

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université M'hamed Bougara - Boumerdès



Faculté des Sciences

Département de Biologie

Mémoire De Fin D'études

En vue d'obtention de diplôme de Master II en Biologie

Spécialité : Biologie des Population et des Organismes

Thème :

**Activité insecticide des extraits végétaux récupérés
à partir de la partie aérienne de
Cistus salvifolius L.**

Présenté par :

Melle BENYETTOU Amira & Melle KELLOU Lamia

Soutenu devant le jury :

Mr KHEDAM H.	MCB.UMBB	Président
Mme BEHIDJ N.	Pr.UMBB	Promotrice
Mme BOUBEKEUR S.	Attaché de recherche CRD SAIDAL	Co-Promotrice
Mme NEFFAH F.	MCB.UMBB	Examinatrice

Année Universitaire : 2019/2020

A decorative border with intricate floral and scrollwork patterns in a reddish-brown color, framing the entire page. The border is symmetrical and features a central crest-like element at the top.

Remerciements

Avant toute chose,

*Nous remercions **DIEU** pour m'avoir donné la santé, la patience, la puissance et la volonté pour réaliser ce travail.*

*Nous exprimons nos remerciements à notre promotrice le professeur **BEHIDJ Nassima** pour avoir dirigé ce travail avec beaucoup de compétence et d'efficacité, pour ses précieux conseils, ses encouragements et à finir ce travail.*

*A notre Co-promotrice **M^{me} BOUBEKEUR Sihem** de m'avoir énormément aidé et encouragé, de sa confiance et ses conseils, Sa disponibilité pour l'encadrement de ce travail.*

Nous tenons à adresser nos remerciements aux membres du jury qui ont bien voulu consacrer une partie de leur temps pour juger ce travail.

***M^{me} NEFFAH Fadhila.** Pour l'honneur d'avoir accepté d'examiner et évaluer ce travail.*

***Mr KHEDAM Hocine.** Qui malgré ses multiples obligations, nous a fait l'honneur d'évaluer ce travail.*

*J'adresse mes remerciements à l'ensemble des enseignants intervenir en Master **Biologie des populations et des Organismes (B.P.O)** et à toute personne ayant contribué de près ou loin à la réalisation de ce travail.*



DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail :

*À mon très chère père **Abdallah**, qui m'a toujours soutenu et qu'a été toujours présent pour moi.*

*À ma chère mère **Leila** qui m'a soutenu durant toute ma vie, pour leur amour infini, leur encouragement et soutien et sa bienveillance jour et nuit, que dieu te bénisse, te garde en bonne santé pour moi.*

*À ma jolie et meilleur sœur **Imen** pour leur aide moral illimité*

*À mes chère frères **Billel** et **Mohamed** que dieu vous préserve longue vie et prospérité.*

*À mes grandes mère **Hadjila** et **Louiza**.*

À toute ma famille, mes oncles, mes tantes, et mes cousines

*À Mon oncle **Brahim** que j'apprécie le plus au monde*

*À mes nièce mes amours **Ines** et **Miral**.*

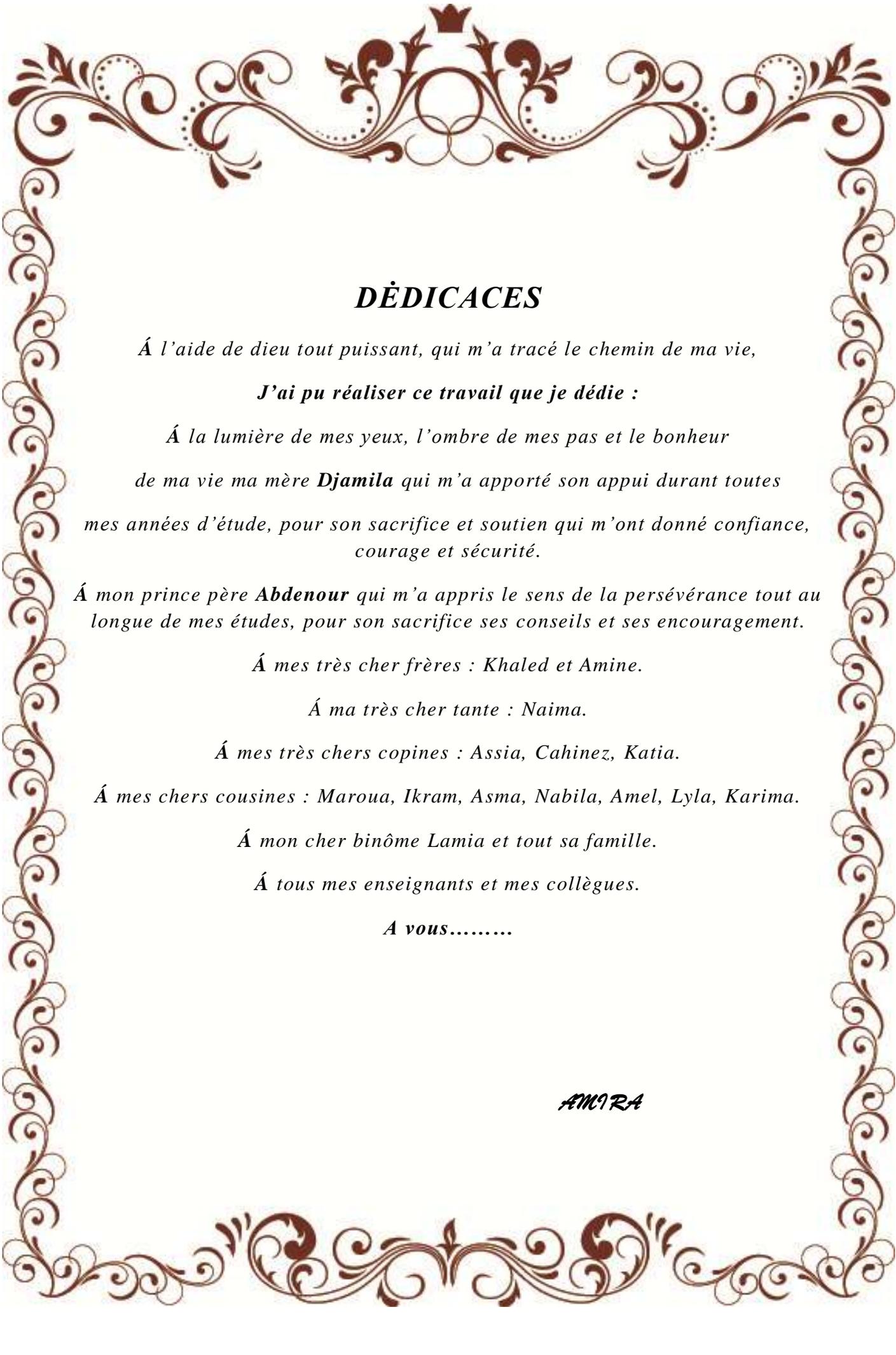
*À ma binôme, ma chérie **Amira**, pour tous les moments anxieux et heureux que nous avons vécus ensemble.*

*À tous mes copines **Selma** mon adorable et aussi **Katia** que je l'adore.*

*À mes amies de la promotion de **Master BPO**.*

À tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

LAMIA



DÉDICACES

Á l'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie,

J'ai pu réaliser ce travail que je dédie :

*Á la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur
de ma vie ma mère **Djamila** qui m'a apporté son appui durant toutes
mes années d'étude, pour son sacrifice et soutien qui m'ont donné confiance,
courage et sécurité.*

*Á mon prince père **Abdenour** qui m'a appris le sens de la persévérance tout au
longue de mes études, pour son sacrifice ses conseils et ses encouragements.*

Á mes très cher frères : Khaled et Amine.

Á ma très cher tante : Naima.

Á mes très chers copines : Assia, Cahinez, Katia.

Á mes chers cousines : Maroua, Ikram, Asma, Nabila, Amel, Lyla, Karima.

Á mon cher binôme Lamia et tout sa famille.

Á tous mes enseignants et mes collègues.

A vous.....

AMIRA

Liste des Abréviations.

ACTA : Association de Coordination Technique Agricole.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

°C : Degré Celsius

DL50 : Dose létale qui tue 50% de la population.

Fig : figure.

G : gramme.

E. Aq : Extrait aqueux.

E. Met : Extrait méthanolique.

EAG : Equivalent d'acide gallique

H : heure

HE : Huile essentielle

ml : millilitre.

Mg : milligramme

O.I.L.B : Organisation International de la Lutte Biologique.

rpm : Rotation par minutes

TL50 : Temps létale nécessaire pour tuer 50% de la population.

T : Température.

% : Pourcentage.

Liste des figures

Figure 1. fleur de <i>Cistus salvifolius</i> L	04
Figure 2. Les feuilles et la fleur de <i>Cistus salvifolius</i> L.....	05.
Figure 3. Les différentes parties de la plante de <i>Cistus salvifolius</i> (a) Pétal et Étamine ; (b) Sépal (c)Fruit.....	05
Figure 4. Dispositif du Soxhalet.....	09
Figure 5. Structure de base des flavonoïdes	11
Figure 6. Structure des tannins.....	12
Figure 7. Structure des coumarines.....	13
Figure 8. Structure des stilbènes.....	13
Figure 9. Glande sécrétrices.....	16
Figure 10. Appareil d'extraction type Clevenge.....	18
Figure 11. Montage d'entraînement à la vapeur d'eau.....	19
Figure 12. Extraction assistée par micro-onde.....	20
Figure 13. <i>Tribolium castaneum</i> adulte.....	24
Figure 14. Cycle de développement de <i>Tribolium castaneum</i>	25
Figure 15. Œuf de <i>Tribolium castaneum</i> (G× 60).....	26
Figure 16. Vue dorsale de la larve de <i>Tribolium castaneum</i> (G× 30).....	26
Figure 17. Nymphe de <i>Tribolium castaneum</i> (G× 40).....	27
Figure18. Extrémité abdominal de deux pupes femelle et mâle de <i>Tribolium castaneum</i>	27
Figure 19. Adulte de <i>Tribolium castaneum</i> (G× 30).....	28
Figure 20. Dégâts de <i>Tribolium castaneum</i> sur la semoule.....	28
Figure 21. fleur <i>Cistus salvifolius</i> L	31
Figure 22. Séchage de la plante.....	32
Figure 23. Système d'extraction au soxhlet.....	33
Figure 24. Bioessais par contact.....	34

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Introduction	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I.1. Généralité sur le genre <i>Cistus</i>	3
I.1.1. Classification	3
I.1.1.1. Systématique	4
I.1.1.2. Nom vernaculaire	4
I.1.2. Description	4
I.1.3. Habitat et répartition géographique	6
I.1.3.1. Répartition géographique	6
I.1.3.2. Habitat	6
I.1.4. Phytochimie	6
I.1.5. Usage traditionnel	6
I.1.6. Propriétés biologique	6
I.2. Extraits végétaux	7
I.2.1. Définition d'un extrait végétal	7
I.2.2. Méthode d'extraction des composés phénolique	7
I.2.2.1. Infusion	7
I.2.2.2. Décoction	7
I.2.2.3. Macération	8
I.2.2.4. Digestion	8
I.2.2.5. Extraction par Soxlet	8
I.2.3. Métabolites secondaire	9
I.2.3.1. Définition des métabolites secondaire	9
I.2.3.2. Composés phénolique	10
I.2.3.2.1. Classification	10
I.2.3.2.2. Structure des polyphénols	10
I.2.3.2.3. Classe des polyphénols	10
I.2.3.2.4. Acide phénolique	11
I.2.3.2.5. Flavonoïdes	11
I.2.3.2.6. Tannins	12
I.2.3.2.7. Lignines	12
I.2.3.2.8. Coumarines	12
I.2.3.2.9. Stilbènes	13
I.2.3.2.10. Rôle des composés phénolique	14
- Chez les végétaux	14
- Chez les humains	14
I.3. Huile essentielle	14
I.3.1. Définition	14
I.3.2. Répartition systématique	15
I.3.3. Localisation et origine des huiles essentielles	15
I.3.4. Composition chimique des huiles essentielles	16
I.3.4.1. Les terpènes	16
I.3.4.2. Composés aromatiques	17
I.3.5. Les procédés d'extraction	17
I.3.5.1. Distillation	17
I.3.5.2. Hydro-distillation	17
I.3.5.3. Entraînement à la vapeur d'eau	18

I.3.6. Méthodes innovantes d'extraction des huiles essentielles.....	19
I.3.6.1- Hydro- distillation assistée par ultrasons.....	19
I.3.6.2. Extraction assistée par micro-ondes.....	19
I.3.7. Conservation des huiles essentielles.....	20
I.3.8. Propriétés physico-chimiques.....	20
I.3.8.1. Propriétés chimiques.....	20
I.3.8.2. Propriétés physiques.....	20
I.3.9. Les activités biologiques des extraits de plantes.....	21
I.3.9.1. Activité antivirale.....	21
I.3.9.2. Activité antioxydante.....	21
I.3.9.3. Activité anti-inflammatoire.....	21
I.3.9.4. Activité antibactérienne et antifongique.....	21
I.3.9.5. Activité insecticides.....	22
I.3.10. Domaine d'application.....	22
I.3.10.1. Secteur parfumerie/ cosmétique.....	22
I.3.10.2. Secteur parfumerie technique.....	22
I.3.10.3. Secteur alimentation.....	22
I.3.10.4. Secteur médecine.....	23
I.3.10.5. Secteur pharmaceutique.....	23
I.4. Généralités sur les Tenebrionidae.....	23
I-4.1. Description du <i>Tribolium castaneum</i> Herbst.....	23
I.4.2. Position systématique du <i>Tribolium castaneum</i>	24
I.4.3. Origine et distribution géographique du <i>Tribolium castaneum</i>	25
I.4.4. Biologie de <i>Tribolium castaneum</i>	25
I.4.5. Description morphologique des différents stades du <i>Tribolium castaneum</i>	26
I.4.5.1. Œufs.....	26
I-4-5-2- Larve.....	26
I.4.5.3. Nymphe.....	27
I.4.5.4. L'adulte.....	27
I.4.6. Perte et dégâts.....	28
I.5. Les moyenne de lutte.....	29
I.5.1. Lutte biologique.....	29
I.5.2. Lutte chimique.....	29
I.5.3. Lutte préventive.....	29

Chapitre II : Matériels et Méthodes

I- Matériel.....	30
I-1- Matériel biologique.....	30
I-1-1- Matériel végétal.....	30
I-1-2- Matériel entomologique.....	30
I-1-3-Élevage de l'insecte <i>Tribolium castaneum</i>	30
I-2- Matériel non biologique.....	30
II- Méthode.....	30
II-1- Récolte de la plante.....	30

II-2- Site d'échantillonnage.....	31
II-3-Séchage et conservation.....	31
II-4- Méthode d'extraction.....	32
II-4-1- Préparation des extraits aqueux.....	32
II-4-2-Préparation des extraits méthanoliques.....	32
II-4-3- Extraction des huiles essentielles par solvant organique « soxhlet ».....	32
II-5- Evaluation de l'activité insecticide des extraits végétaux par contact.....	33
II-5-1- But.....	33
II-5-2- Principe.....	34
II-5-3- Mode opératoire.....	34
II-5-3-1-Bio-essais de la toxicité par contact.....	34
II-5-3-2- Calcul du pourcentage de mortalité.....	34
II-5-3-3- Correction de mortalité.....	35
II-5-3-4-Calcul de l'efficacité.....	35
II-5-3-4-1 Estimation de la DL50.....	35
II-5-3-4-1 Estimation de la TL50.....	35

Chapitre III: Synthèse

III-1- Synthèse.....	36
Conclusion.....	40
Référence bibliographique	
Résumé	

Introduction

Introduction

Pour se soigner, l'Homme a longtemps eu recours à des remèdes traditionnels à base de plantes médicinales sous forme de tisanes, de poudre et de décoctions. Ils sont administrés par friction, inhalation, cataplasme, massage ou encore par voie orale.

Le nombre d'espèces de plante à fleurs connues est évalué de 500 000. Parmi ces espèces, on estime environ 34 000 espèces encore inconnues à ce jour et 80.000 possèdent des propriétés médicinales (Quyou, 2003).

En général, les plantes contiennent des métabolites secondaires qui peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes, par opposition aux métabolites primaires qui alimentent les grandes voies du métabolisme central. Ces molécules participent ainsi, de manière très efficace à la tolérance des végétaux aux stressés variés. Actuellement, de nombreuses études portent sur la recherche, l'identification et l'utilisation des composés d'origine naturelle afin d'évaluer les vertus thérapeutiques de ces plantes (Benabdelkader, 2012).

Aussi, l'extraction des métabolites secondaires et notamment les polyphénols, qui suscitent beaucoup d'intérêt grâce à leur pouvoir antioxydant, antimicrobien, anti-inflammatoire est une étape très importante dans l'isolement ainsi que dans l'identification de ces composés (Mahmoudi *et al.*, 2013).

En Algérie, il existe plusieurs plantes médicinales méconnues par la population ou peu utilisées, c'est dans ce contexte que s'inscrit le présent travail. La plante choisie est *Cistus salvifolius*. Il s'agit d'une plante médicinale très répandue dans le bassin méditerranéen, réputée en médecine traditionnelle algérienne pour ses vertus thérapeutiques.

L'utilisation de plantes ou extraits de plantes à partir des racines, des feuilles, des écorces et des fruits dans la protection des récoltes contre les insectes ravageurs au cours de stockage est une pratique ancienne très répandue en Afrique et en Asie (Kaloma *et al.*, 2008). Selon les mêmes auteurs, les branches et les feuilles fraîches de plantes aromatiques sont utilisées pour protéger les grains stockés de maïs et les grains d'haricot et de niébé, contre les attaques de divers insectes de stocks dans les récipients traditionnels lors de la conservation. Même après une longue période de stockage, les feuilles sèches de ces plantes continuent d'émettre de fortes odeurs aromatiques persistantes liées à leur composition en métabolites secondaires et surtout en huiles essentielles pouvant être à l'origine de leur bio activité.

L'étude de l'activité insecticide des extraits de *Cistus salvifolius* connus pour leurs attribues médicinales peut conduire au développement de nouveaux agents de lutte qui offrirait une

alternative à l'utilisation conventionnelle des pesticides. Il s'agit d'une alternative à la fois efficace, saine, biodégradable et sans danger pour la santé humaine et l'environnement **(Ranasing, 2007; Sertkaya *et al.*, 2009; Gupta et Diskshi, 2010; Ayvaz *et al.*, 2010).**

L'objectif de ce travail est consacré à l'étude de l'activité insecticide des extraits végétaux de *Cistus salvifolius* retenus pour leurs propriétés pharmacologiques et leurs utilisations traditionnelles. Cette évaluation a été réalisée sur un ravageur des denrées stockées qui est le *Tribolium castaneum*.

Chapitre I :
Synthèse Bibliographique

I-1- Généralités sur le genre *Cistus*

Les Cistacées sont des plantes herbacées ou ligneuses comprenant près de cent espèces réparties sur le pourtour du bassin méditerranéen (**Roustand, 1984**). Les espèces du genre *Cistus* sont présentes surtout dans les terrains chauds, ensoleillés et protégés des intempéries (**Berthier, 1976**). Elles possèdent des feuilles opposées, sans stipule, ovales, allongés et généralement recouvertes de poils étoilés. Ces poils empêchent la transpiration et permettent une adaptation à une relative sécheresse (**Paolini, 2005**).

Ainsi, les Cistacées sont des arbrisseaux aromatiques qui poussent souvent dans les régions aérées et sur des sols sablonneux ou calcaire (**Roustand, 1984**). Selon, **Coste (1937)** et **Fournier et Gamisan (1993)**, la floraison abondante des espèces du genre *Cistus* se produit au printemps. Les fleurs hermaphrodites sont solitaires ou réunies en inflorescences et le calice persistant est composé de trois à cinq sépales. Les pétales qui forment une corolle éphémère sont extrêmement délicats et toujours au nombre de 5. Leurs couleurs vont du blanc au jaune, à l'orange et au rose. Les pétales sont étroitement enroulés dans le bouton en sens inverse de celui dans lequel sont enroulés les sépales. Les étamines sont nombreuses et toujours libres. L'ovaire est supérieur et le fruit est une capsule de 2 à 10 loges et valves, à plusieurs graines tétraèdres ou subtrigones renfermant une plantule ou spiralee (Figure 1).

Les cistes sont des espèces pionnières des environnements dégradés en raison des perturbations humaines. Ainsi, les champs abandonnés sont entièrement envahis par les cistes (**Bran-Blanquet, 1950**). Selon **Luis-Calabuig et al. (1996)**, le ciste s'installe souvent après les incendies et joue un rôle important dans la dynamique de succession car ce sont les premiers arbustes à émerger après le feu, permettant ainsi la germination des autres plantes.

I-1-1- Classification

La famille des cistacées est une famille des plantes dicotylédones. Elle renferme environ dix genres et plus de 200 espèces (**Hywood, 1996 ; Damerdji, 2012**)



Fig. 1: La fleur de *Cistus salvifolius* d'Isser (Benyettou et Kellou, 2020).

I-1-1-1- Systématique :

Selon la classification classique réalisée en 1996, cette famille est située dans l'ordre des malvales (Hywood, 1996 ; Damerdji, 2012).

- Règne : Plantae
- Sous-règne : Tracheobionta
- Division : Tracheobionta ou Angiospermes
- Classe : Magnoliopsida ou Dicotylédones
- Sous-classe : Dilleniidae
- Ordre : Malvales
- Famille : Cistaceae
- Genre : *Cistus*
- Espèce : *Cistus salvifolius*L. (Hywood, 1996;Damerdji, 2012).

I-1-1-2- Nom vernaculaire

- Nom latin: *Cistus salvifolius* L
- Nom Français: Ciste a feuilles de sauge, Ciste femelle, Mondré(Bock, 2014).
- Non Anglais : Sage- leaved Rock Rose.
- Non Arabe : Cefeira (Guide de la flore Algérienne 2009).
- Nom Amazigh : Touzalt

I-1-2- Description

C'est un sous-arbrisseau non visqueux mesurant de 30 à 80 cm avec des rameaux verts, diffus et couverts de poils étoilés. Les feuilles opposées, ovales- oblongues, velues sont courtement

pétiolées, tomenteuses. Outre, les fleurs qui apparaissent en mai et juin sont longuement pédonculées, solitaires ou par 2-4. Aussi, les étamines sont nombreuses.

Elles sont formées de pétales blancs tachés de jaune à l'onglet et la corolle mesure entre 4 et 5 cm. Le fruit est une capsule anguleuse à 5 loges. (Gamisans *et al.*, 1993 et Paolini, 2005). (Figure 02) (Figure 03).



Fig. 2: feuille et fleur de *Cistus salvifolius* (Kellou et Benyettou, 2020).



I

(a) Pétal et étamine

(b) Sépales



(c) Fruit

Fig. 3: Les différentes parties de la plante de *Cistus salvifolius* (Benyettou et Kellou, 2020).

I-1-3- Habitat et répartition géographique

I-1-3-1- Répartition géographique

Dans le monde, le *Cistus salvifolius* habite la région méditerranéenne d'Europe, d'Asie et d'Afrique (Roustand, 1984). Il est très abondant dans les régions tempérées à subtropicales mais surtout présent autour du bassin méditerranéen (Qa' dan *et al.*, 2011; Gürbüz *et al.*, 2015).

En Algérie, il est réparti partout sur le tell et le littoral (Beniston Nt ; Beniston Ws, 1984).

I-1-3-2- Habitat

Le *Cistus* se trouve au niveau des versants rocheux, des prairies sèches, des forêts claires et des broussailles. Ils préfèrent les sols siliceux et rocaillieux, maigres, peu épais, filtrants et acides. Il se développe soit au soleil ou à mi- ombre. Cette plante peut supporter des températures allant jusqu'à -5°C (Damerdji, 2012).

I-1-4- Phytochimie

Divers composés chimiques ont été isolés à partir des extraits de *Cistus salvifolius*. L'étude phytochimique sur des extraits de la partie aérienne et les racines de cette plante a révélé la présence de trois flavonoïdes aglycones (kaempférol, la quercétine, la myricétine), quatre flavonoïdes glycosides, deux glycosides de phenylbutanon, deux glycosides de phloroglucinol, deux glycosides de phloroglucinol, deux glycosides stéroïdes. (Qa'dan, 2011 et Gürbüz, 2015).

I-1-5- Usage traditionnel

Les racines et les parties aériennes de la ciste ont été utilisées depuis l'Antiquité dans la culture méditerranéenne pour leurs propriétés médicinales. Ils sont connus pour leurs vertus anti-diarrhéique, antiacide, antispasmodique. Ils sont utilisés comme remèdes pour traiter de divers maladies de la peau, l'ulcère gastroduodéal, le diabète sucré et en tant qu'agents anti-inflammatoires, surtout dans les inflammations urinaires, le rhumatisme et la traitement des hémorroïde (Yesilada *et al.*, 1995; Attaguille *et al.*, 2004; Oubenchicker *et al.*, 2014). En outre, *Cistus salvifolius* est utilisé dans l'aromatization traditionnelle des produits laitiers fermentés. Ainsi, il est considéré comme source alimentaire importante pour les bovins (Damerdji, 2012; Gürbüz *et al.*, 2015).

I-1-6- Propriétés biologiques

Les métabolites secondaires de *Cistus salvifolius* confèrent à cette plante plusieurs propriétés biologiques et pharmacologiques. En effet, plusieurs phénols isolés de cette plante possèdent

des propriétés analgésiques et anti-inflammatoires (Toniolo et Nicoletti, 2014), antioxydantes (Sayah *et al.*, 2017), anti-agrégantes modulantes des fonctions des cellules immunitaires (Attaguile *et al.*, 2004) et cytotoxiques contre des lignées cellulaires humaines de cancer (Toniolo et Nicoletti, 2014; Gürbüz *et al.*, 2015).

Les huiles essentielles de *Cistus salvifolius* sont caractérisées par un pouvoir antioxydant et une activité inhibitrice du cholinestérase amylase et glucosidase (Loizzo *et al.*, 2013; Sayah *et al.*, 2017). Les espèces du genre *Cistus* ont souvent été utilisées comme plantes médicinales pour leurs propriétés antimicrobiennes (Chinou *et al.*, 1994; Demetzos *et al.*, 2000), antifongique (Bouamama *et al.*, 2004), antivirales, antitumorales (Dimas *et al.*, 2000) et anti-inflammatoire (Yesilada *et al.*, 1997; Demetzos *et al.*, 2000).

I-2- Les extraits végétaux

I-2-1-Définition d'un extrait végétal

L'extrait végétal est une solution obtenue par immersion d'une plante dans un solvant soit l'eau, ou l'alcool ou bien par distillation afin que le végétal libère les éléments minéraux et les molécules complexes bioactives possédant des propriétés biologiques à savoir antifongiques, herbicides, insecticides, stimulatrices des défenses naturelles mais aussi antioxydants, bactéricides et photoprotectrices (Larousse, 2015).

I-2-2-Méthode d'extraction des composés phénoliques

Classiquement, les techniques d'extractions solide-liquide utilisées sont l'infusion, la macération, la décoction, et l'extraction par Soxhlet.

I-2-2-1- Infusion

C'est une méthode d'extraction des principes actifs ou des arômes d'un végétal par dissolution dans un liquide initialement porté à ébullition que l'on laisse refroidir. Le terme désigne aussi les boissons préparées par cette méthode, comme les tisanes et le thé (Naczk et Shahidi, 2004).

I-2-2-2- Décoction

Elle consiste à réaliser l'extraction à température d'ébullition du solvant. Cette opération s'oppose à la macération dans laquelle le solvant d'extraction est à température ambiante (Muanda, 2010).

I-2-2-3-Macération

C'est un procédé discontinu qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant, pour en extraire les constituants solubles. Les solvants alcooliques sont capables d'augmenter la perméabilité des parois cellulaires en facilitant l'extraction d'un plus grand nombre de molécules polaires, de moyenne et de faible polarité (**Savona et al., 1982**). De plus, le déroulement de la macération sous agitation pendant un temps étalé (24h) et à température ambiante permet respectivement l'épuisement du solvant en composés extraits et la prévention de leur altération ou modification probable par la température élevée. Après filtration, le résidu peut être remis dans le récipient d'extraction avec une nouvelle portion de solvant. Au besoin, le processus est répété plusieurs fois. Cette méthode présente l'avantage d'être rapide, surtout avec les solvants à ébullition. Mais, le processus d'extraction n'est pas toujours très efficace (**Savona et al., 1982**).

I-2-2-4-Digestion

La digestion consiste à maintenir en contact la drogue avec l'eau potable à une température inférieure à celle de l'ébullition, mais supérieure à la température ambiante pendant une durée de 1 à 5h (**Wichlt et Robert, 2003**).

I-2-2-5- Extraction par Soxhlet

C'est une méthode classique pour l'extraction solide-liquide. L'échantillon entre rapidement en contact avec une portion fraîche du solvant, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant (Figure 4).

Les inconvénients les plus significatifs de cette méthode sont la durée importante d'extraction et la grande quantité du solvant consommée. Ceci conduit non seulement à des pertes économiques, mais pose aussi des problèmes sur le plan environnemental (**Grigonis et al., 2005; Penchev, 2010**).

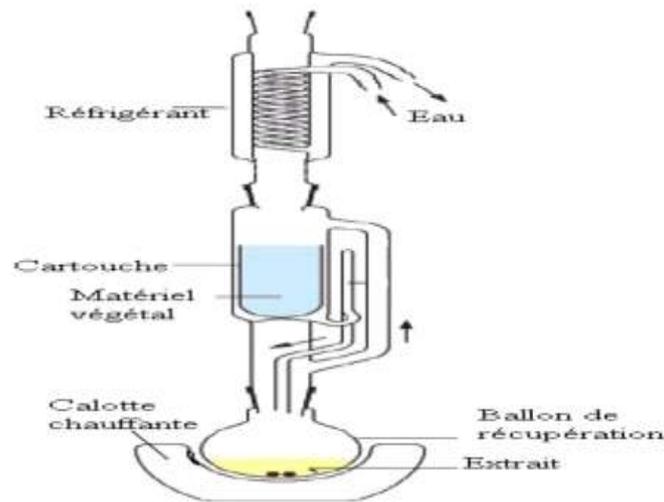


Fig. 4 :Dispositif du Soxhlet

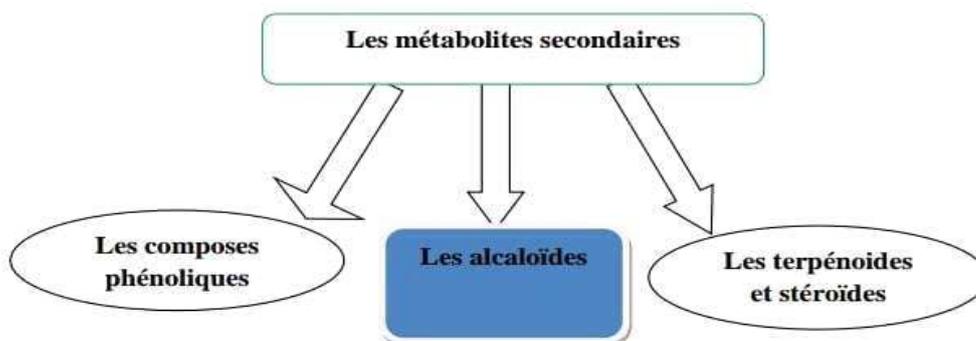
I-2-3- Métabolites secondaires

I-2-3-1- Définition des métabolites secondaires

Ce sont des molécules essentielles à la vie des plantes et leurs interactions avec l'environnement. Ils sont également des sources importantes pour les produits pharmaceutiques, les additifs alimentaires et les arômes (**Ramakrishna et Ravishankar, 2011**). Les métabolites secondaires se trouvent dans toutes les parties des plantes. Mais, ils sont distribués selon leurs rôles défensifs. Cette distribution varie d'une plante à l'autre (**Merghem, 2009**).

La concentration de ces molécules dans les différentes parties des plantes est influencée par plusieurs facteurs environnementaux tels que la température, l'humidité, l'intensité lumineuse, l'eau, les sels minéraux et le CO₂ (**Ramakrishna et Ravishankar, 2011**).

Le schéma présenté dessous nous renseigne sur les différentes classes des métabolites secondaires.



I-2-3-2- Composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des produits du métabolisme secondaire des végétaux. En outre, ils sont présents dans tous les organes de la plante (Gulcin, 2006). Ils désignent un vaste groupe de molécules à large panel structural (Cheynier, 2005). Aussi, ils sont largement répandus dans le règne végétal, et font partie intégrante de notre alimentation (Gulcin, 2006). Ce sont des substances qui possèdent un ou plusieurs cycles aromatique avec au moins une fonction hydroxyle libre ou engagée dans une autre fonction chimique tels que l'éther, méthylique (Middleton *et al.*, 2000; Bennick, 2002; Marouf et Reynaud, 2007). C'est une classe constituée d'environ 8000 composés (Bennick, 2002).

L'origine biosynthétique des composés phénolique des végétaux est proche, tous dérivant de l'acide shikimique. Cette voie shikimate est à l'origine de la formation des acides aminés aromatique à savoir la phénylalanine et la tyrosine dont la désamination conduit à la formation des acides cinnamique les lignines et coumarines (Bruneton, 1993).

I-2-3-2-1- Classification

Les polyphénols peuvent se diviser en deux grands groupes. On a les noms flavonoïdes dont les principaux composés sont les acides phénoliques, les stilbènes, les lignines et les coumarines (Hoffmann, 2003). Comme, on peut citer les flavonoïdes, dont, on caractérise principalement les flavones, les flavanones, les islavonones, les anthocyanines, les proanthocyanidines et les flavanol (Pincemail *et al.*, 2004).

I-2-3-2-2- La structure des polyphénols

La structure des composés phénoliques naturels varie depuis les molécules simples (acides phénolique simples) vers les molécules les plus hautement polymérisées (tanins condensés). Avec plus de 8000 structures phénoliques identifiées (Urquiaga et Leighton, 2000).

I-2-3-2-3- Les classes des polyphénols

Selon Harborne (2000) pour distinguer les différentes classes de polyphénols, on se base d'une part, sur le nombre d'atomes constitutifs et d'autre part, sur la structure de squelette de base. On a les acides phénoliques (acides hydroxybenzoïques, acides hydroxycinnamique), les flavonoïdes qui représentent la classe la plus abondante et la plus étudiée, les tanins et les lignines et plus rares, les coumarines et les stilbènes.

I-2-3-2-4-Les acides phénoliques

On distingue deux classes appartenant à cette sous-famille. Les dérivés d'acide benzoïque et les dérivés d'acide cinnamique. Les acides hydroxybenzoïque (acides phénols en C6-C1) sont à la base de structures complexes comme les tanins hydrolysables présents dans les mangues, et les fruits rouges comme les fraises, les framboises ou encore les mures (**Manach et al., 2004**). Les acides hydroxycinnamique (acides phénols en C6-C3) sont plus abondants que les acides hydroxybenzoïque. Ils sont principalement composés d'acide p-coumarique, acide caféique, acide férulique et acide sinapique. L'acide caféique se combine avec l'acide quinine pour former l'acide chlorogénique retrouvant dans de très nombreux fruits et à forte concentration dans le café. Les acides phénolique comme l'acide rosmorinique, sont fortement anti-oxydants et anti-inflammatoires et peuvent avoir des propriétés antivirales (**El Gharras, 2009**).

I-2-3-2-5 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés qui ont en commun la structure en C6-C3-C6 du diphenylpropane. Ils constituent le principal groupe de polyphénols, avec plus de 9000 différents composés distribués de manière générale, dans toutes les plantes vasculaires. Leur squelette chimique commun possède 15 atomes de carbones. Ainsi, il est constitué de deux noyaux benzéniques A et B reliés par un cycle pyranique central C (Figure 5). Ils diffèrent les un des autres par la position des substitutions sur les noyaux A et B et la nature de C (**Hernandez, 2009**). Les flavonoïdes sont répartis en différentes catégories dans les plus importantes sont les flavonols, les flavones, les flavanols, les insoflavones, les flavanones, et les anthocyanes (**Bruneton, 2009**). Ils sont localisés dans divers organe; fleurs, fruits, feuilles, tiges et racines. La couleur des fruits, des fleurs et des feuilles est une caractéristique des flavonoïdes. Ces molécules interviennent aussi dans les processus de défense contre le rayonnement UV, les herbivores et les attaque microbienne (**Bruneton, 2009**).

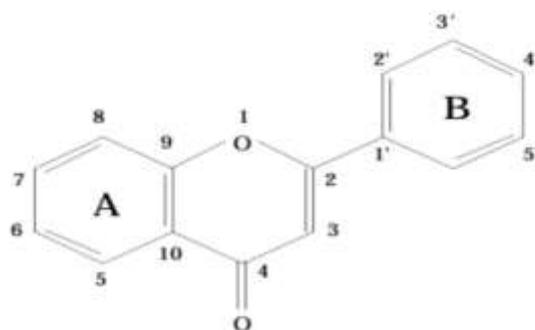


Fig.5 : Structure de base des flavonoïdes.

I-2-3-2-6- Tannins

Les tannins sont des composés phénolique polaires d'origine végétales (**Berthod *et al.*, 1999**). Ils existent presque dans chaque partie de la plante; écorce, bois, feuilles, fruits et racines avec des poids moléculaires très élevés à savoir de 500 à 3000 Daltons) (**Cowan, 1999; Zimmer et cordesse, 1996**). **Frutos *et al.* (2004)** notent que la caractéristique la plus déterminante des tannins est leur capacité à former des complexes par précipitation avec les polymères naturels comme les protéines, les polysaccharides tels que la pectine, la cellulose et l'hémicellulose, les alcaloïdes, les acides nucléiques et les minéraux. Sur le plan structural les tannins sont divisés en deux groupes : tannins hydrolysable et tannins condensés (Figure 6).

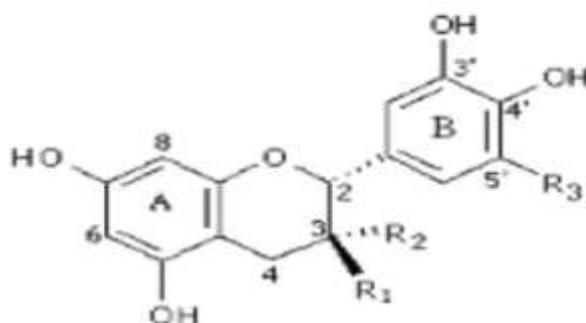


Fig. 6 : Structure des tannins

I-2-3-2-7- Lignines

Les lignines sont des polymères. Ce sont les principaux composants du bois avec la cellulose et l'hémicellulose. Leurs principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (**Martone *et al.*, 2009**). Ils sont constitués de deux unités des phénylpropane et entrent dans la composition de certaines graines, céréales, fruits et autre légumes, fortement plus concentrés dans les graines de lins (**El Gharras, 2009**). Ils ont un rôle dans l'évolution des végétaux, tout en formant une barrière mécanique. Ainsi, elles réduisent la digestibilité des sucres de la paroi, et participent à la résistance des plantes aux microorganismes et aux herbivores. La lignification est une réponse courante à l'infection ou à la blessure (**Murry *et al.*, 1982**).

I-2-3-2-8- Les coumarines

Les coumarines qui sont aussi des dérivés de C6-C3 appartiennent au groupe des composés connus de benzopyrone (**O'Kennedy et Thornes, 1997**) et toutes sont substituée en C7 par un hydroxyle (Figure 7). Elles sont issues du métabolisme de la phénylalanine via un acide

cinnamique, l'acide p-coumarique. Elles se trouvent dans la nature soit à l'état libre ou bien combiné avec des sucres (Cowan, 1999).

Les coumarines manifestent diverses activités biologiques, qui varient selon la substitution sur le cycle benzopyrane, tel que l'activité antifongique, anti-tumorale, anti-inflammatoire, anticoagulant, diurétique et analgésique.

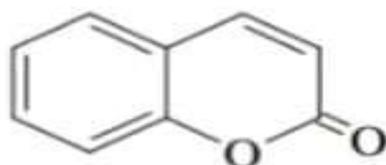


Fig.7 : Structure des coumarines

I-2-3-2-9- Stilbènes

Les membres de cette famille possèdent la structure C₆-C₂-C₆ composés. Ils sont en très petite quantité dans notre alimentation (Figure 8). Ce sont des phytoalexines composés produits par les plantes en réponse à l'attaque par les microorganismes. Les principales sources des stilbènes sont les raisins, le soja et les arachides (Crozier *et al.*, 2006). Le plus connu d'entre eux est le resvératrol qui a été largement étudié pour ses propriétés anticancéreuses mises en évidence lors de l'étude des activités biologique de plantes médicinales (El Gharras, 2009).

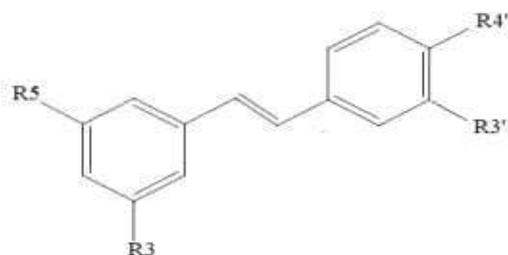


Fig. 8 : Structure des stilbènes

I-2-3-2-10- Rôle des composés phénoliques

- Chez les végétaux

Les polyphénols ont un rôle dans le contrôle de la croissance et le développement des plantes en interagissant avec les diverses hormones végétales de croissance. Ils permettent aux végétaux de se défendre contre les rayons ultraviolets (**Makoi et Ndakidemi, 2007**). Ainsi, Ils assurent la pigmentation des fleurs, des fruits et des graines pour attirer les pollinisateurs. Ils représentent un système de lutte contre les microorganismes pathogènes. Ils interviennent dans la fertilité des plantes et la germination du pollen (**Stalikas, 2007**). Certains d'entre eux jouent le rôle de phytoalexine permettant de lutter contre les infections causées par les champignons, ou par les bactéries chez les plantes (**Makoi et Ndakidemi, 2007**).

- Chez les humains

Le rôle des composés phénoliques est largement montré dans la protection contre certaines maladies en raison de leur interaction possible avec de nombreuses enzymes et de leurs propriétés antioxydantes (**Fleuriel et al., 2005**). Contrairement aux antioxydants synthétiques comme le butylhydroxyanisole (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT) et le 2.2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), les polyphénols n'ont aucun effet nuisible sur la santé humaine. **Bruneton (1999)** note que les polyphénols sont également utilisés dans l'industrie agro-alimentaire comme additif, colorant, arôme ou agent de conservation.

I-3- Huiles essentielles

I-3-1- Définition

Les huiles essentielles sont définies comme étant des liquides concentrés, très complexes et hydrophobes. Ce sont des extraits volatils et odorants et sont obtenus par extraction mécanique, distillation à la vapeur d'eau ou distillation à sec de plantes aromatique. Elles sont présentes au niveau de la fleur, du fruit, du bois, de la racine et de l'écorce. Elles se forment dans un grand nombre de plantes comme sous-produits du métabolisme secondaire. Elles ont des propriétés et des modes d'utilisation particuliers et donnent naissance à une branche nouvelle de la phytothérapie, c'est l'aromathérapie (**Môller, 2008**).

L'association français de normalisation (**AFNOR, 2000**) a défini l'huile essentielle comme étant le produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation sèche. Elle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés

physique. A ce jour, 3000 huiles essentielles sont connues, seulement 300 d'entre elle sont commercialisées (**Burt, 2004**).

I-3-2- Répartition systématique

Selon **Bruneton (1999)**, les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs et les plantes capables d'élaborer les constituants qui composent ces huiles essentielles. Ces végétaux sont connus sous le nom de plantes aromatiques. Il y'aurait environ 17500 espèces aromatiques réparties dans une cinquantaine de familles, comme les Lamiacées (thym, menthe, lavande, origan), les Apiacées (anis, fenouil, angélique, cumin, coriandre), les Myrtacées (myrthe, eucalyptus) et les Lauracées (camphrier, laurier-sauce, cannelle). Ces espèces sont caractérisées par la présence d'organes spécifique responsable de la synthèse et du stockage des huiles essentielles (**Werker et al., 1993**).

I-3-3- Localisation et origine des huiles essentielles

Elles peuvent être localisées dans tous les organes végétaux soit les feuilles, les racines, le bois, les rhizomes, les écorces, les fruits, les graines ou les fleurs (**Saad et al., 1995**)

Il n'existe pas de règle générale concernant les lieux d'accumulation des métabolites secondaires comme les huiles essentielles dans l'organisme végétal (**Guignard et al., 1985**).

Mais dans la plus part des cas, les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans les cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Ensuite, elles sont stockées dans des cellules à huiles essentielles (Lauraceae ou Zingiberaceae), dans des trichomes glandulaires sécréteurs (Lamiaceae), dans des cavités sécrétrices. Selon les périodes, ces essences traversent la paroi cellulaire vers l'extérieur de la cuticule sous forme de vapeur (**Bruneton, 1999; Bakkali et al., 2008**). D'après **Garneau (2004)**, la plupart des huiles essentielles se retrouvent dans des glandes sécrétrices qui se répartissent sur l'ensemble de la plante, mais rares sur les faces supérieure (Figure 9).



Fig.9: Glandes sécrétrices (Svoboda et Greenaway, 2003)

I-3-4- Composition chimique des huiles essentielles

Il s'agit d'un mélange complexe de constituants hétérogènes. Ces constituants appartiennent quasi exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes. On a le groupe des terpènes et des terpénoïdes (isoprénique, monoterpènes, les sesquiterpènes, les diterpènes et les triterpènes) (Bruneton, 1999; Rhayour, 2002; Clarke, 2008; Baser et Buchbauer, 2010). En outre, on a le groupe des composés aromatiques dérivés du phenylpropane. Elles peuvent également contenir des constituants non volatils issus de processus de dégradation en plus des hydrocarbures (terpènes et sesquiterpènes) et des composés oxygénés tels que les alcools, les esters, les éther, les aldéhydes, les cétones, les phénols et les éther de phénol (Bakkali *et al.*, 2008; Bruneton, 2009). La complexité des huiles essentielles rend souvent difficile la mise en évidence de leurs activités (Bruneton, 2009).

I-3-4-1- Les terpènes

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, de structure cyclique ou de chaîne ouverte. Leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'unités isopréniques à 5 atomes de carbone (C_5H_8). Ils sont subdivisés selon le nombre d'entités isoprènes en monoterpènes formé de deux isoprènes ($C_{10}H_{16}$), les sesquiterpènes, formés de trois isoprènes ($C_{15}H_{24}$), Les diterpènes, formés de quatre isoprènes ($C_{20}H_{32}$). Les tetraterpènes sont constitués de huit isoprènes qui conduisent aux caroténoïdes. Les polyterpènes ont pour formule général $(C_5H_8)_n$ ou n peut être de 9 à 30.

Les terpénoïdes sont des terpènes avec une ou plusieurs fonctions chimiques; alcool, aldéhydes, cétone, acide (Bakkali *et al.*, 2008).

I-3-4-2- Composés aromatiques

Les dérivés du phénylpropane (C6-C3) ou composés phénolique s'agissent le plus fréquemment des allyl-et propénylphénols, parfois des aldéhydes. La biosynthèse par voie phenpropanoïdes débute par des aromatiques. Il s'agit de la phénylalanine ou de la tyrosine .Ils sont généralement caractérisés par la présence d'un groupement hydroxyle fixé à un cycle phényle. Egalement, la synthèse de ces constituants nécessite une série d'acides dont l'acide shikimique et l'acide cinnamique. Les phénylpropanoïdes sont moins répondu dans l'huile essentielle que les terpènes. Néanmoins, elles sont caractéristiques dans certaines huiles essentielles d'Apiaceae tels que l'anis, le fenouil, le persil et la cannelle (**Bruneton, 1999**).

I-3-5- Les procédés d'extraction

Les huiles essentielles sont composées par des molécules aromatiques d'origine végétale présentant une très grande diversité de structure. D'ailleurs, elles sont obtenues avec des rendements très faibles de l'ordre de 1%. A cet effet, on a des substances fragiles, rares, mais toujours précieuses. Plusieurs modes d'extraction sont disponibles. (**France-Ida,1996**)

I-3-5-1- Distillation

La distillation peut être définie comme étant la séparation des constituants d'un mélange de deux ou plusieurs composants en fonction de leur température de passage à l'état gazeux (ébullition ou sublimation). La distillation peut s'effectuer avec recyclage de l'eau de distillation (cohobation), ou sans recyclage. La production des huiles essentielles se ferait donc en deux étapes à savoir la diffusion de l'huile essentielle de l'intérieur des tissus vers la surface du matériel végétal et l'évaporation et l'entraînement à la vapeur d'eau (**Bendjilali, 2004**).

Le principe de la distillation repose sur la propriété qu'ont les huiles essentielles d'être volatiles sous l'effet de la chaleur. L'huile est alors entraînée par la vapeur d'eau. Après condensation, l'huile essentielle se sépare du distillat par décantation (**Bruneton, 1999**).

I-3-5-2- Hydro-distillation

C'est la méthode la plus simple et la plus anciennement utilisée pour extraire les composés volatiles des plantes. Le principe de l'hydro-distillation est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un alambic rempli d'eau, que l'on porte ensuite à l'ébullition. La vapeur d'eau et l'essence

libérée par le matériel végétal forment un mélange non miscible. Les composants d'un tel mélange se comportent comme si chacun était tout seul à la température du mélange. Donc, la pression partielle de la vapeur d'un composant est égale à la pression de vapeur du corps pur. Cette méthode est simple dans son principe et ne nécessite pas un appareillage coûteux (Chemat, 2009).

Au laboratoire, le système équipé d'une cohobe et utilisé généralement pour l'extraction des huiles essentielles en accord avec la pharmacopée Européenne est le Clevenger (Figure10) (Clevenger, 1928).

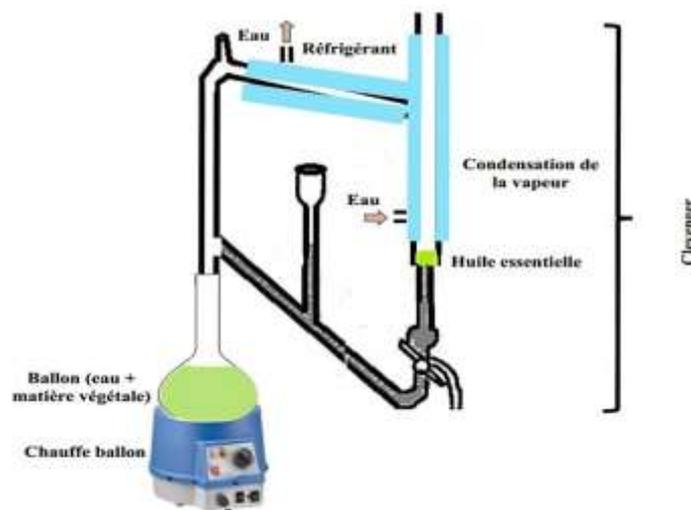


Fig. 10: Appareil d'extraction type Clevenger (Clevenger, 1928).

I-3-5-3- Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau Vapo-Hydrodistillation est l'un des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydro-distillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. La vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange «eau+ huile essentielle». 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 telles que l'huile et l'eau condensée (Belaiche, 1979).

Selon **Rudloff (1968)**, l'entraînement à la vapeur d'eau est préférable à l'hydro-distillation du fait qu'elle permet une extraction totale des huiles essentielles en améliorant le rendement de 33% par rapport à l'hydro-distillation (Figure 11).

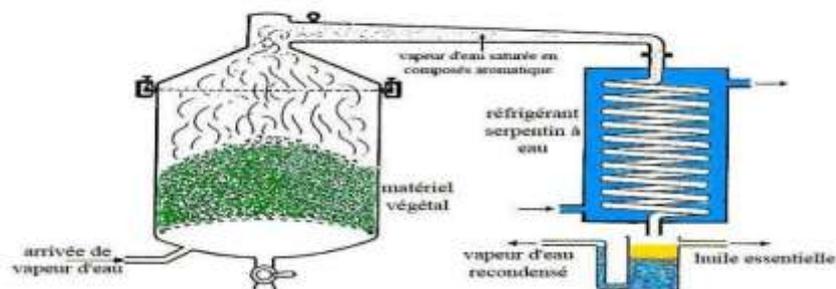


Fig. 11 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau (**El Haib, 2011**).

I-3-6- Méthodes innovantes d'extraction des huiles essentielles

I-3-6-1- Hydro- distillation assistée par ultrasons

Il s'agit dans ce cas précis d'un traitement de la plante préopost opératoire. En effet, la structure des parois des plantes et les tissus cellulaires se désorganisent, sous l'effet des ondes ultrasonores et les micros cavitations générées par les ultrasons. Ainsi, ces changements favorisent la diffusion de l'eau dans les tissus cellulaires. Ceci peut également influencer sur la cinétique d'extraction des molécules aromatique des huiles essentielles.

Les principaux avantages de ce procédé sont l'accélération de la cinétique d'extraction et l'amélioration du rendement (**Romdhane, 1993**)

I-3-6-2- Extraction assistée par micro-ondes

D'après **Marrouf (2009)**, il s'agit d'une technique récente développée dans le but d'extraire les produits naturels comparables aux huiles essentielles et aux extraits aromatiques. Dans cette méthode, la plante est chauffée par un rayonnement micro-ondes dans une enceinte dont la pression est réduite de façon séquentielle. Ces molécules volatiles sont entraînées dans le mélange azéotropique formé avec la vapeur d'eau propre à la plante traitée. 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 huile (Figure 12).

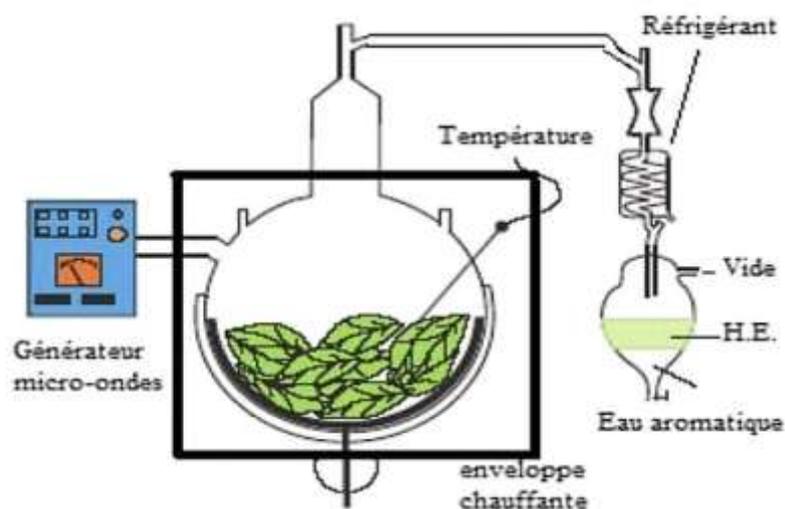


Fig. 12: Extraction assistée par micro-onde

I-3-7- Conservation des huiles essentielles

A cause de leur évaporation rapide et à leur sensibilité à l'air et à la lumière, les huiles essentielles doivent être conservées dans des flacons opaques et fermés hermétiquement (Valnet, 1984; Salle et Pelletier, 1991).

I-3-8- Propriétés physico-chimiques

I-3-8-1- Propriétés chimiques

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et éminemment variables de constituants. Elles appartiennent à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes. On a le groupe des terpénoïdes d'une part et le groupe des composés aromatiques dérivés de phénylpropane, beaucoup moins fréquents d'autre part (Bruneton, 1993).

I-3-8-2- Propriétés physiques

Liquides à température ambiante, les huiles essentielles sont volatiles, ce qui les différencie des huiles fixes. Elles ne sont que très rarement colorées. Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau à savoir les huiles essentielles de saffran, du girofle ou du cannelle qui constituent des exceptions. Elles ont un indice de réfraction élevé. Solubles dans les solvants organiques usuels, elles sont liposolubles. Entraînables à la vapeur d'eau, elles sont très peu solubles dans l'eau. Elles le sont toutefois suffisamment pour communiquer à celle-ci une odeur nette (Bruneton, 2008; Baser et Buchbauer, 2010).

I-3-9- Les activités biologiques des extraits de plantes

I-3-9-1- Activité antivirale

Les virus donnent lieu à des pathologies très variées dont certaines posent des problèmes non résolus jusqu'à ce jour. Les huiles essentielles constituent une aubaine pour traiter ces fléaux infectieux. En effet, les virus sont très sensibles aux phénylpropanoïdes et aux monoterpènes présents dans les huiles essentielles (Astani *et al.*, 2010; Astani *et al.*, 2011).

I-3-9-2- Activité antioxydante

Un antioxydant est défini comme étant toute substance qui peut retarder ou empêcher l'oxydation des substrats biologiques, ce sont des composés qui réagissent avec les radicaux libres et les rendent ainsi inoffensifs. La capacité antioxydante des huiles essentielles est étroitement liée à tout le contenu phénol (Yanishlieva *et al.*, 1999).

I-3-9-3- Activité anti-inflammatoire

L'activité anti-inflammatoire des huiles essentielles peut être attribuée non seulement à leurs activités antioxydantes. Mais, elle est liée aussi à leurs interactions avec les cascades de signalisation implique les cytokines et les facteurs de transcription régulateurs (Miguel, 2010).

I-3-9-4- Activité antibactérienne et antifongique

La majorité des huiles essentielles ont un spectre d'action très étendu contre un large éventail de microorganismes dont les bactéries, les champignons, les levures, les virus et les protozoaires. La première mise en évidence de l'action des huiles essentielles contre les bactéries a été réalisée en 1881 par Delacroix (Boyle, 1955). Depuis, de nombreuses huiles ont été définies comme antimicrobiennes (Burt, 2004). Les huiles essentielles ou leurs composés actifs peuvent être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires ainsi que dans le traitement des infections fongiques touchant l'Homme (Sokmen *et al.*, 1999; Serrano *et al.*, 2008; Kotan *et al.*, 2010).

Les activités antibactériennes et antifongiques sont estimées à la grande complexité de la composition des huiles essentielles. Les phénols comme le carvacrol et le thymol possèdent le coefficient antibactérien et antifongique le plus élevé, suivi des monoterpénols tels que le géraniol et le menthol et les aldéhydes à savoir le néral et le géraniol. En général, l'activité

décroit selon le type de fonction chimique: phénol / alcool / aldéhyde/ cétone/ ester/ hydrocarbure (**Bendjilali et al., 1986**).

I-3-9-5- Activité insecticides

La mise en évidence du potentiel insecticide des plantes est un moyen non seulement de comprendre l'utilisation traditionnelle pour la protection des denrées mais aussi d'offrir des possibilités nouvelles par la mise en œuvre d'extraits de plantes (**Desphande et Tipnis, 1977**). D'autres travaux récents mettent en évidence la toxicité des plantes. Ces travaux révèlent que l'effet des plantes sur les insectes n'est pas systématique car on observe des réponses différentes suivant l'espèce d'insecte et la plante (**Sekou et al., 2001**).

I-3-10- Domaine d'application

Elles sont destinées en effet aux grands secteurs industriels (**Grysole, 2004**).

I-3-10-1 Secteur parfumerie/ cosmétique

L'utilisation des huiles essentielles comme base dans la fabrication de parfums constitue une pratique courante depuis des siècles. La consommation d'huiles dans ce secteur se caractérise par le besoin d'une très grande variété de produits, de quantités relativement faibles et du prix souvent élevés. L'utilisation des huiles essentielles dans les crèmes et les gels permet de préserver ces cosmétiques grâce à leur activité antiseptique et antioxydante, tout en leur assurant leur odeur agréable. Elles sont utilisées aussi pour la fabrication des parfums (**Vargas et al., 1999**).

I-3-10-2 Secteur parfumerie technique

La parfumerie technique qui comprend les produits d'entretien ménage domestique ou industriel a également recours aux huiles essentielles pour l'image de propreté à laquelle elles sont associées, mais aussi parfois pour leurs propriétés antiseptiques. Par exemple, la citronnelle dégage un parfum qui indique au visiteur que l'endroit a été fraîchement lavé. Dans ce secteur, l'industrie consomme de grandes quantités d'huiles (**Grysole, 2004**).

I-3-10-3 Secteur alimentation

L'industrie alimentaire utilise les huiles essentielles pour rehausser le goût des aliments, pour parfumer et colorer. Le secteur de boissons gazeuses s'avère un gros consommateur d'huiles.

Aussi, les fabricants d'aliments et le consommateur recherche d'avantage les produits avec des ingrédients naturels. Dans ce secteur, les volumes d'huiles essentielles peuvent être très importants. L'huile la plus utilisée dans le monde est huile essentielle d'orange (**Grysole, 2004**).

I-3-10-4 Secteur médical

Les huiles à utilisation médicinale peuvent être vendues pures en petits flacons ou sous forme de vaporisateurs, de pastilles, de bonbons. Elles peuvent également être utilisées comme inhalant pour soulager la gorge (**Grysole, 2004**). Par conséquent, les huiles essentielles ont une variété d'application et dans bien des cas, la même huile peut être recherchée pour des propriétés différentes selon le secteur industriel. Les propriétés médicinales des HE sont nombreuses. Mais chacune possède ses vertus particulières (**Nicole, 1996**).

I-3-10-5 Secteur pharmaceutique

Plusieurs activités peuvent être attribuées aux HE à savoir cicatrisante, antioxydante, neurosédatrice, spasmolytique, digestive, antimicrobienne, anti-inflammatoire et désinfectante du système respiratoire. Les terpènes font partie des composés chimiques responsables de ces vertus à usage médicaux des plantes aromatiques et médicinales (**Bruneton, 1999; Dorman et al., 2000; Inouye et al., 2001; Kato et al., 1990**).

I-4- Généralités sur les Tenebrionidae

Les Tenebrionidae constituent l'une des plus vastes des familles des Coléoptères. Les adultes sont généralement de couleur sombre et présentent une grande variété d'aspect. En revanche, les larves sont de forme cylindrique. Ils sont considérés parmi les espèces les plus nuisibles aux stocks de céréales. Le régime alimentaire des Tenebrionidae est saprophage. Il s'agit d'espèces nuisibles aux produits emmagasinés. Parmi ces dernières le genre *Tribolium* comprend deux espèces. On a *Tribolium castaneum* et *Tribolium confusum* (**Delobel et Tran, 1978**).

I-4-1- Description de *Tribolium castaneum* Herbst

D'après **Delobel et Tran (1978)**, il s'agit d'un insecte appartenant à la famille de Tenebrionidae. L'adulte mesure de 2,3 à 4,5 mm, de couleur brun rougeâtre. La tête et la partie supérieure du thorax sont couvertes de minuscules ponctions. Ainsi, les ailes élytres sont striées sur toute leur longueur. Les antennes sont agrandies avec les yeux qui sont de

couleur rouges. Les œufs ont une longueur d'environ 0,5 mm, de forme cylindrique et de couleur blanche ou incolore. Ces derniers sont collants. Ceci leur permet de se couvrir de farine et se coller aux récipients (Figure 13).



Fig. 13: *Tribolium castaneum* adulte (http://jcringenbach.free.fr/tenebrioniae/Tribolium_castaneum.jpg, 1792)

I-4-2- Position systématique du *Tribolium castaneum*

Le *Tribolium castaneum* appartient à la super famille des Cucujoibae, à la famille des Tenebrionidae et à la sous famille des Ulminae (Delobel et Tran, 1993).

Cette espèce est communément appelée tribolium rouge de la farine ou petit ver de la farine.

Selon Weidner et Rack (1984) la classification de ce ravageur se résume comme suit:

- **Règne:** Animalia
- **Embranchement :** Arthropodes
- **Sous Embranchement :** Antennates
- **Classe :** Insectes
- **Sous Classe :** Ptérygotes
- **Ordre :** Coléoptère
- **Sous Ordre :** Polyphaga
- **Famille:** Tenebrionidae
- **Genre :** *Tribolium*
- **Espèce:** *Tribolium castaneum* (Herbst).
- **Nom commun :** tribolium rouge de la farine, red flour beetle.

I-4-3- Origine et distribution géographique du *Tribolium castaneum*

Le *Tribolium castaneum* est un insecte originaire de l'Asie du sud. Elle semble avoir été nuisible en Egypte antique dès la 6^{ème} dynastie. C'est un ravageur doté d'une grande faculté d'adaptation et présente actuellement une distribution cosmopolite. Il est plus fréquent sous les climats chauds notamment les tropiques (Delobel et Tran, 1993).

L'habitat original connu du *Tribolium castaneum* est sous les écorces des arbres ou les branches en décomposition, ayant pu par la suite infester les structures anthropogéniques utilisées dans les processus d'entreposage des denrées Stockés (Good, 1933).

I-4-4- Biologie du *Tribolium castaneum*

Les larves et les adultes se nourrissent de grains brisés. Le développement de l'œuf à l'adulte est bouclé en 28 jours lorsque les conditions de température et d'humidité sont optimales (31°C et 15%). Le développement est plus lent en présence de faible condition d'humidité (8%) (Dave et al., 2001). Dès trois jours, la femelle pond quotidiennement une dizaine d'œufs. Vers 30°C, ces derniers éclosent au bout de cinq jours. Les œufs sont déposés en vrac sur les graines et sont difficiles à déceler. Les larves circulent librement dans les denrées infestées et s'y nymphosent sans cocon. Á 30°C, la vie larvaire dure à peu près trois semaines et l'adulte émerge de la nymphe six jours après la formation (Figure14). La durée moyenne de développement de l'œuf à l'adulte sur millet est de 37 jours à 25°C, de 26 jours à 28°C, de 23 jours à 35°C. Selon le régime alimentaire, la durée du cycle peut atteindre 120 jours à des températures de 35°C sur grains de blé, plus d'une année sur farine. La femelle pond entre 500 et 800 œufs (Delobel et Trane, 1993; Kassimi, 2014).

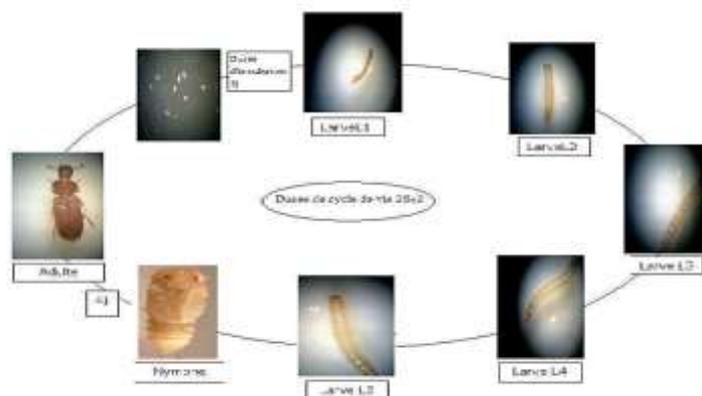


Fig. 14 : Cycle de développement de *Tribolium castaneum* dans les condition de laboratoire (Kassimi, 2014).

I-4-5- Description morphologique des différents stades du *Tribolium castaneum*

Dans la farine infestée, les larves pupes et adultes sont visibles à cause de leur taille. Cependant, les œufs sont difficilement reconnaissables de la farine, particulièrement à l'œil nu, car les particules de la farine adhèrent aux œufs rendent leur identification plus ardue (Leelaja *et al.*, 2007).

I-4-5-1- Œufs

Les œufs du ver de farine sont blanchâtres ou transparents, avec des particules alimentaires adhérant à leur surface (Mason, 2003). Ils mesurent 0,61 à 0,7 mm de longueur et 0,35 à 0,4 mm de largeur. Ils sont fluorescents sous des longueurs d'onde de 365nm soit les radiations ultra violettes (Figure 15) (Leelaja *et al.*, 2007).

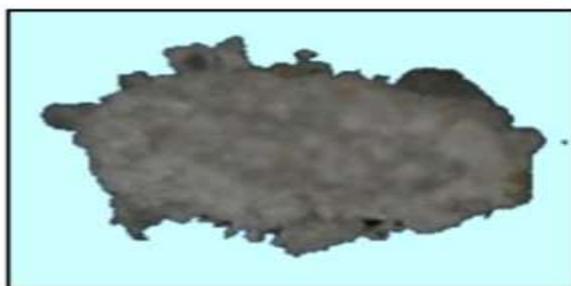


Fig. 15: Oeuf de *Tribolium castaneum* (G× 60) (Leelaja *et al.*, 2007).

I-4-5-2- Larves

Selon Lyon (2000), la larve est huit fois plus longue que large, pouvant atteindre 6 mm de long à son plein développement, portant trois paires de pattes. Elle est de forme vermiforme, cylindrique, d'une couleur jaune très pâle à maturité portant une tête brunâtre ornée latéralement de courtes soies jaunâtre (Figure 16).



Fig. 16 : Vue dorsale de la larve de *Tribolium castaneum* (G× 30) (Lyon, 2000)

I-4-5-3- Nymphes

D'après **Lyon (2000)**, la nymphe mesure 5 mm de long, nue, de couleur blanchâtre devenant progressivement brun pâle (Figure 17)



Fig. 17 : Nympe de *Tribolium castaneum* (G× 40). (**Lyon, 2000**)

Les nymphes femelles se reconnaissent des nymphes mâles par les papilles génitales, situées juste en avant des urogomphes (Figure 18). Ces derniers sont nettement plus développés chez les femelles que chez les mâles (**Sokoloff, 1974**).

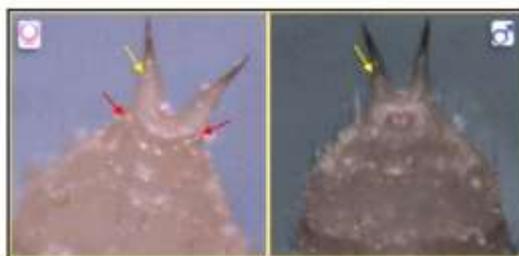


Fig. 18: Extrémité abdominale de deux pupes femelle et mâle de *T. castaneum*. (**Sokoloff, 1974**).

I-4-5-4- Adulte

Tribolium castaneum est un petit coléoptère de couleur rougeâtre mesurant 3 à 4 mm de long. Son corps est lisse allongé (**Weidner et Rack, 1984**). Les antennes se terminent par une massue nettement distincte. Les yeux ne sont pas surmontés d'un bourrelet semblable à une paupière. Les élytres présentent des lignes longitudinales pointillées. Il se distingue des autres tribolium par la partie ventrale et par les yeux qui sont larges et sont relativement rapprochés (**Bousquet, 1990**). **Delobel et Tran (1993)** notent que cet insecte est caractérisé par un dimorphisme sexuel apparent. Le mâle se distingue de la femelle par la présence d'un tubercule pilifère arrondi à la base d'un fémur antérieur (Figure 19).



Fig. 19: Adulte de *Tribolium castaneum*(G× 30). (Delobel et Tran, 1993)

I-4-6- Perte et dégâts

Le tribolium recherche surtout les denrées amylacées pulvérulentes comme la farine, le son (Lepesm, 1944). Ce parasite infeste le riz, maïs, sorgho, millet, les légumineuses, le manioc et la farine de manioc et l'igname (Figure 20). Les adultes et les larves se nourrissent surtout des brisures. Ils attaquent les grains endommagés et affectionnent les germes des grains (Robiche *et al.*, 2002). Selon David (1978), les adultes mais aussi les larves se nourrissent tout d'abord du germe puis de l'entreposage ce qui permet aux insectes de proliférer. Ceci entraîne une augmentation de la température dans l'entrepôt et favorisent davantage la prolifération des parasites. A cet effet, les aliments peuvent prendre une coloration rosée quand un nombre important d'insecte sont présents. D'après Steffan (1978), ils sont très polyphagies. Il s'agit de lithophages secondaires, car les larves et les adultes se nourrissent surtout de brisures. Ils attaquent les grains endommagés. Ainsi, ils escortent souvent les charançons ou parachèvent leurs dégâts. En outre, adultes et larves sont capables de cannibalisme vis-à-vis des œufs et des nymphes. Aussi, ils peuvent se nourrir de champignons qui peuvent envahis le stock. Ils sont toujours présents dans les stocks.



Fig. 20: Dégâts de *Tribolium castaneum* sur la semoule (Aouina et Kheliifi, 2018).

I-5- Les moyennes de lutte

Ils se résument dans les points suivants.

I-5-1- Lutte biologique

L'Association de Coordination Technique Agricole (ACTA) définit la lutte biologique comme étant une méthode qui consiste à combattre un organisme nuisible par l'utilisation des mécanismes naturels appartenant soit au règne animal ou au règne végétal. Cette méthode consiste à utiliser les différents organismes vivants, appelés auxiliaires, ou leurs produits, pour prévenir ou réduire les dégâts causés par les bio-agresseurs. Il s'agit d'utiliser la biodiversité et les ennemis naturels des espèces nuisibles (**Lambert, 2005 ; Maisonhaute, 2009**).

I-5-2- Lutte chimique

Les traitements chimiques sont largement utilisés pour combattre et réduire les dégâts causés par les insectes. Cette lutte chimique est en évolution constante successivement des produits très toxiques pour les vertébrés ou pour l'environnement. Aujourd'hui la préférence est donnée aux insecticides à action rapide et qui sont biodégradables dans le milieu. Tous ces insecticides chimiques peuvent être toxiques pour l'Homme et les animaux domestiques (**Lhoste et Normand, 1987**).

I-5-3- Lutte préventive

Elle se base sur les différentes pratiques culturales et l'entretien de la culture car l'enfouissement pendant l'hiver des plantes ayant reçu des œufs d'hiver ainsi que la destruction par des hersages ou sarclages des plantes sauvages susceptible d'héberger des espèces nuisibles aux plantes cultivées au début du printemps (**Wang et al., 2000; Lambert, 2005**).

Chapitre II :
Matériel et Méthodes

L'objectif de cette étude consiste à déterminer les potentialités insecticides de *C. salvifolius* sur la mortalité des adultes de *T. castaneum*

I- Matériel

I-1- Matériel biologique

I-1-1- Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est constitué d'une plante appartenant à la famille des Cistacées qui s'appelle *Cistus salvifolius*. Cette plante pousse d'une manière spontanée dans la région méditerranéenne.

La partie utilisée de la plante est présentée par les feuilles. Elles ont été séparées, nettoyées puis séchées à température ambiante et à l'ombre. Après séchage, les feuilles ont été broyées pour obtenir une poudre fine prête pour l'extraction.

I-1-2- Matériel entomologique

Dans le but d'étudier les propriétés insecticides des extraits de *Cistus salvifolius*, on a choisi un ravageur des denrées alimentaires stockées qui est *Tribolium Castaneum*.

I-1-3-Élevage de l'insecte *Tribolium castaneum*

L'élevage de masse de *Tribolium castaneum* est réalisé dans des bocaux en verre transparent. Ainsi chaque bocal contient environ 500g de semoule, blé, orge ou farine. Cette semoule est utilisée comme substrat alimentaire. L'élevage des insectes se fait dans une étuve réglée à une température de 25 à 27°C et une humidité de 65 à 70%.

I-2- Matériel non biologique

Il est représenté par des réactifs, un appareillage et de la verrerie.

II- Méthode

II-1- Récolte de la plante

La partie aérienne soit les tiges et les feuilles de *Cistus salvifolius* (Figure 21) ont été collectées aléatoirement au mois de Mars, 2020, après la floraison.



Fig. 21: Fleur de *Cistus salvifolius*, (Kellou et Benyettou, 2020)

II-2- Site d'échantillonnage

La région d'Isser est située dans le nord algérien, dans la wilaya de Boumerdès. Elle est limitée au nord par la mer méditerranéenne entre Boudouaou El-Bahri et Afir, à l'Ouest par la wilaya d'Alger, à l'Est par la wilaya de Tizi-Ouzou et au sud par la wilaya de Bouira.

Les différents paramètres d'identification de la plante et de la région de récolte sont indiqués dans le tableau suivant.

Tableau 1: Les différents paramètres d'identification de la plante et de la région de récolte

Nom scientifique	Région de récolte	Date de récolte	Heure de récolte	Temps de récolte	Partie de récolte	Climat
Cistus salvifolius	Isser wilaya de boumerdes	14/03/2020	10H30	Le matin	Fleurs	Méditerranéen -Hiver froids et humide -Été chauds et secs
		21/03/2020	12H00		Tiges	
					Feuilles	

II-3-Séchage et conservation

La plante fraîche a été séchée dans une chambre à l'abri de la lumière et à une température allant de 18 à 25°C sur un papier blanc. L'intérêt du séchage est d'éviter tout effet nocif dû à l'excès d'humidité qui favorise la fermentation microbienne du feuillage et le développement des moisissures (figure 22).



Fig. 22: Séchage de la plante (Benyettou et Kellou, 2020)

II-4- Méthode d'extraction

II-4-1- Préparation des extraits aqueux

Les extraits aqueux (E.Aq) et les extraits méthanoliques (E.Met) des feuilles sont préparés selon (Ferreira *et al.*, 2006). Brièvement, 100g de poudre des feuilles de la plante sont mise à bouillir pendant 20 minutes dans 1000 ml d'eau distillée. Après centrifugation à 3000 rpm pendant 15 min, les surnageants obtenus sont filtrés et lyophilisés pour obtenir des poudres brunes qui seront conservées à 32°C jusqu'à leur utilisation.

II-4-2-Préparation des extraits méthanoliques

Les extraits méthanoliques (E.Met) sont préparés selon la méthode décrite par (Motamed et Naghibi, 2010). 100 g de poudre de feuilles sont mises à une macération dans 1000 ml du mélange méthanol / eau (8 ; 2 V/V) sous agitation pendant 24h à l'ombre et à température ambiante. Après filtration, on les récupère. Cependant, les résidus sont remis pour une seconde macération dans 1000 ml de méthanol 50%, sous agitation pendant 24h. Après filtration, le méthanol est évaporé sous pression réduite à 40°C dans un rotavapeur. Les solutions obtenues sont lyophilisées pour obtenir des poudres brunes qui seront conservées à -32°C jusqu'à leur utilisation.

II-4-3- Extraction des huiles essentielles par solvant organique « Soxhlet »

Selon Houghton *et al.* (1998), cette technique permet le traitement des solides (matière végétale) avec des solvants en phase liquide ou partiellement vaporisé. On a utilisé cette méthode pour réaliser différents extraits de *Cistus Salvifolius* L. Le corps de l'extracteur contient une cartouche en cellule remplie de matière végétal. Ainsi, cette cartouche est fixée

sur un réservoir de solvant (Ballon) il est surmonté d'un réfrigérant. Le solvant est vaporisé puis condensé tout en restant en contact avec le matériel végétal. La solution collectée dans le ballon s'enrichit de plus en soluté à chaque cycle d'extraction et est terminée lorsque le solvant d'extraction devient clair (Figure 23).

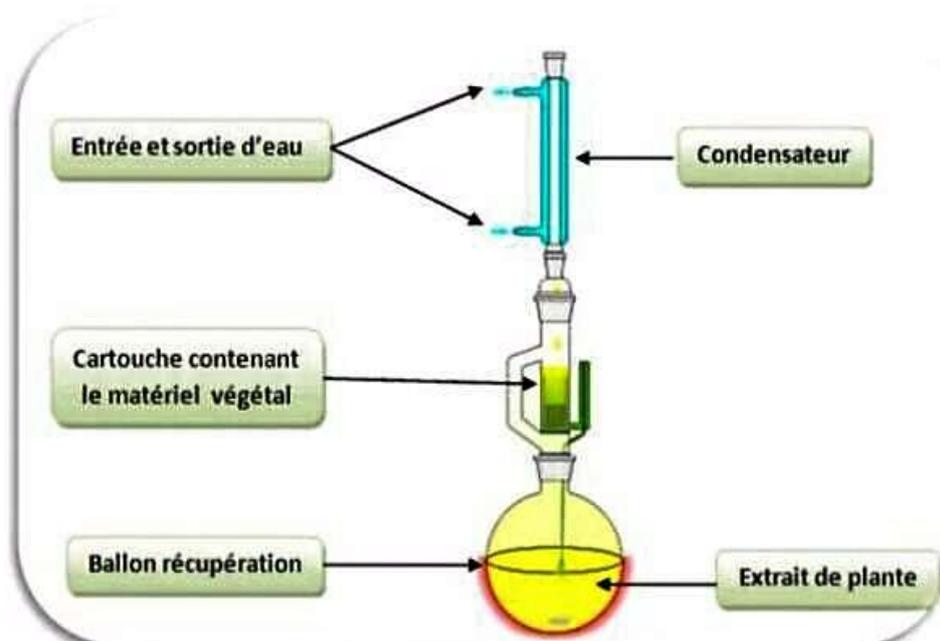


Fig. 23: Système d'extraction au Soxhlet.

L'avantage de ce type d'extraction est que le solvant condensé s'accumule dans un réservoir à siphon, ce qui augmente la durée de contact entre le solvant et le produit à extraire. Quand, le solvant atteint un certain niveau, il amorce le siphon et retourne dans le ballon en entraînant la substance dissoute.

II-5- Evaluation de l'activité insecticide des extraits végétaux par contact

II-5-1- But

Evaluer l'activité insecticide des extraits à savoir les extraits de *C. salvifolius* vis-à-vis de *T.castaneum* selon le mode de préparation à savoir le contact. L'étude de l'efficacité a été réalisée en déterminant la DL50 et la TL50 pour chaque extrait.

II-5-2- Principe

L'activité insecticide des extraits étudiés est évaluée par l'observation de la mortalité des adultes et par la détermination de la dose ainsi que le temps nécessaire pour détruire 50% de la population.

II-5-3- Mode opératoire

II-5-3-1-Bio-essais de la toxicité par contact

L'évaluation de la toxicité par contact des extraits aqueux ainsi que les extraits méthanoliques est déterminée par l'application direct sur le *T. Castaneum* (Salunke *et al.*, 2005).

On a placé plusieurs couples vierges de *T. Castaneum* dans des boites de Pétri tapissées de papier wattman traité avec 1 ml de la dilution correspondant à l'extrait méthanolique ou aqueux. Ensuite, on laisse sécher à l'air libre pendant quelques minutes, en on ajoute par la suite 5g de substrat alimentaire non traité. Les tests témoins menés dans des boites de Pétri contenant du papier wattman traité uniquement avec le méthanol ou l'eau distillée (Figure 24).



Fig. 24: Bioessais par contact

II-5-3-2- Calcul du pourcentage de mortalité

Le pourcentage de mortalité est calculé chez les adultes de *T. castaneum* et traité par la formule suivante.

$$\text{Mortalité observée} = \frac{\text{Nombre d'individus mort}}{\text{Nombre total des individus}} \times 100$$

II-5-3-3- Correction de mortalité

Le nombre d'individus démontré dans une population traitée par un produit toxique n'est pas le nombre réel d'individus tués par ce toxique. La formule permet de corriger la mortalité de (Abbott, 1925).

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

MC% : Pourcentage de mortalité corrigée

M : Pourcentage de mortalité observée dans la population traitée

Mt : Pourcentage de mortalité observée dans la population témoin

II-5-3-4-Calcul de l'efficacité

L'efficacité des différents traitements se détermine en utilisant deux manières :

II-5-3-4-1 Estimation de la DL50

Elle correspond à la dose létale qui donne une mortalité de 50%. Elle est calculée par la méthode de Probits (Finney, 1971). Ainsi, elle est déduite graphiquement à partir de la droite de régression des Probits correspondant aux pourcentages des mortalités corrigées en fonction des logarithmes des doses de traitement qui est représentative de la fonction $Y = f(x)$. Il est à noter que y représente la mortalité à un temps constant en fonction des doses croissantes représentées graphiquement par x_1, x_2, x_3 et x_4 .

II-5-3-4-1 Estimation de la TL50

Elle correspond au temps léthal qui donne une mortalité de 50% d'individus exposés à une dose ou à une concentration déterminée (Ramade, 2007). En outre, elle est déduite graphiquement à partir de droite de régression des Probits correspondant aux pourcentages des mortalités corrigées en fonction des logarithmes des temps de traitement qui est représentative de la fonction $y = f(t)$. Il est à mentionner que y représente la mortalité à une dose constante en fonction de temps croissants. Elle est représentée graphiquement par t_1, t_2, t_3 et t_n .

Ceci permet d'obtenir des équations de droites de régression de type:

$$Y = ax + b$$

Y : Produit de mortalité corrigé

X : Logarithme décimal

A : La pente

Chapitre III :
Synthèse

III-1 Synthèse :

La caractérisation de nouvelles molécules bioactives à partir d'extraits de plantes fait intervenir différentes étapes dont les principales sont l'extraction, l'identification de ces molécules bioactives par des analyses phytochimiques et enfin l'évaluation de leurs activités biologique par différents tests. *Cistus salvifolius* a fait l'objet de cette étude. Cette plante a été choisie afin d'évaluer son effet insecticide. L'extraction par les solvants organiques et inorganique est une étape essentielle pour la préparation des extraits de plantes. Cependant, le choix des solvants d'extraction influence les rendements en métabolites secondaires des extraits. En effet, **Khoddami et al., (2013)** ont montré que le méthanol et l'eau ainsi que leur mélange à différents ratios sont les solvants les plus utilisés pour une meilleure récupération de composés phénoliques. L'utilisation des feuilles de plante sous forme de poudre rend l'extraction plus efficace, car l'échantillon devient plus homogène. Ainsi, la surface de contact avec le solvant devient plus grande et la pénétration à l'intérieur des cellules est plus facile. La dilapidation augmente aussi le rendement d'extraction en composés phénoliques. On aurait préféré une extraction par un mélange hydro-alcoolique (méthanol/eau). Le méthanol est capable d'augmenter la perméabilité des parois cellulaires et de faciliter l'extraction d'un grand nombre de composés polaires ainsi que des composés de moyenne et de faible polarité (**Seidel, 2005**).

Selon **Markham (1982)**, l'extrait aqueux contient des flavonoïdes glycosyles et des tannins. Tandis que l'extrait hydro-alcoolique contient des flavonoïdes des terpènes, des cires et des tannins. Selon le même auteur, on note que les rendements du mélange hydro-méthanolique étaient plus élevés que ceux de la décoction.

Les rendements d'extraction dépendent de plusieurs facteurs à savoir la méthode d'extraction, le temps de macération, la température, le choix du solvant (**Tabart et al., 2007; Tiwari et al., 2011; Terblanche et al., 2017**). Ainsi, l'origine géographique de la plante, le climat, le sol, la période de la récolte, la durée et les conditions de stockage influencent également le rendement d'extraction (**Liu et al., 2015**).

La majorité des effets biologiques des plantes sont attribués aux polyphénols, aux flavonoïdes et aux tannins (**Amarowicz, 2007; Gulcin et al., 2010**). Les extraits méthanoliques des feuilles de *Cistus salvifolius* sont plus riches en polyphénols, en flavonoïdes et en tannins que les extraits aqueux. Cela est attribué probablement à la différence de solubilité de ces composés dans le méthanol et l'eau (**Falleh et al., 2008; Terblanche et al., 2017**). Une meilleure récupération de polyphénols et de flavonoïdes est obtenue avec le méthanol. Cependant, l'eau et le méthanol sont deux solvants polaires et leur mélange extrait

particulièrement les flavonoïdes glycosylés et les tannins (Seidel, 2005). Ceci explique en grande partie la richesse des extraits hydro-méthanolique par rapport aux extraits aqueux. La teneur en polyphénols totaux varient considérablement entre les extraits méthanoliques et aqueux de la plante. L'extrait méthanolique et aqueux de *Cistus salvifolius* sont les plus riches en polyphénols.

Plusieurs études ont montré que le genre *Cistus* est considéré comme une source importante de composés phénoliques (Barrajon-catalan *et al.*, 2010; Rebaya *et al.*, 2016; Mahmoudi *et al.*, 2016; Dimcheva et Carsheva, 2017). En plus, l'étude de Sayah *et al.*, (2017) a montré des taux de polyphénols totaux variant de 336, 51 à 408,43 mg EAG/g d'extrait de feuille de *Cistus salvifolius*.

L'activité insecticide des extraits méthanoliques a été évaluée par la mortalité des adultes de *Tribolium castaneum* obtenue selon le mode de pénétration soit le contact. L'objectif de ce mode de traitement est de savoir si les différents traitements provoquent une toxicité qui est présentée par la mortalité.

Leur efficacité a été déterminée par les DL50 et les TL50 tirées de courbe de régression des probits respectivement en fonction des logs doses et des logs temps selon la méthode décrite par Finney (1971).

De nombreux travaux sont publiés dans la littérature et ont mis en évidence l'effet des extraits de plantes sur les insectes de denrées stockées. Kassemi (2014) signale que la poudre et les huiles essentielles des feuilles de *Nepeta nepetelle* et de *Pseudocytisus integrifolius* et révèlent un effet néfaste sur le *Tribolium castaneum* en appliquant un traitement par contact. Ainsi, Bounechada *et al.*, (2011) montrent que l'effet insecticide de *Peganum harmala* présente une toxicité remarquable. Tandis que, Madjdoub *et al.*, (2013) ont montré que l'huile essentielle de *Rutacha lepensis* L. est toxique sur les adultes de *Tribolium castaneum*. De même, Souguir *et al.*, (2017) ont mis en évidence l'efficacité biocide des huiles essentiels des feuilles et des fleurs de la Marjolaine sur les adultes de *Tribolium castaneum*. D'autres chercheurs ont signalé également la propriété insecticide d'autres plantes, telles que le Safran et l'Eugénol en présentant un potentiel insecticide sur *Tribolium castaneum*. Les travaux de Bachrouch (2010) ont montré que l'huile essentielle du Pistachier lentisque présente une forte activité insecticide vis-à-vis du *Tribolium castaneum*. Ces auteurs ont signalé que la toxicité obtenue dépend majoritairement du stade de développement de l'insecte, ainsi que du temps d'exposition aux traitements. Chenni (2016) a constaté que les populations de *Tribolium castaneum* sont très résistantes envers l'huile essentielle du Basilic. Selon Acheuk *et al.*, (2018), l'évaluation des données sur la toxicité par contact a montré que l'huile essentielle de

Halocnemum strobilaceum est toxique pour les nymphes et les adultes de *Tribolium castaneum*. Alors que, l'analyse des probits a confirmé que les nymphes de *Tribolium castaneum* sont plus sensibles à l'huile essentielle d'*Halocnemum strobilaceum* que les adultes. **Yahiaoui (2005)** ; a réalisé des tests sur l'efficacité par contact des huiles essentielles de la menthe verte sur *Tribolium castaneum* à la base de 3,12%. Cet auteur a prouvé que l'huile essentielle de la menthe verte agit sur l'insecte, tout en provoquant 100% de mortalité. **Tunc et al., (2000)** ont mis en évidence l'efficacité de l'huile essentielle d'origan, du romarin et d'eucalyptus. Cette huile réduit la longévité des individus de *Tribolium castaneum* et provoque une mortalité variante de 77% à 89% après 96 heures d'exposition.

L'apparition d'une résistance aux insecticides chez les populations de *Tribolium* réside un problème mondial (**Champ et Dyte, 1976**). Aussi, des cas de résistance ont été détectés en Amérique (**Halliday et al., 1988**), ainsi qu'en Asie et en Australie (**Sexena et al., 1991**).

A titre d'exemple, la poudre de *Peganum harmala* a donné un bon résultat pour sa toxicité sur les individus de *Tribolium castaneum*. Cette efficacité est confirmée par la mort des larves et des adultes de ce ravageur. La mort de la totalité des individus (100%) est attribuée à la dose 30% pour les deux stades de développement. La TL50 de cette dose est de 6,8 jours et de 7,4 jours respectivement pour les larves et les adultes. Les analyses statistiques ont montré que la mortalité est significative avec les différentes concentrations du traitement par rapport au témoin. Le pouvoir insecticide de cette plante est dû à la présence des alcaloïdes qui ont été identifiés dans les extraits des feuilles de *Peganum harmala* par **Abbassi et al., (2005)** et dans les extraits huileux par **Idrissi hassani et al., (2002)**. L'effet insecticide de *Peganum harmala* sur *Tribolium castaneum* est confirmé par **Jbilou et al., (2006)** en utilisant les extraits méthanoliques de cette plante. *Peganum harmala* est très réputé pour sa richesse exceptionnelle en alcaloïdes surtout au niveau des fruits et des racines (**Mahmoudian et al., 2002**).

Les plantes ont été toujours considérées comme étant des ressources biologiques qui ont la capacité de synthétiser une multitude de substances chimiques actives. Ces dernières sont des métabolites secondaires. Elles sont impliquées dans la défense des plantes à l'égard des agents pathogènes, des ravageurs et des mauvaises herbes. La compréhension du rôle qu'elles peuvent engendrer dans les mécanismes de défense des plantes a permis leur exploitation dans des programmes de lutte intégrée (**Fernando et al., 1999**).

L'utilisation des insecticides chimiques provoque une contamination de la chaîne alimentaire et l'apparition d'insectes résistants (**Bounechada, 2011**). Il devient par conséquent indispensable de contrôler biologiquement ces organismes. Des études récentes ont montré

que les produits naturels issus des extraits de plantes représentent une importante source de molécules pouvant être exploitées dans différents domaines entre autres la phytoprotection **(Cissokho, 2015)**.

En raison des dangers des insecticides classiques de synthèse sur la nature et qui sont relativement néfastes sur l'Homme et l'environnement, il est impératif d'évaluer des insecticides botaniques contre ces insectes nuisibles **(Jbilou et al., 2006)**. A cet effet, des chercheurs ont développé et commercialisé différents insecticides d'origine végétale. A ce niveau, on peut citer le pyrèthre, le roténone et le neem **(Phylogène et al., 2005)**. Donc, à travers ce travail, on peut montrer l'efficacité de différents types d'extraits de plantes, notamment des plantes de la famille des Cistacées ayant un effet insecticide sur les larves et les adultes de *Tribolium castaneum*.

Conclusion

Cette étude rentre dans le cadre de la recherche des méthodes et des substances bioactives de la lutte alternatives contre les insectes ravageurs des céréales stockées. Il s'agit d'un domaine vierge, ou on doit limiter les inconvénients de l'utilisation des insecticides chimiques.

A travers ce travail, on a contribué l'évaluation de l'activité insecticide des extraits végétaux de la partie aérienne de *Cistus salvifolius* de la famille des Cistacées.

En se basant sur des données bibliographiques, on note que les différentes doses des extraits végétaux de *Cistus salvifolius* présentent des propriétés insecticides très efficaces contre le *Tribolium castaneum*. Cette propriété biologique permet d'obtenir un contrôle très satisfaisant des dégâts des individus à savoir les adultes et les larves de *Tribolium castaneum* sur la semoule. Ainsi, plusieurs auteurs rapportent l'efficacité des extraits de plantes notamment les huiles essentielles sur la protection des denrées stockées. En outre, le classement d'efficacité des extraits des végétaux change selon le stade traité. Il est à noter que le taux de mortalité de l'insecte varie selon la dose utilisée et la durée d'exposition.

Aussi, le traitement des denrées stockées par les extraits issus de plantes aromatiques et médicinales peut être très efficace pour lutter contre les ravageurs de ces denrées. Donc les extraits récupérés à partir de la partie aérienne de *C. salvifolius* peuvent être une source de molécules bioactives importantes pour remplacer les composés chimiques. Ces derniers qui ont contribué en partie à la pollution de la biosphère.

En perspective, pour préserver l'environnement ainsi que la santé humaine et animale, des solutions alternatives sont toujours recherchées, notamment dans la flore. De nombreuses plantes ont un effet insecticide ou insectifuge biodégradable. A cet effet, il serait très intéressant d'effectuer des tests de toxicité des extraits de végétaux sur les principales espèces d'insectes ravageurs des denrées stockées.

Références
Bibliographiques

A

Abbassi K., Mergaoui L., Kadiri Z., Stambouli T A. et Ghaout S. "Activités biologiques des feuilles de *Peganum harmala* (*Zygophyllacea*) en floraison sur la mortalité et l'activité génésique chez le criquet pèlerin". *Zool. baetica*, **16**, 2005, 31- 46

Acheuk, F., Lakhdhari, W., Dahliz, A., Abdellaoui, K., Moukadem, M., Allili, S. (2018). Toxicity, acetylcholinesterase and glutathione S-transferase effects of *Halocnemum strobilaceum* crude extract against *Tribolium castaneum*, *Agriculture & Forestry*, 64 (1), 23-33

Amarowicz R. (2007). Tannins: The new natural antioxidant. *Eur J Lipid Sci Technol*, **109**, 549-551.

Aouina, A ., Khelifi. N. (2018). Evaluation de l'effet répulsif de *Cuminum cyinul*.L. et *Foenicule vulgare* Mill sur l'insecte de céréales stokées *Tribolium castaneum* (Herbst).

Association française de normalisation (AFNOR), 2000. Recueil des Normes Françaises « huiles essentielles ». Tome 2 : Monographie relative aux huiles essentielles. Ed. AFNOR, Paris.

Astan A., Reichlin J. & Schnitzler P., 2010 . Comparative study on the antiviral activity of selected monoterpenes derived from essential oils. *Phytother. Res.* **24(5):** 673–679.

Astani A., Reichling J. & Schnitzler P., 2011. Screening for antiviral activities of isolated compounds from essential oils. *Evid. Based Complement. Altern. Med.* Article ID 253643, 8 pages. doi:10.1093/ecam/nep187.

Attaguile G, Perticone G, Mania G, Savoca F, Pennisi G, Salomone S. (2004). “*Cistus incanus* and *Cistus monspeliensis* inhibit the contractile response in isolated rat smooth muscle,” *J Ethnopharmacol*, **92(2-3):** 245–250.

Ayvaz A., Sagdic O., Karaborklu S., et Ozturk I., 2010 - Insecticidal activity of the essential oils from different plants against three stored-product insects , *Journal of Insect Science*: Vol. 10 .Article 21.

B

BACHROUCH,O.BENJEMAA,J.CHAIB,I.TALOU,T.MARZOUK,B.ABDERRAB A,M.2010.insecticid al activity of pistacia lentiscus oil on tribolium castaneum as alternative to chemical control in storage. *tunisian journal of plant protection* 5:63-70.

Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D. and Idaomar M. (2008). Biological Effects of Essential Oils - A Review. *Food Chem Toxicol.* 46 (2): 446-475

Barrajón-Catalán E, Fernández-Arroyo S, Saura D, Guillén E, Fernández-Gutiérrez A, Segura- Carretero A, Vicent M. (2010). Cistaceae aqueous extracts containing ellagitannins show antioxidant and antimicrobial capacity, and cytotoxic activity against human cancer cells. *Food Chem Toxicol*, **48**, 2273-2282

Baser K.H.C. & Buchbauer G., 2010. Handbook of essential oil: Science, Technology, and Applications. Ed. Taylor and Francis Group, LLC, Boca Raton, Florida, USA.

Baser KHC., Buchbauer G., 2010. Handbook of Essential oils : Science, Technology and Applications. CRC Press. UK.

Belaiche P. (1979). Traité de Phytothérapie et d'Aromathérapie. Tome 1: l'Aromatogramme. Ed. Maloine S. A., Paris, 201p

Benabdelkader T., 2012. Biodiversité, bioactivité et biosynthèse de composés terpéniques volatiles des lavandes ailées, *Lavandula stoechas Sensu Lato*, un complexe d'espèces Méditerranéennes d'intérêt pharmacologique. Thèse de Doctorat, ENS Kouba en Algérie et Université Jean-Monnet de Saint-Etienne. France. 204p.

Beniston Nt. et Beniston Ws. (1984)- Fleurs d'Algérie. *Entreprise Nationale du Livre. Alger*.pp :97-99.

Benjilali B., Tantaoui-Elaraki A., Ismaili-alaoui M. & Ayadi A., 1986. Méthode d'étude des propriétés antiseptiques des huiles essentielles par contact direct en milieu gélosé. *Plantes médicinales et phytothérapie.* **20**: 155-167.

Benjilali B. (2004) – Extraction des plantes aromatiques et médicinales cas particulier de l'entraînement à la vapeur d'eau et ses équipements. Manuel pratique. Huiles essentielles : de la plante à la commercialisation. 17-59.

Bennick, A. (2002). Interaction of plant polyphenols with salivary proteins. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*, 13, 184-196.

Berthier A., (1976). La gomme de labdanum en Espagne, *Revista italiana*, 6, 315-317.

Berthod, A., Billardello, B., and Geoffroy, S. (1999). Polyphenols in countercurrent chromatography. An example of large scale separation. *Analisis*, 27, 750-757.

Bock B. (2014). *Cistus salvifolius L.*, eFlore, la flore électronique de Tela Botanica: 1-7.

Bouamama H., T. Noel., J. Villard., A. Benharref., M. Jana., 2004. Antimicrobial activities of the leaf extracts of two Moroccan *Cistus L.* species. *Ethnopharmacologie* 104, 1-4

BOUNECHADA, M. ARAB, R. 2011. effet insecticide des plantes *melia azedarach l.* et *peganum harmala l.* sur *tribolium castaneum* herbst (coleoptera:tenebrionidae) agronomie numéro 1 – 2011.

Bousquet Y., 1990- Beetles associated with stored products in Canada: An identification guide. Agriculture and Agri-Food Canada.

Boyle W., 1955. Spices and essential oils as preservatives. *Am. Perfum. Essent. Oil Rev.* **66:** 25-28.

Bran-Blanquet J., Bolos O., (1950). Aperçu des groupements végétaux des montagnes Tarragonaises, *Collectanea botanica*, **II**(3), 302-342.

Bruneton J., 1993. Pharmacognosie, phytochimie, plantes Médicinales. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

Bruneton J., 1999. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 3ème éd. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

Bruneton J., 2008. Pharmacognosie : phytochimie, plantes médicinales. 2ème Edition, Tec & Doc, Lavoisier, Paris. P: 1188.

Bruneton J., 2009. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 4ème éd. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

Buchbauer G. & Jirovetz L., 1994. Aromatherapy-use of fragrances and essential oils as medicaments. *Flavour Frag. J.* **9:** 217-222

Burt S., 2004. Essential oils: Their antibacterial properties and potential applications in foods – a review. *Int. J. Food Microbiol.* **94:** 223–253.

C

CHAMP B.R &DYTE C.F., 1976. Report of the FAO global survey of pesticide susceptibility of stored grain pest. FAO Rome, 297 pp.

Chemat F. (2009). Essential Oils and Aromas: Green Extractions and Applications. Dehradun: Har Krishan Bhalla & Sons, India, 311p.

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. extraite par hydro-distillation. thèse de doctorat en sciences .université oran.ahmed ben bella. 135p

Cheyrier, V. (2005). Polyphenols in foods are more complex than often thought. *The American journal of clinical nutrition*, 81, 223S-229S.

Chinou, I., Demetzos, C., Harvala, C., Roussakis, C., Verbist, J.F., (1994). Cytotoxic and antibacterial labdane-type diterpenes from the aerial parts of *Cistus incanus* subsp. *creticus*. *Planta Medica* **60**, 34–36

CISSOKHO, P- S. MOMAR, T. G, EL HADJ, S. K, DIARRA.(2015). Substances inertes et plantes à effet insecticide utilisées dans la lutte contre les insectes ravageurs des céréales et légumineuses au sénégal et en afrique de l'ouest. *int. j. biol. chem. sci.* 9(3): 1644-1653.

Clarke S. (2008). Chemistry of Essential Oil. 1st ed. Elsevier. British, 302p

Clevenger J. F. (1928). Apparatus for Volatile Oil Determination, Description of New Type. *Am Perfum Essent Oil Rev.* 467-503.

Coste H. (Abbé), (1937). Flore descriptive et illustrée de la France, de la corse, et des contrées limitrophes, Libraire Scientifique et Technique Albert Blanchard, Tome 1.

Cowan M.M., 1999. Plant Products as Antimicrobial Agents. *Clin. Microbiol. Rev.* **12(4)**: 564- 582.

Crozier A., Clifford M.N. & Ashihara H., 2006. Plant secondary metabolites: occurrence, structure and role in the human diet. Ed. Blackwell Publishing Ltd, UK.

D

DAGELLE (1975), la variance d'une série statistique ou d'une distribution des fréquences est la moyenne.

Damerdji A. (2012). La faune malacologique sur différentes plantes médicinales dans la région de Tlemcen (Algérie nord-occidentale). *Afr Sci*, **08 (1)**: 79 – 87.

Dave A., Colin J., Demianyk P.G., Fields D.S., Jayas J.T.M., William E.M., Blaine T., Noel D.G.W., 2001. Protection des céréales, des oléagineux et des légumineuses à grain entreposés à la ferme contre les insectes, les acariens et les moisissures. (éd. rev.) (Manitoba) Canada. 59 p

Delobel A., et Tran M., 1993- Les Coléoptères des denrées alimentaires entreposées dans les régions chaudes, IRD Editions, p : 275-280 et 345-346.

Dehpour, M. A. Ibrahimzadeh, N. seyed Fazel et N. Seyed Mohammad (2009). Antioxydant activity of the methanol extract of *Ferula assafoetida* and its essential oil composition. *Grasas Y Aceites*. Vol. 60. pp. 405-412

Demetzos C., Dimas, K., Angelopoulou, D., Kolokouris, A., Mavromoustakos, T., (2000). Biological activity of myricetin and its derivatives against human leukemic cell lines in vitro. *Pharmacological Research* 42, 475–478.

Desphande R.S & Tipnis H.P. 1997. Insecticidal activity of *Ocimum basilicum* L. *Pesticides* 11 (1): 1-2p.

Dimcheva V, Carsheva M. (2017). Antioxidant activity and polyphenolic content of the bulgarian wild herb *cistus incanus* l. stored under different conditions. *J Chem Tech Metall*, **52(5)**, 781-790.

Dimas, K., Demetzos, C., Angelopoulou, D., Kolokouris, A., Mavromoustakos, T., (2000). Biological activity of myricetin and its derivatives against human leukemic cell lines in vitro. *Pharmacological Research* 42, 475–478.

Dorman H. J. D., Figueiredo A. C., Barroso J. G. and Deans S. G. (2000). *In Vitro* Evaluatioof Antioxidant Activity of Essential Oils and their Components. *Flavour Frag J*. 15: 12-16.

E

El Gharras H., 2009. Polyphenols: Food sources, properties and applications - A review. *Int. J. Food Sci. Technol.* **44(12)**: 2512-2518.

El Haib A. (2011). Valorisation de Terpènes Naturels Issus de Plantes Marocaines par Transformations Catalytiques. Thèse de Doctorat. Discipline ou Spécialité: Chimie Organique et Catalyse. Université de Toulouse III - Paul Sabatier, France, 195p.

F

Falleh H, Ksouri R, Chaieb K, Karray-Bouraoui N, Trabelsi N, Boulaaba M, Abdelly C. (2008). Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities. *C R Biol*, **331**, 372-379.

Ferreira A. Proenc C. Serralheiro MLM, Araújo MEM. (2006). The *in vitro* screening for acetylcholinesterase inhibition and antioxidant activity of medicinal plants from Portugal. *JEthnopharmacol*, **108**, 31–37.

Fernando A., Ring F., Lowe D. et Callam B., 1999. Index of plant pathogens plant-associated microorganisms and forest fungi of British Columbia. NRCan, Canadian Forest Service, Forest Biodiversity Network, Pacific Forestry Center, Victoria BC. Information report BC-X-385.

Finney D.J. , (1971) *Probit analysis*. 3th Ed. Cambridge University Press. IBSN 0521080421X, , 333 p.

Fleuriet A., Jay-Allemand C., Macheix JJ., 2005. Composés phénoliques des végétaux un exemple des métabolites secondaires d'importance économique. *Presses polytechniques et universitaires romandes* .121-216.

Fournier P.,(1977). Les quatre flores de France, Ed. Lechevalier-Paris, 432,438-440.

Frutos, P., Hervás, G., Giráldez García, F., and Mantecón, A. (2004). Review. Tannins and ruminant nutrition. *Spanish journal of agricultural research*, **2**, 191-202.

France-Ida J. (1996) - Bref survol de diverses méthodes d'extraction d'huiles essentielles. *Info-essence*. **3** :5-6.

G

Gamisans J., Monod D.J., (1993). Catalogue des plantes vasculaires de la corse, Ed, des Conservatoire Botanique, Genère.

Garneau F. X. (2004). Le Matériel Végétal et les Huiles Essentielles. Huiles Essentielles: de la Plante à la Commercialisation - Manuel Pratique. LASEVE-UQAC, Chicoutimi, Québec, pp. 1-16

Good N.E., 1933- Biology of the flour beetles, *Tribolium confusum* Duv. and *T. ferrugineum* Fab. Journal of Agricultural Research 46: 327-334.

Grigonis D., Venskutonis P.R., Sivik B., Sandahl M. & Eskilsson C.S., 2005. Comparison of different extraction techniques for isolation of antioxidants from sweet grass (*Hierochloë odorata*). *J. Supercrit. Fluids.* **33(3)**: 223-233.

Grysole J. (2004) - La commercialisation des huiles essentielles. Manuel pratique des huiles essentielles : de la plante à la commercialisation. 139-141

Gulcin I, Huyut Z, Elmastas M and Aboul-Enein H.Y (2010). Radical scavenging and antioxidant activity of tannic acid. *Arabian J Chem*, **3(1)**,43-53.

Guignard J. L., Cosson L. et Henry M. (1985). Abrégé de Phytochimie. Vol 1, Ed. Masson, Paris, 224 p.

.Gupta S., et Dikshit A.K., 2010- Biopesticides: an eco-friendly approach for pest control. *Journal of Biopesticides* 3, 186-188.

Gürbüz P, Demirezer LÖ, Güvenalp Z, Kuruüzüm-Uz1 A, Kazaz C (2015). Isolation and Structure Elucidation of Uncommon Secondary Metabolites from *Cistus salviifolius* L. *Rec Nat Prod*, **9 (2)**: 175-183.

H

HALLIDAY W. R., ARTHUR F. H., & ZETTLER J. L., 1988. Resistance status of red flour beetle (Coleoptera : tenebrionidae). Infesting stored panuts in southeastern United States. *Journal of Economic Entomogy* 81, 74-77.

Harborne J.B. and Williams C.A. 2000. Advances in flavonoids research since 1992. *Phytochemistry*, **55**: 481-504.

Hernández I., Alegre L., Van Breusegem F. and Munné-Bosch S. 2009. Trends in Plant Science, **14 (3)**, 125–132.

Hoffmann L., 2003. Etude du métabolisme des phénylpropanoïdes; analyse de l'interaction de la caféoyl-coenzyme A 3-O-méthyltransférase (CCoAOMT) avec son substrat et caractérisation fonctionnelle d'une nouvelle acyltransférase, l'HydroxyCinnamoyl-CoA : shikimate/quinatehydroxycinnamoyl Transférase (HCT).Thèse de Doctorat : Université de Louis Pasteur – Strasbourg I, France.

Houghton P. J. and Raman A., 1998. Laboratory Hand book for Fractionation of Natural Extracts. Chapman et Hall, Londres, 1ère éd., 29-31

Hywood V.H .(1996). Les plantes à fleurs, 306 familles de la flore mondiale. Nathan, Paris, 218.

I

Idrissi-Hassani L.M., Ould Ahmedou M.L., Mayad E.H. et Bouaichi A. "Pouvoir insecticide de *Peganum harmala* sur *Schistocerca gregaria*: Effets de l'huile et des extraits de feuilles". *Biologie & Santé*, 2, N° 2, 2002, 122-133

Inouye S., Yamaguchi H. and Takizawa T. (2001). Screening of the Antibacterial Effects of a Variety of Essential Oils on Respiratory Tract Pathogens, Using a Modified Dilution Assay Method. *J Infect Chemother.* 7 (4): 251-254.

J

Jbilou R., Amri H., Bouayad N., Ghailani N., Ennabili A. and Sayah F. "Insecticidal effects of extracts of seven plant species on larval development, a-amylase activity and offspring production of *Tribolium castaneum* (Herbst) (Insecta: Coleoptera: Tenebrionidae)". *Bioresource Technology*, **99**, 2008, 959–964 829–835.

K

Kaloma A., Kitambala K., Ndjango N.L., Sinzahera U. et Paluku T. 2008. Effet des poudres d'*Eucalyptus citriodora*, de *Cupressus lucitanica* et de *Tagetas minitiflora* dans la conservation du maïs (*Zea mays*) et du haricot (*Phaseolus vulgaris*) dans les conditions de Rethy (République démocratique du Congo). *Tropicultura* 26(1): 24-27.

Kassemi N., 2014. Activité biologique des poudres et des huiles essentielles de deux plantes aromatiques (*Pseudocytisus integrifolius* Salib et *Nepeta nepetella* L.) sur les ravageurs du blé

Kato T., Lijima H., Ishihara K., Kaneto T., Hirai K., Naito Y. and Okuda K. (1990). Antibacterial Effect Listerine on Oral Bacteria. Bull. Tokyo. Dent. coll. 31 (4): 301-307.

Khoddami A, Wilkes M.A, Roberts T.H. (2013). Techniques for analysis of plant phenolic compounds. *Molecules*, **18**, 2328-2375.

Kotan R., Cakir A., Dadasoglu F., Aydin T., Cakmakci R., Ozer H., Kordali S., Mete E. & Dikbas N., 2010. Antibacterial activities of essential oils and extracts of Turkish *Achillea*, *Satureja* and *Thymus* species against plant pathogenic bacteria. *J. Sci. Food Agric.* **90**: 145–160

L

Lambert. L., 2005-Les pucerons dans les legumes de serre : Des bêtes de sève. Ministère de l'Agriculture, des pêcheries et de l'Alimentation, Québec.

Leelaja B.C., Rajashekar Y., et Rajendran S., 2007- Detection of eggs of storedproduct insects in flour with staining techniques. *Journal of Stored Product Research*, 43(3): p 206-210

Lhoste J., Normand M. L. (1987). La lutte contre les insectes nuisible a l'agriculture et son influence sur l'environnement.

.Lepesme P., 1944- Les coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels entreposés, Ed. Encyclopédie Entomologique,

Liu W, Liu J, Yin D, Zhao X. (2015). Influence of Ecological Factors on the production of active substances in the anti-cancer plant *Sinopodophyllum hexandrum* (Royle) T.S. Ying. *PLOS One*, **10(4)**, 1-22

Loizzo M.R, Ben Jemia M, Senatore F, Bruno M, Menichini F, Tundis R (2013). Chemistryand functional properties in prevention of neurodegenerative disorders of five Cistuspecies essential oils. *Food Chem Toxicol*, **59**, 586–594

Lucchesi, M.E. 2005. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des HEs, Thèse, La Reunion .

Luis-Calabuig E., Tarregar R., Alonso I., (1996). Seedling regeneration of two *Cistus* species after experimental disturbances, *Int.J. Wildland Fir*, 6(1), 13-19.

Lyon W.F., 2000- Confused and Red Flour Beetles. Ohio State University Extension Fact Sheet.HYG-2087-97.

M

MADJDOUB, O.SOUGUIR, S. HAOUAS. BAOUAND, M. LAARIF, A. CHAIEB, I. 2013.etude de l'activité insecticide des huiles essentielles de ruta chalepensis (L.) sur les adultes de *tribolium castaneum* (herbst.) et *sitophilus zeamais* (motsch.) .4 ème journées scientifiques sur la valorisation des bioressources. Masson (Paris), 87 pp

Mahmoudi S., Khali M. et Mahmoudi N., 2013. Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynara scolymus* L.). *Revue Nature & Technologie. B- Sciences Agronomiques et Biologiques.* Volume 09 : 35 – 40

Mahmoudi H, Aouadhi C, Kaddour R, Gruber M, Zargouni W, Zaouali G, Ben Hamida N, Ben Nasri M, Ouerghi Z, Hosni K. (2016). Composition of antioxidant and antimicrobial activities of two cultivated *Cistus* species from Tunisia. *Bioscien J Uberlandia*, **32(1)**, 226-237.

Mahmoudian M., Jalilpour H. and Salehian P.(2002) "Toxicity of *Peganum harmala*: Review and a Case Report". *Iranian Journal Of Pharmacology & Therapeutics.* IJPT, **1**, 1- 4

Maisonhaute. J.L., 2009- Quand le paysage influence les ennemis naturels. Bulletin de la Société d'entomologie du Québec., Vol. 16, n° 2 : 3-5.

Makoi JHJR., Ndakidemi PA. , 2007. Biological, ecological and agronomic significance of plant phenolic compounds in rhizosphere of the symbiotic legumes. *Afric. J.Biotech.* 6(12): 1358-1368.

Manach C., Scalbert A., Morand C., Remesy C. & Jimenez L., 2004. Polyphenols: Food sources and bioavailability. *Am. J. Clin. Nutr.* **79(5)**: 727-747.

Markham K.R. (1982). Techniques of flavonoid identification. Academic press, London
Chap. 1 and 2, 1-113.

Merghem R. (2009) Eléments de biochimie végétale. *Bahaeddine Editions*: 95-121.

Marouf, A., and Raynaud, J. (2009). La botanique de A à Z: 1662 définitions. *Recherche*,67

Marrouf, A., G. Tremblin, 2009. Abrégé de biochimie appliquée, EDP sciences.

Martone P., Estevez , J., Lu F., Ruel K., Denny M., Somerville C., Ralph J. 2009.
Discovery of Lignin. *Current biology*, **19**(2): 169–75.

Mason L.J., 2003- Grain Insect Fact Sheet E-224-W: Red and Confused Flour Beetles,
Tribolium castaneum (Bhst.) and *Tribolium confusum* Duval. Purdue University,
Department of Entomology

Middleton Jr, E., Kandaswami, C., and Theoharides, T. C. (2000). The effects of plant
flavonoids on mammalian cells: for inflammation, heart disease, and cancer. *Pharmacological
reviews*, 52, 673-751.

Miguel M.G., 2010. Antioxidant and anti-inflammatory activities of essential oils: A Short
Review. *Molecules*. **15**: 9252-9287.

Möller K., 2008. La distillation à l'alambic, un art à la portée de tous. Ed. UNICO, Paris.

Motamed S.M, Naghibi F. (2010). Antioxidant activity of some edible plants of the Turkmen
Sahra region in northern Iran. *Food Chem*, **119**, 1637-1642.

Muanda F.N, 2010. Identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et
étude de leurs propriétés biologiques. Thèse de Doctorat, université Paul Verlaine, Metz.
France.

MURRY R. D. H., Mendez J., Brown S. A., 1982- the naturel coumarins Occurrence
Chemistry and Biochemistry. Ed. Chichester John Wiley and Sons, UK. New York.
England.702p.

N

Naczk M. & Shahidi F., 2004. Extraction and analysis of phenolics in food. *J ChromatogrA*
1054: 95-111.

Nogaret-Ehrhart, A. S (2006). La phytothérapie : se soigner par les plantes. Ed. Eyrolles. France. pp. 183.

Nicole M. (1996) - Aperçu de l'aromathérapie. Info.essence.2 :4-5.

O

O'Kennedy R. & Thornes R.D., 1997. Coumarins: biology, applications and mode of action. Ed. John Wiley & Sons Inc., New York.

Oubenchiker K., Karim A., Mekhfi H., Legssyer A., Ziyat A., Melhaoui A., Aziz M (2014).Inhibitory Effects of *Cistus salvifolius* on Contractile Responses in the Isolated Rabbit and Rat Jejunum. *Res J Pharm Biol Chem Scie*, **5** (4), 1450- 1456.

P

Paolini.J., 2005. Caractérisation des huiles essentielles par CPG/Ir, CPG/SM-(IE et IC) et RMN) du carbone-13 de *Cistus albidus* et de deux asteraceae andemiques de CORSE: *Eupatorium cannabinum* sub sp. *crticum* et *Doronicum corsicum*. thèse doctorat.

Penchev 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, Institut National Polytechnique de Toulouse, France.

Philogene B.J.R., 2005. Effets non intentionnels des pesticides organiques de synthèse: impact sur les écosystèmes et la faune. Dans : enjeux phytosanitaires pour l'agriculture et l'environnement ; (eds. Regnault-Roger, C., Fabres, G., Philogène, B.J.R.). Edition TEC et DOC. Paris. 171-187 p

Pincemail, J., and Defraigne, J. O. (2004). Les antioxydants : un vaste réseau de défenses pour lutter contre les effets toxiques de l'oxygène.

Q

Qa'dan F, Nahrstedt A, Schmidt M. (2011). Isolation of two new bioactive proanthocyanidins from *Cistus salvifolius* herb extract. *Pharmazie*, **66**, 454-457.

Quyoun A., 2003. Mise au point d'une base de données sur les plantes médicinales. Exemple d'utilisation pratique de cette base. Thèse de Doctorat Université Ibn Tofail Faculté desSci. Kénitra, Maroc. 110 p

R

Ramade F., 2007- Introduction à l'écotoxicologie: Fondement et Application. Ed. Tec et Doc.,p 618.

Ramakrishna A and Ravishankar G A. (2011) Influence of abiotic stress signals on secondary metabolites in plants. *Plant Signaling & Behavior*. **6(11)**, 1-12.

Ranasing N., 2007- Biopesticides: an economic approach for pest management. *Orrisa Review*, 77R79.

Rebaya A , Igueld Belghith S, Cherif J.k , Trabelsi-Ayadi M. (2016). Total Phenolic Compounds and Antioxidant Potential of Rokrose (*Cistus salviifolius*) Leaves and Flowers Grown in Tunisia. *In J Pharm phytochem Res*, **8(2)**, 327–331.

Rhayour K. (2002). Etude du Mécanisme de l'Action Bactéricide des Huiles Essentielles sur *Esherichia coli*, *Bacillus subtilis* et sur *Mycobacterium phlei* et *Mycobacterium fortuitum*. Thèse de Doctorat. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah. Fès, Maroc, 170p.

ROBICHE et al., 2002. Petit manuel d'indentification des principaux ravageurs de denrées stockées en Afrique de l'OUEST.

Romdhane M., 1993. Extraction solide liquide sous ultrasons, INPT, thèse de doctorat.

Roustand T., 1984. Contribution a l'étude botanique et phytochimique du genre *Cistus*, Thèse de doctorat, Université de Pharmacie de Montpellier.

Rudolf E. (1968) - Gas-liquid chromatography of terpenes XVI, the volatile oil of the leaves of *Juniperus Aster*. *Ashee. Can. J. Chem.*, 46 (5): 83-679.

S

Saad H-E. A., El-Sharkawy S. H. and Halim A. F. (1995). Composition of the Essential Oils of the Leaves and Stems of *Torilis arvensis*. *Pharm Acta Helv.* (70): 85-87

Salle J.L. et Pelletier J. (1991) - Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Ed. Frison-Roche, pp.19-45

Salunke, B.K., Kotkar H.M., Mendki P.S., Upasani S.M., et Maheshwari V.L., 2005- Efficacy of flavonoids in controlling *Callosobruchus chinensis* (L.) (Coleoptera: Bruchidae), a post-harvest pest of grain legumes. *Crop Protection* 24: 888-893.

Savona G., Piozzi F., Rodriguez B. and Servettaz O.1982. "Galangustin, a new flavonoide *Galeopsis angustifolia*" *Heterocycles*". 19(9): 1581-4.

Sayah K, Marmouzi I, Mrabti H.N, Cherrah Y, Faouzi M.E (2017). Antioxidant Activity and Inhibitory Potential of *Cistus salvifolius* (L.) and *Cistus monspeliensis* (L.) Aerial Parts Extracts against Key Enzymes Linked to Hyperglycemia. *Bio Med Res Int*, 1-7.

Seidel V (2005). Initial and Bulk Extraction. In: natural products isolation. Sarker S D, Latif Z, Gray A I. Eds. *Humana Press (Totowa)*, 27-37.

Sekou Moussa K. Sibidde L., Figueredo G.& Chalchat J.C. 2001. Chemical composition of the essential oil of *Xylocarpus aethiopicus* (Dunal) A. Ch. From Mali. *Journal of essential oil research*, 15 (4): 267-269p.

Serrano M., Martinez-Romero D., Guillen F., Valverde J. M., Zapata P.J., Castillo S. & Valero D., 2008. The addition of essential oils to MAP as a tool to maintain the overall quality of fruits. *Trends Food Sci. Tech.* **19**: 464- 471.

Sertkaya E., Kaya K., et Soylu S., 2009- Acaricidal activities of the essential oils from several medicinal plants against the carmine spider mite (*Tetranychus cinnabarinus* Boisd.). (Acarina: Tetranychidae), *Industrial Crops and Products* 31,107-112

SEXENAJ. D., BHATIA S. K & SINHAS. R., 1991. Status of insecticide resistance in *Tribolium castaneum* (Herbst) in India.IV : Resistance to phosphine. *Bulletin of grain Technology*, 29(3):148-151 pp.

Sokmen A., Jones B.M. & Erturk M., 1999. The *in vitro* antibacterial activity of Turkish plants. *J. Ethnopharmacol.* **67**: 79-86.

Sokoloff A., 1974- The Biology of *Tribolium*: With Special Emphasis on Genetic Aspects. Vol. 2. Clarendon Press, Oxford.

SOUGUIR,S.BENCHEIKH,Z.CHAIEB,I-LAARFLA. 2017.etude de la toxicité des huilles essentielles d'origanum majorana pour tribolium castaneum et plodia interpunctelle .3em journée scientifique sur la volarisation de bioresource

Stalikas CD., 2007. Extraction, separation, and detection methods for phenolic acids and flavonoids Review. *J. Sep. Sci.* 30:3268 – 3295

Steffan J.R-1978- Description et biologie des insectes *in* Scotti G., 1978-Les insectes et les acariens des céréales stockées, Ed AFNOR et ITFC, Paris, pp. 1-62.

Svoboda K. P. and Greenaway R. I. (2003). Investigation of Volatile Oil Gland of *Satureja hortensis* L. (*Summer savory*) and Phytochemical Comparison of Different Varieties. *Int Jour Aromather.* 13 (4): 196-202.

T

Tabart J, Kevers C, Sipel A, Pincemail J, Defraigne J.O, Dommes J. (2007). Optimisation of extraction of phenolics and antioxidants from black currant leaves and buds and of stability during storage. *Food Chem*, **105**, 1268–1275

Terblanche U, Semakalu CC, Mtunzi F, Pillay M. (2017). Screening of Variables Influencing Extraction Yield of *Cotyledon orbiculata*: 2 3 Full Factorial Design. *J Pharmacogn Phytochem Res*, **9(3)**, 303-312.

Tiwari P, Kumar B, Kaur M, Kaur G, Kaur H. (2011). Phytochemical screening and Extraction: A Review. *Int Pharm Sci*,**1(1)**,98–106.

Toniolo C and Nicoletti M (2014).Vitamin HPTLC Analyses on Dotection 24: 888-893 otection 24: 888-893 iffereent Populations of *Cistus salvifolius* L., *Austin Chromatography*, **1(4)**, 1-4.

TUNC I. BERGER. B. M., ERLER. F. et DAGLI. F., 2000. Ovicidal activety of essential oils from five plants against two stored product insects. *Journal of Stored Products Restarch.* 36 (2) : PP. 161-168.

U

Urquiaga I. et Leighton F., 2000. Plant Polyphenol Antioxidants and Oxidative Stress. *Biol. Res.* 2000; 33: 55-6

V

Valnet J. (1984) - Aromathérapie. Traitement des maladies par les essences des plantes. Maloine S.A. éditeur. Paris p 544

Vargas I., Sanz I. et Prima-Yufer E. (1999). Antimicrobial and Antioxidant Compounds in the non Volatile Fraction of Expressed Range Essential Oil. *J Food Prot.* 62 (8): 929- 932.

W

Wang. Y., Ma. L., Wang J., Ren. X., & Zhu. W., 2000- A study on system optimum control to diseases and insect pests of summer soybean. *Acta Ecologica Sinica* 20: 502-509.

Werker E., Putievsky E., Ravid U., Dudai N. & Katzir I., 1993. Glandular hairs and essential oil in developing leaves of *Ocimum basilicum L.* (Lamiaceae). *Ann. bot.* **71 (1):** 43-50.

WICHTL M.ET ROBERT A (2003): Plante thérapeutiques, 2eme édition Lavoisier, 692 pages.

Weidner H., et Rack G., 1984- Tables de détermination des principaux ravageurs des denrées entreposées dans les pays chauds, Eschborn GTZ, p. 54 et 129.

Y

YAHYAOUI N., 2005. Extraction, analyse et évaluation de l'effet insecticide des huiles essentielles de *Mentha spicata L* sur *Rhyzopertha dominica* (F.) (Coleoptera, Bostrychidae) et *Tribolium confusm* (Duv.) (Coleoptera, Tenebrionidae). Thèse de Magister en sciences agronomiques, option Ecologie, INA, El-Harrach, 95 p.

Yanishlieva N.V., Marinova E.M., Gordon M.H. & Raneva V.G., 1999. Antioxidant activity and mechanism of action of thymol and carvacrol in two lipid systems. *Food Chem.* **64:** 59–66.

Yeşilada E, Honda G, Sezik E, Tabata M, Fujita T, Tanaka T, Takeda Y, Takaishi Y. (1995).Traditional medicine in Turkey. V. Folk medicine in the inner Taurus Mountains, *J. Ethnopharmacol.* **46,** 133-152.

Yesilada, E., Ustun, O., Sezik, E., Takaishi, Y., Ono, Y., Honda, G., 1997. Inhibitory effects of Turkish folk remedies on inflammatory cytokines: interleukin-1 α , interleukin-1 β and tumour necrosis factor α . *Journal of Ethnopharmacology* 58, 59–73.

Z

Zimmer, N., and Cordesse, R. (1996). Influence of tannins on the nutritive value of ruminant feed. *INRA Production Animale*, 9, 167-179.

Résumé

L'objectif principal de ce travail consiste à évaluer l'effet insecticide des extraits végétaux d'une plante médicinale soit le *Cistus salvifolius* sur un coléoptère ravageur des denrées stockées à savoir le *Tribolium castaneum*. Afin de contrôler quelques paramètres biologiques des ravageurs de denrées stockées à savoir la mortalité des adultes et des larves. En se basant sur des études effectuées, sur l'effet des extraits de plante sur *Tribolium castaneum*, on note une forte efficacité de ces derniers sur le cycle de développement du *Tribolium castaneum* à des faibles doses. Ceci est due à la richesse des parties aériennes notamment les fleurs en métabolites secondaires.

Mots clés: effet insecticide, extraits végétaux, métabolite secondaire, coléoptère, *Cistus salvifolius*, *Tribolium castaneum*.

Abstrat

The main purpose of this work is to evaluate the insecticidal effect of the medicinal plant *Cistus salvifolius*, which on a beetle that is a pest of stored food stuffs namely *Tribolium castaneum*. In order to control some biological parameters of stored goods namely adult and larval mortality. On adults and larvae based on studies carried out on the effect of plant extracts on *Tribolium castaneum*, a high efficacy of the latter on the development cycle of *Tribolium castaneum* can be observed at low doses. This is due to the richness of the aerial parts, especially the flowers, in secondary metabolites.

Key words: insecticidal effect, plant extracts, a beetle, secondary metabolites, *Cistus salvifolius*, *Tribolium castaneum*.

ملخص

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو تقييم تأثير المبيدات الحشرية للمستخلصات النباتية لنبات طبي ، وهي *Cistus salvifolius* ، على آفة خنفساء المواد الغذائية المخزنة ، وهي *Tribolium castaneum*. وذلك للسيطرة على بعض العوامل البيولوجية للآفات الغذائية المخزنة وهي نفوق الحشرات البالغة واليرقات. بناءً على الدراسات التي أجريت حول تأثير المستخلصات النباتية على *Tribolium castaneum* ، نلاحظ فعالية عالية لهذا الأخير في دورة تطوير *Tribolium castaneum* بجرعات منخفضة. هذا بسبب ثراء الأجزاء الهوائية ، ولا سيما الزهور ، في المستقلبات الثانوية.

الكلمات المفتاحية: تأثير مبيد حشري ، خنفساء ، المستخلصات النباتية، *C. salvifolius*، *T. castaneum*، المستقلب الثانوي .