

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



**Université SAAD DAHLAB de Blida 1
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des biotechnologies**



**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER ACADEMIQUE EN SCIENCES AGRONOMIQUES**

Spécialité : phytopharmacie et protection des végétaux

**Evaluation de l'activité insecticide de l'huile essentielle des cônes
de pin pignon (*Pinus pinea*).**

Présenté par

CHADOULI Nihad

et

HANNECHE Bouchra

Devant le jury composé de :

Mr MOUSSAOUI K	M .A. A	U.Blida 1	Président
Mme BABA AISSA K	M .A. A	U.Blida 1	Examinatrice
Mr DJAZOULI Z.D	Professeur	U.Blida 1	Promoteur
Mme GUESMI F	Doctorante	U.Blida 1	Co-promotrice

Année universitaire : 2019 /2020

Evaluation de l'activité insecticide de l'huile essentielle des cônes de pin pignon (*pinus pinea*).

RESUME :

Dans ce travail nous nous sommes fixés comme objectif l'évaluation des Potentialités biologiques des composés chimiques de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*. Extraite par hydro distillation.

Les résultats de l'extraction révèlent, que le rendement des cônes de *pinus pinea* est de l'ordre **0,20%**

Cependant, les résultats des analyses chromatographiques (CPG/SM) ont permis d'identifier pour cette espèce étudiée **45** composés.

L'huile essentielle des cônes des *Pinus pinea* sont caractérisées par la prédominance des Composés hydrocarbonés de 84,1%. Les principaux composés chimiques qui constituent la fraction majoritaire de l'huile essentielle de *Pinus pinea* issus des cônes sont au nombre de 11 molécules. Nous notons la présence de :Trans caryophyllène (17,3%), Limonène (9,9%), Oxide de caryophyllène (9,1%), alpha-Humulène 2-phényle méthyle (3,6%), Pinène et Isovalérate (2,1%), Viridiflor (1,6%), Cis-Verbénol (1,5%), Terpinolène (1,2%),Thymyle méthyle oxide(1,1%) et n-Tricosane(1,1%) .

Mots clés : Huile essentielle, *Pinus pinea*, Composés majoritaires, CPG/SM

Evaluation of the insecticidal activity of the essential oil of pine cones (*Pinus pinea*).

Abstract

In this work, we set ourselves the objective of evaluating the biological potential of the chemical compounds of the essential oil of the cones of *Pinus pinea*. The essential oil is obtained by extraction by hydrodistillation. The results of the extraction reveal that the yield of the cones of *Pinus pinea* is about 0.20%.

However, the results of chromatographic analyses (GC/MS) have identified 45 compounds for this species under study.

The essential oils of the cones of *Pinus pinea* are characterized by the predominance of hydrocarbon compound of percentage 84.1. The main chemical compounds that constitute the majority fraction of the essential oil of *Pinus pinea* L. from the cones of the are 11 molecules. We note the presence of: Trans caryophyllene (17.3%), Limonene (9.9%), Caryophyllene Oxide (9.1%), Alpha-Humulene 2-phenyl methyl (3.6%), Pinene and Isovalerate (2.1%), Viridiflor (1.6%), Cis-Verbenol (1.5%), Terpinolene (1.2%), Thymyl methyl oxide (1.1%) and n-Tricosane (1.1%).

Keywords: essential oil, *Pinus pinea*.l cones, Majority compound, GC/MS

تقييم نشاط المبيدات الحشرية للزيت العطري لمخاريط الصنوبر (*Pinus pinea*)

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تقييم الإمكانيات البيولوجية للمركبات الكيميائية للزيت الأساسي لمخاريط *Pinus Pinea*. تم الحصول على الزيت الأساسي عن طريق الاستخلاص بالتقطير المائي، حيث تحصلنا على 20% من محصول مخاريط الصنوبر

ومع ذلك، فإن نتائج التحليلات الكروماتوغرافية (GC / MS) قد حددت 45 مركباً لهذه الأنواع الدراسية.

تتميز الزيوت الأساسية لمخاريط *Pinus Pinea* بغلبة المركبات الهيدروكربونية بنسبة 84.1%. المركبات الكيميائية الرئيسية التي تشكل الجزء الأكبر من الزيت الأساسي *Pinus pinea*. من مخاريط هذه الجزيئات هي 11 جزيئاً في العدد نلاحظ وجود:

Trans caryophyllene (17.3%), Limonene (9.9%), Caryophyllene Oxide (9.1%), Alpha-Humulene 2-phenyl methyl (3.6%), Pinene and Isovalerate (2.1%), Viridiflor (1.6%), Cis-Verbenol (1.5%), Terpinolene (1.2%), Thymyl methyl oxide (1.1%) and n-Tricosane (1.1%).

مفتاح الكلمات: زيت الأساسي، مخاريط *Pinus pinea*، مركبات الأغلبية، CPG / SM

REMERCIEMENT

Avant tout nous remercions le Dieu qui nous a guidés vers le chemin du savoir et qui nous a donné la force et le courage pour arriver à terme de ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à

Notre promoteur, **Mr DJAZOULI Zahr-Eddin** pour avoir accepté de nous encadrer ainsi que pour ses conseils et ses orientations.

Notre Co-promotrice, **Mme GUESMI Fadhila** pour ses conseils et ses orientations.

Les membres du jury : **Mr MOUSAOUI Kamel** de présider le jury, **Mme BABA AISSA Karima** pour avoir accepté d'examiner notre travail.

Nos vifs remerciements à vous les techniciennes de laboratoire.

Nos remerciements les plus sincères et les plus chaleureux vont, également, à toutes les personnes qui ont cru en nous et qui nous ont aidés de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux êtres les plus proches de mon cœur :

Mes chers parents le secret de ma réussite que je ne remerciais jamais assez : leurs aides, l'encouragement, soutiens, sacrifice et leur patience pendant toute ma vie.



A mon très cher mari mon coup de cœur <<HACENE>>, en reconnaissance de son soutien permanent, son aides, ses encouragements et ses conseils ont été pour moi un solide réconfort dans tous les moments.

Mes très chères sœurs :

AMIRA AIDA AYA et NIHALE

Mes beaux-frères : <<KHIR EDDINE >> & << ZAKI >>

Mes chers petits DHiYAE, GhILAS,MASSI &NOUR ELHOUDA

Mes tantes, oncles et cousins

Mon binôme NIHAD pour tous moments qu'on a passé ensembles

Ma Co promotrice G.FADHILA

Mes collègues de la promotion <<PHYTOPHARMACIE>>.

Ainsi qu'a toutes mes amis

Bouchra

Dédicace

Tout d'abord je remercie le bon dieu de m'avoir donné la santé pour réaliser ce travail, lequel je dédie à toutes les personnes qui me sont chères :

A Ma mère

Depuis mon enfance, tu t'es efforcée de m'inculquer les valeurs morales qui sont les tiennes. J'espère que je suis à la hauteur de tes attentes. Que Dieu te bénisse et te donne longue vie afin que tu bénéficies des fruits de l'arbre que tu as planté et entretenu.

A mon grand-père maternel Kader, pour leur affection qui a été d'un grand

Secours au long de ma vie

A ma très chère et unique sœur NADJET, a la qu'elle je souhaite succès et bonheur...

A ma unique tante HAYET et son mari YOUCEF et ses enfants AMIR, MERIEM, ROAA, ANIS

A mon très cher marié KHALED, en reconnaissance de son soutien permanent, ses encouragements et ses conseils ont été pour moi un solide réconfort dans tous les moments ...

A mes chères amies fidèles ; KHAOULA, LATIFA, RABIEA, MERIEM

A mes voisins mes tantes SALIMA et RACHDA.

A mes cousines et mes cousins

A mon oncle SALIM et sa femme DALILA

A mon oncle ABD EL NOUR et sa femme NADJLA

A mon oncles ABD ELRAZAK et sa femme YAMINA

A mon binôme BOUCHRA, et toute sa famille.

A toute la promotion Phytopharmacie 2020.

A tous mes enseignants du cycle primaire à l'université, pour la connaissance que vous m'avez transmis, à vous tous mes respects.



LISTE DES ILLUSTRATIONS ET GRAPHIQUES

N°	Titre	Page
01	<i>Pinus pinea</i> adulte.	15
02	<i>Pinus pinea</i> jeune.	15
03	Différents organes du Pin pignon, A : Le tronc, B : Les aiguilles et les rameaux, C : Les graines, D : Les bourgeons : Cône mur, F : Cône vert (Paquereau, 2016).	16
04	Aire de répartition géographique du <i>Pinus pinea</i> dans le monde (Fady, 2004 in. Draouet, 2015).	19
05	Répartition géographique des plantations du pin pignon en Algérie (Touaba et Alatou, 2018).	20
06	Dispositif de l'expression à froid (CHENNI, 2016).	25
07	Dispositif d'entraînement à la vapeur d'eau (CHENNI, 2016).	26
08	Dispositif d'hydro distillation (PENCHEV, 2010).	26
09	Présentation des limites de la région de Soma.	27
10	Arbre <i>Pinus pinea</i> (Originale).	28
11	les étapes de préparation des cônes de Pin pignon.	29
12	Montage de l'appareil Clevenger du procédé de l'hydrodistillation (Originale).	30
13	Rendement en huile essentielle des cônes de <i>Pinus pinea</i> (Originale)	33
14	Les composés majoritaires de <i>Pinus pinea</i> (Originale)	37

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
01	Composition chimique de l'huile essentielle des cônes <i>de Pinus pinea (Original)</i> .	33-35

Table des matières

RÉSUMÉ	
REMERCIEMENTS	
DÉDICACE	
LISTE DES ILLUSTRATIONS ET GRAPHIQUES	
LISTE DES TABLEAUX	
INTRODUCTION GÉNÉRALE	
CHAPITRE1 : APERÇUS BIBLIOGRAPHIQUES	
I.1.Généralités sur <i>Pinus Pinea</i>	15
I.1.1. Description botanique	15
I.1.2.Classification botanique (Taxonomie) du Pin pignon	16
I.1.3. Aire de répartition géographique	17
I.1.3.1. Aire d'origine	17
I.1.3 .2 . Aire répartition actuelle	18
I.1.4. Utilisations du Pin pignon	21
I.1.5. La valorisation des déchets organiques de Pin pignon	22
I.2. Généralité sur les huiles essentielles	22
I.2.1. Localisation de l'huile essentielle	23
I.2.2. Propriétés physiques et chimiques	23
I.2.3. Importance et utilisation des huiles essentielles	24

I.2.4. Techniques d'extraction des huiles essentielles	24
I.2.4.1. Extraction par solvants	24
I.2.4.2. Extraction par expression à froid des huiles essentielles	25
I.2.4.3. Entraînement à la vapeur d'eau	25
I.2.4.4. Hydro distillation	26
Chapitre 2 : Matériel et méthode	
1. Présentation de la région de collecte du matériel végétale	27
2. Présentation du matériel végétal	27
3. Méthodes d'étude	28
3.1. Préparation des cônes de <i>Pinus pinea</i>	28
3.2. Extraction de l'huile essentielle de de <i>Pinus pinea</i>	28
3.2.1. Technique	30
3.3. Analyse chromatographique des huiles essentielles	30
3.4. Calcul du rendement en huiles essentielles	31
Chapitre 3 : Résultats et Discussion	
1. Résultats	32
1.1 Estimation du rendement en huile essentielle des cônes	32
1.2 Composition chimique de l'huile essentielle des cônes de <i>Pinus pinea</i>	32
2. Discussion	38
2.1 Evaluation du rendement en huile essentielle des cônes de <i>pinus pinea</i>	38
2.2 Composes chimiques majoritaires de l'huile essentielle des cônes de <i>Pinus pinea</i>	38

2.3 Potentialités biologiques de l'huile essentielle des cônes de <i>Pinus pinea</i>	39
2.3.1 Activité insecticide	39
2.3.2 Activité antimicrobienne	40
Conclusion générale	42
Références bibliographiques	43

INTRODUCTION GENERALE

Les plantes aromatiques et médicinales jouent un rôle économique considérable dans plusieurs secteurs, tels que l'industrie cosmétique, l'industrie agroalimentaire et l'industrie pharmaceutique. Les plantes représentent un réservoir immense de composé du métabolisme secondaire qui a l'avantage d'avoir une grande diversité structurale et ils possèdent un très large éventail d'activités biologiques (Cseke et Kaufman, 1999).

Le pin pignon (*Pinus pinea*) est une espèce qui fait partie de la famille des pinacées. Il a un bon nombre de noms différents comme « pin pinier », « pin parasol », « pin de pierre », « pignon » et « pin d'Italie » (Caron, 2018). C'est un conifère bien connu, aussi bien pour sa silhouette particulière que pour ses graines comestibles, les pignons. Son houppier, en boule dans son jeune âge, s'étale ensuite et prend, comme le suggère son nom, un port en parasol.

Cette espèce est utilisée depuis l'antiquité en raison de son importance économique, principalement production de bois et de pignes (Moussouris et Rigato, 1999 ; Calama et al, 2003). Largement appréciées dans les pâtisseries (Calama et Montero 2007) dont plus de 60% de la production mondiale (bois-pignes) est assurée par l'Espagne (Barbeito, 2009).

Le pin pignon est une essence forestière présente en Algérie sous forme de reboisement. Les trois quarts des plantations algériennes sont localisés au niveau de la Wilaya de Constantine (Draouet, 2015)

Les huiles essentielles détiennent actuellement une place importante dans les systèmes de lutte, leur rôle dans la recherche phytopharmaceutique dans certains pays du monde n'est plus à démontrer (Lahlou, 2004) 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 (Isman, 2000).

Dans cet ordre de réflexion, nous avons orienté nos travaux de recherche vers l'exploitation des ressources végétales locales. Malgré l'existence d'une

Bibliographie relativement riche sur le genre *Pinus*, peu de données ont été proclamées sur cette espèce préconisée dans cette étude et sur leurs origines géographiques. Or, la valorisation de cette espèce passe principalement par leur évaluation biochimique et biotechnologique à travers l'extraction, l'analyse et l'identification de leurs constituants composés biactifs. Suite à des bio-prospections nous nous sommes intéressés aux activités biologiques des plantes aromatiques et médicinales.

Chapitre 1 : Aperçus bibliographiques

I.1.Généralités sur Pinus Pinea

I.1.1. Description botanique

Chez les jeunes arbres, le houppier est globulaire, puis il prend une forme de parasol ouverte chez les adultes, qui a fait son nom de Pin parasol. Il peut atteindre 30 m de haut et plus de 6m de circonférence (Tornatora, 1887).



Figure 1 : *Pinus pinea* adulte.



Figure 2 : *Pinus pinea* jeune

Sa durée de vie peut atteindre 200 à 250 ans, mais dans certains endroits, elle peut dépasser 400 ans, (Gonzales Vasquez ,1947 et Feinbrun ,1959).La croissance est monocyclique avec les rameaux primaires est gris verdâtre. Le tronc est généralement unique, droite et robuste. L'écorce est très craquelée, écailleuse, brun-rouge dans le jeune âge puis crevassée en grande plaque gris.

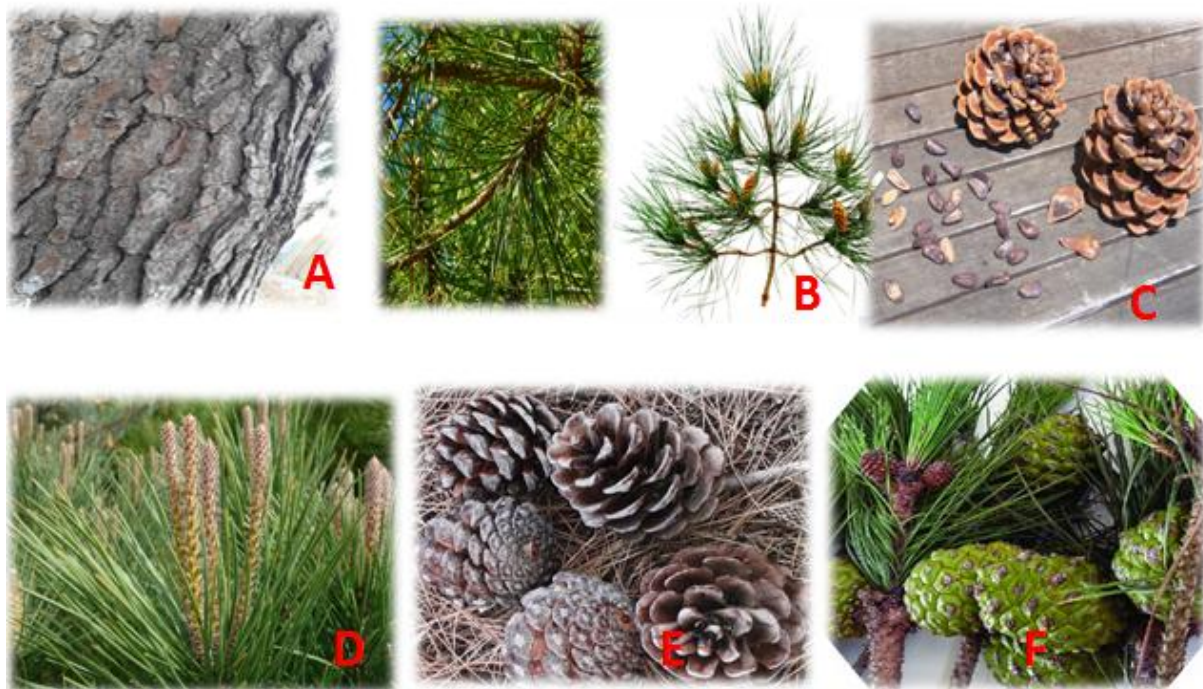


Figure 3 : Différents organes du Pin pignon, A : Le tronc, B : Les aiguilles et les rameaux, C : Les graines, D : Les bourgeons : Cône mur, F : Cône vert (Paquereau, 2016)

Ses feuilles persistantes sont des aiguilles vertes blanches, pointues et durables pendant 3-4 ans. Ils mesurent 10 à 20 cm de long et 1,5 à 2 mm d'épaisseur. Les bourgeons sont cylindriques, pointus, pourvus des écailles brun clair, frangées de blanc ; ils ne sont pas résineux .C'est un conifère monoïque, des inflorescences cylindriques. La période de floraison se situe entre mai et juin. Les cônes sont solitaire (rarement réunies par 2 ou 3) pratiquement sessiles, strobiles ovoïdes à globuleuses, de 8 à 14 cm de long, de 7 à 10 cm de large, vert puis brun et brillant. Mûrs en 3 ans. Les grains sont grousés (16-20 mm), à enveloppe ligneuse, ailes très courte et caduque, donne des amandes comestibles. (Paquereau, 2016)

I.1.2.Classification botanique (Taxonomie) du Pin pignon

Le Pin pignon ou Pin parasol (*Pinus pinea*) est un arbre gymnosperme qui appartient à la famille des *Pinaceae* (sous famille des *Pinoïdæ*). Selon Frajon, (1990) le genre ***pinus*** compte environ 100 espèces. D'après Debazac (1977) divise le genre *Pinus* en deux sous-genres : ***Strobus*** et ***Pinus***. Le sous-genre *Pinus* est à son tour divisé en 6 sections dont la section ***Pinea*** comprenant uniquement l'espèce ***Pinus pinea***

La position taxonomique du pin pignon établie par (Gausсен et al, 1982 et Ozenda, 1991) se résume comme suit par (Adili, 2012) :

Embranchement	Spermatophytes
Sous embranchement	Gymnospermes
Classe	Coniféropsidae
Ordre	Coniférales
Famille	Pinaceae
Genre	Pinus
Espèce	<i>Pinus pinea</i>

Parmi les pins méditerranéens, ***Pinus pinea*** est considéré comme une espèce isolée et difficile à classifier en raison de son incompatibilité au croisement avec tous les autres pins est bien connue et en est la preuve (Mirov, 1967).

I.1.3. Aire de répartition géographique :

I.1.3.1. Aire d'origine :

L'aire d'origine du pin pignon n'est pas définissable avec certitude en raison de la propagation généralisée de cette espèce au fil du temps, elle est généralement considérée comme presque impossible à distinguer de la station locale de la station d'introduction. (Rikili, 1943 ; Francini, 1958). En conséquence, les opinions sont diverses (Agrimi et Ciancio ,1993 ; in, Adili, 2012).

Pour Fenaroli et Gambi (1976), l'espèce est méditerranéenne par excellence : Son aire d'origine s'étend de la Crimée au Portugal et à l'Algérie. Francini (1958) estime que P. Pinea sera une espèce d'origine eurasiennne. Il se développera au tertiaire dans un climat tempéré chaud et humide, puis il migrera vers la région méditerranéenne et sera retenu par les

Tétraploïdes pour s'adapter ne changera pas sa base caractéristique. Rikli (1943), en accord avec (EEG ,1931), affirmant que l'origine se trouverait dans le bassin méditerranéen occidental, en particulier dans la péninsule ibérique, Où le peuplement naturel est la plus importante et l'altitude la plus élevée. Au-dessus du niveau de la mer.

La répartition géographique du Pin pignon semble être soumise à l'impact humain vu son importance économique. En effet, cette espèce anciennement nommée *Pinus domestica* a été largement plantée pour la production des graines autour de la Méditerranée tout au long des temps historiques par les Grecs, les Romains et les Arabes.

I.1.3.2. Aire de répartition actuelle :

On estime que la superficie totale couverte par les forêts de Pins dans le monde est de 600000 hectares (75 % en Espagne, 9 % au Portugal, 8 % en Turquie, 7 % en Italie, 0.5 % au Maroc et le reste en Grèce, Liban, Tunisie et en France). (Seigue, 1985).

P. pinea a été planté dans la région méditerranéenne septentrionale, de la péninsule Ibérique à l'Anatolie jusqu'aux côtes méridionales de la mer Noire, où, dans certains secteurs (Rikli, 1943 ; Critchfield et Little, 1966) (cités par Agrimi et Ciancio, 1993). Cette zone est représentée sur la figure (Figure 4. Répartition du Pin pignon dans le monde).

- **En Turquie**, Les établissements naturels couvrent de vastes zones (Anatolie, Kozak et Smyrne) à proximité de la mer de Marmara, de la mer Égée, du sud-est et du sud de la Turquie.
- **En Grèce**, D'après Sibthorp et Smith, 1813 ; Romanas, 1989, Le Pin *pinus* pousse dans les régions de Crète, de la mer Égée, des Iles Ioniennes et de Marathon.
- **En Italie**, Cette espèce se trouve en abondance sur la côte, en particulier sur les côtes de la Toscane et du Latium.

- **En France**, on le trouve principalement dans les plaines littorales et les collines méditerranéennes, en général à moins de 50 km des côtes et à moins de 600 m d'altitude (Cemagref et O.N. F, 1987).
- **En Espagne**, il couvre une superficie de plus de 442.000 ha, dont Il existe environ 200.000 ha d'origine naturelle. Le Pin pignon, que l'on retrouve dans sa zone optimale ne dépasse pas, généralement, 1 000 m d'altitude. En Andalousie, il pousse au niveau de la mer, dans les régions centrales il s'approche de sa limite écologique en se mélangeant au pin maritime, tandis qu'en basse altitude, il se mélange au pin d'Alep. (Gonzales Vasquez, 1947 cités par Agrimi et Ciancio, 1993).
- **Au Portugal**, la superficie totale du pin pignon est estimée à 7000ha, dont environ 60% sont cultivés dans le département de Setubal (Vacas De Carvalho, 1989) ou les peuplements de Pin pignon occupent une surface de 32090 ha (Alpuim, 1989).



Figure 4 : Aire de répartition géographique du Pinus.P dans le monde (Fady, 2004 ; Draouet, 2015).

En Afrique du nord, l'introduction du Pin pignon en Afrique du nord est relativement récente. Certains auteurs n'ont pas écarté l'hypothèse qu'il existait dans le passé à l'état spontané (Pavari, 1955 ; Feinbrun, 1959).

- **En Tunisie**, Actuellement, il y a environ 20000 hectares de forêts de Pin pignon dans les dunes côtières, dans les subéraies dégradées et dans les maquis, dans les subéraies dégradées et dans les maquis (Aloui, 1988). (Utilisé comme espèce principale dans le reboisement des dunes littorales).

- **Au Maroc**, les plantations de *Pinus pinea* sont principalement réparties dans le nord du pays, le long de la côte. Les activités de reboisement les plus récentes se situent principalement dans les régions de Tanger, Lalach et Tétouan. (Sbay, 1995).
- **Au Liban**, on estime que les peuplements sont d'origine artificielle (Post, 1933 ; Bouvarel, 1950 ; Berjaoui, 1952).
- **En Algérie**, le *Pinus pinea* L. est une espèce artificielle (l'origine des graines est inconnue). (Kadri et al, 2015), Couvrant une superficie totale de 3506 ha. Ces wilayas sont : Constantine, Bouira, Mostaganem, Médéa et Annaba.

Il existe aussi à Relizane, La Mactaa (Oran), ElKala, Djebel Ouache Constantine), Blida, Sétif et Zeralda, (Zandouche, 2001 Inlehout, 2008).citer par (Loullou, 1987).

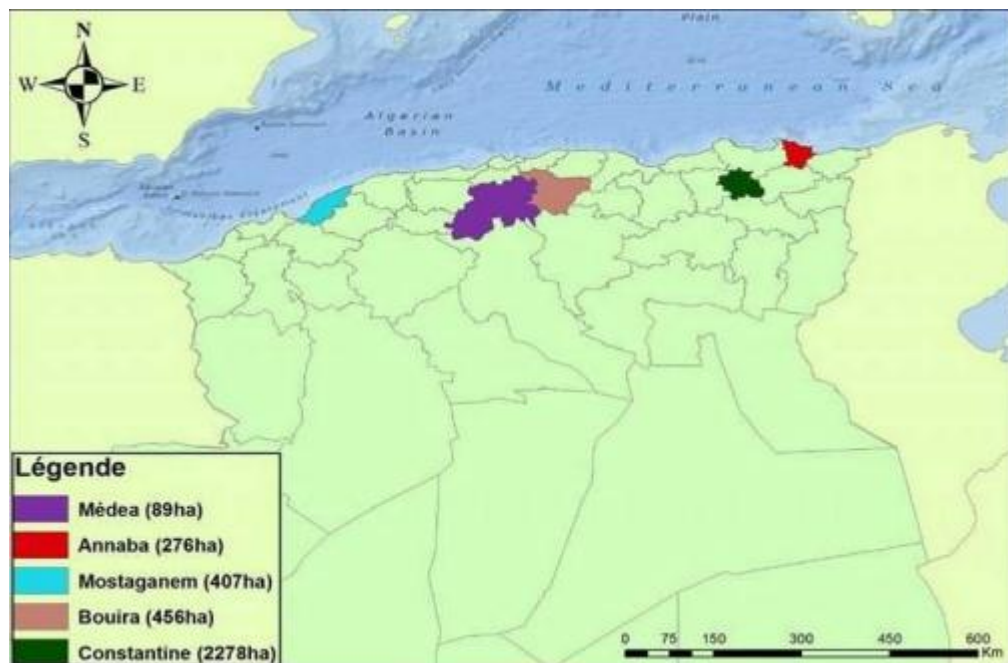


Figure 5: Répartition géographique des plantations du pin pignon en Algérie (Touaba et Alatou, 2018).

I.1.4. Utilisations du Pin pignon

- **Reboisement de protection** : Son système racinaire étant généralement très développé, il joue un rôle extrêmement important dans la résistance à l'érosion et la fixation des dunes de montagne et côtières (Sbay, 2006).
- **Production fruitières** :

Mutke (2005) est montré que la valeur actuelle du pin pignon provient principalement de la production de pignons de pin et non de leur bois. Le rendement moyen des cônes est d'environ 2-3 t / ha / an (Mercury, 1989).

Ses graines, les pignons de pin, ont une agréable saveur de noisette. Ils sont utilisés pour cuire, décorer les salades et même dans les plats qui mêlent douceur et délicieuses sauces. Les noix de pin sont utilisées dans de nombreuses recettes méditerranéennes. Les pins sont riches en nutriments, riches en vitamine B1 et riches en phosphore. (Colonel et al, 2011) citer par (Loullou, 1987).

- **Production ligneuse** : Le bois, très résineux et résistant à l'humidité, est utilisé en menuiserie, comme bois de charpente, de mine et pour la production de cellulose (y compris des pâtes mécaniques). (Rameau et al, 2008)).

Leur production est de 0,5 à 2 m³ /ha/an en moyenne ; 10 m³ en conditions très favorables. La qualité de leur bois : densité sèche à l'air 0,6 (d'autant plus forte que la croissance est meilleure) ; qualité souvent supérieure à celle du pin sylvestre et du pin maritime ; utilisable comme bois d'industrie ainsi que pour la charpente ou la menuiserie, aujourd'hui peu utilisé à cause de la faible étendue des peuplements et peut-être aussi d'un excès de résine. (Daniel, 1982).

- **Le Pin pignon dans l'évolution du paysage** : La forme caractéristique en parasol est très populaire et constitue fortement le paysage de la côte méditerranéenne. La surface importante du houppier des pins adultes en fait un arbre très employé pour aménager des espaces ombragés dans les aires récréatives de la belle vue. La densité du houppier limite le développement du sous-étage, ce qui peut conférer aux peuplements une faible sensibilité aux incendies (Marcel, 2011).
- **Autres usages** : En plus du bois, le Pin pignon peut produire de la résine, du tannin (à partir de son écorce), et une huile que l'on extrait des pignes. Le pâturage peut également procurer quelques revenus. La résine blanche ou jaunâtre est utilisée en parfumerie cité in (Slimani ,2018).

I.1.5. La valorisation des déchets organiques (des cônes de pin pignon)

Nous n'avons longtemps considéré que les déchets comme des matériaux qui ne servent plus et qu'il faut jeter. Il existe quatre façons de se débarrasser des déchets : les jeter, les enterrer, les brûler ou les composter (Berg et *al.* 2009), la production des graines de pin pignon est estimée à 500kg/ha c.-à-d. chaque cône port environ 50 graines et 100 kg de cônes donne en moyen 20kg de graines qui veut dire 80kg des résidus c'est pour cette raison qu'il nous a paru intéressant à valoriser des cônes de cette espèce.

Les déchets organiques et assimilés participent des récents débats mondiaux sur la gestion des déchets en général, la pollution des sols, des eaux et de l'air, l'accès à l'énergie, les changements climatiques, la déforestation, etc., tour à tour comme source de questionnements ou comme éléments de réponse. Ces déchets sont caractérisés par une cinétique de décomposition rapide notamment sous climats intertropicaux, impliquant des risques pour l'environnement et la santé humaine (Tchobanoglous et *al.* 1993) Dans le même temps, ils sont particulièrement adaptés aux processus de valorisation matière/énergie par traitements biologiques, dont le compostage et la digestion anaérobie (Bayard et Gourdon, 2009). La valorisation biologique ou agricole (production d'engrais et de compost et les huiles essentielles) constitue des technologies permettant de transformer les déchets en produits à haute valeur ajoutée en minimisant au maximum les risques de pollution.

I.2. Généralité sur les huiles essentielles

Les huiles essentielles, appelées aussi essences, sont des mélanges de substances aromatiques produites par de nombreuses plantes et présentes sous forme de minuscules gouttelettes dans les feuilles, la peau des fruits, la résine, les branches et les bois, Elles sont présentes en petite quantités par rapport à la masse du végétale. Ceux sont des substances odorantes et très volatiles, c'est-à-dire qu'elles s'évaporent rapidement dans l'air (BEKHECHI et ABDELOUAHID, 2014). Selon AFNOR (2000), une huile essentielle est un produit obtenu à partir d'une matière végétale définie botaniquement, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques : soit par un entrainement à la vapeur d'eau, soit par un procédé mécanique à partir de l'épicarpe pour les citrus, soit par distillation sèche.

I.2.1. Localisation des huiles essentielles

Les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs (BEKHECHI et ABDELOUAHID, 2014). Elles se retrouvent dans des glandes minuscules situées dans différentes parties de la plante aromatique : les feuilles, les fleurs, les fruits, les graines, l'écorce et pour certaines plantes dans les racines (MAKHLOUFI, 2013). Les glandes sécrétrices sont réparties sur l'ensemble de la plante, rares sur les faces supérieures des feuilles et des tiges. Elles sont un peu plus nombreuses sur le dessous des feuilles, mais elles sont abondantes surtout sur le calice des fleurs. D'après DJARRI (2011), la formation des huiles essentielles dans les végétaux est le résultat d'une multitude de réactions biochimiques dont certaines ne sont pas encore élucidées. Les huiles essentielles prennent naissance dans des appareils sécréteurs qui ont une forme variée.

I.2.2. Propriétés physiques et chimiques Les huiles essentielles

Sont des substances liquides à température ambiante, elles sont volatiles, ce qui les différencie des huiles fixes. Elles ne sont que très rarement colorées, leur densité est généralement inférieure à celle de l'eau (les huiles essentielles de saffran, de girofle ou de cannelle sont plus denses que l'eau) (COHEN, 2013). Selon SELLES (2006), du point de vue chimique, les huiles essentielles sont des mélanges complexes pouvant contenir plus de 300 composés différents, ces composés sont des molécules volatiles appartenant pour la grande majorité à la famille des terpènes (PIOCHON, 2008). Les huiles essentielles sont liposolubles, solubles dans les solvants organiques usuels ainsi que dans l'alcool, mais très peu solubles dans l'eau. Il faut donc impérativement un tensioactif pour permettre leur mise en suspension dans l'eau. Elles présentent un indice de réfraction élevé (LAKHDAR, 2015). Selon la voie métabolique empruntée, les huiles essentielles sont constituées principalement de deux groupes de composés odorants, il s'agit de terpènes (mono et sesquiterpènes), et des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (COHEN, 2013), elles peuvent également renfermer divers produits issus du processus de dégradation mettant en jeu des constituants non volatils (BRUNETON, 1999).

I.2.3. Importance et utilisation des huiles essentielles

D'après BELAICHE (1979), l'importance des huiles essentielles n'a pas pu être clairement démontrée. En effet, qu'il s'agit de produits de déchets du métabolisme. Toutefois, certains auteurs pensent que la plante utilise son huile essentielle pour repousser les insectes, ou au contraire pour les attirer et favoriser la pollinisation désertique (BELAICHE, 1979). Certaines huiles essentielles servent à la défense des plantes contre les herbivores, insectes et micro-organismes (KIM et al., 2000). Les huiles essentielles sont utilisées dans plusieurs domaines, les industries de la parfumerie, des arômes et de la cosmétique sont les principales consommatrices d'huiles essentielles. Ce sont en effet les produits de base utilisés, en raison de leur forte volatilité et du fait qu'elles ne laissent pas de trace grasse. Dans l'agro-alimentaire, nous sommes aussi des HE pour incorporer aux aliments des saveurs. Certain nombre d'huiles essentielles possèdent des propriétés médicalement intéressantes, d'où leur utilisation à des fins thérapeutiques. L'activité des huiles réside dans les centaines de molécules chimiques qui la constituent (DEGRYSE et al., 2008).

I.2.4. Techniques d'extraction des huiles essentielles

Il existe plusieurs méthodes d'extraction des huiles essentielles. Le choix de la méthode la mieux adaptée se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire, de l'usage de l'extrait et l'arôme du départ au cours de l'extraction (RAYNAUD, 2006). Les principales méthodes d'extraction sont :

I.2.4.1. Extraction par solvants

C'est une technique qui utilise des solvants comme l'hexane, le toluène ou les dérivés colorés pour extraire l'huile essentielle. Le solvant est ensuite éliminé par distillation. Cette technique ne doit pas être employée si l'huile essentielle préparée est à usage thérapeutique, car il pourrait y rester des traces de solvant. C'est une technique utilisée dans l'industrie des parfums (BEYOULD SI SAID, 2014).

I.2.4.2. Extraction par expression à froid des huiles essentielles

L'extraction par expression à froid est souvent utilisée pour extraire les huiles essentielles des agrumes (fig. 6). Son principe consiste à rompre mécaniquement les poches à essences puis récupérer l'huile essentielle. Cette dernière est séparée par décantation ou centrifugation. D'autres machines rompent les poches par dépression et recueillent directement l'huile essentielle, ce qui évite les dégradations liées à l'action de l'eau (CHAINTREAU et al., 2003).

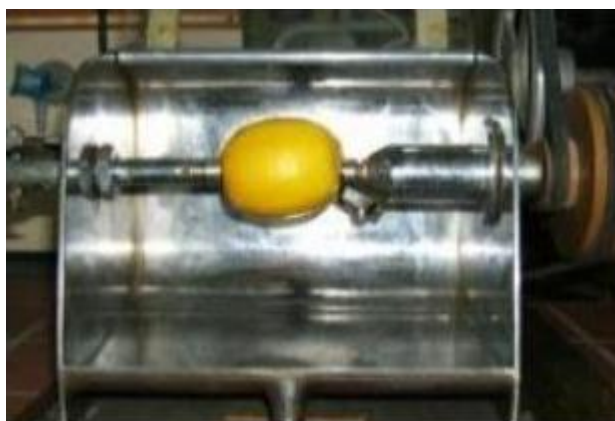


Figure 6: Dispositif de l'expression à froid (CHENNI, 2016).

I.2.4.3. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est une variante plus récente de distillation, dans laquelle il n'y a pas de contact direct entre la matière végétale et l'eau (fig.7). La vapeur d'eau est produite dans une chaudière séparée, puis injectée à la base de l'alambic dans lequel se trouve la plante. La vapeur remonte dans l'alambic et traverse la plante. La vapeur d'eau chargée ainsi d'essence retourne à l'état liquide par condensation. Le produit de la distillation se sépare donc en deux phases distinctes : l'huile et l'eau condensée que l'on appelle eau florale ou hydrolisa (LUCCHESI, 2005).

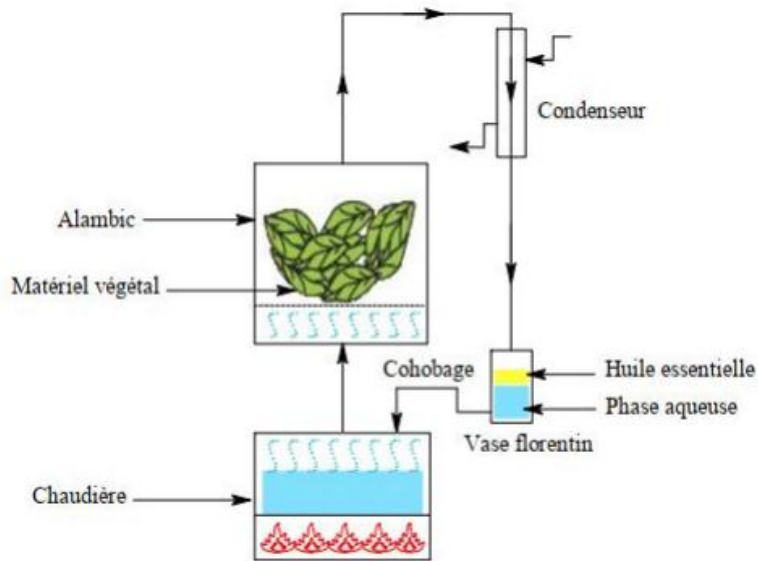


Figure 7 : Dispositif d'entrainement à la vapeur d'eau (CHENNI, 2016).

I.2.4.4. Hydro distillation

L'hydro distillation est l'un des procédés les plus simples et le plus anciens. Il repose sur le fait que la plupart des matières odorantes peuvent être entraînées à la vapeur d'eau. Le procédé consiste à immerger le matériel végétal dans un bain d'eau, le mélange hétérogène est bouilli, et l'huile essentielle est volatilisée puis condensée (fig. 8). Etant donné que ses principaux composés volatils sont insolubles dans l'eau, l'HE peut être séparé par décantation après refroidissement dans un séparateur de phases. C'est une méthode simple et ne nécessite pas un appareillage coûteux (PENICHE, 2010).

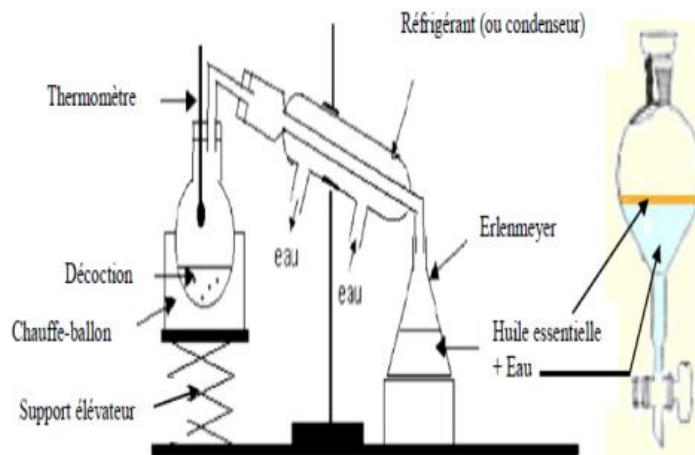


Figure 8: Dispositif d'hydro distillation (PENICHEV, 2010).

Chapitre 2 : Matériel et méthode

Cette étude expérimentale a été réalisée au laboratoire de phytopharmacie et protection végétale de la faculté des sciences de la nature et la vie et de l'univers de l'université Saad dahleb de Blida, pendant la période allant de 20 février à 19 mars 2020.

Notre travail consiste à étudier l'activité biologique des huiles essentielles synthétisées chez le cône de *Pinus pinea*, de la région de SOMAA. L'activité biologique est estimée selon diverses formulations de l'huile essentielle.

1. Présentation de la région de collecte du matériel végétal

Le matériel végétal de la présente étude est échantillonné de la région SOMAA, une commune de la wilaya de Blida en Algérie, située au centre de la wilaya de Blida, à environ 8 km au nord-est de Blida et à environ 44 km au sud-ouest d'Alger et à environ 35 km au nord-est de Médéa. Elle s'étend en écharpe sur 14,02 km². Elle est comprise entre les latitudes 36.5183, Longitude: 2.90528 36° 31' 6" Nord, 2° 54' 19" Est. (Figure, 9)



Figure 9: Présentation des limites de la région de SOMAA .

2. Présentation du matériel végétal

Le matériel végétal, les cônes de *Pinus pinea* utilisé pour l'extraction des huiles essentielles dont l'identification nous a été faite par le Professeur Djazouli Z.E. Ce matériel a été récolté au niveau des allées du département des Biotechnologies de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Saad Dahleb Blida 1, en hiver pendant la phase nouaison et au printemps pendant la phase de floraison.



Figure 10 : Arbre *Pinus pinea* (Originale)

3 .Méthodes d'étude

3.1. Préparation des cônes de *Pinus pinea*

Les cônes ont été récoltés dans notre département entre le mois de Février et Mars et transporté au laboratoire, nous avons séché les cônes dans l'étuve a 90°C pendant 2h, ensuite nous avons écrasé les cônes avec des ciseaux pour obtenir les écailles qui ont utilisé dans notre expérience.



Récoltage



Passage à létuve



Séchage



Pesage des écailles

Figure 11 : les étapes de préparation des cônes de Pin pignon.

3.2. Extraction de l'huile essentielle de de Pinus pinea.

Cette méthode consiste à placé la matière végétale des cônes sèche : 150 g dans 450ml d'eau distillée en utilisant un appareil de type Clevenger selon la méthode préconisée dans la Pharmacopée européenne (Council of Europe, 1996), l'extraction est effectuée durant trois heures, durée nécessaire à l'épuisement de la matière première (environ 90%) en huile essentielle, après on récupère les vapeurs refroidies. Enfin, L'huile essentielle est récupérée et séchée avec du Na₂SO₄, puis placée dans des flacons en verre scellées puis conservées au réfrigérateur à 4°C. Le montage de l'hydrodistillation est représenté ci-dessus (Fig. 15).



Figure 12 : Montage de l'appareil Clevenger du procédé de l'hydrodistillation (Originale)

3.3. Analyse chromatographique des huiles essentielles

L'analyse chromatographique de l'huile essentielle a été effectuée à l'aide d'un chromatographe de type Thermo Electron : Trace GC Ultra équipé d'une colonne capillaire HP-5 (5% diphenyl- 95% diméthyl-siloxane) (30 m x 0,25 mm, épaisseur du film : 0,25µm). L'appareil est équipé d'un injecteur PVT (Température de Vaporisation

Programmée) de type split–splitless. Le mode d'injection est split. Le volume injecté est de 1µl. La programmation de température va de 50 à 300°C avec un gradient de 3°C/min. La spectrométrie de masse est réalisée avec un chromatographe en phase gazeuse de type Thermo Electron Trace MS system. La fragmentation est effectuée par impact électronique d'intensité 70eV. La colonne capillaire est de type HP-5MS (5% diphenyl- 95% diméthyl-siloxane) (30 m x 0,25 mm, épaisseur du film : 0,25µm). La température de la colonne est programmée de 50à300°C à raison de 3°C/min. Le gaz vecteur hélium a un débit de 1,0 ml/min. L'injection est faite en mode split (rapport de fuite : 1/70, débit ml/min). L'appareil est relié à un système informatique gérant la bibliothèque de spectres de masse du National Institute of Standards and Technology (NIST 98). Les composés de l'huile essentielle sont identifiés par les spectres de masse.

L'identification des composants individuels est fondée sur la comparaison des indices de rétention (I_r) calculés, avec ceux de composés authentiques ou des données de la littérature (National Institute of Standards and Technology, 2008), et des bibliothèques commerciales, et par l'analyse de chaque spectre de masse des composés constitutifs.

3.4. Calcul du rendement en huiles essentielles

Le rendement en huile essentielle (RHE) est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue après l'extraction (M') et la masse de la matière végétale utilisée (M). Le rendement est exprimé en pourcentage, il est exprimé par la formule suivante :

$$\text{RHE}\% = (\text{mh} / \text{mv}) \times 100$$

Avec :

RHE : Rendement en huile essentielle en %.

M' : Masse d'huile essentielle en gramme.

M : Masse de la matière végétale sèche utilisée en gramme

CHAPITRE 3 : RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats de caractérisation de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*, extraite par hydrodistillation, sont présentés dans cette partie.

1. Estimation du rendement en huile essentielle des cônes

Les rendements moyens en huiles essentielle ont été calculés en fonction de la matière végétale représentée par des cônes de *Pinus pinea*, réduit en particules concassées par un broyeur à tambour. Le pourcentage obtenu en rendement, pour la même quantité et la même durée d'extraction, est de l'ordre de 0.20 %.(Fig, 10).

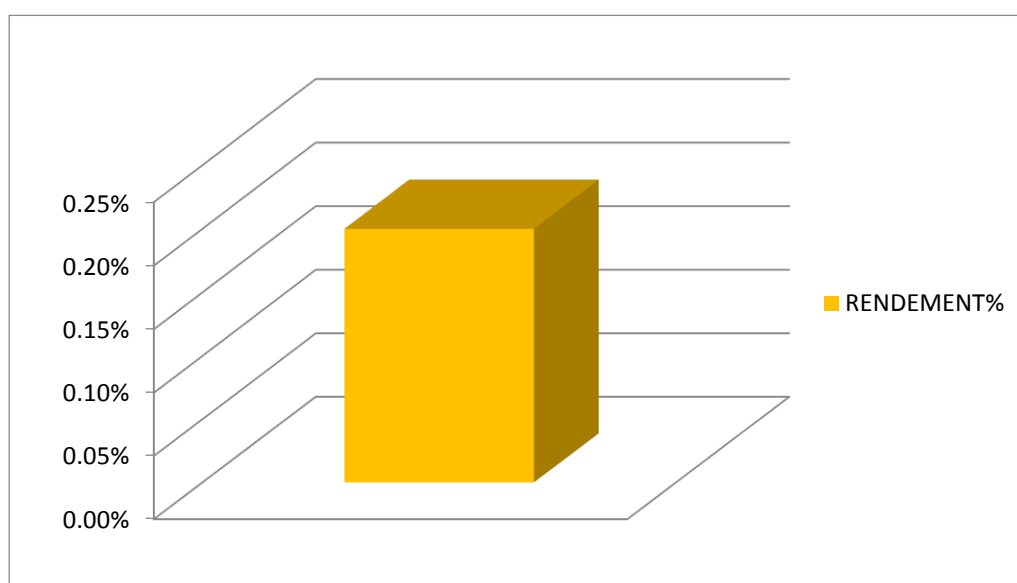


Figure 13 : Rendement en huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*

(Original).

2. Composition chimique de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*

L'identification des constituants d'une huile essentielle est une opération délicate nécessitant l'utilisation, l'adaptation et le perfectionnement des techniques d'analyses ainsi, que la mise en œuvre d'une méthodologie d'analyse rigoureuse

Les huiles essentielles extraites des cônes de *Pinus pinea* sont analysées par CPG/SM. Les analyses ont permis d'identifier pour cette espèce étudiée 45 composés.

Ce dernier représente 88,2% des compositions chimiques des huiles essentielles collectives obtenues (Tableau, 1)

Tableau n°1 : Composition chimique de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea* (Originale).

N	Composés chimiques	Taux
1	α -Pinène	2,1
2	Sabinène	0,5
3	β -Pinène	0,3
4	Myrcène	0,6
5	α -Terpinène	0,2
6	Limonène	9,9
7	β -Phelandrène	0,4
8	Trans-Linaloloxide	0,1
9	p-Cymemène	0,1
10	Terpinolène	1,2
11	Linalool	0,2
12	E-Limonene-1,2-époxyde	0,8
13	Cis-Verbénol	1,5
14	Cryptone	0,2
15	Terpinèn-4-ol	0,2

16	Myrténal	0,3
17	α -Terpinéol	0,1
18	Thymyle methyle oxide	1,1
19	2-méthoxyparacymene	0,1
20	Péryllaldéhyde	0,6
21	Acétate de bornyle	0,1
22	α -longipinène	0,3
23	α -ylangéne	0,2
24	longifolène	0,9
25	Trans caryophyllène	17,3
26	Acétone géranyle	0,2
27	α -Guaiene	0,1
28	α -Humulène 2-phénylméthyle	3,6
29	isovalérate	2,1
30	Germacrène	0,1
31	α -Murolène	0,3
32	γ - Cadinène	0,1
33	Trans- α -Bisabolène	0,4
34	β -Elémol	0,0
35	Oxide de caryophyllène	9,1
36	Globulol	0,2
37	Guaiol	1,0

38	Viridiflor	1,6
39	Humulène époxyde II	0,2
40	α -Acorénol	0,5
41	Acide hexadecanoïque	0,3
42	Oxide de manoyle	0,5
43	n-Héneicosane	0,1
44	n-Docosane	0,5
45	n-Tricosane	1,1
Taux d'identification (%)		88,2
Composés hydrocarbonées (%)		84,1
Composés oxygénés (%)		14,7

Les résultats des analyses chromatographiques (CPG/SM) mentionnés sur le tableau 1 révèlent que :

- Les huiles essentielles des cônes des *Pinus pinea* sont caractérisées par la prédominance des Composés hydrocarbonées de % 84,1. Il est à noter que les constituants monoterpéniques hydrocarbonés majoritaires pour cette espèce est Limonène (**9,9%**) et les constituants sesquiterpène hydrocarboné le plus prédominant est le Trans-Caryophyllène (**17.3%**).
- D'autres composés sont identifiés dans nos huiles il s'agit des composés oxygénés (**14,7%**), et le composé majoritaire est l'Oxide de caryophyllène (**9.1%**)

Les principaux composés chimiques qui constituent la fraction majoritaire de l'huile essentielle de *Pinus pinea* L issus des cônes du sont au nombre de 11 molécules.

Nous notons la présence de :Trans caryophyllène (17,3%), Limonène (9,9%), Oxide de caryophyllène (9,1%), alpha-Humulène 2-phényle méthyle (3,6%), Pinène et Isovalérate (2,1%), Viridiflor (1,6%), Cis-Verbénol (1,5%), Terpinolène (1,2%),Thymyle méthyle oxide(1,1%) et n-Tricosane(1,1%) (Fig ,11)

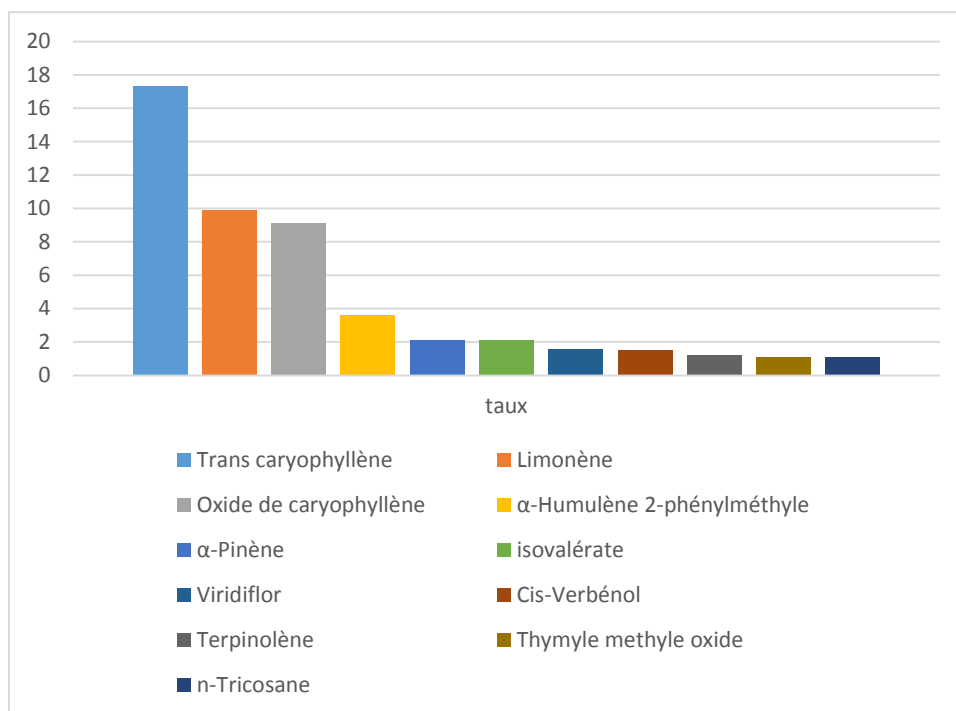


Figure 14 : Les composés majoritaires de *Pinus pinea* (Original).

Discussion

Evaluation du rendement en huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*

Des études récentes ont montré que les produits naturels issus des plantes et les métabolites secondaires représentent une importante source de molécules pouvant être exploitées dans différents domaines entre autres la phytoprotection durable.

Les rendements moyens en huiles essentielles ont été calculés en fonction de la matière végétale représentée par des cônes de *Pinus pinea*, réduit en particules concassées par un broyeur à tambour. Le pourcentage obtenu en rendement, pour la même quantité et la même durée d'extraction, est de l'ordre de 0.20 %.

Les travaux de (Nasri et al, 2011 : Roussis et al. 1995 : Tumen ,2012), confirment les résultats obtenus concernant la quantité des huiles essentielles de la partie aérienne de *Pinus pinea* durant ce travail. Les quantités obtenues par ces trois travaux sont respectivement 0.3% et 0.5 % et 0,4%.

Composés majoritaires chimiques de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*.

Les principaux composés chimiques qui constituent la fraction majoritaire de l'huile essentielle de *Pinus pinea* L issus des cônes sont au nombre de 11 molécules. Nous notons la présence de : Trans caryophyllène (17,3%), Limonène (9,9%), Oxyde de caryophyllène (9,1%), alpha-Humulène 2-phényl méthyle (3,6%), Pinène et Isovalérate (2,1%), Viridiflor (1,6%), Cis-Verbénol (1,5%), Terpinolène (1,2%), Thymyle méthyle oxyde(1,1%) et n-Tricosane(1,1%) .

Des études antérieures ont trouvé des compositions chimiques similaires, pour les huiles essentielles de *Pinus pinea*. Le limonène a été reporté comme étant le composé majoritaire d'un échantillon d'huile essentielle de la Grèce et de quelques échantillons provenant de la Turquie et la Tunisie (Nasri et al. 2011 : Roussis et al. 1995 : Tumen ,2012).

Potentialités biologiques de l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea*

Activité insecticide

L'utilisation des insecticides chimiques contre les insectes ravageurs provoque une contamination de la chaîne alimentaire et l'apparition d'insectes résistants, les producteurs utilisent des pratiques traditionnelles dont les extraits des plantes à effet insecticide et/ou insectifuge pour la conservation des produits agricoles.

Ojmelukwe et Alder, (1999), signalent que **le limonène** composant chimique principal de l'espèce *Pinus pinea* a révélé un effet insecticide intéressant contre *Tribolium castaneum*.

D'après les résultats obtenus par (Amitouche et Rakem, 2017). Pour d'huile essentielle de *P. pinaster* ils ont enregistré un taux de mortalité de 100 % sur les adultes de *T. confusum* qu'à la dose 250 µl après 72 h d'exposition. Cette toxicité de l'huile essentielle de *P. pinaster* peut être due au Pinène alpha (21. 7%), Caryophyllene beta trans (10. 0%), Terpinolene (9. 0%), Phenylthyhexanoate (6. 8%).

En Algérie, aucune étude n'a été réalisée sur l'effet insecticide de *Pinus pinea* nos résultats sont similaires à certains des travaux effectués sur d'autres huiles de genre *pinus* dans le Cadre de contrôle biologique des ravageurs.

Ainsi, l'huile essentielle extraite à partir des plantes méditerranéennes de genre *pinus* sont testées pour leurs effets insecticides à l'égard de *Tribolium confusum*, Bruche du Haricot *Acanthoscelides obtectus* et bruche de la fève *Bruchus rufimanus*. Cette étude est réalisée à travers l'évaluation de l'effet létal sur des adultes (longévité) exposés aux différentes doses d'huiles par trois modes de pénétration à savoir par contact, par inhalation et par répulsif (Bachi et Mahmoudi, 2017)

Il ressort que l'huile essentielle de *Pinus pinsater* par contacte testée exerce un effet insecticide non négligeable vis-à-vis de *B. rufimanus* et ce à forte dose. Elle pourrait avantageusement être utilisée comme bio-insecticide pour conserver les graines de

Vicia faba. Cet effet insecticide est lié à plusieurs paramètres comme la dose d'huile utilisée et la durée d'exposition. (Bachi et Mahmoudi, 2017)

D'autre part l'huile utilisée exprime une importante toxicité par inhalation, en effet, elle réduit la durée de vie des adultes mâles diapausants de *B. rufimanus* d'une manière très hautement significative au fur et à mesure que la dose et la durée d'exposition augmente. À la plus forte dose l'huile enregistre une mortalité totale des mâles de *B. rufimanus* après 24H d'exposition. (Bachi et Mahmoudi ,2017)

Le test de répulsion montre que l'huile essentielle de *P. pinaster* est très répulsive vis-à-vis les adultes diapausants à la petite dose qui est 0,5 µl. Par ailleurs, ils constatent que le calcul du pourcentage de répulsion par la méthode de (Donald et al. 1970), permet d'avancer que l'huile essentielle de *P. pinaster* (90 %) est très répulsive. Ils ont constaté aussi que durant leur expérimentation, le mode d'action de nos huiles essentielles est différent. Dans le cas de l'huile essentielle de *J. phonecea* les insectes sont morts sur place. Par contre pour l'huile essentielle de *Pinus pinaster* nous avons constaté d'abord un blocage de l'activité motrice de l'insecte. Nous pensons que ces huiles essentielles ont agi sur le système nerveux de *T. confusum*. L'évaluation des huiles essentielles par inhalation de *Pinus pinaster* a donné des résultats faibles en comparaison avec ceux obtenus avec d'huile essentielle de *J. phonecea*.

D'autre résultat mentionné que l'effet des huiles essentielles testées par répulsion sur les adultes de ce bruche *A. obtectus* est moyennement répulsif pour l'huile essentielle de pin sylvestre avec un taux moyen de répulsion de 47%. Ces huiles exercent aussi un effet par inhalation à l'égard des bruches en fonction de la dose et la durée d'exposition, la mortalité maximale enregistrée est de 100% à la dose de 0,5µl après 96h pour l'huile essentielle de pin sylvestre. (Seddi et Sellah ,2015).

Activité antimicrobienne :

Depuis l'Antiquité, des extraits aromatiques de plantes ont été utilisés dans le processus de lutte contre les maladies infectieuses.

Fekih ,2015 Signale que le α -Pinène composant chimique principal du genre *pinus* a révélé une activité antibactérienne intéressante contre les bactéries à Gram +.

Une étude a été réalisée en Laboratoire Antibiotiques, Antifongique de Université de Tlemcen, sur les propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre pinus poussant en algérie.(Fekih ,2015) Les résultats de l'effet antimicrobien des huiles essentielles des parties aériennes de *Pinus pinea*, *Pinus pinaster* et *Pinus halepensis* contre les souches des bactéries à Gram négatifs, Gram positifs et les *candida albicans* par méthode de diffusion est montré une activité moyenne vis-à-vis des bactéries à Gram-négatif (zone d'inhibition de 12mm et 10 mm) pour l'huile essentielle de *Pinus pinea* et *Pinus halepensis* respectivement, aussi l'huile essentielle de *Pinus halepensis* montre un effet inhibiteur moyen contre *A.baumannii*. Ils remarquent aussi que les trois huiles n'ont montré aucun effet contre *P.aeruginosa*, *S. typhimurium*, *E. coli*, *E.cloacae*, *C. freudii*, *P. mirabilis*

De plus, l'huile essentielle de *Pinus pinaster* montre aussi une activité moyenne vis-à-vis de souche bactérie à Gram-positive *Enterococcus faecalis* (zone d'inhibition de 12 mm .L'activité antibactérienne de l'huile essentielle de *Pinus halepensis* de Ghazaouet (Ouest du Nord de l'Algérie) est évaluée contre quatre souches de bactéries : *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli* et *Bacillus cereus* (AbiAyad al . ,2011) L'huile est inefficace sur l'inactivation de *Pseudomonas aeruginosa* et *Escherichia coli*. La variation de la composition chimique de l'huile essentielle pourrait être responsable de ces différences d'activités antibactériennes.

L'activité antifongique de l'huile essentielle de la partie aérienne de *Pinus halepensis* montre une inhibition moyenne contre *Candida albicans* ATCC 10231 avec des zones d'inhibition de 11 mm, aussi une activité modérée est observée pour l'huile essentielle de *Pinus pinea* contre *candida albicans* ATCC 26790 avec un diamètre d'inhibition de 12. mm. Par contre, une bonne activité est remarquée vis-à-vis *Candida albicans* ATCC 444 de l'huile essentielle de *Pinus pinea* et *Pinus. halepensis* (23mm et 20mm respectivement) aussi une forte activité de l'huile de *P.halepensis* contre *Candida albicans* ATCC 26790 (16 mm) est observée .Ce dernier est plus intéressant que celui publié dans la référence. (AbiAyad et al. 2011)

Les résultats d'évaluation de la sensibilité des bactéries choisies vis-à-vis des huiles essentielles des racines de *P.pinea*, *P.pinaster* et *P.halepensis* provenant des stations de Nedroma est montré que les souches bactériennes à Gram (+) testées sont très

sensibles aux huiles essentielles de trois *Pinus*, notamment pour *Bacillus cereus* (ATCC 11778), *Listeria monocytogenes* (ATCC 19115) et *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923). En revanche, les trois *Pinus* n'ont pas révélé le même pouvoir antibactérien contre l'ensemble des souches à Gram (-) testées qui sont *Klebsiella pneumoniae* (ATCC 70063) et *Escherichia coli* (ATCC 25922).

D'autre part, les huiles essentielles des racines des *Pinus* étudiées, ont été testées contre trois levures. Les huiles essentielles de *P. pinea* et *P. pinaster* se sont révélés efficaces contre *Candida albicans* (ATCC 26790) et *Candida albicans* (ATCC 444) pour un diamètre d'inhibition valant de 14 à 25 mm. Mis à part l'huile du *P. halepensis* qui s'est montrée inefficace. *Candida albicans* (ATCC 10231) s'est dévoilé être résistance pour les trois l'huile essentielle.

Il est à noter que l'activité antimicrobienne d'une huile essentielle est due, principalement, à sa composition chimique, et en particulier, à la nature de ses composés majoritaires (Lawrence, 1993, Dorman ,2000). Elle peut être attribuée, aussi, à une ou plusieurs molécules, présente(s) en faible(s) proportion(s) dans les huiles essentielles (Belaiche, 2000 ; Tzakou ,2007).

Conclusion générale

L'Algérie dispose d'une grande biodiversité floristique à laquelle s'ajoute une tradition séculaire de pharmacopée traditionnelle. Les biomolécules d'origine végétale représentent un potentiel inestimable pour la découverte de nouvelles sources de substances qui peuvent avoir une utilisation thérapeutique comme alternatives les antibiotiques de synthèse.

Au cours de ce travail, nous avons investigué une plante à la recherche de molécules ou de consortium de molécules utilisables dans divers secteurs de la biotechnologie. Dans cette bio-prospection un candidat a été sélectionné pour l'investigation des substances naturelles qu'elle synthétise à savoir : *Pinus pinea*, connue sous le nom de Pin parasol.

L'extraction, la caractérisation, des huiles essentielles des cônes de *Pinus pinea* a été réalisé

L'analyse de ces HEs par CG-SM a révélé la présence d'un mélange complexe de familles chimiques représentées par des variations qualitatives et quantitatives . Des composés volatiles majoritaires sont détectés selon une gradation descendante à savoir : Trans caryophyllène (17,3%), Limonène (9,9%), Oxyde de caryophyllène (9,1%), alpha-Humulène 2-phényl méthyle (3,6%), Pinène et Isovalérate (2,1%), Viridiflor (1,6%), Cis-Verbénol (1,5%), Terpinolène (1,2%), Thymyle méthyle oxyde(1,1%) et n-Tricosane(1,1%) .

Au terme de cette étude et à travers les résultats obtenus l'huile essentielle des cônes de *Pinus pinea* peut servir sans doute comme base de lutte biologique.

Références bibliographique

- **AbiAyad M., AbiAyad. F.Z., Lazzouni H.A., Rebiahi S.A.**, Antibacterial activity of *Pinus halepensis* essential oil from Algeria (Tlemcen). *Journal Natural Product Plant Ressource*, 2011, 1: 33-36)
- **Adili B.**, 2012. Croissance, fructification et régénération naturelle des peuplements artificieles de Pin pignon (*Pinus pinea*, L) au Nord de Tunisie thèse doc, 216 p
- **Agrimi M., CIANCIO O.**, 1993. Le Pin pignon (*Pinus pinea* L.). *Silva Mediterranea*. p155. Rome (Italy).
- **Aloui A.**, 1988. Sylviculture du Pin pignon en Tunisie. I.S.P. deTabarka. Rept. FAO-Silva Mediterranea : Réseau "Pin pignon".
- **Alpuim M.**, 1989. Perspectivas actuais para o melhoramento da *Pinus pinea* L. I.N.I.A., Portugal.American avocet and the black-necked stilt.
- **Amitouche, T., & Rakem, B. (2017)**. *Effet insecticides de deux huiles essentielles à l'égard d'un insecte ravageur Tribolium confusum (Coleoptra:Tenebrionidae)* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri),.
- **ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION (AFNOR), 2000**. Recueil des Normes Françaises « huiles essentielles ». Tome 2 : Monographie relative aux huiles essentielles. Ed. AFNOR. Paris.
- **Bachi, B., & Mahmoudi, N. (2017)**. *L'effet insecticide de l'huile essentielle du pin maritime (Pinus pinaster) sur la longévité des adultes mâles de la bruche de la fève Bruchus rufimanus durant la période de diapause* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri)
- **Bayard R., Gourdon R.** Traitement biologique des déchets. Techniques de l'Ingénieur. G2-060. 2: 4
- **Bayard. R, Gourdon.R.**, 2007. Traitement biologique des déchets. Edition : Techniques de l'ingénieur. P 1-23.
- **BEKHECHI, C. ABDELOUAHID, D., 2014**.les huiles essentielles. Office des publications universitaires p 55

- **Belaiche T., Tantaoui-Elaraki A., Ibrahimy A.**, Application of a two levels factorial design to the study of the antimicrobial activity of three terpenes. *Sciences Des Aliments*, 1995, 15(6): 571-578.
- **BELAICHE, P., 1979.** Traité de phytothérapie et d'aromathérapie. Tome 1 :l'aromatogramme. Ed. Maloine, Paris.
- **Berg.LR, Raven.P.H, Hassenzahl.D.M.**, 2009. Environnement. Edition : De Boeck, Bruxelles. 605-619
- **Berjaoui A.**, 1952. La distribution des essences forestières au Liban. *Revue Forestière Française* 4: 833-837.
- **BEY –OULD SI SAID, Z., 2014.**Activités biologiques des huiles essentielles des feuilles et du fruit d'uneplante médicinale Eucalyptus globulus. Thèse de Magister. Université du Bejaia. Algérie.
- **Bouvarel P.**, 1950. Les principales essences forestières du Liban.*Revue Forestière Française*, 2: 323-332.
- **BRUNETON, J., 1999.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 3ème éd. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- **Calama. R., Cañadas. N., Montero. G.** (2003). Inter-regional variability in site index models for even-aged stands of stone pine (*Pinus pinea* L.) in Spain. *Annals of Forest Science* 60 : 259-and seed production from stone pine (*Pinus pinea* L.) stands in Centr269.
- **Calama. R., Montero. G.** (2007). Con al Range (Spain). *European Journal of Forest Research* 126 : 23-35.
- **CARON.F**, 2018.- Pin pignon, DÉFINITION. Classé sous : BOTANIQUE, PIN, ARBRE, Futura Planète. Le jardin d'agrément. Éditions Ouest France., <https://www.futura-sciences.com/planete/definitions/botanique-pin-pignon-9990/>. 6p.
- **Cemagref et L'ONF.**, 1987. Les vergers à graines du lot et du TARN.
- **CHARENTREAU, A. JOULAIN, D, MARIN C, SCHMIDT, CO, VEY M., 2003.** Quantification of fragrance compound suspected to cause skin réactions. *J Agric. Food. Chem.* 51 : 398 -403.
- **Chauvin M.** La réglementation française sur la valorisation agronomique des déchets organiques _ Organisation et points principaux. ADEME Bretagne, 2004, 12 p.

- **CHENNI, M., 2016.** Etude comparative de la composition chimique et de l'activité biologique de l'huile essentielle des feuilles du basilic (*Ocimum basilicum* L.) extrait par hydro distillation et par micro –ondes Spécialité : Chimie moléculaire, Analyse, Modélisation, Synthèse : Université d'Oran. P185
- **COHEN, D., 2013.** Les huiles essentielles à l'officine : dangers pour la femme enceinte et le nouveau-né. Thèse de doctorat en Pharmacie. Université Joseph Fourier de Grenoble. p 6,7
- **Couplan. F, Marmy.F., 2009.** Jardinez au naturel : jardin bio facile. Edition : Sang de la terre et groupe Eyrolles. 314 p.
- Critchfield. W.B., Little. E.L. (1966). Geographic distribution of the Pines of the world. - U.S. Dept. Agric. Forest Service. Miscell. Publ. 991p.
- **Cseke L J et Kaufman P.B.** 1999 How and why these plants are synthesized by plants. In : Natural Products from Plants, Cseke L.J., Kaufman P.B, Warber S., Duke J.A. et Briemann H.L. (eds), CRC Press, Boca Raton, FL, USA. pp 37-90.
- **Culot. M, Lebeau. S., 2000.** Compostage, une gestion inconnue des déchets, coopération régionale pour le développement des productions horticoles en Afrique, bulletin de liaison numéro 17. P 52-66.
- **Damien. A., 2006.** Guide du traitement des déchets. 4ème édition, Dunod, Paris. P 3-16, 279- 293.
- **DEGRYSE A. C, DELPLA. I & VOINIER M.A 2008.** Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles .Atelier santé et environnement-IGS-EHESP.P9
- **DJARRI, L., 2011.** Contribution à l'étude des huiles essentielles et des métabolites secondaires de trois plantes Algériennes des familles des apiaceae *Daucus reboudii* Coss. ex Batt. & Trab., *Kundmannia sicula* (L.) DC., et *Elaeoselinum thapsioides* Maire. Thèse de doctorat en Phytochimie : Université Mentouri de Constantine
- **Dorman H.J., Deans S.G.,** Antimicrobial agents from plants: antibacterial activity of plant volatile oils. *Journal of Applied Microbiology*, 2000, 88(2): 308-316.

- **DRAOUEW. W.**, 2015 Analyse dendrométrique des peuplements de Pin pignon : cas de la station Matlegue, massif de Djebel Ouahch (Constantine), master en Sciences Biologiques, uni- Constantine, 30 p
- **Dupriez. N, Leener. P.**, 1987. Jardin et verger d'Afrique. Edition, Terre et vie, Belgique.354p
- **Faurie. C, Ferra. C, Medori. P, Dereaux. J, Hemptinne. J.**, 2006. Ecologie : Approche scientifique et pratique. 5ème édition. P 343-356.
- **Feinbrun N.** (1959). Spontaneous Pineta in the Lebanon. Bulletin of Resources Council of Israel 7: p 132-153.
- **Fekih, N. (2015).** *Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre pinus poussant en algerie* (Doctoral dissertation).
- **Gillard. C.**, 2005. Gestion écologique des cultures : Essai d'utilisation d'un compost jeune de déchets végétaux pour initier la lutte intégrée sur le blé. Mémoire de Licence Professionnelle protection de l'environnement Option : Gestion et Traitement des Sols et des Eaux. Institut de Biologie et d'Ecologie Appliquée UCO France.48p.
- **Gonzales-Vasquez E.** (1947). Selvicultura. Libro primero: Fundamentos naturales y especies forestales. Los bosques ibericos. Segunda edic. Editorial Dossat, S. A. Madrid.
- **Houot. S, Francou. C, Verge-leviel. C, Michelin. J, Bourgeois. S, Lineres. M, Morel. P, Parnaudeau. V, Le bissonnais Y, Dignac. M, Dumat. C, Cheiab. A, Poitrenaud. M.**, 2009.Valeur agronomique et impacts environnementaux de composts d'origine urbaine : variation avec la nature du compost. Dossier de l'environnement de l'INRA n°25.
- **Isman M.B.** 2000.Plant essential oils for pest and disease management.CropProtection., N° 19. pp 603-608.
- **Jorf.** Loi n° 75-633 du 15/07/75 relative à l'élimination des déchets et à la récupération des matériaux _ Texte abrogé par l'Ordonnance n° 2000-914 du 18 septembre 2000 (JO n° 219 du 21 septembre 2000). 75-633.
- **Kadri, N., Khettal, B., Aid, Y., Kherfella, S., Sobhi, W., Barragan-Montero, V.**, 2015. Some physicochemical characteristics of pinus (*Pinus halepensis* Mill., *Pinus pinea* L., *Pinus pinaster* and *Pinus canariensis*) seeds from North Algeria, their lipid profiles and volatile contents. Food chemistry 188, 184-192.

- **KIM, S., ROH, J., KIM, D., LEE, H., and AHN, Y. 2003.** Insecticidal activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Sitophilus oryzae* and *Callosobruchus chinensis*. *Journal of Stored Products Research*, 39: 293-303.
- **Lahlou M.** 2004. Methods to study phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytoth. Res.* 18 :435-448.
- **LAKHDAR, L., 2015.** Evaluation de L'activite Antibacterienne d'huiles essentielles Marocaines Sur *Aggregatibacter Actinomycetemcomitans* : Etude in vitro. Thèse de Doctorat. Université de Rabat. Maroc
- **Lawrence B.M.,** A planning scheme to evaluate new aromatic plants for the flavor and fragrance industries, Ed. *New crops*, Wiley, New York, 1993, p. 620-627.
- **Lebozec. A.,** 1994. Le service d'élimination des ordures ménagères : organisation, coûts, gestion. Edition l'Harmattan. 460 p.
- **Loullou. ZE.** (1987). Analyse des reboisements en pin pignon dans la région de Mostaganem : Contribution à l'étude dendrométrique. *Mém. Ing. Ins.Agro.* Alger, 90p.
- **LUCCHESI M. E., 2005.** Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de doctorat. Université de La Réunion, 72p.
- **MAKHOULFI, A., 2013.** Etude des activités antimicrobienne et antioxydant de deux plantes médicinales poussant à l'état spontané dans la région de bechar (*Matricaria pubescens* (Desf.) Et *Rosmarinus officinalis* L) et leur impact sur la conservation des dattes et du beurre cru. Thèse de doctotrat en Microbiologie et sécurité sanitaire des aliments. Université de Tlemcen. P 64, 65, 66, 67,74
- **Moussouris. Y., Regato. P.** (1999). *Forest Harvest: An Overview of Non-Timber Forest Products in the Mediterranean Region.* WWF. 25
- **Nasri N. , Tlili N. , Triki S. , Elfalleh W. , Chéraif I. & Khaldi A.,** Volatile Constituents of *Pinus pinea* L. Needles. *Journal of Essential Oil Research*, 2011, 23(2) : 15-19.
- **Paquereau, J.** (2016). *Au jardin des plantes de la Bible : botanique, symboles et usages.* Forêt privée française.

- **Pavari A.**, 1955. Sul trattamento delle fustaie di pino domestico (*Pinus pinea* L.). Atti del Congresso Nazionale di Selvicoltura. Firenze, 14-18 marzo 1954. Volume I : Relazioni, pp. 69-97. Tipografia Coppini C., Firenze.
- **PENCHE, P.I.**, 2010. Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions. Thèse de Doctorat en : Génie des Procédés et de l'Environnement. Institut National Polytechnique de Toulouse. P 9, P17, P19
- **PIOCHON, M.**, 2008. Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémisynthèse. Thèse de doctorat en ressources renouvelables. Université du Québec : P7, 11, 17,20
- **Post g. E.**, 1933. Flora of Syria, Palestine and Sinai. 2: 549-552. American Press, Beirut, Lebanon.
- Québec. 44p
- **RAYNAUD J.**, 2006. Prescription et conseil en aromathérapie. Ed. Tec, Tavoisier. 96p
- **Rikli m.**, 1943 - Das Pflanzenkleid der Mittelmeerlander. I Bond. Huber Vlg., Bern.
- **Romanas L. C.**, 1989. Answers to questionnaire. Forest Research of Thessaloniki. Network on silviculture of Stone pine (*P. pinea* L.) .FAO, Silva Mediterranea.
- **Roussis V., Petrakis P.V., Ortiz A., Mazomenos E.B.**, Volatile constituents of needles of five *Pinus* species grown in Greece. *Phytochemistry*. 1995, 39(2): 357-361
- **Sbay h.**, 1995. Situation du Pin pignon (*Pinus pinea* L.) au Maroc. Bilan des travaux de recherches. CNRF. B. P. 763. Rabat.
- **Seddi, H., & Sellah, S. (2015)**- *Etude de l'activité insecticide des huiles essentielles d'eucalyptus radiata et de pinus sylvestrie à l'égard de la bruche du haricot Acanthoscelides obtectus say. (Coleoptera: Bruchidae)* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- **Seigue. A. (1985)**. La forêt circumméditerranéenne et ses problèmes. Ed. Maisonneuve et Larose, Paris.

- **SELLES J-L., 2006** . Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie. Editions FrisonRoche, 2ème édition. 220 p.
- **Serra-wittling. C, (1995)**. Valorisation de composts d'ordures ménagères en protection des cultures : influence de l'apport de compost sur le développement de maladies d'origine tellurique et le comportement de pesticides dans un sol. Thèse de doctorat, INA-PG, 221p + annexes.
- **serra-wittling. C, Houot. S., Alabouvette. C, Rouxel. F., (1997)**. Supressiveness of municipal solid waste composts to plant diseases induced by soilborne pathogens. Cité par ITAB (2001). Guide des matières organiques. Tome 1. Deuxième édition 2001.
- **Sibthorp. J., Smith. J. E.** (1813). *Florae Graecae Prodrumus*, Vol., 2:247.
- **Smeester. E., 1993**. Le compostage domestique : comment transformer vos déchets organiques en mine d'or pour le jardin. Ed : Versicolores INC, bibliothèque nationale du
- **Tchobanoglous G., Theisen H., Vigil S.** *Integrated Solid Waste Management, Engineering Principles and Management Issues*. New York: McGraw Hill, 1993.
- **Tornatora R.** (1887). "Il patrio pino" da sentiment Calabresi in "Rocco Tornatora (1831- 1915)". 1972 Carograf.Reggiocala.
- **Touaba, C., & Alatou, D. (2018)**. *Valorisation du Pin pignon (Pinus pinea L.) dans la région de Djebel Ouahch-Constantine* (Doctoral dissertation, جامعة الإخوة منتوري قسنطينة).
- **Tumen I., Hafizoglu H.,** of *Pinus pinea* essential oil. *Journal of Pest Science*, 2012, 85:199-207.
- **Tzakou O., Bazos L., Yannitsaros A.,** Volatile metabolites of *Pistacia atlantica* Desf. From Greece. *Flavour and Fragrance Journal* 2007 ; 22(5) : 358–362.
- **Vacas DE Carvalho M. A., 1989**. Algumas considerações sobre o pinheiro manso, na região de Alcacer do Sal. Reunion sobre Selvicultura, Mejora y Produccion de *Pinus pinea*, Madrid 11-12 Décembre, 1989.
- **Znaïdi. I., 2002**. Etude et évaluation du compostage de différents types de matières organiques et des effets des jus de composts biologiques sur les maladies des plantes. Master of science degree mediterranien organic agriculture. Mediterranien Agronomic Institute Of Bari, Italy. 104p.

