

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA
FACULTE DES SCIENCES AGRO-VETERINAIRES
DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de master académique en
sciences de la nature et de la vie
Spécialité : phytopharmacie appliquée

Thème

**Evaluation de l'effet biocide du girofle (*Syzygium aromaticum* L.)
(*Myrtaiceae*) sur le charançon du riz (*Sitophilus oryzae* L.)
(*Coleoptera Curculionidae*) insecte des denrées stockées.**

Présenté par Mme : **Bayoud Hanene Yesmine** Epouse **EL ARBI**

Devant le jury composé de :

M ^{elle} BENSAID.F	M.A. A U.S.D. Blida	Présidente.
Mme AMMAD. F	M.A. A U.S.D. Blida	Promotrice.
Mme BRAHIMI,L	DOCT U.S.D. Blida.	Co-promotrice.
M ^{elle} SABRI. K	M.A. B U.S.D. Blida	Examinatrice.
Mme AOUAS. K	DOCT U.S.D. Blida.	Examinatrice.

JUIN 2013

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné le courage, la force et la volonté pour bien mener ce travail.

J'exprime mes vifs remerciements et ma grande considération à ma Promotrice Mme AMMAD F. ainsi qu'une reconnaissance et mes respects de m'avoir dirigée, orientée et aidée par ses précieux conseils tout le long de ce travail, ses qualités humaines, sa présence, sa rigueur, sa patience, ainsi que sa disponibilité.

Mes vifs remerciements et mes respects vont à ma co-promotrice Mme BRAHIMI L, ainsi qu'une reconnaissance et mes respects de m'avoir dirigée.

Mes vifs remerciements et mes respects vont à Melle BENSALD F., qui Me fait l'honneur de présider le jury.

Je voulais remercier Mme AOUAS K d'avoir bien voulu accepter d'être membre de jury et d'examiner ce travail.

Je tiens à remercier M^{elle} SABRI K, d'avoir bien voulu accepter d'être membre de jury et d'examiner ce travail.

Qu'il me soit permis de témoigner mon profond respect pour Mme GUENDOUC A. chef département de l'institut agronomique ainsi Mr DJAZOULI, pour sa sagesse et surtout son écoute et sa compréhension. Un homme qui n'a jamais lésiné de son temps pour orienter et conseiller tous ses étudiants sans exception.

Je ne pourrais également oublier de remercier tous ceux qui m'ont facilité la tâche pour la réalisation de ce travail, en l'occurrence : Melle CHEURFA Z. (symbole de la générosité) Enseignante et doctorante au département du chimie industrielle à l'U.S.D.Blida, je tiens à la remercier pour m'avoir fait confiance en m'ouvrant les portes de son laboratoire et en ayant mis à ma disposition les moyens nécessaires pour la réalisation de l'extraction d'huile essentielle . Je la remercie également pour m'avoir consacré de son temps afin de mieux réaliser la partie «Extraction des clous de girofle» ainsi son collègue Mr OUMERT M.

Mr le colonel IHEDEN et son capitaine Mr MEKKI spécialiste en chimie moléculaire de l'ex INITA de BORDJ EL BAHRI. Je tiens à les remercier d'avoir mis à ma disposition tous les moyens nécessaires pour la réalisation de la chromatographie.

A tous mes enseignants et mes professeurs qui ont assuré ma formation sans oublier les personnels du département d'agronomie de Blida. A DJEMAI Y. la technicienne du laboratoire de zoologie pour sa gentillesse, son aide et sa disponibilité.

Enfin, ce travail n'aurait pas été mené au terme sans les concessions et les encouragements de mes chères parents et mon cher mari que Dieu me les protège.

Bayoud Hanene Yesmine.

Dédicaces ✍

Merci à mon DIEU qui m'a donné la force pour accomplir ce mémoire.

C'est avec un très grand honneur que je dédie ce modeste travail aux :

Personnes les plus chères au monde mes très chers parents qui m'ont toujours encouragée et mont tout donné pour atteindre mon but.

A mon très cher mari pour son soutien et son aide précieuse tout le long de cette formation.

A mes trésors Hani, Racim, Riadh et mon adorable neveu Wassim.

A mes très chères sœurs Nabahette, Mina, Hassina et mimi sans oublier mes engendres : Ali et Chérif.

A toute la promotion master 2012/2013 et à tous mes amis.

Bayoud Hanene Yesmine

Résumé

Effet biocide du girofle (*Syzygium aromaticum* L.)(Myrtaceae) sur le charançon du riz (*Sitophilus oryzae* L.)(*Coleoptera Curculionidae*)

Cette étude a pour objectifs d'évaluer l'efficacité insecticide *in vitro* de l'huile essentielle des clous de girofle ; *Syzygium aromaticum*(L.), sur le charançon du riz (*Sitophilus oryzae*L.), principal ravageur du blé dur selon le mode d'action contact.

Les résultats de l'extraction par hydrodistillation ont montré que le rendement en huile essentielle de *Syzygium aromaticum* est de 12,33 %.

L'analyse par la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) nous a permis de connaître la composition chimique de l'huile essentielle. Selon cette analyse, l'eugénol est le composé majoritaire avec un pourcentage de 84%.

Les résultats obtenus ont montré que la toxicité des différents traitements (huile essentielle) évolue avec l'augmentation de la concentration des doses appliquées d'une part, et une efficacité relativement progressive par rapport au temps (durée après traitement).

Ainsi qu'une meilleure DL50 remarquée du 4^{ème} jour, avec une valeur de 0,35 g/l.

Mots clé : efficacité insecticide, *Syzygium aromaticum*(L.), clous de girofle, *Sitophilus oryzae*(L.) ,hydrodistillation, huile essentielle, chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS), dose létale (DL50).

Summary

Biocidal effect of clove (*Syzygium aromaticum* L.) (Myrtaceae) on the rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.) (Coleoptera Curculionidae)

This study aims to evaluate the effectiveness of insecticide in vitro of the essential oil of cloves, *Syzygium aromaticum* (L.), the rice weevil (*Sitophilus oryzae* L.), the main pest of durum wheat in the mode of action contact.

The results of the extraction hydrodistillation showed that the yield of essential oil *Syzygiumaromaticum* is 12.33%.

Analysis by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) allowed us to determine the chemical composition of the essential oil. According to this analysis, eugenol is the major compound with a percentage of 84% The results showed that the toxicity of different treatments (essential oil) changes with increasing concentration of applied dose on the one hand, and a relatively progressive efficiency compared to time (time after treatment).

As well as better LD50 noticed the 4th day. with a value of 0, 35 g / l.

Keywords: insecticide efficacy, *Syzygium aromaticum* (L.), cloves, *Sitophilus oryzae* (L.), hydrodistillation, essential oil, gas chromatography- spectrometry mass (GC-MS), lethal dose (LD50).

الملخص:

تأثير مبيد الأحياء من القرنفل (*Syzygium aromaticum* L) (Myrtaceae) على سوسة الأرز (*Sitophilus oryzae* L.

الهدف من الدراسة هو تقييم مخبري لفعالية مضاد حشري باستعمال الزيت الأساسي لنبتة القرنفل (*Syzygium aromaticum* L) . على حشرة سوسة الأرز (*Sitophilus oryzae* L) الآفة الرئيسية للقمح الصليبالملازمة .

و قد ظهرت نتائج استخلاص أن مردودية زيت الأساسي للقرنفل هي تعادل 12,33% , و قد سمح تحليل زيت الأساسي للقرنفل بواسطة جهاز الغاز اللوني قياس الطيف الكتلي (CPG-SM) بتحديد التركيب الكيميائي لها ووفقا لهذا التحليل نتج أن نسبة الأوجينول هي الغالبة بـ 84% .

و أظهرت الدراسة أن درجة الزيت سمية الاساسي تتزايد بزيادة تركيز الجرعة التي تتم تطبيقها من جهة وفعالية نسبية متزايدة مع مرور الوقت .

استنتج أفضل جرعة المميتة DL50 في اليوم 4, بـ 50 % من الحشرات تم في اليوم الرابع بقيمة 0,35 غال **كلمات مفتاحية:** فعالية المبيد الحشري، القرنفل (*Syzygium. aromaticum* L) ، سوسة الأرز (*Sitophilus oryzae* L) , الجرعة المميتة DL50 , استخلاص , (CPG-SM) .

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

ITGC: Institut technique des grandes cultures.

CG/SM : chromatographie en phase gazeuse couplées à la spectrophotométrie de masse.

D : dose de traitement

Fig : figure.

Tab: Tableau

h : heure.

H₂O: l'eau.

G.L.M : Modèle Générale Linéaire.

J : Jours

min : minute.

PR : population résiduelle.

P : probabilité.

S : *Sitophilus*.

T : témoin.

% : pourcentage.

Ln : Logarithme népérien

C.H.A. Classification hiérarchique ascendant

HE : huile essentielle

Liste des tableaux

Tab.1 : Données de Production 2009.....	5
Tab. 2 : Récapitulation des principales huiles essentielles produites et des principaux pays producteurs dans le monde en 2008.....	15
Tab. 3 : Production du clou de girofle.....	19
Tab. 4 : Principaux constituants biochimiques de l'huile essentielle du girofle.....	24
Tab 5: Tableau des probits.....	33
Tab. 6: Etude analytique d'huile essentielle de clous de girofle par chromatographie en phase gazeuse couplée (GC/SM).....	35
Tab.7 : Valeurs de concentration létale 50 utilisées par contact en traitement sur les jeunes adultes de <i>S. oryzae</i>	41.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS

DEDICACES

RESUME

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAU

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
• CHAPITRE I : DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES	
I- Importance du blé.....	4.
II. Présentation de la plante hôte	5
III - Stockage et conservation du blé.....	6
IV - Mécanismes de l'altération des grains.....	8
V – <i>Les principaux insectes du stock des céréales</i>	8
VI- Les huiles essentielles.....	14
VII- Présentation de l'espèce végétale : le clou de girofle.....	19
• CHAPITRE II : Partie expérimentale (Matériels et méthode)	
I <i>Objectifs</i>	26
II. Matériel biologique.....	26
III. Matériel de laboratoire.....	26
IV Matériel utilisé pour l'évaluation de l'activité insecticide d'huile essentielle.....	29
• CHAPITRE III : RESULTATS ET INTERPRETATION.	
I. Résultats et Interprétations.....	35
• CHAPITRE IV : Discussion	
Discussion	43
Conclusion et Perspectives.....	49
ANNEXES	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	
TABLES DES MATIERES	

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

La population algérienne est caractérisée par un mode alimentaire basé essentiellement sur la consommation des céréales sous toutes ses formes (pains, pâtes alimentaires, couscous, galettes de pain, etc.). En 2003, les céréales constituaient 54% des apports énergétiques et 62% des apports protéiniques journaliers dans le modèle de consommation alimentaire algérien **(DJERMOUN, 2009)**. Le blé dur (*Triticum durum*) représente en Algérie une culture clé, elle est la base de l'alimentation de la majorité des Algériens et représente plus qu'une valeur nutritionnelle. Les conditions d'emballages, de stockage, d'entreposage et la gestion du stockage sont des facteurs très importants qui peuvent contribuer à une bonne ou une mauvaise conservation des grains et des graines **(DAMASSE, 2009)**.

Parmi Les ravageurs de graines de céréales sont les insectes, les principaux ennemis des récoltes, parce qu'ils s'attaquent aux champs et surtout au stockage en silo. Ayant constaté que les charançons des céréales, principaux auteurs de ce rapt alimentaire. L'Algérie n'échappe pas de ce problème où les dégâts provoqués seulement pas les insectes dépassent de loin de 33% en période d'été, (température optimale de développement des insectes) **(FOURAR, 1994)**.

Depuis que l'homme a découvert l'agriculture, il a pensé à protéger ses denrées stockées. Empirique au départ, cette protection a connu d'énormes progrès au cours du siècle dernier, et s'est améliorée considérablement avec la découverte et l'utilisation des pesticides organiques de synthèse. Ces derniers ont rendu d'énormes services à l'humanité dans la lutte contre les ravageurs mais leur utilisation anarchique pendant plus d'un demi-siècle a engendré depuis quelques années des effets néfastes considérables incitant les scientifiques à rechercher des alternatives de lutte pour remplacer les pesticides organiques de synthèse par des biopesticides végétaux biodégradables et respectueux de l'environnement **(HAMOUDI, 2000)**.

Les huiles essentielles des plantes font partie ces dernières années des voies les plus explorées dans la régulation des ravageurs. Leur application dans la protection des stocks a fait l'objet de nombreux travaux. Leur toxicité s'exprime de différentes manières : activités ovicide, larvicide, antinutritionnelle et inhalatoire **(NOUJOU-WANDJI, 2007)**.

Les huiles essentielles ont fait l'objet de nombreuses recherches en vue de réduire les pertes occasionnées par les insectes ravageurs des grains stockés par leurs effets insecticides **(VINCENT, 2008)**.

INTRODUCTION GENERALE

C'est dans cette option que s'inscrit notre travail, en effet, nous nous sommes proposés dans la présente étude de tester dans les conditions de laboratoire, l'effet insecticide de différentes concentrations d'huile essentielle du clou de girofle (*Syzygium aromaticum*(L.)) sur les jeunes individus du charançon du riz (*Sitophilus oryzae* (L.)), l'activité de ce biocide a été évaluée par le test de contact

I- Importance du blé :

I.1- Importance du blé dans le monde :

Le blé est l'aliment de base dans plusieurs régions du monde, particulièrement en Amérique du Nord et dans le reste de l'Occident. Il existe différentes variétés de blé, mais la plus cultivée est le blé dur, ou blé tendre. Le grain de blé peut être consommé sous de nombreuses formes : entier, concassé, soufflé, en flocons.

Le blé est dans la civilisation occidentale et au Moyen-Orient, un composant central de l'alimentation humaine. Il a été domestiqué au Proche-Orient à partir d'une graminée sauvage. Sa consommation remonte à la plus haute Antiquité. (GATE In LAVOISIER, 1995)

La production mondiale de tous les types de blés est de 660 millions de tonnes lors de la campagne 2009-2010, c'est-à-dire près de 100 kg par habitant, pour l'ensemble de la population mondiale (tab. 1). En volume de production, c'est la quatrième culture mondiale derrière la canne à sucre, le maïs et le riz. (ANONYME, 2010).

I.2. Importance du blé en Algérie :























Par ailleurs dans l'économie Algérienne, les céréales occupent une place stratégique, car elles constituent l'aliment de base de la population, les céréales et leurs dérivés fournissent plus de 60 de l'apport calorique et 75% à 80% de l'apport protéique de la ration alimentaire. (TALAMI, 2000).

En relations avec le marché mondial, les produits céréaliers représentent plus de 40% de la valeur des importations des produits alimentaires. Les produits céréaliers occupent le premier rang (39,22%), devant les produits laitiers (20,6%), le sucre (10%) et les huiles et corps gras (10%). La facture des importations de blé a atteint 700,03 millions de dollars les quatre premiers mois cette année contre 627,79 millions de dollars à la même période de référence de 2012, selon les chiffres du Centre national de l'informatique et des statistiques des Douanes. En volume, les importations de blé tendre et dur ont atteint 1,873 million de tonnes les quatre premiers mois de 2013, contre 2,021 millions de tonnes à la même période 2012, en baisse de 7,32%. (ANONYME, 2013).

Les produits de céréales et notamment la semoule représente l'alimentation de base de l'algérien moyen, particulièrement en milieu rural. La consommation des produits céréaliers se situe à un niveau d'environ 205 Kg/habitat/an (DAMASSE, 2009).

DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES

Tab. 1 : Données de Production 2009 (ANONYME, 2011)

Pays	Surface (hectares)	Rendement (kg/ha)	Production (tonnes)	% du total
 Chine	24 210 075	4 748	114 950 296	16,9 %
 Inde	28 400 000	2 841	80 680 000	11,8 %
 Russie	26 632 900	2 318	61 739 750	9,1 %
 États-Unis	20 181 081	2 989	60 314 290	8,8 %
 France	5 146 600	7 447	38 324 700	5,6 %
 Canada	9 539 000	2 780	26 514 600	3,9 %
 Allemagne	3 226 036	7 808	25 190 336	3,7 %
 Pakistan	9 046 000	2 657	24 033 000	3,5 %
 Australie	13 507 000	1 603	21 656 000	3,2 %
 Ukraine	6 752 900	3 093	20 886 400	3,1 %
 Turquie	8 026 898	2 566	20 600 000	3,0 %
 Kazakhstan	14 329 400	1 190	17 052 000	2,5 %
 Royaume-Uni	1 814 000	7 927	14 379 000	2,1 %
 Iran	6 647 367	2 029	13 484 457	2,0 %
 Pologne	2 346 200	4 173	9 789 586	1,4 %
 Égypte	1 321 751	6 448	8 522 995	1,2 %
 Argentine	4 334 780	1 747	7 573 254	1,1 %
 Ouzbékistan	1 400 000	4 741	6 637 700	1,0 %
 Italie	1 795 500	3 532	6 341 000	0,9 %
 Afghanistan	2 500 000	2 026	5 064 000	0,7 %
 Espagne	1 767 800	2 713	4 796 800	0,7 %
 Algérie	1 848 575	1 598	2 953 117	0,4 %
Monde	225 437 694	3 025	681 915 838	100,00 %

II. Présentation de la plante hôte :

Le blé est un terme générique qui désigne plusieurs céréales appartenant au genre *Triticum*. Ce sont des plantes annuelles de la famille des graminées ou Poacées cultivées dans de très nombreux pays. Il existe plusieurs types de blés dont un a une grande importance économique à l'heure actuelle : le blé dur est une plante herbacée annuelle, monocotylédone, à feuille alternées, formées d'un chaume portant un épi constitué de deux rangées d'épillets sessiles et aplatis. Les fleurs sont nombreuses, petites et peu visibles. Elles sont groupées en épis situés à l'extrémité des chaumes (CLARKE et al; 2002).

II.1- Les caractères botanique et morphologique du blé :

Embranchement :	<u>Spermaphytes.</u>
Sous-embranchement :	<u>Angiospermes</u> (plantes à fleurs).
Classe :	<u>Monocotylédones.</u>
Sous-classe :	<u>Commélinidés.</u>
Ordre :	Poales
Famille :	Poacées (graminées)
Genre :	<i>Triticum</i> <i>Triticum aestivum</i> (blé tendre) <i>Triticum durum</i> (blé dur).

II.2 - Composition biochimiques du grain de blé:

Le grain de blé est constitué d'eau et de matière sèche. Cette dernière se décompose elle-même en matière minérale, et en matière organique (FEILLET, 2000).

III - Stockage et conservation du blé :

La consommation quotidienne du blé est assurée par une seule récolte dans l'année, d'où la nécessité du stockage. Ainsi que les grains stockés sont utilisés comme des semences pour la saison de croissance suivante. (SCHULTEN, 1982).

La conservation du blé peut se réaliser sous différentes formes qui sont les suivantes :

Stockage en gerbe, Stockage en épis, Stockage en grain en vrac, Le stockage en atmosphère renouvelée, le stockage en anaérobiose.

IV - Mécanismes de l'altération des grains :

Au cours de la conservation, les grains peuvent subir différentes altérations provoquées par des agents de diverses origines et amplifiées par les trois principaux facteurs que sont : le temps, l'humidité et la température.

IV. 1 - Causes de l'altération

Ces altérations peuvent avoir des origines très diverses :

a)- Biologique

Il s'agit du monde animal, les prédateurs sont des mammifères rongeurs, (rats, souris, etc.), des oiseaux (moineaux, tourterelles, étourneaux, etc.), et des insectes rampants (charançons, sylvains, etc..) ou volants (teignes, alucites, etc.) (**FEILLET, 2000**).

b)- Microbiologique

Les moisissures sont toujours présentes sur les grains. Elles se développent au champ, ou au cours du stockage. Elles sont inoffensives en bonnes conditions de conservation, cependant certaines peuvent faire baisser la faculté germinative tandis que d'autres dans des conditions bien particulières secrètent des substances toxiques (mycotoxines) (**GUIRAUD, 1998**).

c)- Chimique ou biochimique

Lorsque le grain est soumis à des températures trop élevées (échauffement naturel ou températures trop fortes lors du séchage) il peut se produire une dégradation de la structure de l'amidon et des protéines, des pertes de vitamines et une modification d'aspect (brunissement voire dans des cas extrêmes, noircissement du grain) (**MULTON, 1982**).

d)- Mécanique

Il s'agit des grains cassés lors des différentes opérations de manutention. (**CHEFTEL et CHEFTEL, 1977**).

IV. 2 - Facteurs d'altération

Les trois principaux facteurs qui conditionnent l'ampleur de ces diverses altérations sont:

a) - La durée de stockage

La vitesse de dégradation s'accélère en fonction de la durée du stockage par suite de l'accumulation de conditions de plus en plus défavorables. C'est ainsi que les conditions de stockage de longue durée doivent être beaucoup plus rigoureuses pour maintenir les aptitudes des blés à une bonne utilisation (**GODON, 1991**).

b) - L'humidité du grain

Parmi les facteurs qui influencent l'évolution des blés, l'humidité est certainement le plus important car une augmentation de la teneur en eau du produit permettra d'engendrer un milieu propice aux altérations d'ordre chimique et enzymatique (**ALEM, 2000**).

Elle joue également un rôle important dans le développement des déprédateurs des blés. En effet un blé qui a une teneur en eau inférieure à 8% risque moins d'être attaqué par les insectes puisqu' il est trop sec et le corps des insectes en général contient plus de 50% d'eau (**FLEURAT-LESSARD, 1990**).

c)- La température du grain

La température est aussi un facteur important car les réactions d'altération sont d'autant plus rapides que la température est élevée, c'est ainsi que certaines réactions chimiques dépendent essentiellement de la température. C'est le cas de la détérioration oxydative des lipides et de la modification qualitative et quantitative des protéines (**GODON, 1991**).

V – Les principaux insectes du stock des céréales :

Pour rester en vie, les insectes ont besoin de nourriture, d'air et d'eau. Le blé stockées fourni très souvent un endroit idéal pour le séjour et le développement des insectes car la nourriture, l'air et l'eau s'y trouvent en quantités suffisantes. C'est pourquoi certaines espèces d'insectes infestent les céréales stockées.

Les deux principaux ravageurs des blés stockés appartiennent à deux familles de coléoptères et lépidoptères. (**SIMON et al, 1988**).

V.1 - Présentation du ravageur :

Parmi les insectes nuisibles des stocks, le charançon du riz, *Sitophilus oryzae* (L.), est considéré comme un ravageur primaire et l'ennemi le plus important des grains dans les régions chaudes (**CHAMP et DYTE, 1976**).

Le charançon du riz (*Sitophilus oryzae* (L.)), présente comme effet direct sur le grain entreposé une perte de poids, de la valeur nutritive et du pouvoir germinatif. De plus, l'humidité issue du métabolisme de sa pullulation et les produits d'excrétion azotée favorise l'apparition de moisissures dans les lieux de stockage. (**BRICH, 1953**).

V.2- Position systématique et répartition géographique de *Sitophilus oryzae* :

a)- La Position systématique:

L'insecte étudié est un petit Coléoptère appartenant au genre *Sitophilus* et à la famille de Curculionidae. Anciennement connu sous le nom de *Calandra*, Le *Sitophilus oryzae* a 4 tâches claires sur les élytres. Les adultes mesurent 2,5 à 4,5 mm de long (**Fig. 1**). Ils se distinguent des autres insectes par un rostre bien évident et la forme des antennes. Il est maintenant, communément appelé charançon des grains. (**LEPESME, 1944**).

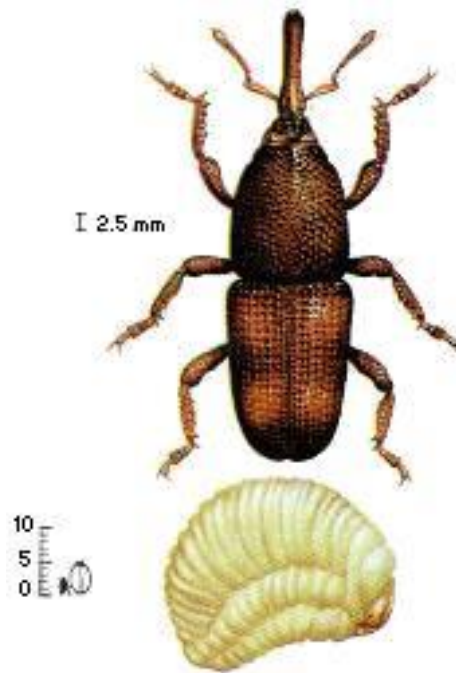


Fig ; 1 : Adulte de *Sitophilus oryzae* L et sa larve (ANONYME, 2005).

Selon **Lepesme (1944)** la classification de cette espèce est :

Embranchement	Arthropodes
S/ Embranchement	Antennates
Classe	Insectes
Sous-classe	Ptérygotes
Super-ordre	Coléoptéroïdes
Ordre	Coléoptères
Sous-ordre	Polyphaga
Super-famille	Phytophagoidea
Famille	Curculionidae
Sous-famille	Rhynchophorinae
Genre	<i>Sitophilus</i>
Espèce	<i>Sitophilus oryzae</i> (L.)

Il existe trois espèces connues de charançons des grains : *Sitophilus oryzae* , *S. zeamays* et *S. granarius* (LEPESME, 1944 ; FLEURAT-LESSARD, 1982).

b)- Biologie et développement de *Sitophilus oryzae*

Le cycle vital de *S.oryzae* comporte quatre stades : l'oeuf, la larve, la nymphe et l'imago. (Fig. 2).

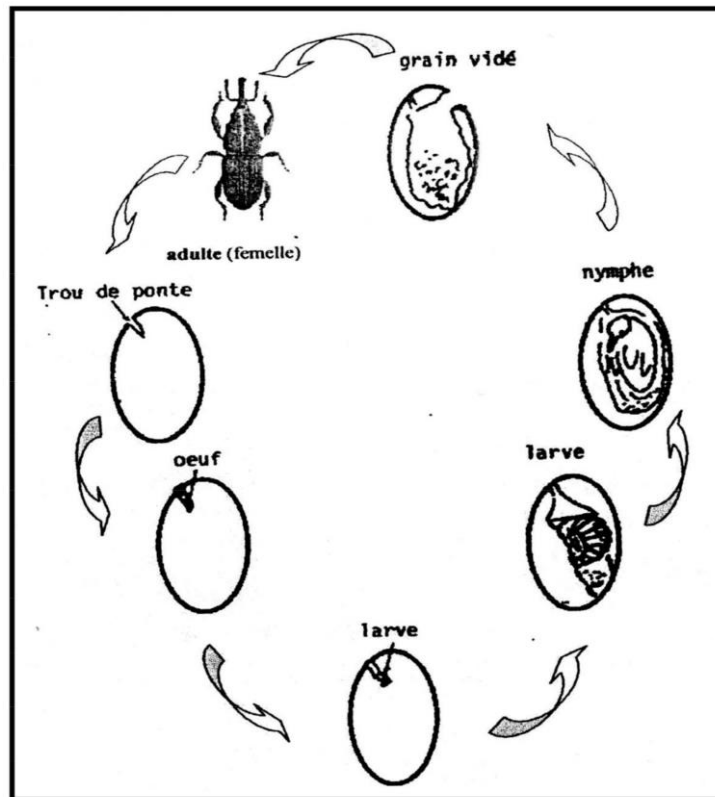


Fig.2: Cycle de développement de *Sitophilus oryzae* (CRUZ et TROUDE, 1988).

Le développement de l'insecte se fait à l'intérieur du grain ; avec son rostre, la femelle fait un trou dans un grain, y dépose un oeuf puis rebouche le trou par du mucilage qui va durcir à l'air. Dès qu'elle apparaît, la larve creuse, au travers du grain, une galerie qu'elle va élargir au fur et à mesure de sa croissance ; elle se transformera ensuite en nymphe dans la loge qu'elle aura créée puis deviendra, après une dernière mue, un adulte qui sortira alors du grain pour se reproduire. Au cours de ce développement qui est totalement caché, presque tout l'intérieur du grain aura été consommé ; il restera alors un grain vidé, perforés d'un trou à contour irrégulier, contenant les déjections du développement larvaire (CRUZ et al, 1988, In BELKHELFA et SAHI, 2004).

V.3- Dégâts occasionnés par le ravageur

Des études antérieures ont montré l'importance des dégâts que causent cet insecte au niveau des stocks. En effet, la larve de ce charançon consommerait 10 mg de grains pendant son développement alors que l'adulte consommerait 0,49 mg par jour (YADI, 1987).

Le charançon du riz est considéré comme insecte nuisible primaire des céréales puisque il est capable d'infester des graines non endommagées.

V.4- Les différents moyens de lutte contre le charançon du riz :

Le souci majeur d'un stockeur est de garder son stock de céréale intact. Un ensemble de mesure préventive et curative, il s'agit de toutes techniques destinées à réduire l'infestation au champ, au début du stockage ainsi que pendant le stockage (DUCON, 1982).

a) - Lutte Préventive :

Les moyens prophylactiques sont donc un élément primordial de lutte contre les déprédateurs des stocks des céréales et cette prévention peut être envisagée de plusieurs façons.

a.1) -Les mesures d'hygiène :

Ducon (1982), préconise plusieurs méthodes à savoir :

- Un nettoyage convenable des locaux de conservation et du matériel destiné à l'emmagasiner, par un badigeonnage ou une pulvérisation d'insecticides
- Une incinération des déchets de nettoyage.
- Une vérification des locaux, des crevasses et des recoins qui peuvent abriter des insectes ou des grains inaccessibles aux insecticides de contact.
- Un tri soigné éliminant ainsi les impuretés, les grains cassés et la poussière de farine.
- Respecter la rotation des stocks en réduisant au minimum les causes de contamination.

a.2) - la lutte durant l'entreposage

Pendant l'entreposage, plusieurs méthodes peuvent être utiles, afin de prévenir l'infestation nous citons donc :

a-2-1 - Lutte génétique

Cette méthode se base sur les recherches génétiques, qui ont été réalisées afin de trouver des variétés résistantes aux maladies et aux insectes.

a-2-2 - Lutte par piégeage

Les pièges permettent d'obtenir des indications sur la présence de ravageurs, et peuvent servir à identifier ou détecter leur période optimale d'activités et diminuer les pullulations (**KOSSOU et AHON, 1993**).

a-2-3-Lutte par dépistage

- **Dépistage ordinaire**

Cette méthode est très utilisée, elle consiste à surveiller l'état du grain par la mesure de la température et d'humidité du grain dans la masse, au moyen de détecteurs électriques installés (**MILLS, 1990**). Cependant, cette méthode aléatoire reste insuffisante pour déceler les formes cachées qui provoquent des dégâts considérables au cours de leur développement.

- **Dépistage par infrarouge**

Ce procédé, permet de détecter les protéines animales des insectes et même les formes cachées, il consiste à réaliser une résonance magnétique nucléaire (RMN) pour déceler la Présence des acariens et éventuellement les fragments d'insectes (**Wilkin et Chambers, 1987**).

- **Dépistage électroacoustique**

Le principe de cette opération, est de pouvoir détecter l'activité des insectes et de surveiller le niveau de population présente dans la denrée, par des microphones sensibles, cette technique permet de réduire le coût de l'inspection et les traitements (**MANKIN,1998**).

- **Méthode immuno-enzymatique**

C'est une analyse minutieuse, qui donne une estimation de l'infestation des grains et de la farine (**FIELDS, 2001**).

L'extrait du blé après broyage est soumis à un dosage par le Test ELISA. La coloration de l'extrait obtenu est mesurée par spectrophotomètre qui nous permet de calculer la concentration en protéine d'insectes, cette quantité de protéines nous renseigne sur l'infestation des grains (**WIRSTA, 1996**).

b- Lutte Curative

Elle intervient directement contre les insectes en place, parmi les moyens utilisés nous avons la lutte physique, biologique et chimique.

b-1-Lutte physique

Les moyens préventives sont obligatoires mais elles restent insuffisantes, dans ce cas le recours aux procédés curatifs est indispensable.

Les moyens de lutte physique utilisables, font appel au choc thermique, au froid, aux radiations ionisantes et aux ondes électromagnétique.

b-2- Lutte chimique

Dans le domaine de la lutte chimique, nous citons deux groupes de produits qui sont essentiellement utilisées.

- **Les insecticides de contact**

Les insecticides de contact pénètrent dans les tissus de l'insecte après avoir traversé la cuticule, parmi ce groupe d'insecticides nous citons : Le pyréthrinoides de synthèse agit par contact et ingestion, en provoquant souvent un effet choc sur les insectes comme *Tribolium castaneum* (Herbst.) (SCHIFFERS ,1990).

- **Les fumigants**

Les fumigants, sont des gaz toxiques utilisés pour désinsectiser une denrée dans un espace clos. L'utilisation de pesticides pendant plusieurs années a entraîné de nombreux problèmes entre autre la présence de résidus sur les denrées stockées et le développement du phénomène de résistance chez les insectes (EL LAKWAH, 1990)..

b-3- Lutte biologique

Ces dernières décennies, la protection de l'environnement s'impose de plus en plus comme une préoccupation mondiale majeure. La méthode classique de lutte biologique par utilisation de micro-organisme, de prédateurs, de parasitoïdes et de substances naturelles d'origine végétale, les industries agrochimiques orientent de plus en plus leur effort vers l'étude de produits naturels pour la recherche de nouveaux insecticides (ADDOR, 1995).

Le concept de lutte biologique a subi une évolution au cours du temps et intègre dans sa définition actuelle toutes les formes non chimiques de contrôle des ravageurs des récoltes mais aussi des mauvaises herbes.

Les lieux de stockage représentent des systèmes stables, avec des niveaux déterminés de température et de l'humidité, parce qu'ils forment des enceintes closes, ce qui est favorable pour procéder à une lutte biologique (MANN, 1987).

Les espèces de la famille de *Meliaceae*, *Rutaceae*, *Asteraceae*, *Labiatae* et *Canellaceae* sont les principales familles les plus prometteuses comme source de bioinsecticides (JACOBESSEN, 1989).

Selon les ressources disponibles et la pression exercée par les phytophages, les familles des plantes développent des quantités différentes de leurs ressources à leur protection. Cependant, grand nombre d'entre elles n'a pas encore fait l'objet d'étude tant sur le plan phytochimique que sur le plan propriété insecticide.

Un examen systématique des découvertes phytochimiques répertoriées, en Utilisant la base de données NAPRALERT (Natural Products Alert Database), révèle que seulement 2 à 5% des

espèces végétales ont été examinées en détail d'un point de vue phytochimique (**SOEJARTO et al., 1989**). Une étude réalisée par Balick et *al* en 1995, a montré que moins de 1% des plantes tropicales sont étudiées d'un point de vue phytochimique. La voie donc, reste ouverte vers la découverte de nouvelles plantes et par la suite de nouvelles molécules à effet phytoinsecticide.

VI- Les huiles essentielles :

Le développement de résistance par les insectes aux insecticides a permis de développer d'autres matières actives à base d'extraits végétaux pouvant avoir des modes d'actions différents à ceux des insecticides déjà utilisés.

Les végétaux produisent des composés secondaires tel que les Terpènes, les composés soufrés, les alcools etc...; leur utilisation en tant que biopesticides dans la protection de graines de légumineuses ou de céréales stockées contre les insectes à fait l'objet de nombreuses études notamment en zone tropicale (**ARTHUR, 1996**).

Ces extraits végétaux à propriétés insecticides sont utilisés sous plusieurs formes : En poudre, d'extrait aqueux et huiles essentielles...

VI.1 - Historique des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont connues depuis les débuts de l'humanité pour leur parfum Les Romains, grand amateurs de parfum, connaissaient les huiles essentielles sous forme de graisse aromatique ou d'huile parfumée.

Les arabes étaient de grands utilisateurs d'alchimie et de médecine à partir de sources naturelles, ils avaient inventé la technique du serpentín et les techniques de distillation sèche et aqueuse. Au XI et XII siècles, les croisés de retour de Jérusalem introduisirent en Europe les huiles aromatiques et les secrets de leur extraction. Au XX siècle, c'est le chimiste René Maurice Gatte fossé qui découvrit par hasard les vertus analgésique et thérapeutique de l'essence de lavande. En effet, il se brûla grièvement les mains, et en appliquant sur ses plaies infestées de l'huile essentielle de lavande, ses mains guérirent rapidement, presque sans aucune cicatrice. Cette découverte marqua l'avènement de l'aromathérapie sous sa forme moderne (**VALNET, 1984**).

VI.2 - Définition

Les huiles essentielles ne contiennent pas de corps gras comme les huiles végétales obtenues avec des pressoirs (huile de tournesol, de maïs, d'amande douce). Il s'agit de sécrétions

naturelles élaborées par le végétal et contenues dans les cellules de la plante, soit dans le calice, la tige, l'écorce, ou tout autre partie de la plante.

Les huiles essentielles sont des produits renfermant des principes volatils, odoriférants contenus dans les végétaux ,et des mélanges complexes de composés organiques possédant des structures et des fonctions chimiques très diverses. Ces composés ont la propriété de se solubiliser dans les huiles et les graisses d'où le terme « huile » soulignant le caractère hydrophobe de ces substances et le terme « essentielle » désigne le caractère principal de la plante à travers ses exhalations (**BERNARD et al., 1988**).

VI.3 - Production mondiale

Plusieurs pays tirent une grande partie de leurs ressources de l'exploitation des plantes à huiles essentielles. On estime aujourd'hui à environ 40 000 le nombre d'espèces aromatiques croissant dans le monde dont 3 000 ont été étudiées et 300 sont exploitées industriellement. Plus de 90 % des espèces à étudier et à valoriser poussent dans les pays tropicaux (**DANIELLE, 2005**). Les principales huiles essentielles produites et les principaux pays producteurs sont résumés dans le **Tab. 2**.

Tab. 2. Récapitulation des principales huiles essentielles produites et des principaux pays producteurs dans le monde en 2008 (PERFUMER & FLAVORIST, 2009).

Huiles essentielles	Production (Tonnes)	Principaux pays producteurs
Huiles d'oranges	51000	USA, Brésil, Argentine
Huiles du citron	9200	Argentine, Italie, Espagne
Huiles de l'eucalyptus	4000	Chine, Inde, Australie, Afrique du Sud
Huile de la menthe poivrée	3300	Inde, USA, Chine
Huile du clou de girofle	1800	Indonésie, Madagascar
Essence de la citronnelle	800	Chine, Sri Lanka
Huiles de la menthe verte	1800	USA, Chine
Huiles du bois de cèdre	1650	USA, Chine
Huile du patchouli	1200	Indonésie, Inde
Huile de la lavande	1100	France

VI.4 - Localisation des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont largement répanus dans les plantes avec des familles à haute teneur en matière odorantes comme les conifères, les myrtacées, les ombellifères, les labiacées, les rutacées, les géraniacées etc.

La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles sont généralement, associées à la présence de structures histologiques spécialisées, souvent localisées sur ou à proximité de

la surface de la plante. On distingue des cellules à huiles essentielles chez les lauracées, des poils sécréteurs chez les lamiacées et les labiées, des poches sécrétrices chez les myrtacées (**Fig.3**) et les rutacées et les canaux sécréteurs chez les opiacées ou les astéracées (**BRUNETON, 1993**). Les huiles essentielles sont généralement localisées dans tous les organes végétaux, fleurs, feuilles, écorces bois, racines, rhizomes, fruits et graines.

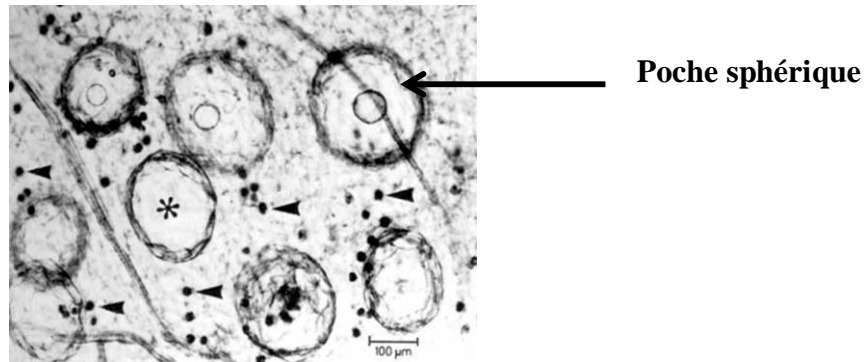


Fig. 3 : Les poches sphériques schizogènes : Les glandes de type poche se rencontrent présentement dans les pétales de *Syzygium aromaticum* (FRANCHOMME et al, 1995)

VI.5- Composition chimique des huiles essentielles

Les composants aromatiques sont des molécules chimiquement définies. Ce sont les éléments chimiques des huiles essentielles qui leur confèrent des caractéristiques thérapeutiques.

Le nombre de composés isolés au sein des huiles essentielles est d'environ un millier et il reste encore beaucoup à découvrir (**BELAICHE, 1979**).

Ces composés appartiennent à deux familles chimiques bien distinctes à savoir, les terpénoïdes et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane (**BRUNETON, 1993**).

a) - Les terpénoïdes

Les terpènes sont des carbures d'origine végétale contenant un nombre de carbone variant de 10 à 30 répondant à la formule brute $(C_5H_8)_n$. Ils sont présentés structurellement comme des polymères d'isoprène. Les terpènes les plus rencontrés dans les huiles essentielles sont des terpènes volatils, ceux dont le poids moléculaire n'est pas très élevé c'est-à-dire les mono et les sesquiterpènes.

Les monoterpènes sont les hydrocarbures volatils présents dans la quasi-totalité des huiles essentielles, ils peuvent être acyclique (myrcène, ocimène), monocyclique (p- cymène,

limonène), bicyclique (pinènes, sabinène), ils constituent parfois plus de 90% de l'huile essentielle (citron), ils sont en grande partie responsable de l'odeur âcre des plantes (**BRUNETON, 1993**).

b) - Les composés aromatiques

Les composés aromatiques sont des dérivés du phénylpropane (C₆-C₃), qui sont moins fréquents que les terpénoïdes. Parmi les divers composés aromatiques dérivés du phénylpropane et présents dans les huiles essentielles, on peut citer : des aldéhydes (cuminique, cinnamique), des phénols (eugénol, anéthol).

VI.6 - Propriétés physico-chimique des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des substances liquides à température ambiante incolores à jaunes pâle, et très odorante. Elles sont solubles dans les alcools et dans la plupart des solvants organiques mais insolubles dans l'eau (**BERNARD et al, 1988**), leur densité est inférieure à l'unité exception faite des huiles essentielles de cannelle, de girofle et de saffran. Elles sont extrêmement volatiles et perdent rapidement leurs propriétés lorsqu'elles sont exposées au soleil ou à la chaleur, elles doivent être présentées dans des flacons ombrés pour une meilleure protection (**BRUNETON, 1993**). Elles ont un indice de réfraction généralement élevé, et doué d'un pouvoir rotatoire.

VI.7 - Critères de qualité et toxicité des huiles essentielles :

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 cueillie, si possible sur les mêmes lieux de récolte (**ROBERT et al, 2001**). La toxicité chronique des huiles essentielles est assez mal connue, tandis que la toxicité aiguë est fréquente, liée à une ingestion massive ou en cure prolongée en particulier la neurotoxicité, des crises épileptiformes, des troubles physiques et sensoriels qui nécessitent l'hospitalisation (**BRUNETON, 1993**).

VI.8 - Procédés d'extraction :

Divers procédés sont actuellement utilisés pour l'extraction des produits aromatiques des végétaux. Selon la technique utilisée, l'extraction permet d'obtenir des huiles essentielles, des pommades, des résinoïdes ou des infusions. Plusieurs procédés d'extraction sont utilisés de longue date tel que :

a)- Entraînement à la vapeur d'eau :

Ce procédé permet de traiter les matières végétales sensibles qui pourraient souffrir d'une ébullition prolongée. Ce procédé est encore, de nos jours, le plus utilisé car sa mise en œuvre facile et l'utilisation de la vapeur d'eau, disponible et à bas prix constituent ses principaux avantages. Parmi les inconvénients de ce procédé, on note la difficulté d'extraire les produits odorants peu volatils ou ceux appréciablement soluble dans l'eau (GUENTHER, 1972).

b- Hydrodistillation :

L'hydrodistillation est basée sur le même principe que l'entraînement à vapeur d'eau sauf que le matériel végétal est dans ce cas immergé dans l'eau portée à l'ébullition. (BRUNETON, 1993).

c)- Extraction par solvants non volatils et volatils :

L'enfleurage à froid est une méthode réservée aux organes de plantes, les plus fragiles, les fleurs en l'occurrence. Elle consiste à mettre en contact la fleur avec un corps gras à température ambiante, au bout de quelques jours, le corps gras se sature d'essences végétales puis il sera épuisé par solvant évaporé sous vide (NAVES, 1974).

d) - Extraction par dioxyde de carbone supercritique ou liquide :

Cette technique est basée sur le fait que certain gaz, notamment le dioxyde de carbone dans des conditions de pression dites critiques ou supercritiques, présentent un pouvoir de dissolution accru vis-à-vis de divers composés tels que les huiles essentielles, les arômes, les colorants naturels etc. (PEYRON, 1986).

e)- Extraction par micro-ondes :

Le rayonnement micro-ondes permet de chauffer sélectivement l'eau présente naturellement dans le matériel végétal. Ce chauffage en vaporisant l'eau contenue dans les glandes oléifères, crée à l'intérieur de ces dernières une pression qui brise les parois végétales et libère ainsi le contenu en huiles essentielles (CHEMAT, 2009).

VII- Présentation de l'espèce végétale : le clou de girofle :

VII-1- Histoire du clou de girofle (*Syzygium aromaticum* (L.)):

Les clous de girofle sont décrits dans un ouvrage ayurvédique datant environ 1500 ans avant J-C. Ont été cultivés sur l'archipel des Moluques, plus précisément sur les îles d'Amboine et de Céram. Le clou de girofle compte parmi les épices les plus anciennes. On peut lire dans

des écrits antiques qu'il a été introduit il y a plus de 2000 ans en Chine, en Inde, et plus tard dans l'Empire Romain. En Chine, les courtisans avaient coutume de mâcher un clou de girofle lorsqu'ils adressaient la parole à l'empereur. Les Arabes ont porté le clou de girofle en Europe. Mais on ignorait à l'époque quelle était son origine exacte, les premières indications plus précises datent du 13^{ème} siècle, (TEUSCHER *et al.*, 2005).

Le gouverneur Français Poivre a réussi en 1769 à acclimater le giroflier aux africaines Maurice et de la Réunion. La désignation botanique *Syzygium* vient du grec *syzygos*, qui veut dire (assemblé) et se réfère aux feuilles assemblées par paires d'une espèce jamaïquaine (CLEENEWERCK et FRIMAT, 2004).

VII-2 Production mondiale du girofle :

Tab. 3 : Production du clou de girofle (ANONYME, 2004)

Pays	Production (tonne)	(%)
<u>Indonésie</u>	87909	68,2 %
<u>Madagascar</u>	20000	15,5 %
<u>Tanzanie</u>	12500	9,7 %
<u>Sri Lanka</u>	4100	3,2 %
<u>Comores</u>	3013	2,3 %
Autres pays	1370	1,1 %
Total	128892	100 %

Les espèces les plus fines sont les clous de girofles des Moluques, archipel de l'est de l'Indonésie, ainsi que celles de Penang, Zanzibar et Madagascar. Les clous de girofle américains sont réputés être de qualité inférieure à cause de leur plus faible teneur en huile essentielle (RICHARD, 1974).

VII-3 Origine et étymologie :

Eugenia : en hommage à Eugène de Savoie-Carignan (1663- 1736) humaniste et botaniste. *Caryophyllata* : du grec, *caryo* (noyer) et *phyllata* (feuille) à feuille de noyer (Couplan, 2006 ; Raghavan, 2007).

Le giroflier possède plusieurs synonymes botaniques (HANELT, 2001) :

- *Caryophyllus aromaticus* L.
- *Eugenia aromatica* (L.) Baill.
- *Eugenia caryophyllata* Thunb.
- *Eugenia caryophyllus* (Spreng.) Bullock & S.G.Harrison.
- *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, 1939.

VII-4 Classification :

- D'après DUPONT et GUIGNARD (2007), *Eugenia caryophyllus* (Spreng.) Bullock & S.G.Harrison appartient :

Règne :	Plantae
Embranchement :	Spermaphytes
Sous embranchement :	Angiospermes (plantes à fleurs)
Classe :	Dicotylédones
Sous classe :	Rosidées
Ordre :	Myrtales
Famille :	Myrtaceae
Genre :	<i>Eugenia</i>
Espèce :	<i>caryophyllus</i>
Nom binominal :	<i>Eugenia caryophyllus</i>

VII-5 Culture botanique du clou de girofle :

Le giroflier est un arbre qui peut atteindre une hauteur de 12 mètres sur un sol perméable et fertile. Mais il supporte mal le froid et la température ne devrait pas descendre en dessous de 15-18 degrés C⁰ pendant la saison froide, il demande des climats équatoriaux, chauds, a forte pluviométrie à pleine lumière dont l'altitude ne dépasse pas 300 mètre. Il comporte quelque 400-500 espèces qui sont à présent également cultivés dans d'autres régions du globe (RICHARD, 1974).

D'après (HUBERT, 1984) a décrit la différente partie du giroflier comme suit :

- **Racines :**

Elles sont peu développées et superficielles. Elles forment un chevelu utilisant facilement les matières minérales du sol. En plus de ce chevelu, on trouve un pivot qui atteint 2 à 3 mètre de profondeur, et quelques racines plongeantes peu nombreuses qui viennent s'ajouter ou parfois remplacer le pivot.

- **Le tronc :**

La charpente du giroflier est constituée par une tige principale portant des branches primaires opposées (Fig. 4). Cette division se fait généralement assez basse, ce qui donne au giroflier sa forme caractéristiques de pyramide. Le bois de branches est dur mais cassant. Les bois sectionnés ou cassés se bifurquent, le giroflier prend donc un aspect buissonnant. Les jeunes rameaux sont minces et fragile. Chaque rameau porte à son extrémité un bouquet de 4 à 10 feuilles avec un bourgeon terminal. L'écorce des rameaux est lisse, et de couleur gris clair.



Fig. 4: Le giroflier (HUGH,2005)

- **Les feuilles :**

Les feuilles sont d'un beau vert à l'état adulte, elles sont opposées, persistantes, dures et de formes ovale (**Fig. 5**), nervures sont nombreuses mais peu apparentes. Entre les mois de Mai et de Septembre, les girofliers prennent d'autant plus de feuilles qu'ils portent moins de fruits :

- S'ils sont roses : la récolte en clous sera faible.
- S'ils sont verts : la récolte en clous sera abondante.



Fig. 5: Feuilles et fruits du giroflier. (HUGH, 2005)

- **L'inflorescence :**

Elle apparait à l'extrémité des rameaux. Elles comprennent environ 25 fleurs chacune. Elles sont hermaphrodites, lorsque la fleur est fécondée, elle se transforme en une baie rouge que l'on appelle « anthofles » ou « mère du girofle » (**Fig. 6**), il a une forme ellipsoïdale et est surmonté par les 4 dents du calice (**Fig. 7**). Si on cueille les boutons floraux avant leur épanouissement, on obtient des clous de girofle.



Fig. 6 : Boutons floraux



Fig. 7: Clou de girofle séché

(ELZEBROEK et WIND, 2008)

La corolle dont les pétales sont repliés au sommet du clou de girofle s'appelle « tête du clou ». Cette tête est rougeâtre au moment de la récolte. Les girofliers peuvent vivre jusqu'à 100 ans. Le giroflier fleurit chaque année à partir de la 6^{ème} année près la plantation, les boutons floraux : apparaissent de Mars à Mai et grossissent.

La phase germinative débute vers la 5^{ème} semaine qui suit le semis. Il s'écoule 1 à 2 mois pour que la levée ait lieu. Vers la 20^{ème} année environ, les girofles atteignent leur taille définitive.

Entre la floraison et la maturation des anthofles s'écoulent 2 à 3 mois et les anthofles sont murs de Décembre à Mars. Pendant cette période de maturation, de nouveau bourgeons floraux apparaissent, grossissent lentement jusqu'au mois d'octobre à décembre et ainsi de suite chaque année.

VII-6 Caractéristiques d'huile essentielle du clou de girofle :

D'après (TREINER, 1999), l'une des caractéristiques fondamentales de l'H.E. des clous de girofle est sa densité élevée (densité = 1,066 > densité d'eau = 1.00), ce qui nous permet de les séparer par simple décantation: même caractéristique partagée avec les huiles de cannelle et de sassafras. Son aspect est un liquide mobile avec une couleur jaune à jaune pâle, son odeur est aromatique, épicée, puissante aldéhyde montante de tête.

Tab. 4 : Principaux constituants biochimiques de l'huile essentielle du girofle
(Parthasarathy et *al.*,2008)

Composés	Famille	%
Eugénol	Phénols	75-88
Bêta- caryophyllène	Sesquiterpène	5-14
Acétyleugénol	Esters	4-15
Alpha-humulène	Sesquiterpène	Trace

VII-7 Utilisation :

Selon **LAREDJ (2004)**, cette plante peut manifester plusieurs activités entre autres: analgésique dentaire; antiseptique; stimulant; stomachique bactéricides, antifongique et antivirale. Il est aussi utilisé dans la préparation de bouillons, sauces, ragouts. Piquer dans l'oignon, il en certifie le gout et développe un arôme particulier (**HUGETTE, 2008**).

CHAPITRE II : Partie expérimentale

Matériels et méthode :

I. Objectifs:

Ce présent travail a pour objectifs d'évaluer l'efficacité insecticide de l'huile essentielle (biocide) du clou de girofle (*Syzygium aromaticum* L.) sur le charançon de riz (*Sitophilus oryzae* L.), cette étude comprend trois parties essentielles :

- La première partie consiste à l'extraction de l'huile essentielle des boutons floraux séchés communément appelés clous de girofle par hydrodistillation.
- La deuxième partie consiste à identifier les composés chimiques à partir de l'huile essentielle obtenue par chromatographie en phase gazeuse couplées (CG/SM).
- La troisième partie concerne l'étude du pouvoir insecticide de cette huile essentielle vis à vis les jeunes individus du charançon de riz (*Sitophilus oryzae* L.) par pulvérisation (contact).

II. Matériel biologique :

II.1 Espèce entomologique :

Les jeunes individus de *Sitophilus oryzae* qui ont servi à notre expérimentation provient d'un élevage de masse sur blé tendre, effectivement au niveau de laboratoire de Zoophytatrie, département des sciences agronomique, Université SAAD DAHLEB (BLIDA) à partir d'une souche issue de l'ITGC de Oued Smar (Institut technique des grandes culture El-Harrach, Alger). L'élevage de masse est conduit dans une grande boîte perforé et mis dans des étuves réglés à une température 30 C° et 70% d'humidité relative.

II.2 L'espèce végétale

Le matériel utilisé était composé de boutons floraux séchés et broyés du giroflier. Achetés chez un herboriste, d'après l'herboriste ces bouton floraux on était importés de l'Indonésie (Octobre 2012).

III. Matériel de laboratoire

III.1 Matériel utilisé et mode d'extraction d'huile essentielle

L'extraction de l'H.E. du clou de girofle, a été réalisée par un hydrodistillateur (**Fig.8**) au laboratoire de chimie industrielle (Département de chimie industrielle de l'Université de Blida). L'hydrodistillation consiste à faire bouillir pendant 3h 700 ml d'eau distillée avec 30 g de

poudre de clous de girofle séchés dans un ballon dont quelques billes de verre ont été rajoutées dans le but de réguler la température du système. Un courant d'eau de robinet traverse le tube réfrigérant de l'appareil. La vapeur d'eau entraîne avec elle l'huile, passe dans le tube réfrigérant où l'ensemble se condense. À la sortie du réfrigérant, le liquide de condensation est récupéré dans un flacon en verre. Le distillat obtenu est formé d'eau dans laquelle sont dissoutes très peu d'espèces odorantes; et de l'H.E. qui est constituée d'espèces odorantes. Les deux phases doivent faire l'objet d'une séparation.



Fig. 8 : Montage de l'hydro distillateur réalisé au département de Chimie industrielle à l'université de Blida (Originale, 2013).

La séparation des deux phases a été réalisée par :

Séparation directe

Cette méthode est très simple, elle consiste à laisser décanter le distillat pendant 24 h ce qui provoque le dépôt de l'H.E. de girofle sous l'effet de différence des densités. L'H.E. ainsi séparée de la phase aqueuse est récupérée par aspiration à l'aide d'une seringue stérile. L'huile essentielle obtenue est mise dans un flacon recouvert du papier d'aluminium afin d'éviter le contact avec la lumière et mettre dans un réfrigérateur.

III.2 Détermination de rendement en huile essentielle :

Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre le volume d'huile essentielle obtenue et la masse du matériel végétal à traiter (**BELYAGOUBI, 2006**). Elles sont exprimées en pourcentage par rapport à 100g de matière sèche selon la formule suivante :

$$R = (V/M) \times 100$$

R : production (ou rendement) d'huile essentielle en ml/100g de MS ;

V : volume d'huile essentielle en ml ;

M : poids de la matière végétal exprimé par rapport à la matière sèche.

III.3 Analyse chromatographique de l'huile essentielle :

Les analyses de la composition chimique de notre huile essentielle du girofle a été réalisée par Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS). Cette dernière est réalisée sur une chromatographie en phase gazeuse de type Pekin Elmer (Claries 600 C, Gas chromatograph) (**Fig.9**) cet appareil est mené d'un ordinateur pour collecter les résultats ou il possède un spectrogramme de référence (bibliothèque) . Cette technique permet de déterminer simultanément le nombre de constituants de l'essence, leurs concentrations en pourcent respectives, et leurs ordres de sorties, qui renseignent sur la volatilité, c'est à dire de leurs masses moléculaires, et de leurs polarités. Cette analyse a été effectuée au niveau de laboratoire de chimie micromoléculaire de l'école militaire polytechnique (ex.ENITA), selon les conditions opératoires suivantes :

Le Chromatographe couplé à un détecteur de spectrométrie de masse (**GC/MS**):

- GC Perkin Elmer 600
- SM Perkin Elmer 600C

Conditions GC

- Colonne de type Rtx-VMS (longueur 60m, diamètre 250 µm).
- Le gaz vecteur utilisé est l'hélium (1ml/min)
- Diviseur d'entrée : 1/100
- Programmation :
40°C pendant 0 (zéro) min, rampe de 4°/min jusqu'à 230°C, pendant 20 min
- Température injecteur : 230 °C

Conditions MS

Ionisation : Impact électronique (70°C)

Mode : full scan

Scan (m/z) : de 40 à 615

Librairie des spectres : type Nist t 2005.



Fig. 9: Appareillage de la (GC-MS) (Originale. 2013)

IV. Matériel utilisé pour l'évaluation de l'activité insecticide d'huile essentielle :

Le matériel utilisé pour cette expérimentation est constitué :

- Des boîtes de Pétri de 9 cm de diamètre
- L'eau distillée
- une balance de précision
- Micropipettes graduées
- pulvérisateur

IV.1 Préparation des différentes doses a testées de traitements

A partir d'huile essentielle obtenue, nous préparons les doses à tester.

Après dilution dans le tween 80(diluée 3%). Nous avons utilisé le tween 80 comme témoin à cause de l'absence de l'activité insecticide et comme diluant pour former des microémulsions et donc homogénéisation de la solution d'huile essentielle

Pour cette substance nous avons utilisé les doses suivantes :

- 1ère dose : 0,25 g de H E + 99,75g de Tween (3% diluée).
- 2ième dose : 0,50 g de H E + 99,5g de Tween (3% diluée).
- 3ième dose ; 0,75 g de H E + 99,25g de Tween (3% diluée).
- Témoin : tween (3% diluée).

IV.2 Application des traitements biologiques

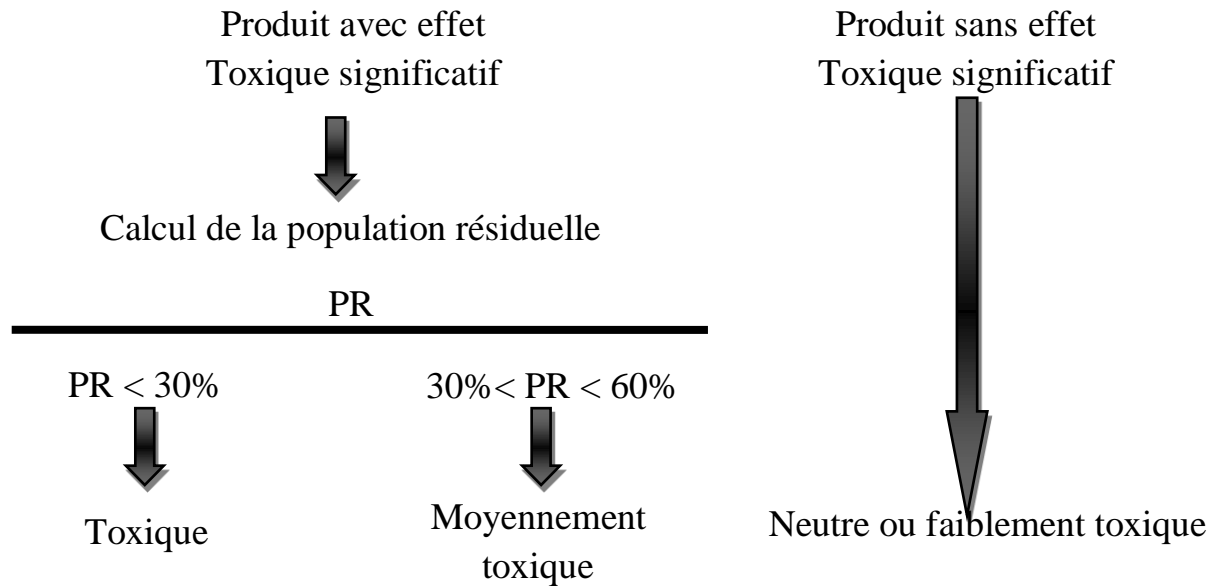
Pour le mode du test, nous avons utilisé le mode directe par contact (pulvérisation). Les traitements ont été réalisés à l'aide d'un pulvérisateur manuel, d'une capacité de 500 ml. Ce matériel a été utilisé pour l'ensemble des traitements en prenant soin de le laver avec de l'eau distillée avant et après chaque utilisation. Dans chaque boîte de pétrie sont déposés 30 individus de l'insecte étudié, Les boîtes de Pétri sont recouvertes immédiatement après traitement afin d'éviter la fuite des individus. Pour les trois doses d'huile essentielle on a utilisé trois répétitions, (même que pour le témoin) Et à la fin on compte les charançons vivants après 24h, 48h, 72h et 96 heure afin d'évaluer la population résiduelle (**Fig.10**).



Fig.10 : Boîtes de pétri, contenant populations de *Sitophilus oryzae* subissant les différentes doses du biocide des clous de girofle. (Originale, 2013)

V. Estimation de la toxicité des traitements :

L'évaluation de l'effet toxique des traitements d'huile essentielle du clou de girofle a été estimée par la comparaison des abondances exprimées en pourcentage des populations résiduelles (PR) selon le test de DUNNETT. Les différents pourcentages de PR obtenus permettent de déduire de la nature de la toxicité des substances contenues dans l'huile essentielle utilisée.



$$PR = \frac{\text{Nb de formes mobiles (NFM) par traitement} \times 100}{\text{Nb de formes mobiles par témoin (eau)}}$$

PR < 30 % Molécule toxique

30% < PR < 60% Molécule Moyennement toxique

PR > 60 % Molécule Neutre ou faiblement toxique

a) -Analyse des résultats obtenus :

L'activité insecticide d'huile essentielle des clous de girofle, a été évaluée par la population résiduelle des individus de charançon. Trois répétitions ont été réalisées afin de déterminer l'effet insecticide, ces répétitions ont été résumées par le calcul de la moyenne. Nous avons utilisé le logiciel (SYSTAT, ver. 12, SPSS 2009), pour pouvoir vérifier l'efficacité de la substance étudiée vis à vis le charançon du riz en tenant compte des concentrations et les dates de traitement. En déterminant la variance à l'aide de l'ANOVA (Analysis of Variance) et le GLM (General Linear Model). Les différences ont été considérées significatives à P < 0.05.

b) - Méthodes de calcul

- Correction de la mortalité (MC)

Les pourcentages de mortalité des individus tués par l'huile essentielle des clous de girofle est corrigés par la formule de *Schneider Orelli* 1965 qui tient compte de la mortalité naturelle (témoin)

$$M_c (\%) = \frac{M - M_t}{100 - M_t} \times 100$$

- M_c : le pourcentage de mortalité corrigé.
- M : le pourcentage de morts dans la population traitée.
- M_t : le pourcentage de morts dans la population témoin.

Les pourcentages de mortalité corrigée sont transformés en probit et représentés en fonction des logarithmes décimale des doses.

- -Analyse de DL50

L'efficacité d'un toxique se mesure par la DL50 selon la méthode de représente la concentration de la substance toxique qui entrainant la mort de 50% d'individus traités elle est déduite à partir de tracer la droite de régression. (**FINNEY, 1971**). Afin d'évaluer les DL50 les pourcentages de mortalités sont transformé à des pourcentages de mortalité corrigés qui sera transformer en probits selon le tableau: 5

Les probits sont représentés graphiquement en fonction de logarithme népérien de la concentration pour évaluer la DL50 correspondant à un probit de 5 (50% de mortalité) pour l'huile essentielle étudiée. Les concentrations sont déterminées à partir de l'équation d'une droite obtenue théoriquement.

Tab 5: Tableau des probits.

%	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0		2.67	2.95	3.12	3.25	3.36	3.45	3.52	3.59	3.66
10	3.72	3.77	3.82	3.87	3.92	3.96	4.01	4.05	4.08	4.12
20	4.16	4.19	4.23	4.26	4.29	4.33	4.36	4.39	4.42	4.45
30	4.18	4.5	4.53	4.56	4.59	4.61	4.64	4.67	4.69	4.72
40	4.75	4.77	4.8	4.82	4.85	4.87	4.9	4.92	4.95	4.97
50	5	5.03	5.05	5.08	5.1	5.13	5.15	5.18	5.2	5.23
60	5.25	5.28	5.31	5.33	5.36	5.39	5.41	5.44	5.47	5.5
70	5.52	5.55	5.58	5.61	5.64	5.67	5.71	5.74	5.77	5.81
80	5.84	5.88	5.92	5.95	5.99	6.04	6.08	6.13	6.18	6.23
90	6.28	6.34	6.41	6.48	6.55	6.64	6.75	6.88	7.05	7.33
	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
99	7.33	7.37	7.41	7.46	7.51	7.58	7.75	7.75	7.88	8.09

I. Résultats et Interprétations :

I.1. Evaluation du rendement de l'huile essentielle :

Le rendement obtenu en huile essentielle des clous de girofle par hydro distillation est de 12,33 %.

I.2. Etude analytique de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* : (Annexe.1)

L'identification des composants chimiques de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* est réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (CG/SM). Les résultats de notre étude sur la composition chimique de cette huile essentielle au (Tab.6) nous présentent le temps de rétention, les noms et les pourcentages des différents composants chimiques identifiés. Il est constaté que l'eugénol est ultra majoritaire dans cette huile essentielle dont le pourcentage est : 84 %, tandis que les fractions d'Acétyleugénol (9,3 %) et la β -caryophyllène (6,5%) se trouvent en petite quantités dans l'huile obtenue avec (0,03 %) d' α -humulène, état de trace (très faible quantités).

Tab. 6: Etude analytique d'huile essentielle de clous de girofle par chromatographie en phase gazeuse couplée (GC/SM).

Le composé chimique	Temps de rétention (min)	La concentration en (%)
Eugénol	43, 69	84
Acétyleugénol	45,77	9,3
β – caryophyllène	40,80	6,5
α – humulène	40,49	0,03

I.3. Évolution temporelle des populations résiduelles du charançon par contact sous l'effet d'huile essentielle des clous de girofle :

L'activité insecticide d'huile essentielle du clou girofle a été évaluée in vitro sur les jeunes charançons du riz (*Sitophilus oryzae*). Les populations résiduelles sont estimées à travers la différence entre la disponibilité des individus avant et après traitement. Une projection a été réalisée en faisant ressortir cette dernière en fonction du temps (Fig. 11).

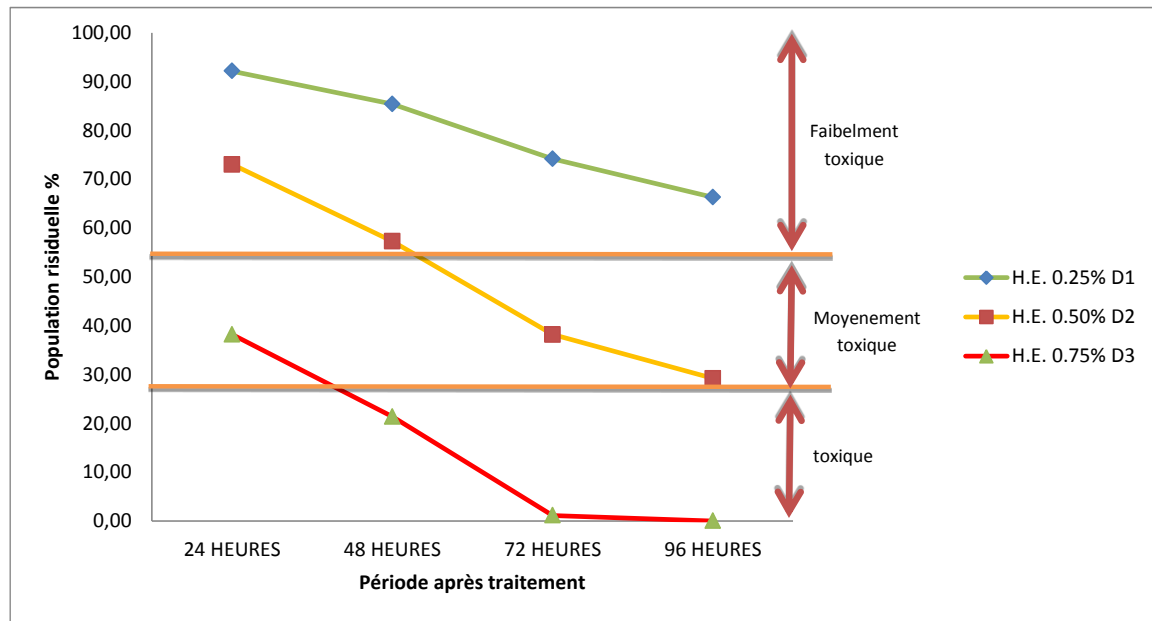


Fig. 11 : Évolution temporelle des populations résiduelles des jeunes charançon du riz par contact sous l'effet d'HE du *Syzygium aromaticum*.

D'après la **Fig. 11** L'évolution temporelle des populations résiduelles montre un effet progressif des trois doses utilisées s'étalant sur une période après traitement de 24 à 96 heures. Cependant, on note que l'huile essentielle appliquée avec la dose D1 (H.E à 0,25%) montre une faible toxicité tout le long du suivi dès les premières 24 h, suivi par la dose D2 (H.E à 0,50%) qui montre une faible toxicité au début de son application pour atteindre une toxicité moyenne à la fin de l'essai. Tandis qu'à la dose D3 (H.E à 0,75%) la toxicité moyenne évolue au début de l'application des traitements (24h) vers une forte toxicité à la fin du suivi (96h).

1-4 Evaluation de l'efficacité des différentes doses du clou de girofle par contact sur les populations résiduelles de *Sitophilus oryzae* :

L'analyse en composantes principales, effectuée avec le logiciel PAST est satisfaisante pour l'ensemble des paramètres étudiés dans la mesure où plus de 90% de la variance sont exprimés sur les 2 premiers axes. Ce test traduit l'effet de chaque dose et exprime sur les deux axes de l'ACP, que les différentes doses ont un effet précoce et différent sur la population de *S. oryzae*. La C.H.A. (classification hiérarchique ascendant) prise à une similarité de (-3), montre l'existence de 2 groupes (**Annexe.2**).

RESULTATS ET INTERPRETATION

La projection sur l'axe 1 (98,57%) indique que les différentes doses de l'huile essentielle de clou de girofle (D1, D2, D3) aient un effet précoce sur la population résiduelle de *S oryzae*. La projection sur l'axe2(1,40) montre que (D3) a un effet important sur la population traitée par rapport à la D1 et la D2 (**Fig. 12.**).

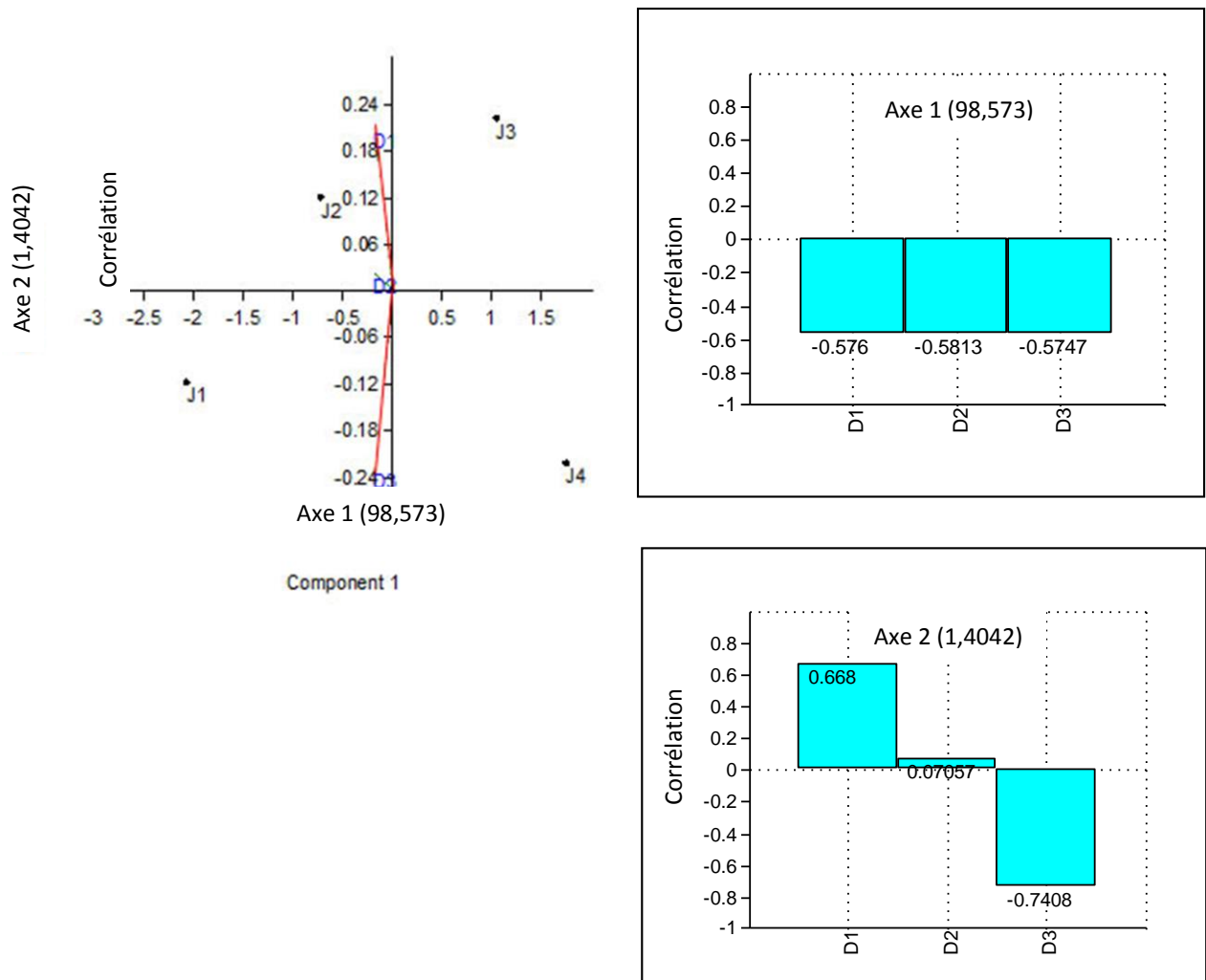


Fig.12: Analyse en composantes principales (A.C.P.) des différentes doses par contact sur les populations résiduelles de *Sitophilus oryzae* en fonction du temps.

I-5. Effets comparés de l'efficacité des différentes doses d'HE de clous de girofle (D1, D2, D3) sur les populations résiduelles de *Sitophilus oryzae* par contact :

Le modèle général linéaire (G.L.M) a été utilisé afin de déterminer l'effet strict de mode de traitement sur les populations résiduelles de *Sitophilus oryzae* en fonction de différentes doses. Ce modèle nous a permis d'étudier l'effet individuel de chaque facteur sans l'intervention des interactions entre eux (**Fig.13**).

À partir des résultats obtenus par ce modèle, nous remarquons que la nature de traitement a montré un effet significatif sur la variabilité des taux des populations résiduelles, ainsi, les facteurs doses et périodes d'application révèlent l'existence d'une différence hautement significative des taux de populations résiduelles avec les valeurs respectives (F-Ratio= 51,91 $p=0,000$, $p<1\%$) et (F-Ratio = 292.003, $p = 0,000$, $p>1\%$)

L'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* se révèle toxique vis-à-vis des populations résiduelles de *Sitophilus oryzae*.

En se basant sur le test de Dunnett, Les résultats de l'effet comparé des différentes doses appliquées lors des traitements montrent que l'huile essentielle appliquée à la dose D3 (H.E à 0.75%) se révèle fortement toxique ($PR<30\%$) par rapport à la dose D2 (H.E à 50%) moyennement toxique ($30<PR<60\%$) et à la dose D1 (H.E à 0.25%) qui paraît faiblement toxique ($PR> 60\%$).

Les résultats mettent nettement en évidence l'importance du facteur temps sur l'efficacité des différents traitements utilisés. Par suite, ces derniers présentent à 24h une faible toxicité sur les populations résiduelles ($PR\leq 60\%$), deviennent moyennement toxiques à 48h puis se rapprochent de la toxicité à 72h et 96 h.

L'interaction des facteurs doses et périodes après traitements nous révèle une efficacité progressive dans le temps allant de la toxicité faible vers la forte toxicité.

RESULTATS ET INTERPRETATION

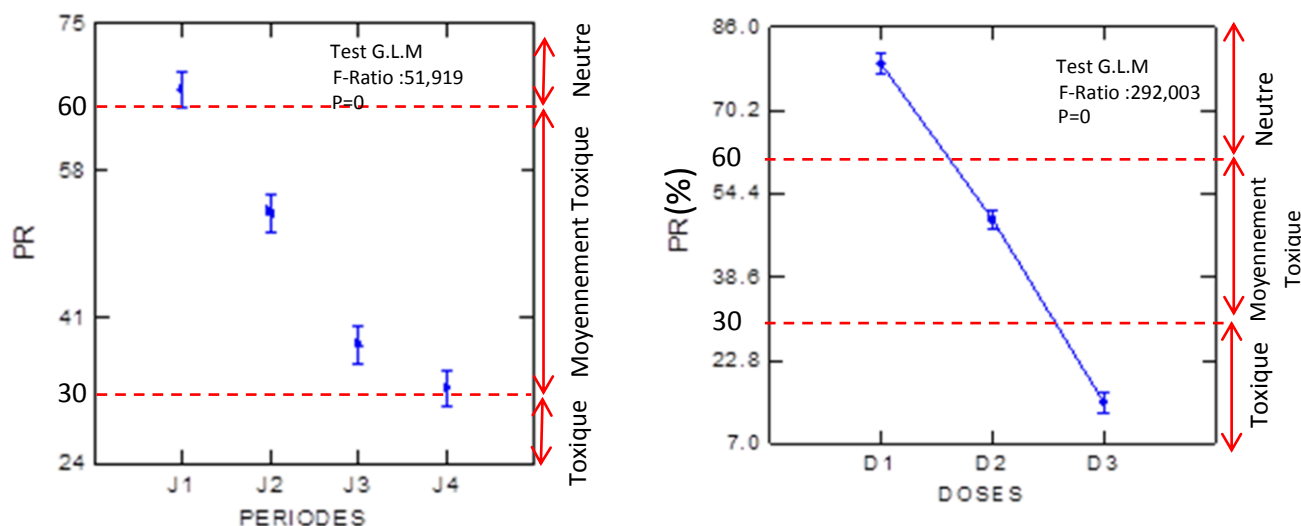


Fig. 13 : Population résiduelle comparée de *Sitophilus oryzae* selon les doses, et la période de suivi par contact.

L'interaction des facteurs doses et périodes après traitements nous révèle une efficacité progressive dans le temps allant de la toxicité moyenne vers une forte toxicité. Cette approche est confirmée par le test de l'analyse de la variance type ANOVA d'où la différence est significative (F ratio =2,595 p=0,044<0,05).

L'effet des doses des traitements à base d'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* sur le taux des populations résiduelles révélé par l'ANOVA varie en fonction du temps. Ainsi, l'application de la dose D3 à 24h présente une toxicité moyenne puis se rapproche de la toxicité à 48h et enfin devient fortement toxique à 72h et 96h, alors que son application à la dose D1 montre une faible toxicité pendant les 4 jours. Cependant, on note que la dose D2 reste moyennement toxique pendant toute la période de l'essai (**Fig.14**) Concernant l'effet temporel les doses montrent une toxicité progressive toute la période du suivi.

L'huile essentielle du clou de girofle montre un pouvoir insecticide. Par ailleurs, nos résultats montrent que l'insecte est très sensible, le taux de mortalité évolue graduellement avec à l'augmentation des concentrations (doses) de la substance d'HE et du temps, Donc, toutes les doses montrent un effet insecticide.

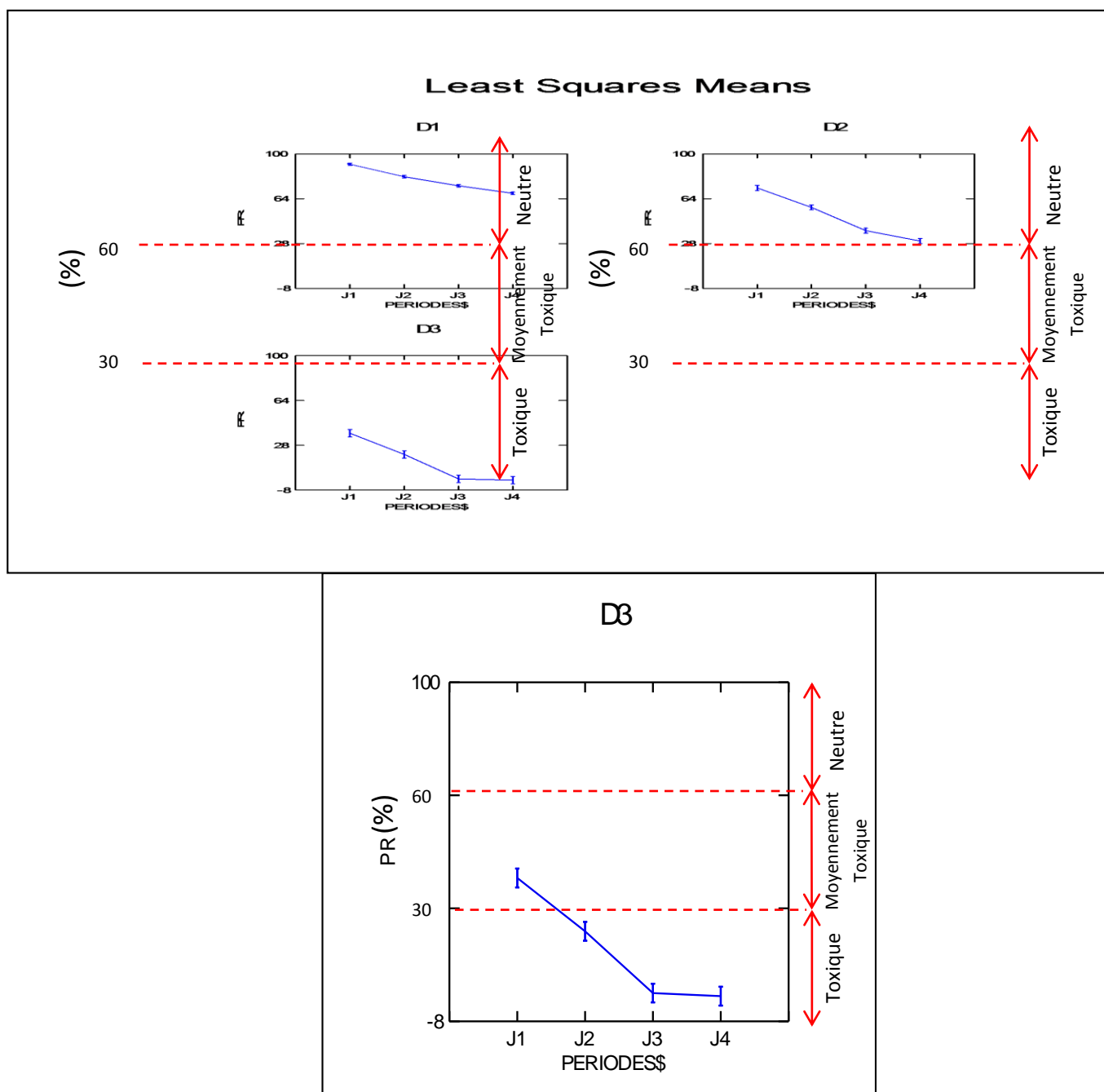


Fig.14 : Graphes du modèle ANOVA appliqué à l'interaction périodes / doses sur les jeunes *S. oryzae* par contact.

RESULTATS ET INTERPRETATION

Analyse de DL 50 :

Nous avons calculé les concentrations létales pour 50% des jeunes individus du charançon (*S.oryzae*) (Tab.5). Les concentrations testées sont très élevées à 24 heures après l'application par contact. Ces concentrations diminuent graduellement du 1^{ème} au 4^{ème} jour.

Tab.7 : Valeurs de concentration létale 50 utilisées par contact en traitement sur les jeunes adultes de *S. oryzae*.

Périodes	DL 50 (g/l)
J1	1,000039
J2	0,492136
J3	0,3629
J4	0,3595

Les DL50 obtenu sont de l'ordre de (1,000039 g/l) le premier jour, suivi par (0,49213609 g/l) le deuxième jour. Pour atteindre des valeurs presque identique le troisième et le quatrième jour (0,36291015 g/l) et (0,35958669g/l) respectivement (Fig.15). Nous pouvons conclure que l'huile essentielle à base de clou girofle a exercé une forte pression insecticide.

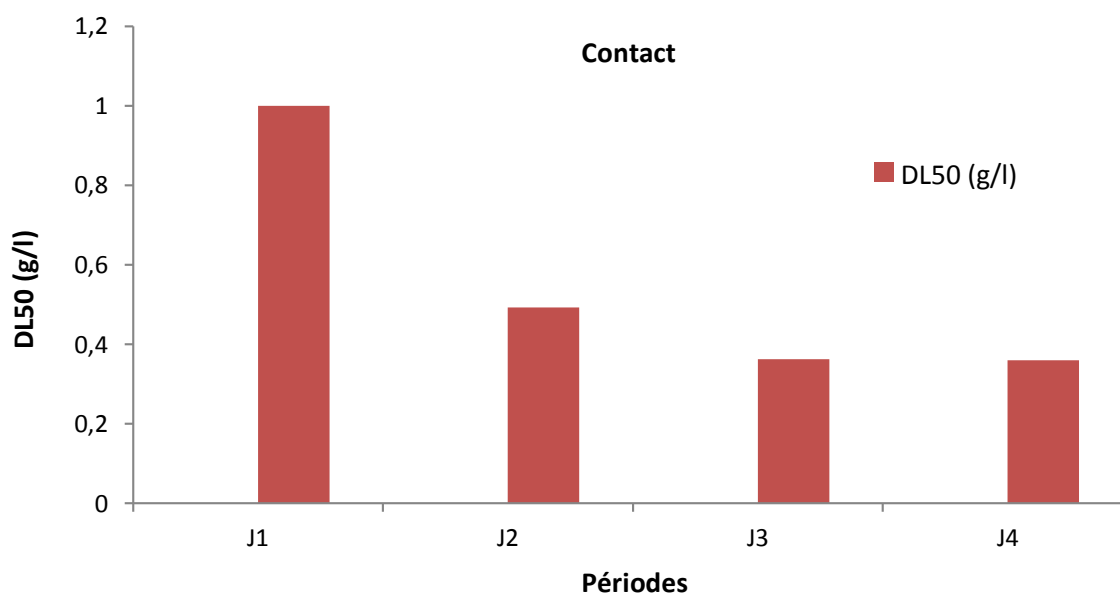


Fig.15. : Variation temporelle de la dose létale 50 (g/l) utilisé contre les jeunes adultes de *S. oryzae* .

Discussion

Les insectes ravageurs des denrées, majoritairement des Coléoptères peuvent causer la perte totale d'un stock. Le moyen le plus courant pour limiter leurs activités est l'usage des pesticides dont les effets indésirables sont malheureusement très nombreux. Les phénomènes de résistance des agents phytopathogènes et des ravageurs aux pesticides ont conduit à utiliser des concentrations de plus en plus fortes de substances actives. Cette augmentation s'est révélée source de désordres écologiques qui ont été qualifiées pour résistance, rémanence, résurgence et rupture des chaînes trophiques (LAHLOU, 2004).

Face à ces profils toxicologiques importants constatés au cours de ces dernières décennies et qui sont liés à l'accumulation des résidus de pesticides, il était urgent de développer des méthodes alternatives.

Cette recherche s'inscrit dans le cadre de la recherche de solutions basés sur des produits naturels pratiques et fiables à court terme pour la protection des denrées stockées contre leurs principaux bio-agresseurs, l'utilisation des extraits des plantes présentent un effet et un intérêt prometteur comme source potentielle de molécules naturelles bioactives. Plusieurs études ont montré que les produits naturels issus des microorganismes et des plantes représentent une importante source de molécules pouvant être exploitées dans différents domaines entre autres la protection de la filière agroalimentaire (FELLAH et al, 2006).

Dans cette étude, un essai de l'efficacité insecticide de l'huile essentielle d'une espèce végétale aromatique, le clou de girofle (*Syzygium aromaticum* (L.). Connu par ses propriétés antiseptiques, antiparasitaires a été réalisé sur des jeunes individus de charançon (*Sitophilus oryzae* L.).

Les résultats de cette étude semblent être intéressants et confirment leur pouvoir protecteur vis-à-vis le bioagresseur ciblé. Toutefois, ils dénotent les aspects suivants :

1. Evaluation de rendement des huiles essentielles :

Les résultats obtenus indiquent que les caractéristiques physiques d'huile essentielle des clous de girofle obtenues après l'hydrodistillation sont identiques à celle de la bibliographie. L'huile essentielle des clous de girofle qui a fait l'objet de notre étude est presque incolore, légèrement jaunâtre lorsqu'elle est fraîchement distillée, elle prend progressivement une teinte brune lorsqu'elle est exposée à la lumière. Son odeur épicée et piquante très caractérisée.

La valeur du rendement (12,33 %) paraît inférieure à celle donnée par **HUGUETTE (2008)** a décrit que l'huile essentielle d'*Syzygium aromaticum* obtenue par distillation à la vapeur d'eau, à partir des clous de girofle séchés, a donné un rendement de près de 20 %. Le rendement en huile essentielle dépend de nombreux facteurs : la qualité de la matière végétale, l'environnement, l'origine géographique, la période de récolte, le mode de conservation des boutons floraux ainsi que la technique et la durée d'extraction (**FELLH et al ,2004**).

D'après les résultats obtenus par CPG/SM nous remarquons que l'eugénol étant le composant majoritaire (84%), Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans la bibliographie. En effet **RAGHAVAN (2007)** et **IQBAL et al.(2006)** suggèrent que l'huile essentielle des clous de girofle est principalement constituée par un phénol c'est l'eugénol (composant majoritaire), accompagné d'acétyleugénol avec les: β -caryophyllène, et de trace d' α -humulène.

2. Evaluation de l'effet insecticide d'HE de *Syzygium aromaticum* par contact :

D'après nos résultats, nous constatons que l'HE testée s'est montrée toxique par contact vis-à-vis de *Sitophilus oryzae*. Cette toxicité varie en fonction des doses utilisées, de temps d'exposition et le mode d'action. Toutes les concentrations testées ont montrés une activité insecticides, la dose D3 (0,75%) a montré l'effet insecticide le plus élevée par rapport à la dose D2 (0,50%) qui est moyennement toxique et la dose D1 (0,25%) faiblement toxique. Comparé au témoin tween 80 (3%) aucune mortalité n'a été enregistrée même après 96 heures.

Les résultats relatifs aux traitements à base de l'huile essentielle de clou de girofle ont montré une toxicité temporelle. Les applications réalisées ont enregistré une efficacité précoce. L'effet choc signalé sur les populations résiduelles à partir de 48 heures s'est accentué au bout de 72 heures. Les mêmes résultats nous ont permis de signaler une gradation de toxicité en fonction de l'augmentation des doses utilisées. L'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* a exercé une forte activité insecticide sur la population *Sitophilus oryzae*. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par :

Cette variabilité de toxicité est due à la présence de composé chimique en grande quantité, il est considéré comme composés majoritaire c'est l'eugénol ou d'autres composés secondaires qui peuvent avoir un effet dans le traitement biologique.

Plus récemment en **2005**, **REGNAULT** démontre que l'eugénol, extrait du clou de girofle (*Syzygium aromaticum*, Myrtacées) est toxique au contact, pour un large éventail d'insectes et peuvent être utilisés comme insecticides d'origine végétale. Il a été également signalé dans les travaux de **HUANG et al., (2002)** que le *Tribolium castaneum*, était moins sensible que *Sitophilus zeamais* lors de l'administration de composés purs d'eugénol.

Selon **INOUYE et al. (1998)** in Benarous (2010), les groupements phénols des plantes aromatiques ont montré une activité inhibitrice particulièrement élevée contre la croissance fongique et la sporulation d'*Aspergillus fumigatus*.

WILSON et al. (2007) signalent que les sesquiterpéniques sont d'excellents inhibiteurs, ils peuvent émaner de la cannelle, clou de girofle, eucalyptus... et dévoilèrent l'efficacité sur *Botrytis cinerea*.

Les plantes aromatiques sont parmi les insecticides les plus efficaces d'origine botanique et les huiles essentielles constituent souvent la fraction bioactive des extraits de plantes (**SHAAYA et al., 1997**).

Selon **PENOEL (1994)**, a montré que la nature antimicrobienne des HE est apparemment avec leur fort contenu phénoliques ont prouvé que plus les teneurs en phénols sont élevé plus les huiles essentielles sont efficaces, et ils ont un large spectre d'activité sur les moisissures, les champignons filamenteux et les insectes.

Selon les travaux de **ELGUEDOUI, (2003)** ; sur l'effet toxique des huiles essentielles de thym par contact sur *Rhyzoperta dominica* ont mené une mortalité de 100%.

PRABUSEENIVASAN et al. (2006), ont montré que l'huile essentielle des clous de girofle inhibe la propagation de quatre bactéries Gram négatif (*Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Proteus vulgaris*) et celle des bactéries (*Bacillus subtilis* et *Staphylococcus aureus*).

IQBAL et al. (2006) aussi ont montré que l'huile essentielle des clous de girofle possède une forte activité antifongique contre *Candida albicans*, *Cryptococcus neoformans* et *Aspergillus fumigatus*.

D'après **SARNI-MANCHADO et CHEYNIER (2006)**, le grand pouvoir bioactif du clou e girofle observé est attribué principalement à sa teneur élevée en eugénol, qui est un monophénol doué de propriétés antiseptiques et il inhibe la croissance des micro-organismes. De même, **KNOWLES et al. (2005)** in **EL AJJOURI et al. (2008)**, suggèrent que l'activité

antimicrobienne des huiles essentielles, en général, est due aux terpènes phénoliques qui agissent en se fixant sur le groupe amines et hydroxylamine des protéines membranaires microbiennes provoquant l'altération de la perméabilité et la fuite des constituants intracellulaires.

D'après **STEWART (2005)** montre que l'huile des clous de girofle possède un pouvoir anesthésique à partir d'une concentration de 15 %, ce pouvoir est dû principalement à son composé majoritaire, l'eugénol, qui est un anesthésique local.

D'après **LALE (1991)**, l'huile essentielle du girofle s'est avérée significativement toxique par contact vis-à-vis *Callosobruchus maculatus* (Bruche de niébé) par contre le test par inhalation semble être moins efficace.

Selon AIBOUD en 2012 a décrit que l'huile essentielle des clous de girofle à un effet très significatif dans la réduction de l'éclosion des œufs de Callosobruchus maculatus, également les traitements par inhalation ont révélé que l'huile essentielle des clous de girofle est toxique vis-à-vis les larves de même insecte, avec 100% de mortalité.

Les molécules aromatiques comme certains alcools: phénols, cétones, aldéhydes, et terpènes produits en permanence par des plantes aromatiques. Plusieurs de ces classes de molécules peuvent être présentes dans une même plante, et vont agir sur le comportement d'un grand nombre d'insectes phytophages par des processus de répulsion ou d'anti appétence (CLEMENT, 1990). Leur toxicité s'exerce de façon sélective sur le système nerveux (neurotoxique), le système reproducteur (reprotoxique) ou le système digestif des bioagresseurs (**SHETTY, 2000**).

Dans l'ensemble des tests réalisés les DL50 paraissent faibles pour la dose du 1^{er} jour et pour le 2^{ème} jour c'est la demi dose du 1^{er} jour, tandis que les deux dernier jours les doses sont presque identique. Tous les résultats montrent un effet bio pesticide de l'HE des solutions appliquées sur le charançon.

L'huile essentielle testée dans cette étude a montré une grande action insecticide vis-à-vis les individus de *Sitophilus oryzae* testés, ce qui démontre que cette huile renferme des molécules bioactives capables d'atteindre les sites cibles des insectes étudiés, L'huile essentielle appliquée par pulvérisation a pu traverser la cuticule des *Sitophilus oryzae*, et sa distribution a été effectuer directement dans l'organisme, d'après **GILBRT et al, 1975** cette distribution s'effectue particulièrement dans les zones les plus lipophiles. L'hémolymphe

véhicule la molécule dans tout le corps de l'insecte (**PADILLA, 1995**). Il a été démontré une accumulation progressive des molécules toxiques dans la corde nerveuse puis dans les corps gras (site à monooxygénase) chez la blatte américaine (*Periplaneta americana* (L)) (**BURT et al, 1971**).

Concernant la différence de toxicité des deux doses par rapport à la dose (D3), pourrait être 'expliquer par la vitesse de métabolisation. On sait que les arthropodes métabolisent en quelques heures la plupart des matières actives des pesticides de synthèse (**SODERLUND et al, 1983**), mais aucune étude n'a encore été faite sur la métabolisation des molécules bioactives des huiles essentielles. Il serait intéressant d'étudier plus finement cet aspect afin d'expliquer le mode d'action et le devenir de ces produits biocides. Nous avons constaté une diminution des taux des populations résiduelles en fonction du temps d'exposition qui s'étale de varie, 24 heures à 96 heures s'explique probablement par la vitesse d'action des molécules bioactives que renferme l'huile essentielle à base de clou girofle.

Nos résultats concordent avec ceux de **BENAMAROUCHE, TAFIFET**, qui ont montré que la concentration pure présente le pourcentage d'inhibition le plus important alors que les autres concentrations ont montré une activité modérée.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

En effet, les substances d'origine naturelle et plus particulièrement les huiles essentielles représentent actuellement une solution alternative de lutte pour la protection des denrées stockées. Leur utilisation a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche cette dernière décennie et a suscité un vif intérêt scientifique traduit par le nombre de travaux traitant de l'efficacité des huiles essentielles dans la protection des grains et des denrées stockées (Shaaya et *al.*, 1997).

Dans le présent travail, l'activité insecticide d'une espèce végétale étudiée, Clous de girofle (*Syzygium aromaticum* (L.) vis-à-vis les jeunes individus du charançon du riz (*Sitophilus oryzae* L.), constitue une étude préliminaire sur la recherche de nouvelles molécules bioactives à intérêt.

Les résultats de cette étude, révèle que cette plante présente des potentialités et pourraient être utilisées et exploitées avec succès pour la gestion des problèmes des denrées stockées, ces problèmes causés par des insectes causant des pertes considérable.

Il apparaît une influence du mode d'extraction a influencé sur le rendement en HE, l'analyse par CPG/SM de l'HE nous a permis de constater la présence d'une importante fraction et une prédominance de composés phénoliques (Eugénol).

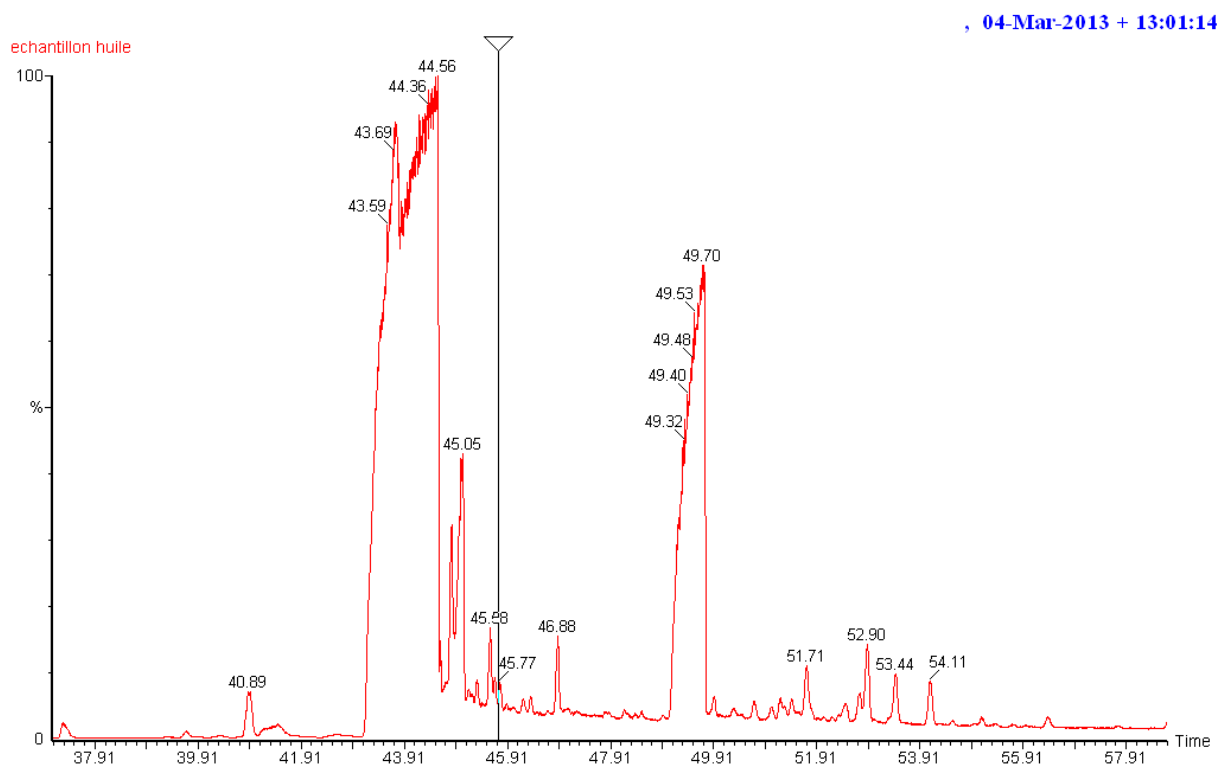
A la lumière de nos résultats obtenus, nous pouvons conclure que l'HE testée avec les différentes concentrations présente une bonne activité insecticide par contact à l'égard de *Sitophilus oryzae*, car elle s'est révélé quantitativement et qualitativement active sur les charançons, se traduisant par une diminution des populations résiduelles en fonction de l'augmentation de temps de traitement. Nous avons constaté une diminution sensible des taux de populations résiduelles entre les premiers 24 heures jusqu'à 96 heures.

A ce stade d'étude, l'insecte a montré une sensibilité accru à cette substance testée, cette sensibilité est en fonction des doses utilisées et des temps d'exposition et de mode d'action. En effet, un taux de mortalité de plus de 50% est enregistré avec la dose létale 0,35 g/l à 96h.

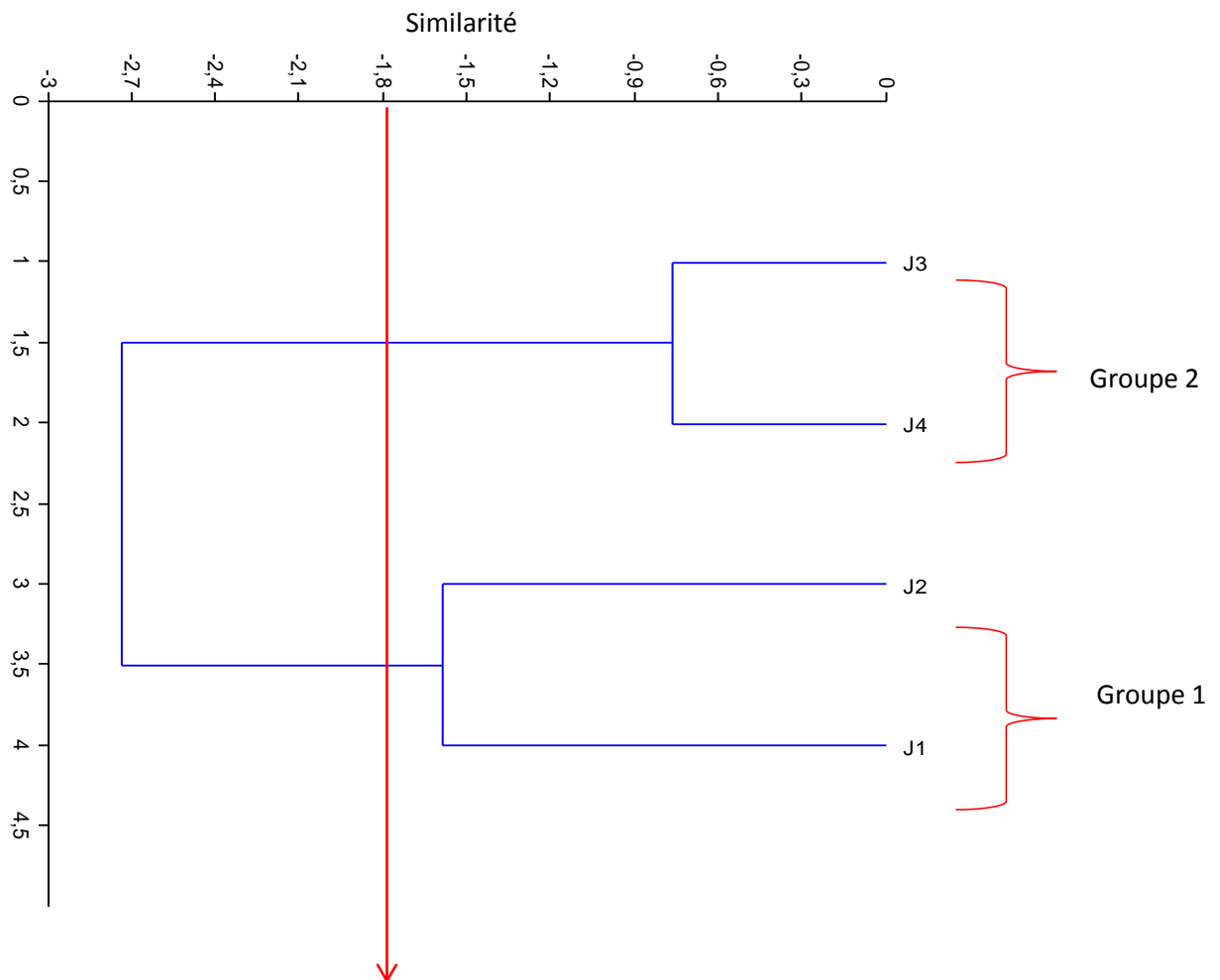
Ce résultat semble très prometteur et nous ouvrent la voie sur la possibilité d'utiliser cette espèce végétale en agriculture biologique.

Ce travail basé sur l'utilisation d'une plante aromatique comme insecticide nous ouvre de larges perspectives d'une part dans le domaine des connaissances fondamentales et d'autre part dans le domaine appliqué, pour ce là nous recommandons des recherches sur:

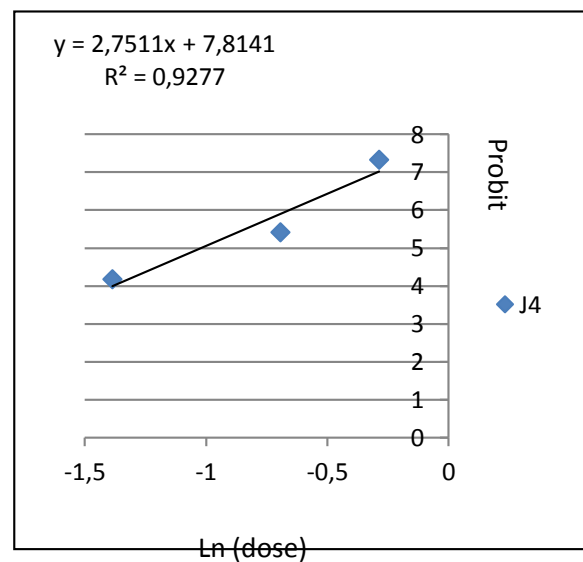
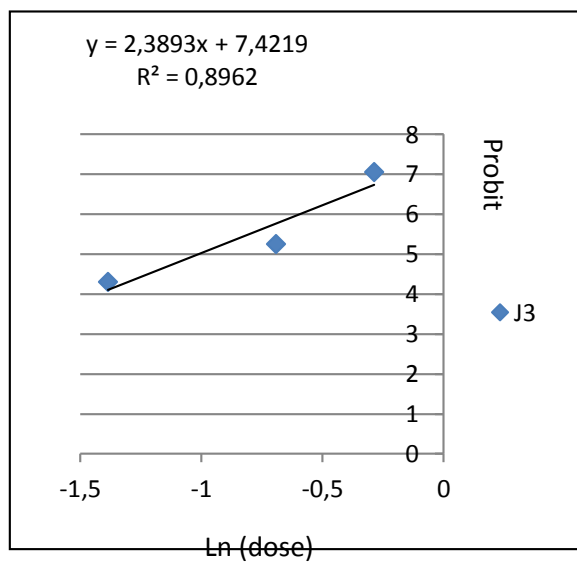
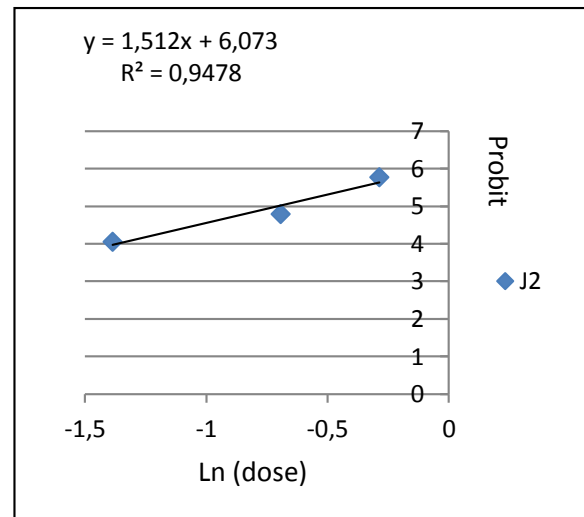
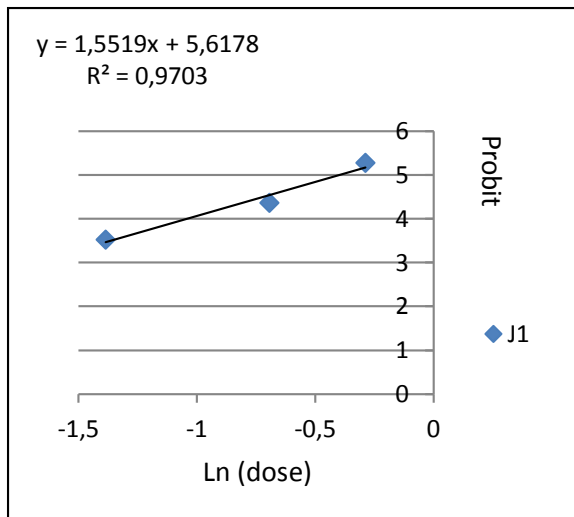
- L'évaluation des effets de notre huile essentielle sur d'autres insectes nuisibles des denrées stockées (*Rhyzoperta dominica*, *Callosobrochus maculatus...* etc.).
- L'évaluation d'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* des effets sur la qualité organoleptique et nutritionnelle du blé.
- L'évaluation d'autres propriétés bioactives de l'huile essentielle des clous de girofle, connaissant sa toxicité par contact, des essais complémentaires par d'autres tests : ingestion, inhalation.
- Utilisation de cette substance végétale en tant que biopesticide dans la protection des denrées stockées contre les insectes a fait l'objet de nombreuses études en condition du laboratoire particulièrement (*in vitro*), des études à grande échelle (*in situ*) seraient nécessaires afin de vérifier leur efficacité en situation de stockage réelle.
- L'évaluation des effets d'autres plantes aromatiques locales et identifier d'autres principes actifs de leurs huiles essentielles sur les insectes nuisibles des grains.



Annexe 1 : chromatogramme de l'huile essentielle des clous de girofle obtenue par GC/SM



Annexe 2 : classification hiérarchique ascendant (C.H.A.) sur le traitement par l'HE de clou de girofle à différentes doses par contact.



Annexe 3 : Efficacité d'HE des clous de girofle contre les jeunes *Sitophilus oryzae* par contact.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AIBOUD K., 2012-** Etude de l'efficacité de quelques huiles essentielles à l'égard de la bruche de nièbé (*Callosobruchus maculatus*) (Coleoptera : Bruchidae) et impact des traitements sur la germination des graines de *Vigna unguiculata* (L.) Walp. Thèse magister en biol et ecol des populations et des communautés, option interaction plante –environnement.59pp.
- ALEM M., 2000** – La conservation et le traitement des denrées stockées. Acte de premier symposium international sur la filière blé 2000 enjeux et stratégie Ed.OAIC. Alger pp 321-329.
- ANONYME, 2005** - Université Pierre et Marie Curie UFR des sciences de la vie. <http://www.museums.org-za/bio/insects/home.htm>.
- ANONYME., 2010**-Source France AgriMer - Marché des Céréales - Avril 2010, reprenant les statistiques du [CIC](#)) wikipedia sur blé.
- ANONYME. ; 2011**- Source: FAOSTAT Interrogation de FAOSTAT du 31 mars 2011.
- ANONYME, 2013** - Hausse de la facture des importations de blé de l'Algérie (le quotidien l'expression. Article de Zouheir Mebarki apparu le 03 Juin d'après source de l'OAIC d'Alger).
- ARTHUR F.H., 1996** - Grain protectants. Current status and prospects for future. Journal of Stored Products Research, 32, 293-302.
- Baltimore 1944**-Jasny Naum, *The Wheats of Classical Antiquity*, J. Hopkins Press.
- BELAICHE 1979**-Traité de phytothérapie et d'aromathérapie.Ed.Maloine S.A. Paris
- BELKHELFA A et SAHI W., 2004** - Contribution à la détermination des critères qualitatifs de quelques variétés de blé dur *Triticum durum* et essai de leur sensibilité à l'attaque du déprédateur primaire *Sitophilus oryzae*. Thèse ing biologie, CQA, Département de Biologie, Université de Blida, 87p.
- BENAMAROUCHE S., 2010** - Pouvoir biopesticide d'une gamme de plantes spontanées à l'égard d'une collection de champignons. Mém. ING. Univ. SAAD DAHLAB de Blida, 145 p.
- BERNARD T., PERRINEAU F., BRAVOR. Et GASSET A., 1988**-Extraction des huiles essentielles (Chimie et Technique).Information chimie,n°298,pp :178-184.
- BOURDEAU A. ; 1988** – Le blé élément fondamentaux de transformation Ed. Masson, 216p.
- BRICH L.C., 1953**. Experimental background to study of distribution and abundance of insectes. Ecol., 34, 4, 698-711.
- BRUNETON J., 1993**-Pharmacognosie, Phytochimie, plantes édicinales,2^{ème}. Ed. Lavoisier, pp :406-435.

BURT P.E., LORD K.A., FORREST J.M. ET GOODCHILD R.E., 1971 - The spread of topically applied pyrethrin I from the cuticle to the central nervous system of the cockroach *Periplaneta americana*. Entomol. Exp. Appl. 14. pp: 255-269.

CHAMP, B. R. et DYTE, C. E. , 1976 : Rapport de l'enquête mondiale de la FAO sur les insectes des céréales entreposées et leur sensibilité aux insecticides, FAO, Rome, 3'74p).

CHEFTEL J.C. et CHEFTEL L.H. , 1977- Introduction à la technique alimentaire Vol 1 Ed . Lavoisier. Paris. 280-284.

CHEMAT F., 2009- Isolation of essential oils.In Essential Oils and Aromas Green Extraction And Applications.Ed. Farid Chemat. Har Krishan Bhalla,India.

CLEMENT J.L., 1990 - Les substances naturelles insecticides des plantes : rôles et utilisations dans la lutte contre les ravageurs des cultures. Insecticide natural substances in plants: roles and uses in the control of crop pests. Ed. CIRAD - Forêt, Montpellier, France. pp: 34-3.

COUPLAN F., 2006- Dictionnaire étymologique de botanique. Edition Delachaux et Niestlé : (50, 83) pp.

CRUZ J.F., TROUDE F., GRIFFON D., HEBBERT J.P., 1988 - Conservation des grains en régions chaudes, 2eme édition, ministère de coopération et du développement, Paris, 554p. D.S.A.S.I, Alger.

DAMASSE L., 2009 - Algérie : Politique agricole et opportunités en amont des filières céréales et lait 05/08/2009 source multiple.

DANIELLE, 2005- guide pratique des huiles essentielles. Ed.Cristal.

DJERMOUN A.E.K.,2009 - Revue Nature et Technologie. N° 01/Juin 2009.

DUCOM P., 1980- Eléments d'écologie. Des stocks et de lutte contre les ravageurs 65-83.In : ACCT 230p.

EL-GUEDOUI R., 2003 - *Extraction des huiles essentielles du Romarin et du Thym. Comportement insecticide de ces deux huiles sur Rhyzopertha dominica (Fabricus) (Coleoptera, bostrychidae).* Thèse ing., E.N.P., El-Harrach, Alger, 76 p.

EL LAKWAH F., 1990 - Fumigation experiments with phosphine in traditional mud silos in Egypt to control stored- product insects. Proceeding 5th international working conference on stored-product protection. Sept. 9-14. Bordeaux. Vol. II, 799-810. Eds: F. Fleurat-Lessard et P. Ducom.

ELZEBROEK A.T.G. et Wind K.; 2008- guide to cultivated plants. Edition CABI; 273.

FEILLET P., 2000 : Le grain de blé. Composition et utilisation. Mieux comprendre. INRA. ISSN: 1144- 7605. ISBN: 2- 73806 0896- 8. p 308

- FELLAH S., ROMADHAN M., ABDERRABA M. ; 2006-** Extraction et étude des huiles essentielles de *Salvia officinalis*. L cueillie dans deux régions différentes de la Tunisie- Journal de la Société Algérienne de Chimie J.Soc. Alger. Chin. ; Vol. 16 ; N 2 ; pp 193-202. 2006).
- FIELDS P., 2001-** Ravageurs des entrepôts des grains et des produits alimentaires. Ed. Centre de recherche sur les céréales. Canada.
- FINNEY D.J, 1971-** Probit Analysis Cambridge : University Press. 333p.
- FLEURAT-LESSARD F., 1990-** Altération dues aux insectes et déprédateurs- présentation aliscope, 90 : 18-24.
- FLEURAT-LESSARD F., 1982 :** Mesure de l'infestation par les insectes. In MULTON, J.L. " Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivés. Lavoisier, Paris 2 : 520-541).
- FOURAR R., 1994 -** Variabilité de la sensibilité variétale du blé tendre à *Sitophilus oryzae* (Col :Curculionidae) dans le grain et de *Tribolium confusum* Duval (col : Tenebrionidae) Dans la farine. Analyse des relations écophysiologiques insectes- grains des grains. Thèse Mag.ScienceAgr.Protec.des Vegt. INA, EL Harrach. Alger : 212p.
- FRANCHOMME P., PENOËL D., JOLLOIS R., MARS J. ; 1995-** L'Aromathérapie Exactement - Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles -, Nouvelles Editions Roger Jollois, Limoges.
- GATE P., 1995-** Écophysiologie de blé, Lavoisier.
- GILBERT M.D. ET WILKINSON C.F., 1975 -** An inhibitor of microsomal oxidation from gut tissues of the honey bee, *Apis mellifera*. Comp. Biochem. Physiol.50. B., pp: 613-619.
- GODON B., 1991-** Biotransformation des produits céréaliers. Ed. Tec et Doc. Lavoisier Paris 688p.
- GUENTHER E., 1972.** The production of essential oils: methods of distillation, enfleurage, maceration, and extraction with volatile solvents. In: Guenther, E. (ed.). The essential oils. History-origin in plants. production analysis. Vol. 1:85-188. Krieger Publ. Co., Malabar, FL.
- GUIRAUD, 1998-** Microbiologie alimentaire Ed. Dunod 648p.
- HAMOUDI S. , 2000.** Extraction des huiles essentielles es du romarin et du thym. Evaluation de leur toxicité vis à vis d'un insecte des denrées stockées. Mémoire d'ingénieur en génie chimique. Eco le Nationale Polytechnique, EI-Harrach, 76 p.
- HANELT P., 2001-** institue of plant genetics and crop plant repsearch, Mansfeld's Encyclopedia of Agriculture crops. Ed Springer: 958.

HUANG Y., HO S., LEE H. C. et YAP Y.L., 2002 - *Insecticidal properties of eugenol, isoeugenol and methyleugenol and their effect on nutrition of Sitophilus zeamais (Motsh) (Coleoptera: curculionidae) and Tribolium castaneum (Coleoptera:Tenebrionidae), Journal of Stored Products Research N° 38, pp. 403-412 .*

HUBERT P., 1984- Recueil de fiches technique d'Agriculture spéciale à l'usage des lycées agricoles à Madagascar.

HUGH T.W. TAN, 2005 - Herbs and spices of Thailand. Ed Marshall Cavendish: 91p.

HUGUETTE M., 2008- Les carnets du goût. La route des épices naturelles. Mélanges des épices. Aromates et condiments naturels.Ed. Sang de la terre : (62,63)pp.

INOUE S., TSURUOKA T., UCHIDA K. ; 2001- Effect of sealing and tween 80 on the antifungal susceptibility testing of essential oils Microbiol. Immunol.45p.

IQUBAL A., Farrruk A., et Mohamed O., 2006- Modern phytomedecine, turning Medicinal plants into drugs. Edition: WILEY VCH: 360 p.

JACOBSEN M., 1989 - Botanical pesticides past, présent, and future. In: insecticide of Plant Origin ACS Symposium Series 387, 1-10.

KNOWLES J .R., ROLLER S., MURRAY D.B. et NAIDO A.S., 2005- Antimicrobial action of carvacrol at different stages of dual, spices biofilm development by Staphylococcus aureus and Salmonella enterica, Serovar thphimurium.Appl. Environ.Microbiol. 71:797-803.

KOSSOU D. et AHON. ; 1993- Stockage et conservation des grains alimentaires tropicaux Ed.Flamboyant, Benin. 125p.

LAHLOU M., 2004 - Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils, Phytother.Res. N°18, pp. 435-448.

LALE N.E.S., 1991- The biological effect of three essential oils on *Callosobrachusmaculatus*(F.) (Coleoptera: Bruchidae) *J.AfricanZool.*,Vol 105: 357- 362.)

LAREDJ H., (2004). Les plantes médicinales: Extracti on des huiles essent ielles et acti vités antibactériennes. Premières journées de pharm acie. Université, Badji Mokhtar -Faculté de Médecine, Annaba (Algérie). 17-29.

LEONARD S. et NGAMO T. ; 2004 - Conseil phytosanitaire interafricain, bulletin d'informations phytosanitaires. Ed. F.A.O Rome, N°44, 58p.

- LEPESME P., 1944** : Les Coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels. Encycl. Entomol. A : 22 – 249).
- MANKIN R.W., 1998**- Thermal enhancement of acoustics detectability of *Sitophilus oryzae* larvae.Ed.USA Departement of agriculteur.
- MANN J., 1987**- Secondary Metabolism. Clarendon press, Oxford, UK.
- MILLS J.T., 1990**- Protection des grains et graines oléagineux stockées à la ferme contre les insectes, les acariens et les moisissures. Minist.Ser.Agrican.Public.49.
- MULTON J.L., 1982**- Conservation et stockage des grains et produits dérivés. Céréales oléagineuses, protéagineuse, aliments pour animaux Ed Techn et document, Lavoisier / A.P.R.I.A., Paris, Vol 1, 576p.
- NAVES Y.R., 1974**-Technologie des parfums naturels,Ed.Masson,Paris.
- NOUDJOU-WANDJI F., 2007**- Utilisation des huiles essentielles pour la protection des grains contre les insectes ravageurs au nord du Cameroun. Thèse de doctorat : Faculté des Sciences agronomiques de Gembloux.
- PADILLA S., 1995** -The neurotoxicity of cholinesterase inhibiting insecticides: past and present evidence demonstrating persistent effects. Inhal. Toxicol. 7. pp: 903- 907.
- PARTHASARATHY V.A., CHEMPAKAM B et ZACHARIAH T,J. , 2008**- Chemistry of spices. Edition CABI: (11,14) pp.
- PENOEL D., 1994** - La médecine aromatique. Research. Mediterranea 1, 24-29.
- Perfumer & Flavorist, 2008**. «New Opportunities in Sensory Innovation for Flavor Ingredients », November.vol.33.
- PEYRON L., 1986**-Parfum, cosmétiques et arômes N° 47,55p.
- PRABUSEENIVASAN S., MANICKKAM J., et IGNACIMUTHU S., 2006**- In vitro antibacterial activity of some plant essential oils. BMC Complementary and alternative Medicine, 6-39p.
- RAGHAVAN S., 2007**- HAND BOOK OF SPICES, SEASONINGS AND FLAVORINGS. Second edition CRC Press; 97p.
- REGNAULT-ROGER C., PHILOGENE B.J.R. et VINCENT C., 2008**- Biopesticides d'origine végétale 2^{ème} édition, Paris Ed : p550.
- Richard H. ; 1974**- Quelques épices et aromates Ed. A.P.R.I. A Paris.056.
- ROBERT & FILS, 2001**- -Pranarôm-Critères de qualité. Http://robertet fils.com.

SARNI-MANCHADO et CHEYNIER, 2006- Les polyphénols en agroalimentaire. Ed TEC and DOC, LAVOISIER : (56,57,60-62,270)pp.

STEWART D., 2005- The chemistry of essential oils, Mad simple. Edition Care Publications: 226 p.

SCHIFFERS B ., 1990- Le point sur les méthodes de lutte contre les ravageurs des grains entreposés en Belgique.Vol.46.N 4, 121- 144.

SCHULTEN G. G. M., 1982 – Rapport d’une mission de consultation sur les pertes alimentaires. Rome, FAO (programme PPA/PFL), 32p.

SHAAYA E., KOSTJUKOVSKI M., EILBERG J. et SUKPRAKARN C., 1997 - *Plant oils as fumigants and contact insecticides for control of stored product insects, Journal Stored Product Research.N° 33, pp 7-15.*

SHETTY K. G., SUBBARAO K. V., HUISMAN O. C., AND HUBBARD J. C. 2000., - mechanism of broccolimediated verticillium wilt reduction in cauliflower. *phytopathology* 90, pp: 305-310.

SIMON H., CADACCIONI P, LECOEUR X., 1988 - Produire des céréales à paille Lavoisier, Paris : 333p.

SODERLUND D.M., HESSNEY C.W. ET HELMUTH D.W., 1983 - Pharmacokinetics of cis- and trans- substituted pyrethrinoids in the american coakroach. *Prog. Pestic. Biochem. Toxicol.*20. pp: 161- 168.

SOEJARTO D. and FARNSWORTH N.R., 1989 - Tropical rainforests: potential sources of new drugs. *Perspectives in Biology and Medicine* 32: 244-258.

TAFIFET L., 2010 - Effet bactéricide fongicide et nématocide un vitro de quatre espèces végétales spontanées. Mém. de Magister, Spécialité : Protection des plantes et environnement. Univ. SAAD DAHLAB de Blida, 164 p.

TALAMI., 2000 - La protection des céréales : clé de l’indépendance. *Mutation n°13.Pp122-123.*).

TEUSCHER E., ANTON R. ET LOBSTEIN A., 2005- Plantes aromatiques épicées, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed TEC and DOC, LAVOISIER : (6,266-272)pp.

TREINER J. 2000-Extrait du Bulletin officiel n° 6 du 12 août 1999, France. 39-143.

[VALNET J., 1984-](#) *L’Aromathérapie*, éd. Livre de Poche.

VINCENT C., 2008- Biopesticides d'origine végétale, p550.

WILKIN D.R et CHAMBERS, 1987- Méthodes of detecting insects in grain. Ann. Conf. Paris. pp. 489-496.

WILSON C.L., SOLAR J.M., EL GHAOUT A. and WISNIEWSKI M.E., 1997 - *Rapid evaluation of plant extracts and essential oil for antifungal activity against Botrytis cinerea. Plant Dis., N° 81, pp. 204-210.*

WIRSTA P., 1996- Evaluation d'une nouvelle méthode immuno-enzymatique destinée à estimer la contamination de lot de blé et de la farine par les insectes .Rev. Ind. Céréale. N° 3, pp. 29 -32

YADI H., 1987-Critères qualitatifs et technologiques associés à la multiplication du charançon de riz, *Sitophilus oryzae(L)* (Coleoptera : Curculionidae) dans un stock de riz paddy au cours de sa conservation en enceintes étanches sous atmosphères modifiées et en conditions de climat tropical. Diplôme Agro. App. Bordeaux 29p.

TABLE DES MATIERES

Introduction générale.....	1
• CHAPITRE I : DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES	
I- Importance du blé.....	4.
I.1- Importance du blé dans le monde.....	4
I-2. Importance du blé en Algérie.....	4
II. Présentation de la plante hôte	5
II.1- Les caractères botanique et morphologique du blé.....	6
II.2 - Composition biochimiques du grain de blé.....	6
III - Stockage et conservation du blé.....	6
IV - Mécanismes de l'altération des grains.....	6
IV. 1 - Causes de l'altération très diverses	7
a)- Biologique.....	7
b)- Microbiologique.....	7
c)- Chimique ou biochimique.....	7
d)- Mécanique.....	7
IV. 2 - Facteurs d'altération.....	7
a)- La durée de stockage.....	7
b)- L'humidité du grain.....	8
c)- La température du grain.....	8
<i>V – Les principaux insectes du stock des céréales.....</i>	<i>8</i>
V.1 - Présentation du ravageur.....	8
V.2- Position systématique et répartition géographique de <i>Sitophilus oryzae</i>	9
a)- La Position systématique.....	9
b)- Biologie et développement de <i>Sitophilus oryzae</i>	10
V.3- Dégâts occasionnés par le ravageur.....	11
V.4- Les différents moyens de lutte contre le charançon du riz	11

a)- Lutte Préventive	11
a.1) -Les mesures d'hygiènes	11
a.2) - la lutte durant l'entreposage.....	11
a-2-1 - Lutte génétique.....	11
a-2-2 - Lutte par piégeage.....	12
a-2-3-Lutte par dépistage.....	12
• Dépistage ordinaire.....	12
• Dépistage par infrarouge.....	12
• Dépistage électroacoustique.....	12
• Méthode immuno-enzymatique.....	12
b- Lutte Curative.....	12
b-1-Lutte physique.....	12
b-2- Lutte chimique.....	13
• Les insecticides de contact.....	13
• Les fumigants.....	13
b-3- Lutte biologique.....	13
VI- Les huiles essentielles.....	14
VI.1 - Historique des huiles essentielles.....	14
VI.2 – Définition.....	15
VI.3 - Production mondiale.....	15
VI.4 - Localisation des huiles essentielles.....	15
VI.5- Composition chimique des huiles essentielles.....	16
a)- Les terpénoïdes.....	16
b) - Les composés aromatiques.....	17
VI.6 - Propriétés physico-chimique des huiles essentielles.....	17
VI.7 - Critères de qualité et toxicité des huiles essentielles.....	17
VI.8 - Procédés d'extraction.....	18

a)- Entraînement à la vapeur d'eau.....	18
b)- Hydrodistillation.....	18
c)- Extraction par solvants non volatils et volatils.....	18
d) - Extraction par dioxyde de carbone supercritique ou liquide.....	18
e)- Extraction par micro-ondes.....	18
VII- Présentation de l'espèce végétale : le clou de girofle.....	19
VII-1- Histoire du clou de girofle (<i>Syzygium aromaticum</i> (L.)	20
VII-2 Production mondiale du girofle.....	20
VII-3 Origine et étymologie.....	20
VII-4 Classification.....	20
VII-5 Culture botanique du clou de girofle.....	21
• Racines	21
• Le tronc.....	21
• Les feuilles	22
• L'inflorescence.....	22
VII-6 Caractéristiques d'huile essentielle du clou de girofle.....	23
VII-7 Utilisation.....	24
• CHAPITRE II : Partie expérimentale (Matériels et méthode)	
<i>I Objectifs</i>	26
II. Matériel biologique.....	26
II.1 Espèce entomologique.....	26
II.2 L'espèce végétale.....	26
III. Matériel de laboratoire.....	26
III.1 Matériel utilisé et mode d'extraction d'huile essentielle.....	26
III.2 Détermination de rendement en huile essentielle.....	28
III.3 Analyse chromatographique de l'huile essentielle.....	29
IV Matériel utilisé pour l'évaluation de l'activité insecticide d'huile essentielle.....	29

IV.1 Préparation des différentes doses a testées de traitements.....	29
IV.2 Application des traitements biologiques.....	30
V . Estimation de la toxicité des traitements.....	30
a) Analyse des résultats obtenus.....	31
b) Méthodes de calcul.....	32
- Correction de la mortalité (MC)	32
- Analyse de DL50	32
 CHAPITRE III : RESULTATS ET INTERPRETATION.	
I. Résultats et Interprétations.....	35
I.1 Evaluation du rendement de l'huile essentielle.....	35
I.2 Etude analytique de l'huile essentielle de <i>Syzygium aromaticum</i>	35
I.3 Évolution temporelle des populations résiduelles du charançon par contact sous l'effet d'huile essentielle des clous de girofle.....	35
I-4 Evaluation de l'efficacité des différentes doses du clou de girofle par contact sur les populations résiduelles de <i>Sitophilus oryzae</i>	36
I-5. Effets comparés de l'efficacité des différentes doses d'HE de clous de girofle (D1, D2, D3) sur les populations résiduelles de <i>Sitophilus oryzae</i> par contact.....	38
• Analyse de DL 50.....	41
• CHAPITRE IV : Discussion	
Discussion	43
1. Evaluation de rendement des huiles essentielles.....	43
2-Evaluation de l'effet insecticide d'HE de <i>Syzygium aromaticum</i> par contact	44
Conclusion et Perspectives.....	49
 ANNEXES	
 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	