
30	0,0012
45	0,0017
60	0,0022
90	0,0028
120	0,0029

La figure 14 représente l'évolution au cours du temps de la cinétique de la phase aqueuse obtenue après décantation.

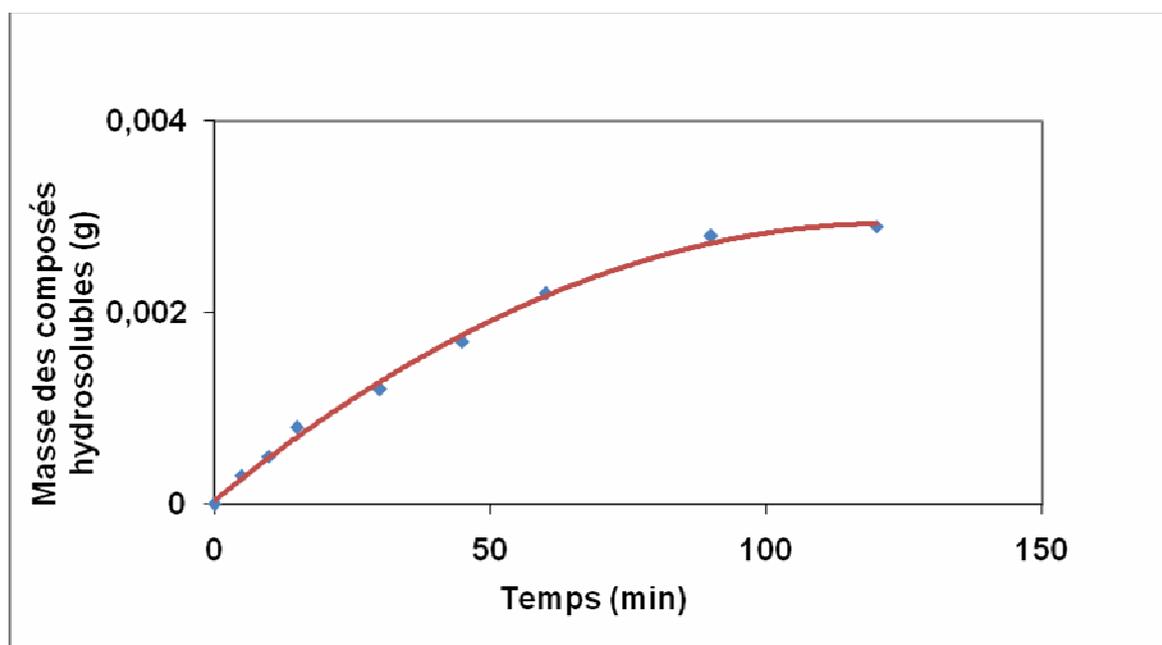


Figure 14 : Evolution au cours du temps de la masse des composés hydrosolubles trouvée dans la phase aqueuse après l'extraction à la vapeur d'eau.

La cinétique obtenue pour la phase aqueuse figure 14, à la même allure que celle obtenue pour l'huile essentielle. En effet, la courbe illustrant les variations de la masse obtenue, montre une augmentation rapide au début durant les 90 premières minutes, son évolution est plus lente par la suite.

V.2. Extraction par solvant :

V.2.1. Principe :

L'extraction par solvant avec un appareil de type Soxhlet, permet d'obtenir d'excellents résultats et jouit d'une remarquable réputation quand elle s'applique au domaine végétal. [43]

En effet, elle permet d'isoler les principes actifs des plantes, fleurs, végétaux divers sans les dégrader, dans un processus lent permettant le transfert des molécules, donc des principes actifs, de la plante vers l'extrait entre la phase vapeur et la phase liquide. [43]

L'extraction est menée jusqu'à épuisement du végétal.

Le corps de l'extracteur (Soxhlet), contenant une cartouche remplie de solide, est fixé sur un réservoir de solvant (ballon) et est surmonté d'un réfrigérant. Le solvant est vaporisé puis condensé, et reste en contact avec le solide. La solution est soutirée périodiquement par l'amorçage d'un siphon. La solution du ballon s'enrichit petit à petit en soluté et le solide est toujours mis en contact avec du solvant fraîchement distillé. [44]

V.2.2. Appareillage :

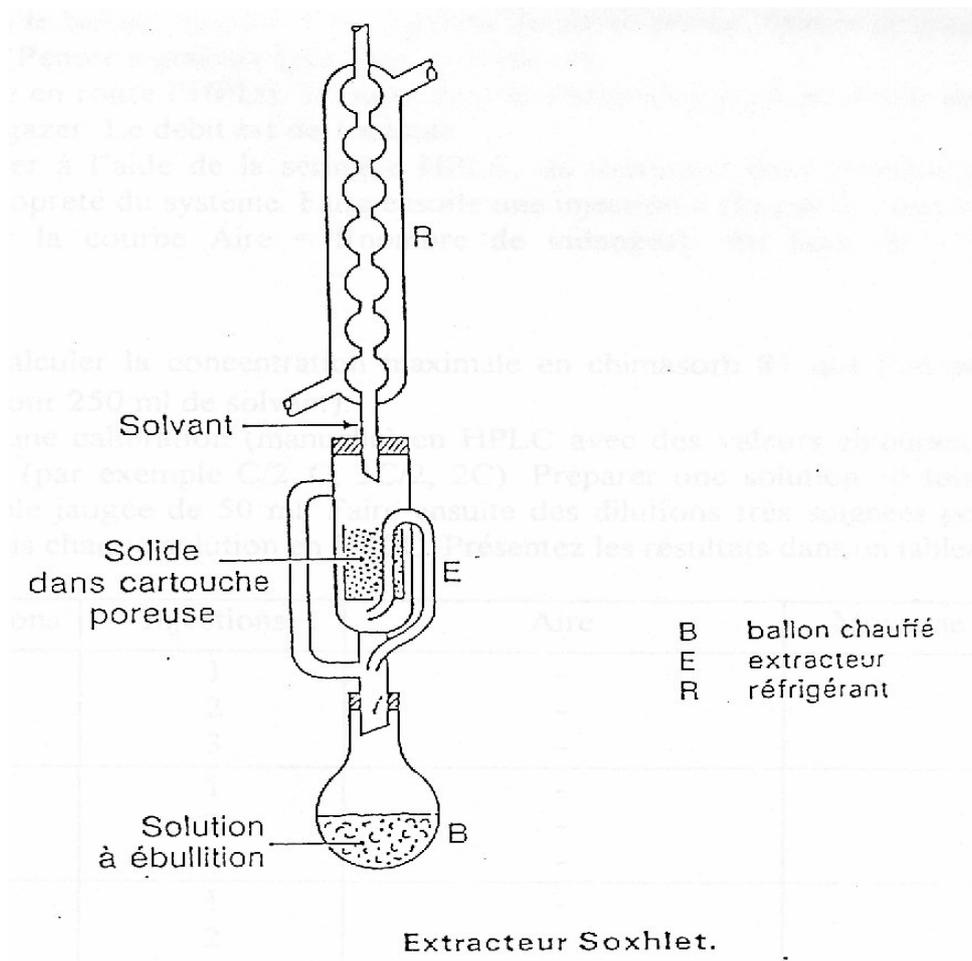


Figure 15 : Extraction par solvant : extracteur de Soxhlet. [44]

L'appareil est constitué :

- D'un ballon contenant une réserve de solvant.
- Un appareil (l'extracteur proprement dit) permettant le contact entre le solvant et le solide dans une cartouche poreuse (on utilise aussi le papier filtre).
- Un réfrigérant à eau permettant de condenser les vapeurs de solvant dans la cartouche poreuse.

V.2.3. Résultats expérimentaux :

L'extraction des essences de *Peganum harmala* (L.) avec un taux d'humidité de **59,15%** a été menée en utilisant trois solvants différents à savoir: l'eau, n-hexane et l'éthanol.

V.2.3.1. Extraction par « eau » :

Pour réaliser cette extraction, nous avons utilisé une masse **M = 37,7405g** de la plante fraîche, le ballon est rempli par le solvant qui est l'eau jusqu'au 2/3 de son volume.

L'expérience a été effectuée pour une durée de plus de 8h pour permettre un bon lavage de la plante et une bonne extraction des essences. Le volume récupéré après l'extraction est de **963ml**.

Pour pouvoir calculer le rendement et la dose correspondante, nous avons prélevé un échantillon de 5ml de la solution obtenue, après évaporation de l'eau, la masse résiduelle est évaluée à **m = 0,0456g**.

L'extrait obtenu après cette extraction a une dose de :

$$C \text{ (mg/ml)} = 45,6 / 5 = \mathbf{9,12 \text{ mg/ml}}$$

Le calcul du rendement s'effectue à l'aide de la formule suivante :

$$\mathbf{R \% = (m / M) * 100}$$

m : masse de l'huile essentielle

M : la masse végétale sèche.

$$R \% = [(0,00912 * 963) / (37,7405 * (1 - 0,5915))] * 100$$

$$\mathbf{R = 0.570 \%}$$

V.2.3.2. Extraction par « n-hexane » :

La même expérience a été répétée, avec cette fois ci le « n-hexane » comme solvant et une masse initiale **M = 47,4846g**. Le volume récupérer est de **751ml**.

Après séchage de 5 ml de la solution obtenue, nous trouvons que :

L'extrait a une dose égale à :

$$C \text{ (mg/ml)} = 0,7 / 5 = \mathbf{0,14 \text{ mg/ml}}$$

Et un rendement de :

$$R \% = [(0,00014 * 751) / (47,4846 * (1 - 0,5915))] * 100$$

$$\mathbf{R = 0.0054 \%}$$

V.2.3.3. Extraction par «éthanol» :

La même expérience a été répétée, avec cette fois ci le « éthanol » comme solvant et une masse initiale **M = 54,0246g**. Le volume récupéré est de **923ml**.

Après séchage de 5 ml de la solution obtenue, nous trouvons que :

L'extrait a une dose égale à :

$$C \text{ (mg/ml)} = 32 / 5 = \mathbf{6,4 \text{ mg/ml}}$$

Et un rendement de :

$$R \% = [(0,0064 * 923) / (54,0246 (1 - 0,5915))] * 100$$

$$\mathbf{R = 0.267 \%}$$

Récapitulatif :

Tableau 6 : récapitulatif des résultats obtenus après les différentes extractions.

Solvants	Hexane	Ethanol	Eau
La dose (mg / ml)	0,14	6,4	9,12
Le rendement (%)	0.0054	0.267	0.570

Ce tableau montre que l'eau donne le meilleur rendement 0,57 (%), alors que l'hexane solvant organique donne un rendement très faible.

Ce résultat laisse supposer que la plante contient beaucoup plus de composés hydrophiles et très peu de composés solubles dans l'hexane.

Chapitre VI

*Evaluation de l'effet insecticide des essences
sur le Callosobruchus maculatus (F.)*

La présente étude a pour objet de déterminer l'efficacité des extraits de *Peganum harmala* (L.) sur *Callosobruchus maculatus* (F.) ravageur des légumineuses en stock.

VI.1. Différents types de pénétration :

Il existe quatre types de pénétration :

1. Effet d'inhalation.
2. Effet contact qui ne peut éviter un certain effet d'inhalation car on ne peut supprimer la tension de vapeur.
3. Effet ingestion + contact.
4. l'effet global qui groupe les trois modes de pénétration : effet contact + effet ingestion + effet inhalation.

La mesure de l'effet ingestion seul demanderait des moyens très sophistiqués pour l'alimentation topique des insectes, dont nous ne disposons pas.

VI.2. Matériels et méthodes :

VI.2.1. Matériels :

VI.2.1.1. Matériel entomologique :

Callosobruchus maculatus (F.) est l'espèce de bruche sur la quelle nous avons réalisé nos essais, et cela pour les préjudices qu'elle cause sur les graines de pois chiche *Cicer arietinum* durant le stockage. Nous avons utilisé des adultes âgés de 0 à 24h, issus d'un élevage de masse.

VI.2.1.2. Matériel végétal :

Deux végétaux sont utilisés pour la réalisation de notre travail à savoir : le pois chiche (*Cicer arietinum*) et *Peganum harmala* (L.).

- Le pois chiche nous a permis de réaliser notre élevage de masse et nos essais.
- Concernant *Peganum harmala* (L.) avant fleurissance , nous l'avons utilisé comme matière active toxique.

Tableau 7 : Matériel végétal utilisé

Nom Communs	Nom scientifique	Lieu de prélèvement
El Harmel	<i>Peganum harmala</i> (L.)	Région de Tébessa
Pois chiche	<i>Cicer arietinum</i>	—

VI.2.1.3. Matériel de laboratoire :

- Bocaux de 18 cm de hauteur et de 11 cm de diamètre.
- Etuve assurant la température et l'humidité appropriée aux insectes.
- Tamis.
- Boîte de pétri de 14 cm de diamètre.
- Pince.
- Pipette.
- Bêcher.
- Hexane.
- Ethanol.

VI.2.2. Méthodes expérimentales :

VI.2.2.1. Méthode d'élevage :

L'élevage en masse de *Callosobruchus maculatus* (F.) a été réalisé à l'Institut National Agronomique (I.N.A) au laboratoire de Zoologie dans des bocaux en verre de 18 cm de hauteur et 11 cm de diamètre, sur des graines de pois chiche (*cicer arietinum*). Les bocaux étaient maintenus à l'obscurité dans une étuve réglée à une température de $28 \pm 1^\circ\text{C}$ et une humidité de $70 \pm 5\%$ (Figure16).



Figure16 : Elevage de *Callosobruchus maculatus* (F.).

VI.2.2.2. Méthode d'obtention des extraits de *Peganum harmala* (L.) :

L'extrait de *Peganum harmala* (L.) utilisé, est obtenu par deux procédés différents : l'entraînement à la vapeur d'eau et l'extraction par solvant : n-hexane, éthanol et l'eau comme il a été expliqué dans le chapitre précédent.

VI.3. Correction de la mortalité :

Le nombre d'individus démontré mort dans une population traitée par un produit toxique n'est pas le nombre réel d'individus tués par ce toxique. Il existe, en effet, dans toute population une mortalité naturelle qui s'ajoute à la mortalité provoquée par ce toxique.

La formule Shneider-orelli permet de corriger la mortalité :

$$\text{MC (\%)} = \frac{M - M_t}{100 - M_t} * 100$$

MC (%) : pourcentage de mortalité corrigée.

M : pourcentage de mortalité dans la population traitée.

Mt : pourcentage de mortalité dans la population témoin.

VI.4. Activité insecticide des extraits de *Peganum harmala* (L.) :

VI.4.1. Effet adulticide :

Le principe de ce travail est de mettre en contact des adultes de *Callosobruchus maculatus* (F.) avec les différents extraits de *Peganum harmala* (L.) et de déterminer la mortalité pour chacun de ces extraits.

Pour cela, nous avons réalisé quatre répétitions pour chaque extrait obtenu ainsi que pour les témoins. Pour chaque manipulation nous avons traité 50g de pois chiche avec 2ml d'extrait ensuite pulvérisé les boîtes de Pétri avec 4ml d'extrait.

Après séchage des boîtes de Pétri, 15 couples de *Callosobruchus maculatus* (F.) âgés de 0 à 24h sont déposés dans les boîtes pendant 3 heures. Ensuite, les pois chiches traités et séchés sont déposés dans ces boîtes contenant déjà les insectes.

Les boîtes sont fermées hermétiquement avec du scotch pour assurer le mode de pénétration des extraits par contact-inhalation, et déposées dans leurs étuves respectives.



Figure 17 : Essais réalisés par effet « contact-inhalation ».

04 jours après le traitement, nous procédons au comptage des morts pour chaque extrait ainsi que pour les témoins.

VI.4.1.1. Résultats expérimentaux :

Les expériences effectuées pour évaluer l'effet insecticide de *Peganum harmala* (L.) sur *Callosobruchus maculatus* (F.), ont conduit aux résultats ci-dessous :

Tableau 8 : Résultats de la mortalité obtenue pour les différents extraits et leurs témoins.

Traitements		Répétitions				Mortalité moyenne	Mortalité moyenne (%)	Mortalité corrigée moyenne (%)
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄			
I	Extrait hexanique	29	23	25	29	26,5	88,33	87,15
	Témoin	05	02	01	03	2,75	9,16	
II	Extrait éthanolique	10	12	11	06	9,75	32,5	25,69
	Témoin	04	01	04	02	2,75	9,16	
III	Extrait aqueux	07	03	03	05	4,5	15	9,73
	Témoin	02	02	01	02	1,75	5,83	
IV	Phase aqueuse	09	10	08	08	8,75	29,16	24,77
	Témoin	02	02	01	02	1,75	5,83	

Le tableau 8 met en évidence la mortalité observée pour *Callosobruchus maculatus* (F.) traité par les extraits obtenus et par les solutions témoins.

VI.4.1.2. Discussion des résultats :

La figure ci dessous représente Pourcentage moyen de mortalité corrigée pour chaque extrait.

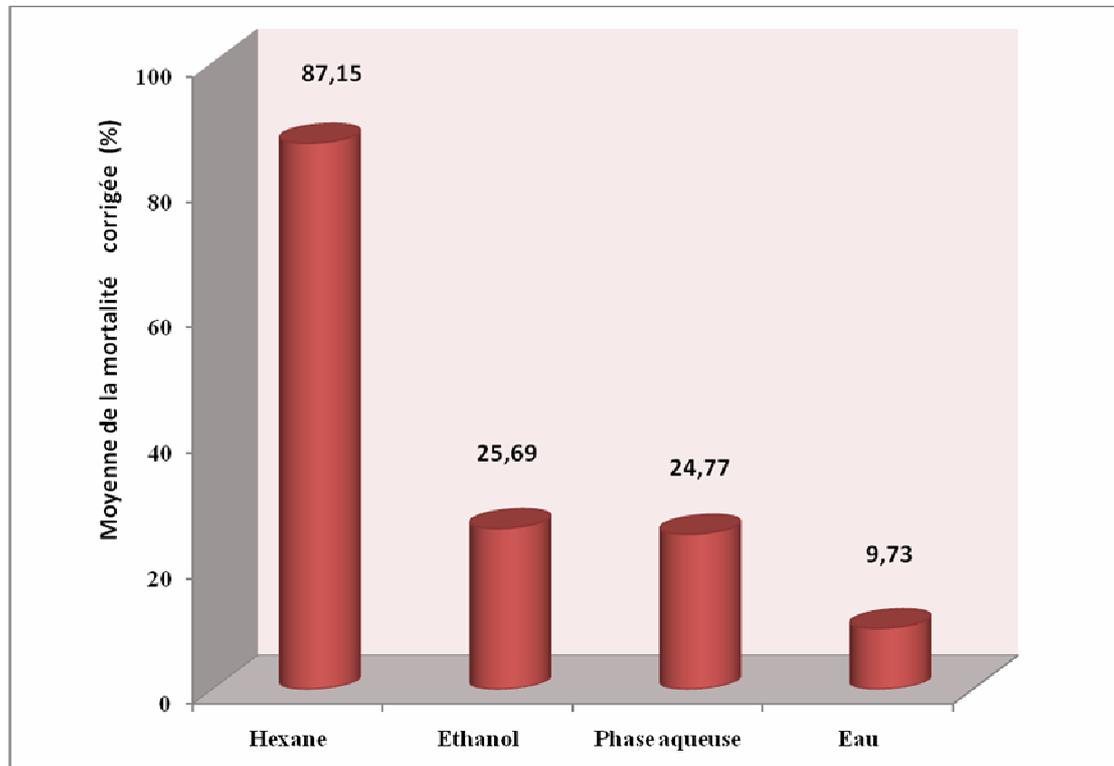


Figure 18 : Pourcentage moyen de mortalité corrigée pour chaque extrait.

Les résultats obtenus révèlent que les différents extraits manifestent une activité insecticide vis-à-vis de la Bruche du Pois chiche, cette activité varie selon les extraits expérimentés.

La mortalité corrigée obtenue est de **9,75 (%)** pour l'extrait aqueux, **24,77 (%)** pour la phase aqueuse de l'entraînement à la vapeur d'eau, **25,69 (%)** pour l'extrait éthanolique et **87,15 (%)** pour l'extrait hexanique.

À la lumière de ces résultats, l'extrait hexanique s'avère le plus toxique à l'égard de notre insecte.

Si nous nous référons aux concentrations des extraits dans les solutions, nous remarquons que la concentration d'huile essentielle dans l'extrait hexanique C = 0,14 mg/ml

est la plus faible suivi de celle de l'extrait éthanolique C = 6,4 mg/ml et de celle de l'extrait aqueux C = 9,12 mg/ml.

Compte tenu de ces résultats, nous pouvons dire que l'extrait hexanique contient probablement les constituants les plus toxiques pour l'insecte, de plus amples expériences doivent être menées pour déterminer les composants de ces extraits afin de pouvoir les exploiter à des fins insecticides.

Nos résultats vont dans le même sens que ceux trouvés par K. ABBASSI et Coll [12] sur le *Schistocerca gregaria* qui a donnée une mortalité de **29 (%)** pour un traitement par extrait éthanolique.

VI.4.2. Effet ovocide :

Cet essai se propose d'évaluer l'action toxique des différents extraits sur les œufs de *Callosobruchus maculatus* (F.). Pour cela, nous avons mis à pondre des femelles dans des boites de Pétri pendant 12 heures pour obtenir des œufs de même âge.

Les œufs pondus sont comptés et traités par pulvérisation par les différents extraits. L'essai a été répété quatre fois.

Neufs jours après traitement, les œufs éclos sont comptés, ce qui nous permet de déterminer l'effet ovocide des extraits étudiés.

VI.4.2.1. Résultats expérimentaux :

Les expériences effectuées pour évaluer l'effet insecticide de *Peganum harmala* (L.) sur les œufs de *Callosobruchus maculatus* (F.), ont conduit aux résultats ci-dessous :

Tableau 9 : Résultats du traitement ovocide par les différents extraits et leurs témoins.

Traitements		Répétitions								Moyenne		% Moyen
		R ₁		R ₂		R ₃		R ₄				
		O T	O E	O T	O E	O T	O E	O T	O E	O T	O E	
I	Extrait hexanique	73	30	89	62	49	39	111	86	81	54,24	66,96
	Témoin	131	123	108	107	102	89	245	121	147	135	91,83
II	Extrait éthanolique	57	17	25	1	40	8	42	6	41	8	19,51
	Témoin	128	95	114	99	99	74	190	142	133	103	77,44
III	Extrait aqueux	111	74	165	80	76	56	100	54	113	66	58,40
	Témoin	286	190	69	53	140	110	169	125	166	145	87,34
IV	Phase aqueuse	162	95	216	128	105	73	140	94	156	98	62,82
	Témoin	286	190	69	53	140	110	169	125	166	145	87,34

O.T : œufs traités.

O.E : œufs éclos.

Le tableau 9 met en évidence les résultats du traitement ovocide des œufs de *Callosobruchus maculatus* (F.) traité par les extraits obtenus.

Nous remarquons que tous les extraits ont une activité insecticide sur les œufs de la bruche avec des degrés différents.

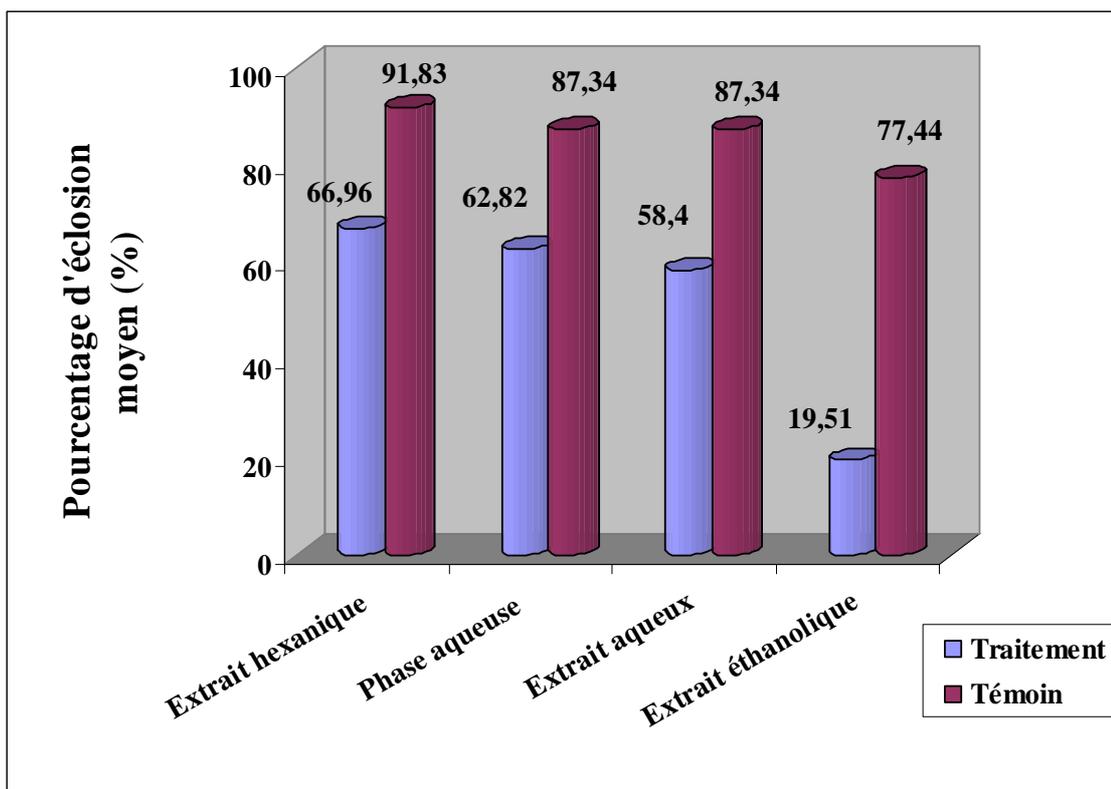


Figure 19: Pourcentage d'éclosion moyen pour chaque extrait.

La figure 19 montre qu'il existe une grande différence entre les témoins et les traités. Nous constatons que l'extrait hexanique donne un pourcentage moyen d'éclosion de l'ordre de **66,96 (%)**, la phase aqueuse donne un pourcentage moyen d'éclosion de **62,82 (%)**, l'extrait aqueux donne un pourcentage moyen d'éclosion de **58,40 (%)** et l'extrait éthanolique donne un pourcentage moyen d'éclosion de **19,51 (%)**.

Parmi les produits utilisés, l'extrait éthanolique s'est avéré le plus efficace sur les œufs du ravageur.

Nos résultats ont montré que sur les adultes de *Callosobruchus maculatus* (F.) c'est l'extrait hexanique qui est le plus efficace, par contre sur les œufs c'est plutôt l'extrait éthanolique qui s'est avéré le plus toxique.

Nous pouvons dire que les deux extraits (hexanique et éthanolique) peuvent être utilisés en lieu de stockage de légumineuses (pois chiche) de façons a diminuer d'une part le niveau de la population des adultes des bruches et d'autre part empêcher l'éclosion des œufs dans le cas ou nous avons des pontes.

Par ailleurs il serait intéressant de faire un traitement en combinant les deux produits pour vérifier si nous pouvons obtenir un synergisme.

A cet effet de plus en plus d'expériences doivent être réalisées pour approfondir l'efficacité de *Peganum harmala* (L.) sur les insectes des denrées stockées.

Conclusion générale

Notre étude a été réalisée en vue de valoriser une espèce locale *Peganum harmala* (L.) par l'évaluation de l'effet insecticide des essences obtenues après extraction par entraînement à la vapeur et extraction par solvant.

Après avoir déterminé les conditions opératoires d'extraction à l'échelle laboratoire, nous avons procédé à l'extraction et pour cela nous avons utilisé trois solvants différents à savoir l'hexane, l'éthanol et l'eau pour la partie solvant.

La cinétique d'extraction pour l'extraction à la vapeur d'eau montre que l'évolution du rendement en huile essentielle au cours de l'entraînement à la vapeur d'eau présente une allure ascendante durant la première heure de traitement puis nous constatons une tendance vers un palier. La quasi-totalité de l'huile essentielle est extraite au bout de 90 min.

L'augmentation du rendement au début du processus serait probablement due à l'extraction de l'huile essentielle superficielle. La récupération de l'huile essentielle dans des sites internes serait la cause du ralentissement du processus d'extraction par la suite.

L'étude des composés hydrosolubles non extractibles à l'éther au cours de l'entraînement à la vapeur d'eau donne la même cinétique (courbe) que celle obtenue pour l'huile essentielle, les variations de la masse obtenue, montre une augmentation rapide au début durant les 90 premières minutes, son évolution est plus lente par la suite.

Notre travail est complété par l'étude de l'action insecticide des extraits obtenus par extraction par solvant sur un insecte des denrées stockées *Callosobruchus maculatus* (F.).

Les résultats obtenus révèlent que ces extraits présentent une action insecticide par effet contact inhalation. Cette toxicité varie en fonction des extraits expérimentés.

En effet La mortalité corrigée obtenue est de 9,75 % pour l'extrait aqueux, 24,77 % pour la phase aqueuse de l'entraînement à la vapeur d'eau, 25,69 % pour l'extrait éthanolique et 87,15 % pour l'extrait hexanique.

Pour cela nous pouvons conclure que l'extrait hexanique s'avère le plus toxique et que cet extrait contient probablement les constituants les plus toxiques pour l'insecte.

C'est pour ces raisons là que nous recommandons que notre travail doit être complétée par des analyses et des testes à l'échelle pilote pour extraire une huile pure de *Peganum harmala*(L.) à différentes périodes du cycle végétatif, d'une part, et aux différents organes du végétal d'autre part.

A la lumière de ces résultats il s'avère que l'utilisation de substances végétales en tant que biopesticide dans la protection des denrées stockées contre les insectes a fait l'objet de nombreuses études en conditions de Laboratoire. Des études à grande échelle seraient nécessaires afin de vérifier leur efficacité en situation de stockage réel.

Références bibliographiques

- [1] : **KELLOUCHE. A, & SOLTANI. N. (2004)** : Activité biologique des poudres de cinq plantes et de l'huile essentielle d'une d'entre elles sur *Callosobruchus maculatus* (F.) International Journal of Tropical Insect Science Vol. 24, No. 1, pp : 184–191.
- [2] : **AOUS. W. (2006)** : Extraction des huiles essentielles du *Laurus nobilis* L. et d'*Organium glondulosum* Desf et évaluation de leur bioactivité sur *Rhyzoperta dominica* (F.)(*Coleoptera Bostrychiadae*). Magister soutenu à l'I.N.A. page 24, 32, 31.
- [3] : **KHALFI. O, BENYOUSSEF. E-H, YAHIAOUI. N. (April 2006)** : Extraction, analysis and insecticidal of spearmint essential oil from Algeria against *Rhyzoperta dominica* (F.).J.E.O.B.P., Vol 9 N°1.
- [4] : **RONSE DECRAENE .L. P, De LAET .J and SMETS .E. F. (1996)**: Morphological studies in *Zygophyllaceae*. II. The floral development and vascular anatomy of *Peganum harmala*. Am. J. Bot. 83 : 201-215.
- [5] : **LAZIB. Z. (2007)** I.N.A. EL HARRACH : Efficacité des extraits de *Peganum harmala* (Linné 1753) (*Zygophyllaceae*) sur les larves du criquet pèlerin *Schistocera gregaria* (Forskål 1775) (Cyrtacanthacridinae, Acrididae). Spécialité : protection des végétaux – zoophytatrie. Option : Entomologie appliquée. Page 47.
- [6] : <http://www.inchem.org/documents/pims/plant/pim402fr.htm>
- [7]: <http://en.wikipedia.org/wiki/Harmal>
- [8] : http://nature.jardin.free.fr/1104/peganum_harmala.html
- [9] :<http://www.buyreagents.com/harmine.html>.
<http://www.buyreagents.com/harmalol.html>.
<http://www.buyreagents.com/harmane.html>.
- [10] : <http://fr.wikipedia.org/wiki/harmaline>.
- [11]: **TAHROUCH. S, RAPIOR. S, MONDOLOT-COSSONo. L, IDRISSE-HASSANI. L. A, BESSIERE. J. M. et ANDARY. C, December. (2002)** : « PEGANUM HARMALA : SOURCE COMBINEE D'AROMES ET DE COLORANTS ». Reviews in Biology and Biotechnology By The Moroccan Society of Biology in Canada. Vol.2, No 2, pp. 33-37.
Le site: www.cefe.cnrs.fr/chim/pdf/rapior/Tahrouch2002Review.pdf
- [12] : **ABBASSI. K, MERGAOUI. L, Z. ATTAY. Kadiri, STAMBOULI. A. & Ghaout. S. (2003)** : Effets des extraits de *Peganum harmala* (L.) (*Zygophyllaceae*) sur le criquet pèlerin (*Schistocerca gregaria* Forskål, 1775) vol. 13/14, 203-217. Le site :www.ugr.es/~zool_bae/vol13_14/Zoo-13.pdf
- [13] : **BOUCHIKHI TANI .Z, (2006)**. Magister en Biologie, Option : Ecologie animale. Université Aboubekr Belkaïd – Tlemcen : Bioefficacité de la substance des feuilles de deux

variétés de haricot *Phaseolus vulgaris* sur les différents états et stades de développement de la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus*, (Coleoptera, Bruchidae). Page :02,04,05,12,14,15,16,17,18,19. Le site : www.univ-tlemcen.dz/these/bouchikhitani.pdf

[14] : **DELOBEL .A, & TRAN .M. (1993)** : Coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes, Paris, 424 p.

[15] : **BALACHOWSKY. A. S. (1962)**: Entomologie appliquée à l'agriculteur. Ed. Masson et Cie, Tome 1, Vol 1 paris 547p.

[16] : **KHALFI. O. (2008)**. Thèse doctorat d'état à l'INA, El-HARRACH : Evaluation du potentiel biocide et étude de l'influence de la composition des huiles essentielles de quelques plantes algériennes sur *Rhyzopertha dominica* (F) (Coleoptera:Bostrychidae) et *Callosobruchus maculatus* (F) (Coleoptera: Bostrychidae).

[17] : <http://agspsrv34.agric.wa.gov.au/Ento/pestweb/Images/cowpealrees.jpg>

[18] : **KHALFI. O. (1983)**: Biologie de la reproduction de *Callosobruchus maculatus* (F) (Coleoptera:Bostrychidae). Effet de trois insecticides de synthèse sur la reproduction. Thèse Magistère. Option: phytotechnie, INA, El-Harrach, 120p.

[19] : **SHAAYA .E, KOSTJUKOVSKI .M, EILBERG .J, & SUKPRAKARN .C. (1997)**: Plant oils as fumigants and contact insecticides for the control of stored-product insects. J. Stored Prod. Res. 33, pp: 7–15.

[20] : <http://www.springhalen.dk/snudebiller.JPG>

[21] : **LABEYRIE .V. (1954)** : Influence du microclimat sur la ponte de la bruche du haricot, C. R. Ac.Agr. pages : 733-135.

[22] : **KHELIL .M. A. (1977)**. Thèse Ingénieur Agronome. INA: Influence de la chaleur utilisée comme moyenne de lutte contre la bruche du haricot *Acanthoscelides obtectus* Say (Coleoptera Bruchidae) sur les différents états et stades de développement, 77p.

[23]: http://fr.wikiversity.org/wiki/Chimique_ou_naturel/Extraction_d'espèces_chimiques

[24] : http://www.labo-hevea.com/huiles_essentielles/

[25] : <http://www.phytomania.com/frame-huilesessentielles.htm>

[26] : **Yahiaoui .N. (2005)** : Extraction, analyse et évaluation de l'effet insecticide des huiles essentielles de *Menthe spicata* (L.) sur *Rhyzopertha dominica* (F) (Coleoptera,Bostrychidae) et *Tribolium confusum*(Duv)(Coleoptera, Tenebrionidae).page 19, 24.

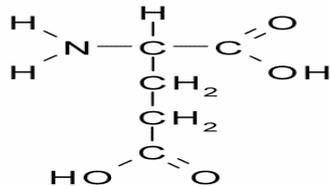
[27] :<http://www.phytonpathos.com/regroupement/chimie/proprietesbiochimiques/LesHuilesessentiellesouHE.htm>

- [28] : **Bruneton .J. (1993)** : Pharmacognosie, Phytochimie, plantes médicinales, 2^{ème} Edition. Ed. Lavoisier.
- [29] : <http://agoranet21.tripod.com/chimique.html>
- [30] : <http://www.phytomania.com/frame-huilesessentielles.htm>
- [31] : **Abrassart. J-L. (1988)** : « Mille et une vertus des huiles essentielles », Ed Guy Trédaniel.
- [32] : **Bruneton .J. (1999)** : Pharmacognosie , Phytochimie, plantes médicinales, 3 ème édition. Tech et Doc. Lavoisier. Paris.
- [33] : http://www.armenza.com/guide_huiles_essentielles_aromatherapie.html
- [34] : <http://www.feminin.ch/sante/aroma/aromatherapie.htm>
- [35] : www.exchem.fr/introduction_a_extraction.htm
- [36] : www.chaalis.fr/techniqu.htm
- [37] : <http://pageperso.aol.fr/blackangelsofnir/parfumerie.html>
- [38] : <http://pageperso.aol.fr/blackangelsofnir/solvant.html>
- [39] : **TAOUINET. Y. (2003)**. Projet de fin d'étude : Extraction des tanins de l'écorce de pin d'alpe application au tannage. Ecole Nationale Polytechnique, Département Génie Chimique. EL HARRACH, Alger. PAGE : 28,31.
- [40] : **LAZLI. N, BENSELMA. O. (2007)**: Extraction et analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. Projet de fin d'études, ENP, Département Génie Chimique, Alger. Pages : 20, 21.
- [41] : **CHAFAA. I. (2006)** : Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par différents procédés. Projet de fin d'études, ENP, Département Génie Chimique, Alger.
- [42] : **C. BOUTEKEDJRET. (1999)** : Thèse de Doctorat d'Etat, Département Génie Chimique, ENP, Alger.
- [43] : www.laboratoirederessources.com/Soxhlet.htm
- [44] : <http://lveem.u-clermont1.fr/soxhlet.htm>
- [45] : http://fr.wikipedia.org/wiki/Appareil_de_Dean_Stark

Glossaire

Abiotique : qualifie un milieu où les organismes vivants ne peuvent exister.

Acide glutamique : est l'un des 20 acides- α -aminés naturels constituant les protéines. Sa chaîne latérale contient un résidu carboxyle, ce qui en fait un acide aminé "acide", dicarboxylique, polaire.



Alambic : est un appareil destiné à la séparation de produits par chauffage puis refroidissement.

Alcaloïde : substance organique rappelant les alcalis par ses propriétés, divers alcaloïdes sont utilisés en thérapie, exemple : la morphine, l'atropine...etc.

Anguleuse : qui présente des angles aigus. Un visage anguleux c'est celui dont les traits sont fortement prononcés.

Anthelminthique : est un médicament contre les parasites intestinaux (vermifuge ou vermicide).

Antispasmodique : il se dit des remèdes contre les spasmes.

Antitussif : un remède qui calme ou supprime la toux.

Apex : est à l'origine un mot latin signifiant « sommet » ou « pointe ». L'adjectif correspondant est apical : qui se trouve près du sommet, ou de l'extrémité.

Asthénie : état de fatigue et d'épuisement sans cause organique. Un asthénique est atteint d'asthénie.

Baie : nom générale donnée aux fruits charnus à pépins (raisin, groseille, melon).

Céphalée : un mal de tête.

Chitine : $(C_8H_{13}O_5N)_n$, C'est un sucre aminé, polysaccharide, fait de groupes d'acétylglucosamine, c'est l'un des principaux composants de l'exosquelette des insectes et autres arthropodes (crustacés, arachnides, etc.). Elle se retrouve aussi dans les deux autres règnes (certaines espèces de lichens et certaines espèces de champignons). A titre d'exemple, la carapace d'un crabe contient 25% de chitine et 75% de carbonate de calcium.

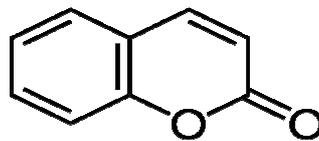
Cléthrophage : qui se nourrit de graines sèches.

Condiment : substance aromatique qui relève la saveur des aliments.

Corolle : l'ensemble des pétales d'une fleur, souvent brillants et colorés.

Cotylédons : sont les feuilles primordiales constitutives de la graine. Le terme vient du grec *Kotulédôn*, qui désignait le « creux d'une coupe ».

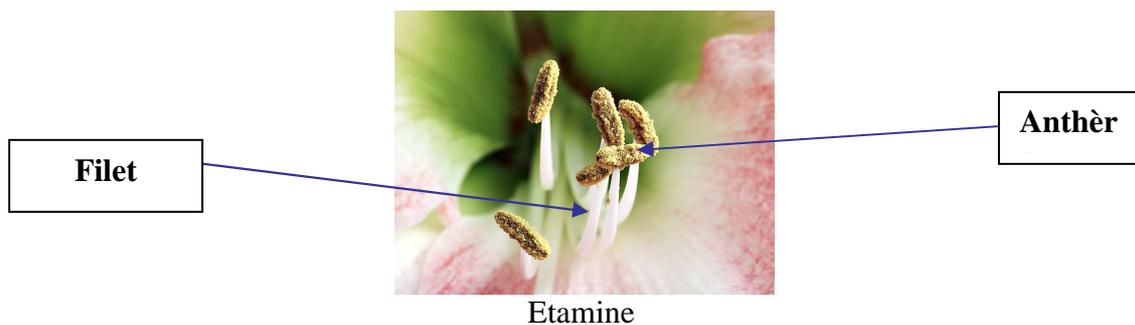
Coumarine : est une substance naturelle organique aromatique hétérosidique oxygénée de formule brute $C_9H_6O_2$, connue dans la nomenclature internationale comme 1-benzopyrane-2-one ou 1,2-benzopyrone. Elle est présente dans divers végétaux, Cette molécule dégage une agréable odeur, rappelant la vanilline et contribue à l'odeur de foin coupé. La coumarine est également présente dans la cannelle, principalement la cannelle de Chine ou casse. Elle tire son nom de la fève tonka, fruits issus d'un arbre poussant en Amérique du sud, le *Dipteryx coumarou* famille des papillonacées.



Elytre : est l'une des deux ailes antérieures, durcies et cornées (partiellement ou totalement sclérifiée), qui recouvrent au repos les ailes postérieures de certains insectes, notamment ceux de l'ordre des coléoptères, à la façon d'un étui. Durant le vol, les élytres ne battent pas ; ils sont simplement relevés pour permettre le mouvement des ailes postérieures.

Emménagogue : il se dit d'un traitement qui provoque ou régularise l'apparition des règles chez les femmes.

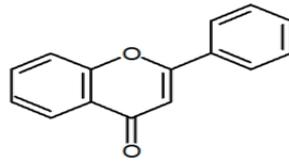
Etamine : organe sexuel male des végétaux à fleurs, comprenant une partie grêle, le filet, et une partie renflée, l'anthère qui renferme le pollen.



Exhalaison : gaz ou odeur qui se répand d'un corps.

Fémur : est l'os de la cuisse. Il s'agit de l'os le plus long du corps humain.

Flavonoïde : le terme est attribué à une classe de métabolites secondaires regroupés selon leur structure phénylbenzopyrone. Les flavonoïdes sont connus principalement pour leur activité antioxydante. Elles ont été découvertes par Albert Szent-Györgyi. Ils se révèlent particulièrement efficaces pour réduire la perméabilité des vaisseaux sanguins.

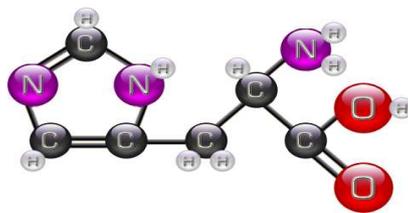


Fumigation : action de produire une fumée ou une vapeur désinfectante.

Glabre : dépourvu de poils.

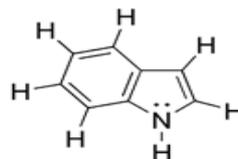
Halophyte : c'est une plante adaptée aux milieux salés ou par extension aux milieux à pression osmotique importante. L'une des halophytes les plus connues est la salicorne que l'on trouve associée aux marais salants. En zone tropicale, le palétuvier est également une plante halophyte.

Histidine : est un des 20 acides aminés codés génétiquement dans l'ADN. D'un point de vue nutritionnel, l'histidine est considérée chez l'Homme comme un acide aminé essentiel. Sa chaîne latérale a un caractère basique et comporte un cycle imidazole. Le noyau imidazole de l'histidine dispose d'un atome d'azote pouvant capter un proton.



Hygrométrie : mesure de l'humidité de l'air.

Indole : composé qui est à la base d'une série d'hétérocycles comportant un cycle benzénique accolé à un cycle pyrrole.



Lipidique : relatif aux lipides qui sont des substances organiques usuellement appelées graisse, elles sont insolubles dans l'eau et soluble dans le benzène et l'éther et formées d'acide gras unis à d'autre corps.

Liqueur : est une boisson spiritueuse ayant une teneur en sucre minimale de 100 grammes par litre.

Macules : est une lésion cutanée sous forme d'une tache de couleur et de taille variables. Elle ne présente pas de relief notable à la surface de la peau.

Mucus : sécrétion visqueuse contenant des protéides et des glucides, produite par les muqueuses et retenant poussières et microbes.

Neurasthénie : c'est le syndrome de fatigue chronique, appelé autrefois fatigue nerveuse, il est constitué par un état de fatigue répété qui, même après le repos, ne disparaît pas.

Nymphes : représente le stade du développement intermédiaire entre la larve et l'imago lors des mues de métamorphose de certains insectes.

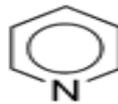
Oblongue : plus long que large et arrondie aux deux extrémités. Le cigare a une forme oblongue.

Occlure : fermer un orifice, la conduite d'un canal.

Onguent : médicament d'usage externe dont l'excipient est un mélange de corps gras.

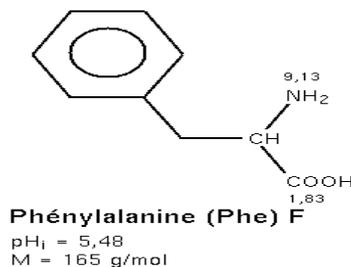
Pédoncule : support d'une partie quelconque.

Percolation : pénétration lente des eaux dans le sol.



Phénologique : est l'étude de l'apparition d'événements périodiques (annuels le plus souvent) dans le monde vivant, déterminée par les variations saisonnières du climat. Les événements périodiques sont par exemple la floraison, la feuillaison, la fructification, la coloration des feuilles des végétaux.

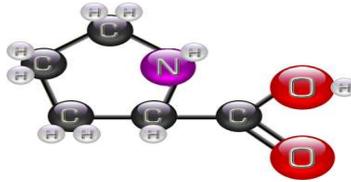
Phénylalanine : c'est un acide aminé aromatique non polaire, elle est un acide aminé essentiel, c'est à dire qu'elle doit être apportée par l'alimentation, car l'organisme est incapable de la synthétiser.



Philtre : c'est une boisson à laquelle sont attribuées des propriétés miraculeuses. Il pourrait avoir la vertu d'inspirer l'amour ; on parle alors de *philtre d'amour*.

Pression osmotique : se définit comme la pression minimum qu'il faut exercer pour empêcher le passage d'un solvant d'une solution moins concentrée à une solution plus concentrée au travers d'une membrane semi-perméable.

Proline : est l'un des vingt acides aminés dont se servent les organismes vivants pour assembler les protéines. On parle ainsi d'acides aminés protéinogènes.



Prothorax : est le premier segment du thorax de l'insecte situé derrière la tête. Il porte la tête et la première paire de pattes.

Psychomimétique : c'est un terme pharmacologique désigne une substance entraînant des troubles psychique évoquant une psychose.

Pubescent : il se dit d'une plante ou d'un insecte portant des poils fins pus au moins espacés.

Pyridine : composé hétérocyclique à chaîne hexagonale C_5H_5N présent dans le goudron.

Réticule : disque percé d'une ouverture coupée par deux fils très fins se croisant à angle droit et qui sert à faire des visées dans une lunette.

Rhizome : tige souterraine prenante de certaines plantes vivaces, souvent allongé et horizontal. Il diffère d'une racine par sa structure interne, et en ce qu'il porte des feuilles réduites à des écailles, des nœuds et des bourgeons, qui produisent des tiges aériennes et des racines adventives. C'est souvent un organe de réserve stockant de l'amidon.

Sarriette : est un genre de plantes aromatiques de la famille des Lamiacées, que l'on trouve sur les bords des chemins méditerranéens.

Septentrional : Situé au nord ; qui appartient aux régions du nord.

Sépale : pièce florale, habituellement verte, située au dessous de la corolle et qui précédemment enveloppait le bouton floral (l'ensemble des pétales forme le calice).



Siphon : est un tuyau servant à transvaser des liquides. Un siphon hydraulique est un dispositif qui empêche le passage d'air.

Sudation : rejet d'eau sous forme liquide par les feuilles.

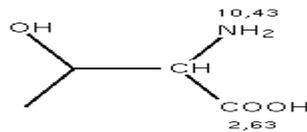
Sudorifique : qui provoque la sudation.

Spasme : c'est une contraction musculaire brusque, violente et involontaire, exemple : rire, toux.

Tégument : ce qui couvre le corps de l'homme ou l'animale : poils, peau, plumes et c'est aussi l'enveloppe de la graine.

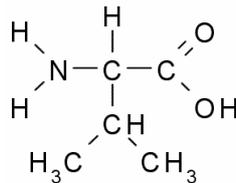
Thiamine : c'est la vitamine B1.

Thréonine : est un acide- α -aminé en C4, homologue hydroxylé de la valine. Acide aminé polaire. La thréonine possède, comme l'isoleucine, deux carbones asymétriques, mais un seul stéréoisomère est naturel.



Thréonine (Thr) T
pH_i = 6,53
M = 119 g/mol

Valine : elle est caractérisée par un groupe apolaire isopropyl, est l'un des 20 acides aminés naturels les plus communs sur terre, c'est un acide aminé essentiel. Son nom provient de la valériane.



Veinée : qui a des veines apparentes, qui porte des dessins imitant les veines du bois ou des pierres.

Xérophytes : désignent des plantes adaptées aux milieux secs. Ces plantes se rencontrent dans des environnements très variés, tels que les déserts rocailloux mais aussi dans la canopée des forêts tropicales. Exemple : Les cactus.

