

République algérienne démocratique et populaire

Université Abdelhamid
Ibn Badis-Mostaganem
Faculté des Sciences de la
Nature et de la Vie



جامعة عبد الحميد بن باديس
مستغانم
كلية علوم الطبيعة والحياة

DEPARTEMENT D'AGRONOMIE

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDE

Présenté par :

Abdelkader Othmane

Bouchakour Tayeb

Pour l'obtention du diplôme de :

Master en agronomie

Spécialité: Protection des Cultures

THÈME

Etude de l'activité insecticide de l'huile essentielle de
Syzygium aromaticum et Illicium verum vis-à-vis
Aphis spiraecola

Soutenue publiquement le : 16/09/2018

Devant le jury :

Président : **BOUALEM Malika**

MCA U.MOSTAGANEM

Examineur : **SAIAH Farida**

MCB U.MOSTAGANEM

Encadreur : **M.BERGHEUL Saida**

MCB U.MOSTAGANEM

Année universitaire : 2017/2018

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction

Partie bibliographique

Chapitre I: *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum*

I. <i>Syzygium aromaticum</i> (Giroflier)	2
I.1 Origine	2
I.2 Culture et récolte	2
I.3 Description botanique ...	3
I.3.1 Classification	6
I.4 Effet thérapeutique et Utilisation traditionnelle	6
I.5 Effet antimicrobienne, herbicide, et insecticide	7
I.6 Toxicologie	7
II. <i>Illicium verum</i> (Anis étoilé)	9
II.1 Origine	9
II.2 Description botanique	9
II.3 Classification	10
II.4 Culture	10
II.5 Effet thérapeutique	11
II.6 Toxicologie	12

Chapitre II : Les Huiles Essentielles

I. Les huiles essentielles	13
I.1 Définition	13
I.2 Rôle des huiles essentielles	13
II. Techniques d'obtention des huiles essentielles	13
II.1 La distillation	13
II.1.1 La distillation à la vapeur d'eau	13
II.1.2 L'hydrodistillation	14
II.2 L'expression A Froid	14
II.3 L'enflourage	14
II.4 L'extraction Par Solvants	14

III. Composition Chimique Des Huiles Essentielles	15
III.1 Compositions chimiques de l'huile essentielles de <i>Syzygium aromaticum</i>	15
III.1.1 Propriétés des principaux composants de l'huile essentielle de <i>S.aromaticum</i>	15
III.1.1.1 Les Phénylpropanoïdes	15
III.1.1.2 Les sesquiterpènes	15
III.1.1.3 Les esters aromatiques	15
III.1.1.4 Autres composants	16
III.1 Les principaux composants de l'huile essentielle d'<i>Illicium verum</i>	16
III.2.1 L'anéthol	16
III.2.2 Limonène	16
III.2.3 Pinène	17
III.2.3.1 Linalol	17
IV. Utilisation des huiles essentielles en tant que bio pesticides	18

Chapitre III : *Aphis spiraecola*

Introduction

I. Classification	18
II. Description	18
III. Biologie	19
IV. La répartition géographique	20
V. Dégâts	20
VI. Lutte	21
VII. Lutte par utilisation des huiles essentielles	22

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et Méthodes

I. Objectif du travail	23
II. Présentation du lieu de travail	23
III. Matériels et méthode	23
I.1. Matériel végétal	23
I.2. Le matériel animal	23
IV. Extraction des huiles essentielles des deux épices	24
V. Calcul de rendement	25
V. Préparation des concentrations	25
VI. Technique d'échantillonnage	26
VII. Mode opératoire	26

VII.1. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact.....	26
VII.2. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion (contact indirecte)....	27
VII.3. Test de répulsivité des huiles essentielles.....	28
VIII. Expression des résultats.....	29
VIII.1. Détermination des taux de mortalité.....	29
VIII.2. Calcul des doses létales	29
VIII.3. Analyse statistique.....	30

Chapitre II : Résultats et discussion

I. Rendement de l'extraction.....	31
II. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact.....	31
III. Comparaison entre l'activité insecticide par contact des deux plantes.....	33
VI. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion (contact indirecte).....	34
V. Comparaison entre l'activité insecticide par ingestion des deux plantes.....	36
IV. Effet du test répulsif des huiles essentielles de <i>S.aromaticum</i> et <i>I.verum</i> vis-à-vis <i>D'Aphis spiraecola</i>	36
IIV. Comparaison entre la répulsivité des deux plantes sur <i>Aphis spiraecola</i>	38

Conclusion

Résumé

Références

Liste des figures

- figure 1** : Allure d'un giroflier de Madagascar.....3
- figure 2** : Feuilles jeunes de couleur rose et feuilles matures de couleur verte.....4
- figure 3** : Branche de giroflier portant les clous en inflorescence terminale4
- figure 4** : Boutons floraux et fleurs de giroflier.....5
- figure 5** : *Syzygium aromaticum*, Pousse florifère et, en dessous, bouton floral. A droite : fruit surmonté des restes du calice.....5
- figure 6** : feuilles et fleurs de la badiane de chine.....9
- figure 7** : Morphologie d'un puceron aptère (A) et ailé (B).....18
- figure 8** : Cycle biologique complet d'un puceron19
- figure 9** : Enroulement des jeunes feuilles d'agrumes suite aux attaques d'*Aphis spiraecola* (Original, 2018).....21
- figure 10** : Matériel végétal utilisé lors de l'expérience.23
- figure 11** : Le puceron vert des agrumes; *Aphis Spiraecola* (Original, 2018).....24
- figure 12** : Dispositif de la distillation à la vapeur d'eau (Original, 2018).25
- figure 13** : Les différentes concentrations des huiles essentielles(Original, 2018).26
- figure 14** : dispositif expérimentale du test de toxicité par contact de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).27
- figure 15** : dispositif expérimentale du test de toxicité par ingestion de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).27
- figure 16** : dispositif expérimentale du test de toxicité de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).29

- figure 17** : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum*.
.....32
- figure 18** : Taux de mortalité des adultes du puceron (*Aphis spiraecola*) sous l'effet d'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* enregistré le 4eme jour du traitement.
.....32
- figure 19** : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle d'*Illicium verum*.
.....33
- figure 20** : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum*.
.....35
- figure 21** : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle d'*Illicium verum*.35
- figure 22** : l'effet répulsif de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* sur le puceron vert des agrumes.
.....37
- figure 23** : l'effet répulsif de l'huile essentielle d'*Illicium verum* sur le puceron vert des agrumes.38

Liste des tableaux

Tableau 1	: Calendrier de récolte des clous de girofle en fonction des pays producteurs. Les zones vertes correspondent aux périodes de récolte.....	2
Tableau 2	: Situation botanique de l'espèce <i>Syzygium aromaticum</i>	6
Tableau 3	: les différentes propriétés et usage du <i>Syzygium aromaticum</i>	7
Tableau 4	: Situation botanique de l'espèce <i>Illicium verum</i>	10
Tableau 5	: les différentes Propriétés médicinales d' <i>Illicium verum</i>	11
Tableau 6	: Récapitulatif des quantités, familles chimiques et propriétés des principaux composants de l'H.E. de <i>Syzygium aromaticum</i>	17
Tableau 7	: Récapitulatif des quantités et familles chimiques des principaux composants de l'H.E. d' <i>Illicium verum</i>	19
Tableau 8	: situation botanique de l'espèce <i>Aphis spiraecola</i>	18
Tableau 9	: pourcentage de répulsion selon Mc Donald et al. (1970).	28
Tableau 10	: Efficacité des huiles essentielles de <i>Syzygium aromaticum</i> et <i>Illicium verum</i> par contact vis à vis l' <i>Aphis spiraecola</i>	31
Tableau 11	: Efficacité des huiles essentielles de <i>Syzygium aromaticum</i> et <i>Illicium verum</i> par ingestion vis à vis l' <i>Aphis spiraecola</i>	31
Tableau 12	: Résultats du test répulsif de l'huile essentielle de <i>Syzygium aromaticum</i> sur le puceron vert des agrumes.....	34
Tableau 13	: pourcentages de répulsion de l'huile essentielle de <i>Syzygium aromaticum</i> sur les adultes <i>Aphis spiraecola</i>	36
Tableau 14	: Résultats du test répulsif de l'huile essentielle d' <i>Illicium verum</i> sur le puceron vert des agrumes.	36
Tableau 15	: pourcentages de répulsion des huiles essentielles sur les adultes <i>Aphis spiraecola</i>	37
Tableau 16	: pourcentages de répulsion de l'huile essentielle d' <i>Illicium verum</i> sur les adultes <i>Aphis spiraecola</i>	37

Liste des abréviations

H.E : Huile Essentielle

Kg : Kilogramme

G : Gramme.

% : Pourcentage.

C : Atome de carbone

H : Atome d'hydrogène.

°C : Degré Celsius.

µl : microlitre

PR : Pourcentage de Rendement

Introduction

Introduction

Les pucerons constituent un groupe extrêmement répandu dans le monde, qu'est en particulier responsable des dommages considérables en agriculture. De nombreuses espèces sont classées comme des ennemis très redoutables des cultures, Lors de la prise alimentaire à partir de la sève des plantes, les pucerons injectent des toxines salivaires et des virus phyto-pathogènes [3]. Leurs toxiques provoquent, entre autres, un enroulement caractéristique des feuilles et un ralentissement de la croissance des branches [4].

La lutte contre les pucerons a été et reste le souci majeur des agriculteurs, pour cela différentes méthodes ont été préconisées dont la lutte chimique , qui vient de contrôler les infestations de ces ravageurs. L'utilisation massive des insecticides a conduit à l'apparition des souches résistantes de pucerons [5] En plus de son coût élevé, cette méthode présente un danger potentiel pour l'environnement [2]. Certains pesticides polluent les eaux de surface et les eaux souterraines [6].Par ailleurs, Sullivan D. J., 2008 a mentionné que les pesticides non sélectifs peuvent détruire les auxiliaires. [1]

L'utilisation de la lutte biologique semble être l'une des méthodes de lutte alternatives les plus intéressantes, en raison de ses avantages multiples sur le plan économique et écologique [7]. Elle s'appuie sur une stratégie de défense écologique et durable [9], qui vient de corriger certaines lacunes que rencontrent les autres méthodes de lutte, toute en maintenant un équilibre naturel [10].

C'est dans cette optique que s'inscrit notre étude, qui vise à étudier l'effet insecticide de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* vis-à-vis du puceron vert des agrumes *Aphis spiraecola*.

Partie

bibliographique

Chapitre I

Syzygium aromaticum et Illicium verum

I. *Syzygium aromaticum* (Giroflier):

I.1 Origin

Le Giroflier, est un arbre tropical appartenant à la grande famille des *Myrtacées*, originaire d'Indonésie, dans la partie sud des Philippines et les îles de Moluques, d'Afrique et d'Amérique du Sud (Madagascar, Brésil, Zanzibar), principalement dans des pays tropicaux. [11]

I.2 Culture et récolte

Le giroflier, comme beaucoup d'autres plantes de la famille des *Myrtacées*, est habitué aux climats tropicaux. Il a besoin d'humidité, de chaleur, et d'une altitude basse, ne dépassant pas 300 mètres. Les climats marins semblent favoriser son développement.

Le giroflier a besoin d'un sol volcanique (ou sédimentaire), au bord de mer, avec une forte pluviométrie bien répartie sur l'année, et un ensoleillement plus marqué à l'apparition des inflorescences [13] [14] [15] [16] [17].

Le moment le plus favorable à la récolte est déterminé par la couleur rosé du clou de girofle. Cueillis trop tôt, les clous n'auront pas la teneur suffisante en essence, et trop tard, les fleurs seront épanouies (sans pétales). Etant donné que les clous n'arrivent pas à maturité de façon simultanée (les Branches basses fleurissent plus tôt que les branches hautes), il faut procéder à plusieurs passages pour un même arbre. [13]

Le giroflier donne des clous à partir de la 5^{ème} année. Autour de la 8^{ème} année, la récolte est exploitable, mais le giroflier n'atteindra sa pleine production qu'à 20 ans. Un giroflier peut produire pendant 75 à 80 années, et ces vieux arbres peuvent donner 50kg de clous frais par an. [14]

La période de récolte diffère selon les zones de production. A Madagascar, les clous sont récoltés d'octobre à janvier, quand ils sont bien roses et qu'ils contiennent le maximum d'essence. A Zanzibar, il y a deux cueillettes annuelles : de Juillet à septembre et de décembre à Janvier, du fait que le Giroflier y fleurisse deux fois par an (tableau 1). [18]

Le moment de la récolte est très important car cueillis trop tôt les clous n'auront pas synthétisé la totalité de leurs composants, et cueillis trop tard ils perdront leurs pétales.

Tableau 1 : Calendrier de récolte des clous de girofle en fonction du pays producteur. Les zones vertes correspondent aux périodes de récolte. [14]

	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Aout	Sept	Oct	Nov	Déc
Indonésie												
Madagascar/Comores												
Zanzibar												
Sri Lanka												

La cueillette se fait à la main, puis les clous sont séparés des griffes. Les clous roses vont sécher pour permettre leur conservation : 35kg de clous frais donnent 10kg de clous secs. Ils seront alors prêts pour la distillation. [18]

I.3 Description botanique

C'est un grand arbre fruitier, élancé, de forme conique, d'une hauteur moyenne de 10 à 12 mètres, qui peut atteindre jusqu'à 20 mètres de haut, à port pyramidal et au tronc gris clair ridé (figure 1). [18]

De nos jours, il ressemble souvent à un arbuste car il est régulièrement taillé pour faciliter la cueillette.



Figure 1 : Allure d'un giroflier de Madagascar [18]

Ces feuilles, de 8 à 10 cm de long, sont coriaces, persistantes, opposées, pétiolées, ovales, aux limbes lancéolés, à la face supérieure vert rougeâtre et à la face inférieure vert sombre, légèrement ponctué. Elles sont aromatiques et dégagent une forte odeur de clou de girofle au froissement.

Le pétiole portant le limbe mesure entre 0,5 et 1cm de long. Les nervures sont nombreuses mais ne se voient pas beaucoup et la marge de la feuille est lisse. [18]

A l'état adulte, les feuilles sont vert foncé luisant, mais lorsqu'elles se développent elles sont de couleur rose et comme saupoudrées d'or (figure 2).



Figure 2 : feuilles jeunes de couleur rose et feuilles matures de couleur verte du giroflier. [18]

L'inflorescence comprend de petites cymes (4–5 cm) compactes et ramifiées, regroupées en panicules de trois à cinq petites fleurs parfumées, au calice tubulaire blanc cassé, puis rouge (quatre Sépales rouges charnus et persistants) et à la corolle blanc rosé (quatre dialypétales blancs) (Figure 3). [18]



Figure 3 : Branche de giroflier portant les clous en inflorescence terminale. [18]

Quant aux « griffes de girofles », moins estimées, ce sont en fait les pédicelles floraux. Ils sont nommés « griffes » car ces pédicelles se terminent par une série de petites bractées en forme de griffe (figure 4). [18]



Figure 4 : Boutons floraux et fleurs de giroflier. [18]

Les fruits sont nommés « antofles » dans le commerce. Ce sont des petites baies elliptiques : environ 2,5cm de long pour 1cm de large (figure 5). Ils sont de couleur pourpre, généralement uniloculaire, et ont une ou parfois deux graines à enveloppe rouge. [19] [20] [17]

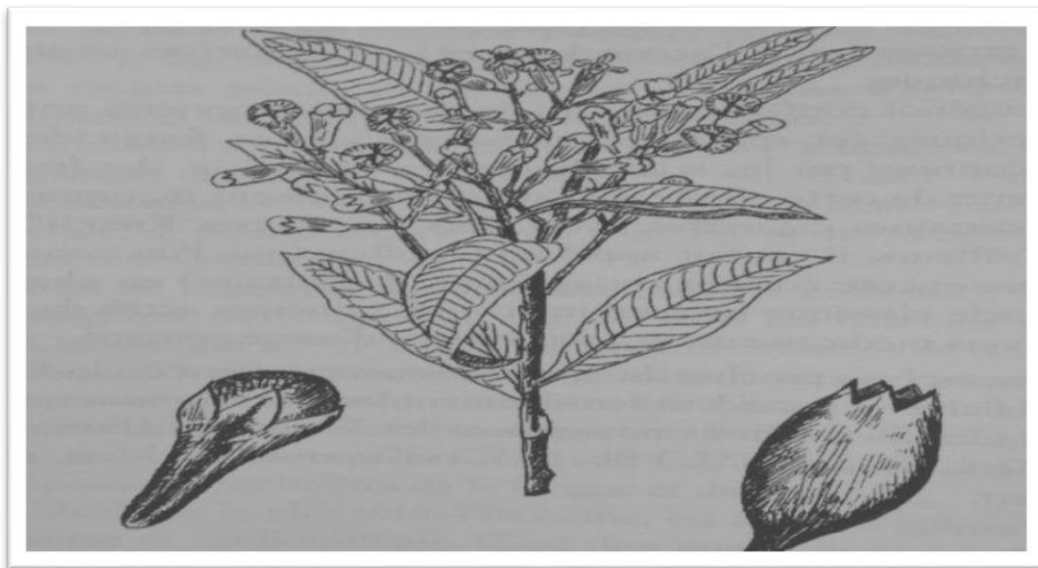


Figure 5 : *Syzygium aromaticum*. Pousse florifère et, en dessous, bouton floral. A droite : fruit surmonté des restes du calice [19].

I.3.1 Classification

Tableau 02 : Situation botanique de l'espèce *Syzygium aromaticum*

Règne	<i>Plantae</i>
Sous-règne :	<i>Tracheobionta</i>
Embranchement	<i>Magnoliophyta</i> (= <i>phanérogames</i>)
Sous-embranchement :	<i>Magnoliophytina</i> (= <i>angiospermes</i>)
Classe	<i>Magnoliopsida</i> (= <i>dicotylédones</i>)
Ordre	<i>Myrtales</i>
Famille	<i>Myrtaceae</i>
Espèce	<i>Syzygium. aromaticum</i>

Comme beaucoup d'espèces, le giroflier a porté plusieurs noms scientifiques avant d'être nommé *Syzygium aromaticum* [21] [22] [23] :

- *Caryophyllus aromaticus* L. (1753)
- *Eugenia caryophyllata* Thunb. (1788)
- *Eugenia caryophyllus* Spreng. (1825)
- *Eugenia aromatica* (L.) Baill. (1876)
- *Jambosa caryophyllus* (Thunb.) Nied. (1893)
- *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, (1939)

Actuellement, les noms *Syzygium aromaticum* et *Eugenia caryophyllus* sont tous les deux employés.

I.4 Effet thérapeutique et Utilisation traditionnelle

Syzygium aromaticum est un anesthésiant local, notamment pour les douleurs dentaires. Il soulage les douleurs musculaires, les rhumatismes et il a des propriétés anti-inflammatoires, redonne de l'énergie et permet de lutter contre la fatigue. C'est également un antidépresseur. Le clou de girofle est connu dans les écrits ayurvédiques, où il est utilisé contre les douleurs, la sciatique, les problèmes rhumatologiques, comme antibactérien et antifongique et anesthésiant local dans le soin des plaies et dans les odontalgies. [18]

Tableau 03 : les différentes propriétés et usage du *Syzygium aromaticum* [24] [25].

UTILISATION INTERNE :	UTILISATION EXTERNE :
<ul style="list-style-type: none"> -Action anti-inflammatoire : soulage les douleurs musculaires ou les rhumatismes. -Actions antibactériennes : Apaise les infections urinaires -Troubles Digestifs : Atténue les divers maux d'estomac -Anesthésiant local. -Soulager la toux des affections virales. 	<ul style="list-style-type: none"> - Propriétés antiseptiques : le girofle permet de désinfecter les plaies. - Contre la mauvaise haleine : employé comme remède. - Contre les douleurs dentaires : maux de gorge, herpès labial.

I.5 Effet antimicrobienne, herbicide, et insecticide

Le girofle est composé de plus de 15% d'huile essentielle et de 70 à 90% d'eugénol, composé antibactérien, antiseptique et antifongique. Il y a, également, entre 9 et 15% d'acétate d'eugénol, qui possède également des propriétés antibactériennes [26], entre 5 et 12% de bêta-caryophyllène, qu'il a une action stabilisatrice sur la membrane des cellules basophiles, permet de réguler la libération d'histamine, D'autres actifs sont aussi présents, en plus petites quantités. [25]

L'eugénol s'agit de composés fortement anti-infectieux (bactéricides, virucides et parasitocides). Il est notamment actif sur la flore buccale. Il détruit les germes suivants : *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Monilia albicans*....etc. Il détruit aussi les champignons à l'origine de certaines mycoses. [27]

I.6 Toxicologie

Un surdosage de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* peut entraîner des troubles gastro-intestinaux légers, tels que des vomissements, des nausées ou des diarrhées. [24]

L'huile essentielle de Clou de Girofle est en effet dermocaustique et irritante pour les voies respiratoires ce qui oblige à la diluer pour l'appliquer sur la peau. Il faut l'utiliser sur de courtes durées et avec l'avis du médecin. Elle ne peut être utilisée avec des médicaments anticoagulants. Attention enfin, elle contient plus de 80% d'eugénol, un composant allergène. Les personnes

hypertendus doivent l'utiliser avec la plus grande prudence car elle peut augmenter la tension artérielle. [27]

La dose létale est estimée à 2 à 5g/kg. Chez un enfant de 20kg, un flacon de 10ml peut déjà entraîner de sérieuses lésions. [28]

II. *Illicium verum* (Anis étoilé)

II.1 Origine

Il a été introduit en Europe à la fin du 17^{ème} siècle. Originaire d'Asie, principalement de Chine du Sud, Poussant essentiellement dans les régions tropicales il peut supporter le climat tempéré doux européen. La Badiane est également appelé "Anis de Sibérie", "Anis Etoilé", "Badiane", "Badiane de Chine" et "Fenouil de Chine". [29]

II.2 Description botanique

La badiane de Chine est un arbre ornemental et aromatique. Atteignant une dizaine de mètres, toujours vert, peu rustique, il supporte les températures allant jusqu'à -5°C. [29]

Le feuillage est vert foncé, les fleurs assez grandes et généralement solitaires, rose ou jaune, le fruit, marron-rouge une fois séché, ressemble à une étoile à 5 à 10 branches (en général 8), taille des rayons : 1 à 3 cm de long, sur 3 à 5 mm de large (figure 6).

Les carpelles de taille semblable sont insérés régulièrement sur un pédicule central, chaque branche de l'étoile se fend à maturité et laisse voir une graine unique, marron brillant. Le péricarpe du fruit (pas la graine) possède une forte odeur anisée, très agréable, et une saveur douce un peu sucrée. [29]

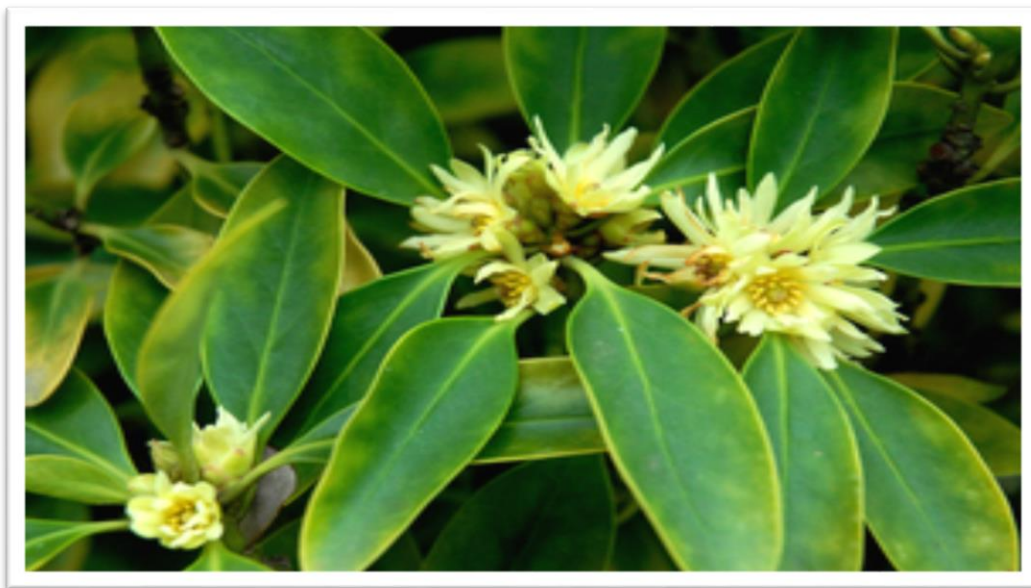


Figure 6 : feuilles et fleurs de la badiane de chine [8]

II.3 Classification

Tableau 04 : Situation botanique de l'espèce *Illicium verum*.

Classification de Cronquist (1981)	
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Magnoliidae
Ordre	Illiciales
Famille	Illiciaceae
Genre	<i>Illicium</i>
Espèce	<i>I. verum</i>

II.4 Culture

Une seule espèce est cultivée, *Illicium verum*, originaire de Chine où elle est cultivée pour la récolte de ses fruits à vertus médicinales et culinaires. Ce petit arbre au feuillage vert brillant persistant est très décoratif et il se pare à partir de mai de grandes fleurs parfumées qui donneront des fruits très particuliers en forme d'étoiles récoltés vert et ensuite séchés au soleil prenant une couleur brun rougeâtre pour être utilisé dans la fabrication de boissons anisées et en pâtisserie. [30]

La plantation de l'anis étoilé s'effectue à l'automne ou au printemps. Il lui faut de l'ombre et à l'abri du vent, Ces besoins en températures supérieures à -5 °C et un sol riche plutôt acide imposent une culture hors sol pour les terrasses et vérandas. On peut le semer en se procurant des graines. Le fruit est récolté habituellement deux fois par an, au printemps et en automne, lorsqu'il est vert. Il est ensuite séché au soleil pour prendre une couleur brun rougeâtre. [30]

II.5 Effet thérapeutique

Tableau 05 : les différentes Propriétés médicinales de la badiane. [30]

UTILISATION INTERNE	Troubles gastro-intestinaux	atténue les colites, entérocolites, indigestions, dyspepsies, flatulences, spasmes du tube digestif.
	Troubles de la vésicule biliaire	stimule la sécrétion biliaire.
	Troubles de l'appareil urinaire	agit sur les spasmes de la vessie infectée et atténue les douleurs liées aux calculs.
	Système cardio-vasculaire	régule les troubles de la tension artérielle et des pulsations cardiaques (propriétés tonicardiaques).
	Problèmes hormonaux	réduit les dérèglements hormonaux et les bouffées de chaleur liés à la ménopause.
	Etat général	diminue la fatigue physique, l'asthénie, l'anxiété, la dépression, stimule la libido.
UTILISATION EXTERNE	Pathologies	aide à fluidifier les sécrétions nasales (en cas de rhinopharyngites).
	Rhumatologie	Calme les douleurs articulaires et les lombalgies. Agit sur les troubles digestifs (colites, flatulences, spasmes de l'intestin), les spasmes de la vessie, les douleurs articulaires et musculaires, la régulation hormonale, les infections et les pathologies du système respiratoire, l'hypertension et l'état général.

II.6 Toxicologie

La badiane est contre-indiquée chez les femmes enceintes ou atteintes de mastose mammaire et d'un cancer du sein. On recommandera la badiane en pédiatrie, pour les problèmes intestinaux de l'enfant et sur avis médical. Ne pas utiliser chez les nouveau-nés. [8]

Il n'y a pas de précautions particulières aux doses thérapeutiques indiquées. Il ne faut pas, néanmoins, mettre l'huile essentielle de badiane en contact direct avec la peau ou les yeux.

Certains composés naturels contenus dans cette huile essentielle peuvent présenter un risque d'allergie chez certaines personnes sensibles lorsque l'huile essentielle est incorporée dans une composition cosmétique (selon le 7ème Amendement de la Directive Européenne relative aux produits cosmétiques (2003/15/CE). [31]

Chapitre II

Les Huiles Essentielles

I. Les huiles essentielles

I.1 Définition

Une huile essentielle est un liquide odoriférant d'aspect fluide à épais et de couleur variable selon les plantes dont elle est extraite. Elle est sécrétée par des cellules spécialisées se trouvant aussi bien dans les feuilles (menthe poivrée, basilic grand vert), les fleurs (lavande, ylang ylang), le bois (cèdre Atlas, santal blanc), les racines (gingembre, valériane, vétiver), les graines (coriandre, anis vert, carotte) [32].

I.2 Rôle des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des messages chimiques utilisés par les plantes aromatiques pour interagir avec leur environnement. Elles permettent d'éloigner les maladies, les parasites, mais aussi de protéger contre les rayonnements du soleil. Elles jouent également un rôle important dans la reproduction et la dispersion des espèces végétales puisqu'elles permettent d'attirer les insectes pollinisateurs. [33] [34].

II. Techniques d'obtention des huiles essentielles

Il y a plusieurs techniques, variables, selon la partie du végétal traitée, selon sa fragilité de la plante utilisée, selon ses caractéristiques botaniques :

II.1 La distillation

Il existe deux formes de distillation :

II.1.1 La distillation à la vapeur d'eau

La distillation à la vapeur d'eau, ou entraînement à la vapeur d'eau, est la technique la plus courante pour l'obtention des huiles essentielles. [27]

Il s'agit en général d'une cuve en métal inerte comme le cuivre ou l'inox avec un tamis au fond pour que les végétaux ne soient pas en contact direct avec l'eau. La vapeur générée traverse le végétal et arrache par les micros gouttelettes d'huile essentielle. Cette vapeur d'eau chargée est refroidie dans un serpentin par un circuit d'eau froide. À la sortie du serpentin, on a un mélange d'eau aromatique et d'huile essentielle. L'huile essentielle, de densité plus faible que l'eau, surnage : il est alors possible de récupérer l'huile essentielle par différence de densité, grâce à un vase florentin ou essencier. L'huile essentielle est séparée de l'eau de distillation, l'hydrolat (aussi appelé eau florale dans le cas des fleurs) [32].

II.1.2 L'hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le matériel végétal est immergé directement dans un alambic rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées dans un réfrigérant et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité. L'huile essentielle étant plus légère que l'eau (sauf quelques rares exceptions), elle surnage au-dessus de l'hydrolat.

II.2 L'expression A Froid

Ce procédé, conserve le mieux l'intégrité de l'essence, il est également le plus limité. En effet, il ne peut s'appliquer qu'à une famille botanique, celle des Rutacées, pour extraire l'essence du zeste de ses fruits.

La méthode consiste à déchirer mécaniquement les poches à essence que l'on trouve en grande quantité sur l'épiderme de ces fruits, puis à séparer le produit d'extraction de la matière végétale solide. Aujourd'hui, la méthode la plus couramment employée, permet une extraction simultanée du jus et de l'huile essentielle, par pressage vertical des fruits entiers à l'aide de coupelles métalliques, et ces deux éléments sont par la suite séparés par centrifugation. [35]

II.3 L'enfleurage

La technique de l'enfleurage (ou macération à saturation) est ancienne, et n'est plus guère usitée. Elle concerne les plantes ou parties de plantes dont l'arôme est trop fragile pour supporter la chaleur d'une distillation. Elle consiste à étendre une couche de ces substances végétales fragiles entre deux couches épaisses de matière grasse. On renouvelle les matières végétales fraîche jusqu'à saturation de la graisse en fragrance. On débarrasse alors le parfum de l'excédent graisseux et l'on obtient une essence absolue (ou absolu), une huile essentielle de très haute qualité olfactive. Cette technique est la seule qui permette de restituer au mieux la fragrance de la plante fraîche [32]

II.4 L'extraction Par Solvants

Certains procédés d'extraction ne permettent pas d'obtenir des huiles essentielles à proprement parler mais des concrètes. Il s'agit d'extraits de plantes obtenus au moyen de solvants non aqueux. Ces derniers peuvent être des solvants usuels utilisés en chimie organique (hexane, éther de pétrole) mais aussi des graisses, des huiles (absorption des composés volatils lipophiles par des corps gras) ou même encore des gaz. Ces solvants ont un pouvoir d'extraction plus élevé que l'eau si bien que les extraits ne contiennent pas uniquement des composés volatils mais également bon nombre de composés non volatils tels que des cires, des pigments, des acides gras et bien d'autres [36].

III. Composition Chimique Des Huiles Essentielles

III.1 Compositions chimiques de l'huile essentielles de *Syzygium aromaticum*

Les clous renferment à l'état frais environ 15 à 20% d'huile essentielle, dont 78 à 98% d'eugénol.

En ce qui concerne la composition, la Pharmacopée européenne définit des intervalles de quantité recommandée pour chaque constituant [37] :

-75,0 et 88,0 % pour l'eugénol

-5,0 et 14,0 % pour le β -caryophyllène

-4,0 à 15,0 % pour l'acétyleugénol (acétate d'eugényle).

III.1.1 Propriétés des principaux composants de l'huile essentielle de *S.aromaticum*

III.1.1.1 Les Phénylpropanoïdes

Le composé prépondérant dans les huiles essentielles du giroflier est l'eugénol. Il appartient aux phénylpropanoïdes, [38]. Il s'agit de composés fortement anti-infectieux (bactéricides, virucides et parasitocides), ils sont également immunostimulants.

Parmi les trois « phénols » les plus puissants dans les huiles essentielles : carvacrol, thymol, et eugénol, l'eugénol est le moins toxique [21].

L'eugénol est un principe actif qui, à la différence des autres phénols, possède un pouvoir anesthésiant. L'eugénol peut augmenter le seuil de détection pour un faible stimulus tactile. En revanche, le carvacrol ne modifie en rien la perception de ce stimulus. [38]

III.1.1.2 Les sesquiterpènes

Ce sont les terpènes formés en $C_{15}H_{24}$, Ce sont de grosses molécules, et lors de la distillation, elles sont trop lourdes pour être entraînées dans le distillat. Elles ne sont donc pas quantitativement majoritaires dans les huiles essentielles.

Le β -caryophyllène constitue un exemple de sesquiterpène présente dans l'H.E. de giroflier (5 à 14%). Les sesquiterpènes sont des molécules calmantes et anti-inflammatoires [39]. En effet, leur action stabilisatrice sur la membrane des cellules basophiles, permet de réguler la libération d'histamine, diminuant ainsi les manifestations inflammatoires (démangeaisons, irritations) [38].

L'H.E. de giroflier contient d'autres sesquiterpènes comme l' α -humulène <1%, camphène 1%, et le γ -pinène <1% [40].

III.1.1.3 Les esters aromatiques

Un ester est le produit de la combinaison chimique d'un alcool aromatique et d'un acide. L'ester d'une huile essentielle proviendra en général de l'alcool qu'elle contient [39]. Dans le cas de l'H.E. de clou de girofle, l'ester est l'acétate d'eugényle, issu de l'eugénol.

Un autre exemple d'ester aromatique est le salicylate de méthyle, qui lui est présent en très petite quantité dans l'huile essentielle (<1%) [40].

Ce sont des molécules antispasmodiques musculotropes et neurotropes. Au même titre que l'eugénol, l'acétate d'eugényle possède également des propriétés antibactériennes. Mais c'est surtout un stimulant général, très utile en cas de dépression hivernale par exemple [39].

III.1.1.4 Autres composants

Bien que présents en faible quantité dans l'huile essentielle de clou de girofle, ces composants renforcent l'action des constituants, révélant une synergie d'action.

➤ **Les Aldéhydes aromatiques**

L'oxydation de l'eugénol aboutit à la formation d'un aldéhyde aromatique : la vanilline. C'est par le biais de ce procédé que l'arôme artificiel de la vanille a été synthétisé durant de nombreuses années.

➤ **Les oxydes sesquiterpéniques**

Ces molécules sont issues de l'oxydation des sesquiterpènes, et sont peu représentées dans les huiles essentielles. Leurs propriétés restent mal connues, mais il s'agirait de molécules anti-inflammatoires et faiblement anxiolytiques [27]. Parmi elles, l'oxyde de caryophyllène qui est présent dans l'H.E. de clou de girofle (<1%).

III.1 Les principaux composants de l'huile essentielle d'*Illicium verum*

III.2.1 L'anéthol

Est un composé organique de la famille des phénylpropènes. L'anéthol a un goût clairement sucré et est treize fois plus sucré que le sucre. Le goût ressenti est agréable même avec des concentrations élevées [41].

L'anéthol est un analgésique central, stimule l'expectoration et augmente les sécrétions pulmonaires par action directe sur les cellules et par stimulation des glandes de la muqueuse gastrique, ce qui engendre une évacuation réflexe du mucus bronchique, serait œstrogénique et faciliterait l'ovulation. [42]

III.2.2 Limonène

De la famille des carbures monoterpéniques, est une molécule à l'origine à la fois de l'odeur du citron et de l'orange. Il a été montré que certaines huiles essentielles extraites de plantes possèdent une activité anti-moustique (insecticide), très probablement due à la présence de limonène [43].

Des compositions à base de limonène présentant une activité insecticide contre les fourmis, les araignées, les mouches, les chenilles... ont été mises au point [44].

Le limonène possède une action sur la carapace (en chitine) des insectes, entraînant son ramollissement et ainsi la mort de l'insecte [45].

III.2.3 Pinène

Le pinène est un monoterpène bi-cyclique qui se trouve en grande quantité dans la résine d'un grand nombre de plantes. Dans la Nature nous retrouvons deux isomères structuraux du pinène, appelés alfa-pinène (α -pinène) et beta-pinène (β -pinène), les deux sont présents dans des substances comme la résine de pin, le seigle, la térébenthine et souvent utilisés dans le système de communication de nombreux insectes.

Il est considéré comme un antibiotique au spectre large. Il existe aussi des études qui démontrent son efficacité pour traiter différentes bronchites virales, agissant comme bouclier face aux attaques de virus infectieux [46].

III.2.3.1 Linalol

Est un alcool de la famille des hydrocarbures retrouvé chez de nombreux végétaux. Le linalol est une substance parfumant naturellement présente dans les huiles essentielles de thym, lavande, pin sylvestre, laurier noble, bigaradier, menthe poivrée, mais aussi dans les extraits de citron, orange, géranium, et d'autres plantes.

Il est utilisé par l'industrie cosmétique comme conservateur. Il a aussi des propriétés antalgiques, anti-inflammatoires, sédatives ou antiseptiques, il agit comme un Antioxydant (inhibe la peroxydation lipidique). Plusieurs recherches supposent que cette molécule provoquerait des allergies suite à son oxydation avec l'air, et seulement sur les personnes sensibles [47].

Tableau 6 : récapitulatif des quantités, familles chimiques et propriétés des principaux composants de l'H.E.de clous de girofle. [28]

Nom de la molécule	Quantité	Famille chimique	Propriétés
Eugénol	75-88%	<i>Phénylpropanoïdes</i> (Phénols)	Anti-infectieux (bactéricide, virucide, fongicide) Anesthésiant, Antiagrégant plaquettaire.
Acétate d'Eugényle	4-15%	<i>Ester aromatique</i>	Antispasmodique, musculotrope et Stimulant général
β-caryophyllène	5-14%	<i>Sesquiterpènes</i>	Calmant et anti-inflammatoire

Tableau 7 : récapitulatif des quantités et familles chimiques des principaux composants de l'H.E. d'*Illicium verum* [12] [48] [49].

Famille chimique	Nom de la molécule	Quantité	Propriétés
<i>phénylpropènes</i> (<i>Phénols</i>)	Trans-anéthole = E-anéthol	80 à 95 %	Activité insecticides et anticholinestérasique, Antimicrobien, antifongique
<i>Phénylpropènes</i>	Méthyl-chavicol = estragole	0,5 à 5 %	Antifongique, Antiviral. Stimulant digestif, antiallergique, spasmolytique intestinal,
<i>Sesquiterpènes</i>	gamma-himachalène, alpha-himachalène, bêta-himachalène, bêta-bisabolène, zingibérène	Très faible quantité	Activité antiseptique, Stomachiques, Anti-inflammatoires
<i>Monoterpènes</i>	limonène, alpha-pinène, linalol	5%	-Antiseptique, antivirale et sédativ. -Anti-inflammatoires, bronchodilatateur et expectorant

IV. Utilisation des huiles essentielles en tant que bio pesticides

L'utilisation répandue des insecticides synthétiques a mené à beaucoup de conséquences négatives (résistance des insecticide, toxicité sur la faune auxiliaire, problèmes de résidu, pollution environnemental) ayant pour résultat l'attention croissante étant donnée aux produits naturels. [50]

Les huiles essentielles des plantes aromatiques sont parmi les insecticides les plus efficaces d'origine botanique, ils peuvent fournir des solutions de rechange potentielles aux agents actuellement utilisés contre les insectes parce qu'elles constituent une source riche en produits chimiques bioactifs. Beaucoup d'effort a été donc concentré sur les matériaux dérivés de plante pour les produits potentiellement utiles en tant qu'agents commerciaux de lutte contre les insectes. [51].

Chapitre III

Aphis spiraecola

Introduction

C'est un aphide qui peut vivre sur une très large gamme d'hôtes secondaires appartenant à plus de 20 familles, notamment, les *Caprifoliaceae*, *Asteraceae*, *Rosaceae*, *Rubiaceae* et *Rutaceae* [50]. Il présente des phénomènes de résistances aux insecticides. Saharaoui *et al.* (2009) ont mentionné que ce puceron est très dommageable aux agrumes en Algérie. [51].

I. Classification

Tableau 8 : Systématique de l'espèce *Aphis spiraeicola*.

Règne	<i>Animalia</i>
Embranchement	<i>Arthropoda</i>
Classe	<i>Insecta</i>
Ordre	<i>Hemiptera</i>
Famille	<i>Aphididae</i>
Espèce	<i>Aphis spiraeicola</i>

II. Description

Est un insecte de petite taille (1,2 à 2,2 mm de long), de type piqueur-suceur, de couleur jaune à vert pomme avec des téguments mous, un corps ovale et un peu aplati [52]. Les cornicules sont rarement absents chez les *Aphididae* [53]. Ils ont des yeux composés et des antennes longues et fines [1] composées de 3 à 6 articles [52] (Figure 7). De plus, ils ont, une nervation assez complexe ; à l'extrémité de l'aile, la radiale émerge du stigma pour former une cellule ouverte. La nervure médiane présente deux ou trois branches.

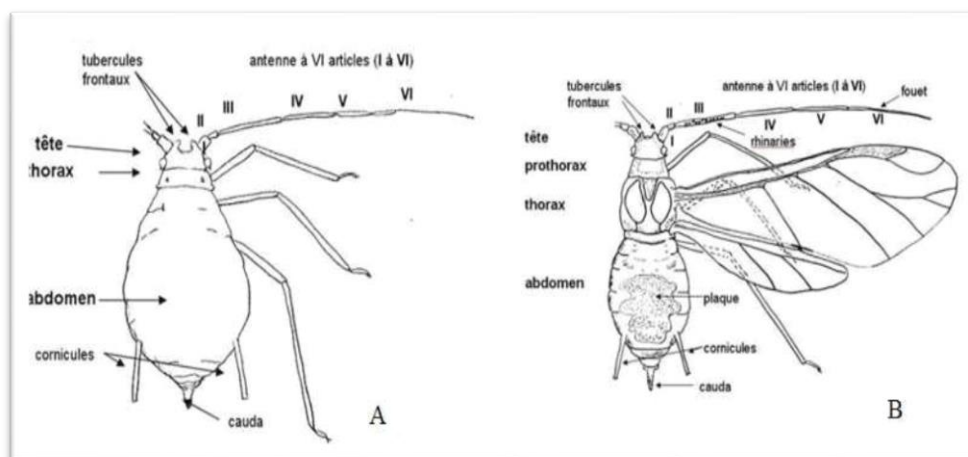


Figure 7 : Morphologie d'un puceron aptère (A) et ailé (B). [54]

III. Biologie

Les pucerons affichent un large éventail de cycles de vie relativement compliqués [55]. Ils peuvent se reproduire à la fois asexuellement et sexuellement. Dans les régions tempérées, la reproduction sexuée s'effectue à l'automne et aboutit à la production d'œufs hivernants, qui éclosent au printemps suivant et lancent un autre cycle [56].

L'alternance des phases sexuée (fin de l'été ou à l'automne) et asexuée (printemps et été) est sous le contrôle des paramètres environnementaux, en particulier la photopériode. [57] Dans une grande partie de son aire géographique, *A. spiraecola* persiste toute l'année sur les hôtes secondaires, dont plus de 65 genres et 20 familles ont été enregistrés. Il préfère les arbustes ligneux chez les *Asteraceae*, *Caprifoliaceae*, *Rosaceae*, *Rubiaceae* et *Rutaceae* [58].

La biologie des aphides est extrêmement complexe, du fait de la présence successive ou simultanée de ses différentes formes. Il peut également y avoir succession de différents hôtes au cours de l'année [59]. Les espèces de pucerons dites monoeciques, accomplissent tout leur cycle de développement sur un seul type de plante. D'autres espèces, dites dioeciques alternent entre deux types de plantes, en général très différentes l'une de l'autre [60]. Au cours de l'automne ; sous l'effet d'un photopériodisme court et des températures basses, les femelles fécondées (sexuées), pondent des œufs hivernants très résistants au froid (jusqu'à -30°C). Au printemps, ces œufs donnent exclusivement des femelles (fondatrices) parthénogénétiques. Après 12 et 20 générations de femelles parthénogénétiques durant le printemps et l'été, une génération de femelles sexuées se forme à l'automne suivant [61] (Figure 8).

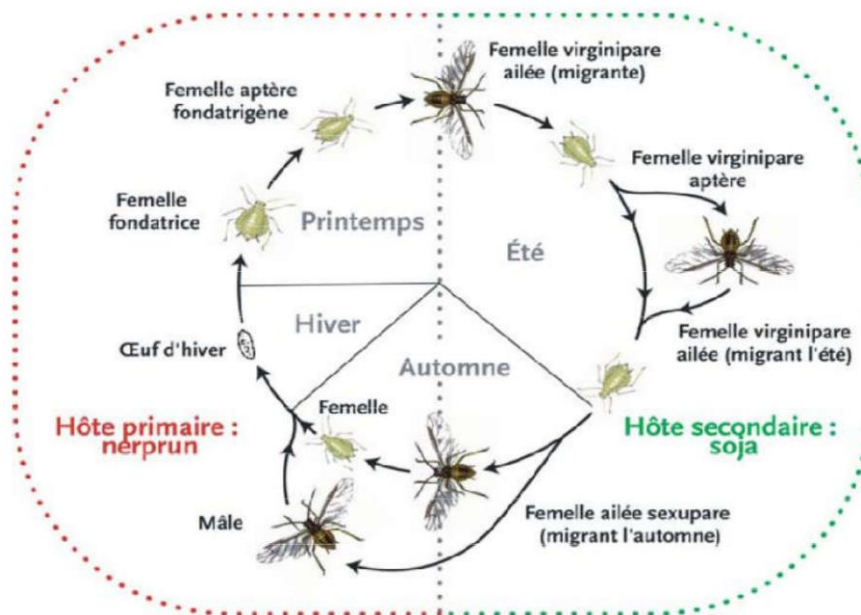


Figure 8 : Cycle biologique complet d'un puceron [52]

IV. La répartition géographique

Les pucerons constituent un groupe extrêmement répandu dans le monde, qui s'est diversifié parallèlement à celui des plantes à fleurs. [1] [62] [5]

Aphis spiraecola provient probablement de l'Extrême-Orient. Il est maintenant très répandu autour du monde dans les régions tempérées et tropicales, autour de la Méditerranée, sur tous les continents sauf l'Antarctique [58].

V. Dégâts

Les pucerons sont des ravageurs potentiels des plantes [63]. Ils agissent à la fois sur la quantité et la qualité de la production végétale. Bien que pas très féconds (40-100 descendants / femelle en moyenne), les pucerons ont un potentiel de reproduction élevé en raison de leur longue période de parthénogenèse combinée à un temps de génération court. Cela conduit à des taux intrinsèques quotidiens de croissances élevées [61].

Aphis spiraecola cause des dégâts directs (alimentation à partir de la sève et déformation de leurs hôtes) et indirects (transmission des virus et dépôt de miellat sur les feuilles) [64]. Les dégâts sont en fonction de la durée de présence et du nombre de pucerons sur la plante, et du degré de sensibilité des végétaux aux pucerons [61].

Il peut transmettre des phytovirus, tels que *Cucumber mosaic virus* (CMV), *Plum pox virus* (PPV) et *Zucchini yellow mosaic virus* (ZYMV) [65]. Il peut intervenir également dans la transmission du *Citrus tristeza virus* (CTV). [72]

L'insecte ingère la sève du phloème de leurs hôtes par l'intermédiaire des pièces buccales de type piqueur-suceur [66]. Sur les agrumes, l'action de leur alimentation se manifeste par une déformation, un gaufrage des jeunes feuilles, qui s'enroulent sur elles-mêmes (Figure 9). Les fleurs attaquées, avortent et tombent. Les fortes attaques entravent même le bon développement de la plante, surtout lorsqu'elle est jeune [2].

Après l'exploitation des acides aminés de la sève, les pucerons, rejettent à travers l'anus, le sucre qui se trouve en excès, sous forme de gouttelettes, appelées miellat. Ce miellat attire les fourmis et provoque la formation de fumagine. Cette dernière est une sorte de pellicule noire, qui non seulement empêche la photosynthèse mais déprécie énormément la qualité de la récolte.



Figure 9 : Enroulement des jeunes feuilles d'agrumes suite aux attaques d'*Aphis spiraecola* (Originale 2018).

VI. Lutte

L'utilisation d'aphicides de synthèse est largement répandue à travers le monde. Les aphicides systémiques, possèdent l'avantage de tuer les pucerons indépendamment de leur abri et de leur alimentation. Toutefois, l'utilisation de ce type de molécules conduit à leur persistance dans les parties de la plante et à un risque plus élevé de leur accumulation dans la chaîne alimentaire [2]. De plus, la résistance aux insecticides a été démontrée chez plusieurs espèces de pucerons, telles que *A. gossypii* [67] et *A. spiraecola* [68].

Pour ces raisons, il convient de développer des méthodes de lutte alternatives. Parmi celles-ci, figure l'exploitation des résistances naturelles chez les plantes. En outre, la lutte biologique, par l'utilisation d'insectes aphidiphages, tels que, les prédateurs et les parasitoïdes, est envisageable [5]. Des résultats très encourageants ont été obtenus après l'utilisation des Hyménoptères parasitoïdes et des prédateurs de type *Aphidoletes aphidimyza* (Diptera, Cecidomyidae) [69].

Les parasitoïdes des pucerons (Hymenoptera: Braconidae et Aphelinidae) sont les plus utilisés dans les programmes de lutte biologique. Plusieurs d'entre eux sont produits d'une façon commerciale en grand nombre [69]. Des taux de parasitisme de 90 à 100 % sont obtenus après des lâchers à base de *Lysiphlebus testaceipes*, *L. fabarum* et *L. confusus*, contre les pucerons des agrumes (*T. aurantii* et *A. gossypii*) dans les pays méditerranéens [70] [67].

Par ailleurs, les pucerons sont attaqués par un large éventail d'ennemis naturels, qui sont capables de maintenir leurs populations au-dessous du seuil économique [71]. Ils sont la proie d'une abondante faune prédatrice constituée principalement de coccinelles, de chrysopes et de syrphidés

[59]. Il existe également des champignons ennemis des pucerons, qui appartiennent principalement aux divisions *Zygomycota* et *Ascomycota* [69] [71].

VII. Lutte par utilisation des huiles essentielles

Actuellement les huiles essentielles commencent à avoir beaucoup d'intérêt comme source potentielle des molécules naturelles bioactives. [12]

L'effet insecticide des huiles essentielles par contact, ingestion et par fumigation a été bien démontré contre les déprédateurs des denrées entreposées, de nombreux travaux ont porté sur l'amélioration des formes d'utilisation des plantes qui permettent de renforcer et de rentabiliser leur activité insecticide [73]. Certaines observations ont montré que les huiles essentielles extraites de plantes odorantes ont une activité insecticide indéniable vis-à-vis des importants ravageurs. Ces huiles essentielles agissent par diffusion. Elles peuvent donc être utilisées en fumigation et leur emploi est facile. Selon (Koumaglou ,1992) la technologie de leur extraction est simple et accessible à tous les niveaux. [74]

Partie

Expérimentale

Chapitre I

Matériels et Méthodes

I. Objectif du travail

L'étude effectuée vis à

- Procéder à l'extraction de l'huile de : *Syzygium aromaticum* (clous de girofle) et *Illicium verum* (Anis étoilée) par la méthode de « Distillation à la vapeur d'eau ».
- Calculer le rendement de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum*.
- Tester l'efficacité des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* en tant que biopesticide vis-à-vis du puceron *Aphis spiraecola*.

II. Présentation du lieu de travail

Notre travail expérimental a été effectué au niveau des laboratoires de biochimie et de microbiologie à l'Université Abdelhamid ben Badis de Mostaganem.

III. Matériels et méthode :

I.1. Matériel végétal

Le matériel végétal est constitué de deux épices : *Syzygium aromaticum* (clous de girofle) et *Illicium verum* (anis étoilé).



Figure 10 : Matériel végétal utilisé lors de l'expérience.

A : *Syzygium aromaticum* (Clous de Girofle).

B : *Illicium verum* (Anis étoilée).

I.2. Le matériel animal

Il s'agit du puceron vert des agrumes, « *Aphis spiraecola* ». Un échantillon des individus à l'état adulte a été ramené d'un verger d'agrumes situé de l'atelier de l'université à Mazagan ; Mostaganem.



Figure 11 : le puceron vert des agrumes ; *Aphis Spiraecola* (Original, 2018).

IV. Extraction des huiles essentielles des deux épices

La méthode de la distillation à la vapeur d'eau est la plus utilisée actuellement et qui sera préférée pour extraire l'huile essentielle du giroflier et celui de la badiane.

Il s'agit d'une méthode douce qui respecte les végétaux. Elle évite le contact prolongé du végétal avec l'eau en ébullition car cela risquerait d'altérer les différents composants. [75]

L'opération dure 3 heures. Le principe consiste à chauffer l'eau à basse pression afin que ses vapeurs traversent et imprègnent la matière végétale. Les vapeurs se chargent alors en molécules aromatiques et les entraînent ensuite dans le serpentin réfrigérant (figure 12). Le temps de distillation affecte la composition de l'huile essentielle dans la mesure où l'hydro diffusion des composés volatils présents dans les tissus végétaux à travers les parois cellulaires constitue l'étape limitant du processus. Le mélange huile essentielle–eau est recueilli par un col de cygne et refroidi dans un condenseur : la séparation se fait le plus souvent par simple décantation dans un vase florentin. [76]

La réduction de la pression de marche provoque un abaissement des températures d'ébullition et de condensation. Inversement, toute augmentation de pression entraîne une élévation de ces températures. [77] L'élévation de la température permet l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité. Elle doit être limitée pour éviter les risques d'extraction des composés nuisibles et la dégradation thermique du soluté [78]

Il doit être présent

- Une quantité précise d'eau distillé (limites du tamis pour que ne soit pas en contact avec le matériel végétale).
- Une masse végétale de 500g (Clous de Girofle / Anis étoilé).

- Courant d'eau réfrigérant.

L'huile récupérée est conservé dans des tubes à essais bien scellés à température basse.

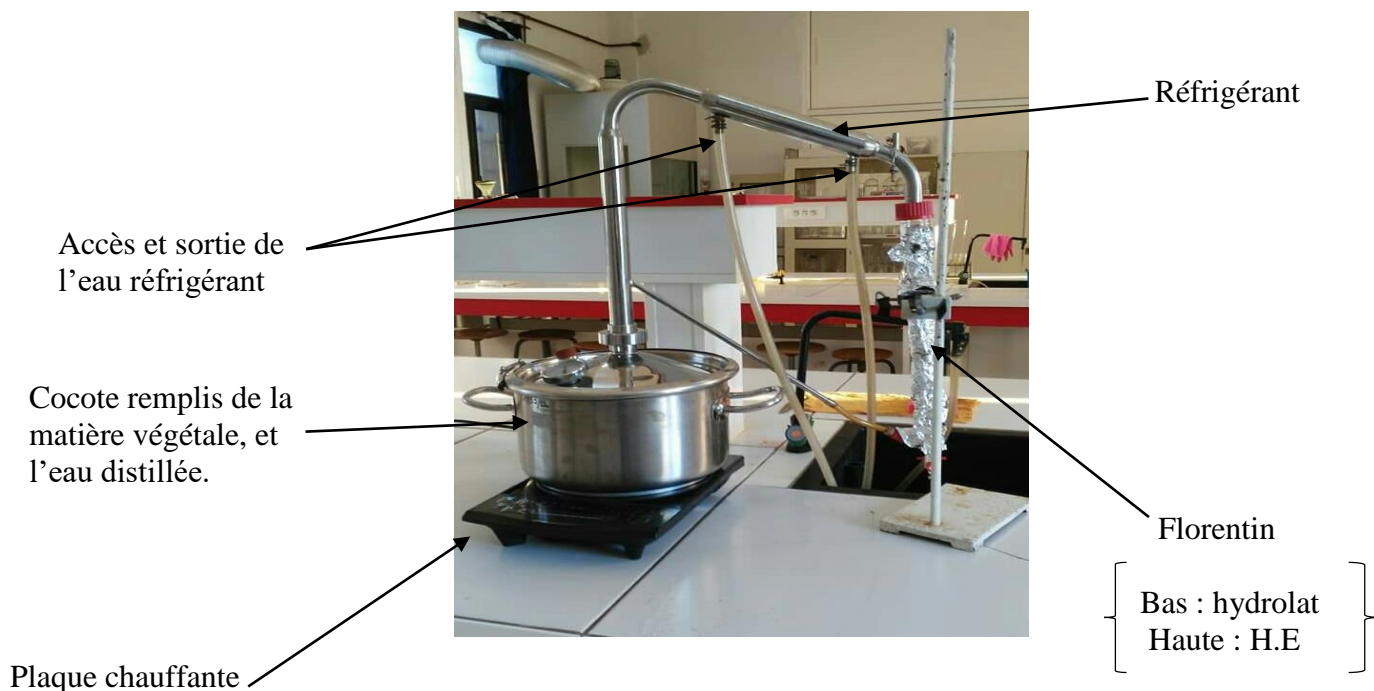


Figure 12 : Dispositif de la distillation à la vapeur d'eau (Original, 2018).

• Calcul de rendement

Le rendement est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile obtenue et la masse du matériel végétal introduit au début de l'opération.

$$\mathbf{Rd\% = m_1 / m_0 \times 100\%}$$

Rd : Rendement d'huile essentielle en pourcentage (%).

m₁ : masse de l'huile en gramme.

m₀ : masse de la matière végétale sèche en gramme.

V. Préparation des concentrations

Quatre solutions [trois concentrations 25%, 50%, 75% + un témoin 0 (solvant seul)] de chacune des huiles essentielles ont été préparées en diluant des quantités connues d'huile dans l'acétone.

- **1^{ère} concentration (25%)** : 250µl d'huile essentielle, puis on complète avec un 750 µl d'Acétone.
- **2^{ème} concentration (50%)** : 500 µl de l'H.E, et complète avec un 500 µl d'Acétone.

- **3^{ème} concentration (75%)** : Dans le 3^{ème} tube à essai ; On met 750 µl de l'H.E et complète avec un 250 µl d'Acétone.
- **4^{ème} concentration** : concentration témoin ; un tube à essai contient que l'Acétone.



Figure 13 : Les différentes concentrations des huiles essentielles (original, 2018)

VI. Technique d'échantillonnage

Un échantillonnage a été réalisé à partir du mois de mai, Des feuilles infestées sont prélevées des arbres d'agrumes (contiennent d'abord des individus adultes d'*Aphis spiraecola*); avec des jeunes feuilles saines sont prélevées aussi au niveau des extrémités des jeunes pousses, dans la ferme expérimentale du département des sciences agronomiques de l'université de Mostaganem (Algérie).

Cette technique est déjà appliquée par Fadamiro, Yoldaş et Mostefaoui, pour étudier les pucerons aux Etats-Unis, en Turquie et en Algérie respectivement. [79] [80] [81]

Par la suite, les feuilles prélevées sont acheminées au laboratoire afin de réaliser les tests.

VII. Mode opératoire

VII.1. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

À l'aide d'un micro-pulvérisateur, une quantité connue (4 ml) de chaque concentrations a été répandu uniformément sur une feuille saine contenant un lot de 4 pucerons adultes dans chaque boîte de pétri. Cinq répétitions ont été effectuées pour chaque concentration de chaque huile essentielle et pour le témoin. Après évaporation complète du solvant de dilution, chaque boîte traitée ou témoin (solvant seul) a été bien fermé avec le para-film.



Figure 14 : dispositif expérimentale du test de toxicité par contact de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).

VII.2. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion (contact indirecte)

Des feuilles saines ont été traitées avec les différentes concentrations de chaque huile essentielle, avant de placer les 4 pucerons sur la surface de chaque feuille traitée, chacune d'eux est placé dans une boîte de pétri, cinq répétitions ont été effectuées pour chaque concentration de chaque huile essentielle et pour le témoin (solvant seul). Les boîtes ont été bien fermées.

Pour chaque test, Le comptage des individus morts (mortalité) se fait après 1j, jusqu'à 5j du traitement.



Figure 15 : dispositif expérimentale du test de toxicité par ingestion de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).

VII.3. Test de répulsivité des huiles essentielles

Le test consiste à découper en deux moitiés un papier filtre. Différentes dilutions (25, 50, 75)% des huiles essentielles *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* avec l'acétone. A l'aide d'une micropipette, une quantité de chaque solution est uniformément répandue sur une moitié du disque; tandis que l'autre moitié reçoit uniquement de l'acétone. Après évaporation complète du solvant, les deux moitiés du disque sont ressoudées à l'aide d'une bande adhésive et placées dans une boîte de Pétrie. Quatre pucerons verts d'*Aphis spiraecola* sont libérés au centre de chaque papier filtre, les boîtes sont fermées.

Trois répétitions ont été effectuées pour chaque concentration. Après une heure, les individus sont dénombrés sur chaque partie du disque.

-Les individus présents sur la partie traitée à l'huile essentielle (Nt).

-Les individus présents sur la partie traitée uniquement à l'acétone (Nc).

Le pourcentage de répulsion (PR) a été calculé en utilisant la formule suivante :

$$PR = \frac{Nc - Nt}{Nc + Nt} \times 100$$

Le pourcentage moyen de répulsion a été calculé et attribué selon le classement de McDonald et al. (1970) à l'une des différentes classes répulsives variant de 0 à V

Classe 0 (PR < 0,1%),

Classe I (PR = 0,1 – 20%),

Classe II (PR = 20,1 – 40%)

Classe III (PR = 40,1 – 60%),

Classe IV (PR = 60,1 – 80%)

Et classe V (PR = 80,1 – 100%).

Tableau 9 : pourcentage de répulsion selon le classement de Mc Donald et al. (1970).

Classes	Intervalle de répulsion	propriétés
Classe 0	PR ≤ 0,1%	N'est pas répulsive
Classe 1	0,1% < PR ≤ 20%	Très faiblement répulsive
Classe 2	20% < PR ≤ 40%	Faiblement répulsive
Classe 3	40% < PR ≤ 60%	Modérément répulsive
Classe 4	60% < PR ≤ 80%	Répulsive
Classe 5	80% < PR ≤ 100%	Très répulsive

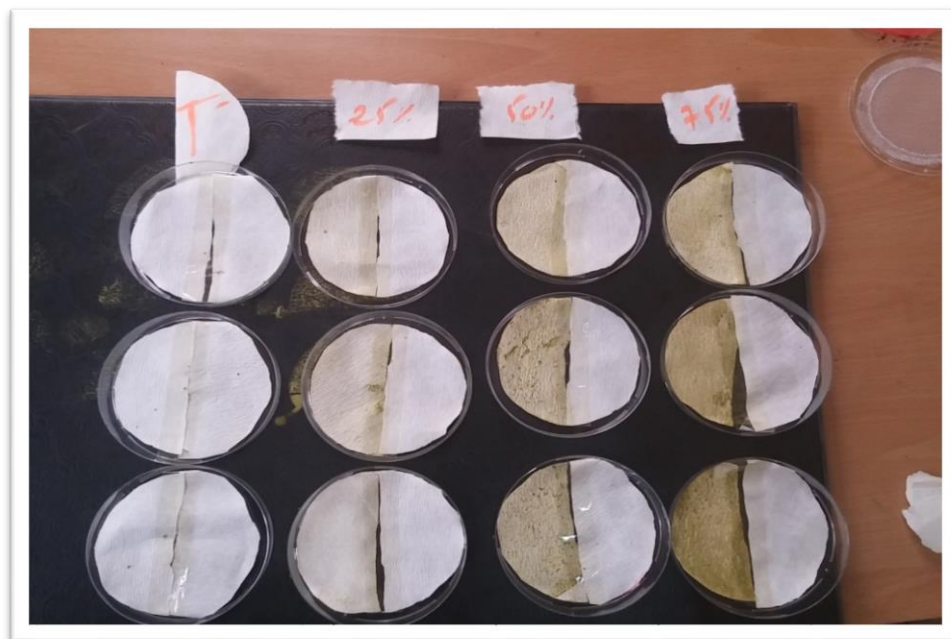


Figure 16 : dispositif expérimental du test répulsif de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* (Original, 2018).

VIII. Expression des résultats

VIII.1. Détermination des taux de mortalité

L'efficacité d'un produit est évaluée par la mortalité. Le nombre d'individus dénombrés morts dans une population traitée par un toxique n'est pas le nombre réel d'individus tué par ce toxique.

Il existe, en fait dans toute population traitée une mortalité naturelle qui vient s'ajouter à la mortalité provoquée par ce toxique, les pourcentages de mortalité doivent être corrigés par la formule d'Abbott [82] :

$$MC\% = (M - Mt * 100) / (100 - Mt)$$

MC: la mortalité corrigée en pourcentage %.

M : mortalité (individus morts) dans la population traitée.

Mt : mortalité (individus morts) dans la population témoin.

VIII.2. Calcul des doses létales :

La dose létale à 50% (DL_{50}) de chaque produit a été estimée après 24 heures d'exposition des insectes aux différentes concentrations testées. Elle représente les quantités de substance toxique entraînant la mort de 50% d'individus d'un même lot. Ces valeurs ont été déterminées à partir d'une courbe étalon donnant les variations de la mortalité en fonction des concentrations croissantes des produits. Pour cela, les pourcentages de mortalité corrigés sont transformés en probités. [84]

VIII.3. Analyse statistique

Pour estimer les effets insecticides des huiles essentielles, une analyse de la variance (ANOVA) avec deux critères de classification a été effectuée avec le nombre d'insectes morts en fonction des concentrations et du temps à l'aide du logiciel Statistica version 6.0. La comparaison des moyennes de différentes huiles essentielles a été effectuée par le test de Newman et Keuls

Résultats et discussion

I. Rendement de l'extraction

Tableau 10 : rendement des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum*.

Espèce	<i>Syzygium aromaticum</i>	<i>Illicium verum</i>
Rendement	0,4%	6%

Les huiles obtenues par l'extraction à la vapeur d'eau sont de couleur jaune foncée pour l'espèce de *Syzygium aromaticum*, et de couleur jaune clair pour *Illicium verum*. Cette variation de couleur dépend à la composition chimique des plantes et les principes actifs extraits à partir de chacune.

II. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par contact

Tableau 11 : Efficacité des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* par contact vis à vis l'*Aphis spiraecola*.

		<i>Syzygium aromaticum</i>		<i>Illicium verum</i>	
Doses	Temps	TM (%)	MC (%)	TM (%)	MC (%)
témoin	1j	0	/	0	/
	2j	0	/	0	/
	3j	5	/	5	/
	4j	15	/	15	/
	5j	30	/	30	/
25%	1j	10	10	10	10
	2j	15	15	15	15
	3j	45	42	30	26
	4j	75	71	50	41
	5j	100	100	75	64
50%	1j	20	20	10	10
	2j	40	40	25	25
	3j	60	58	45	42
	4j	85	82	50	41
	5j	100	100	85	79
75%	1j	25	25	20	25
	2j	45	45	45	45
	3j	75	74	55	53
	4j	100	100	85	82
	5j	100	100	100	100

Les résultats du test d'efficacité par contact des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* sur les adultes du puceron vert des agrumes *Aphis spiraecola* montrent les variations de mortalité en fonction du temps et des doses comparativement au témoin.

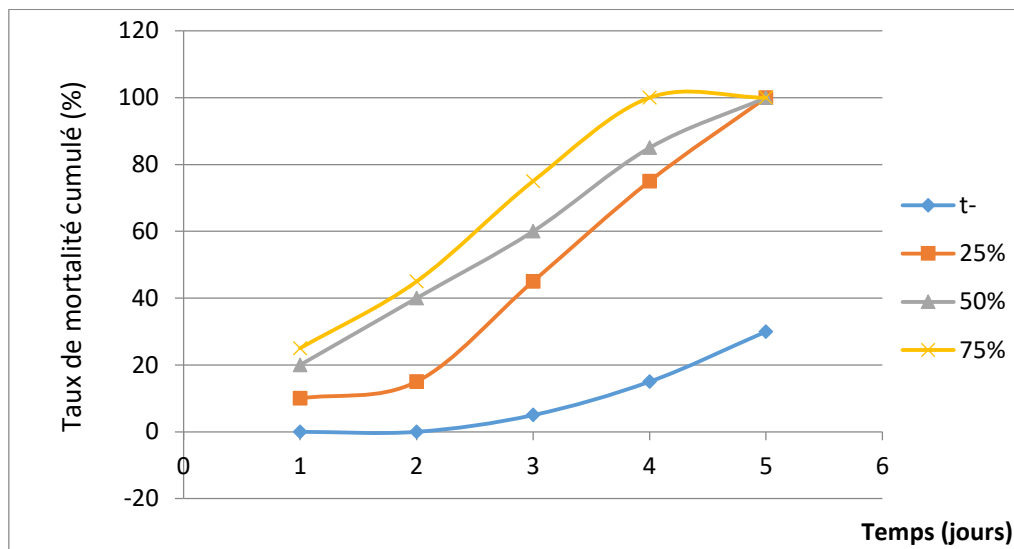


Figure 17 : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum*.

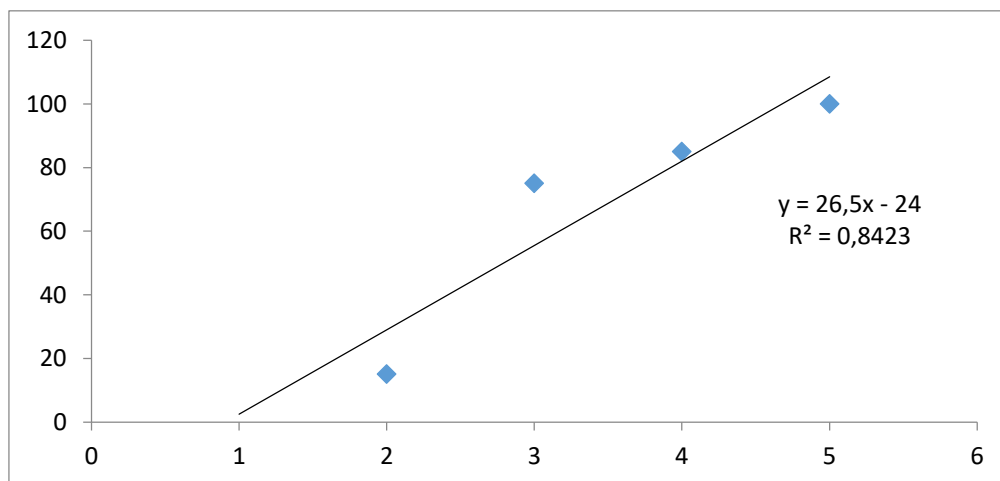


Figure 18 : Taux de mortalité des adultes du puceron (*Aphis spiraecola*) sous l'effet d'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* enregistré le 4^{ème} jour du traitement.

Discussion :

La figure 17 montre que l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* a causé des mortalités importantes sur les adultes d'*Aphis spiraecola*. En effet, l'huile essentielle à 75% a décimé les individus des différents lots le premier jour du traitement. Cent pour (100%) de mortalité sont atteints le 4^{ème} jour chez les lots traités par la dose 75% et le 5^{ème} jour pour celui traité par la dose 50 % et 25%.

Nous avons noté que les premières mortalités apparaissent dès le premier jour, c'est à dire qu'il n'y a pas eu de période de latence spécialement pour la dose 75%. Pour les autres lots les mortalités démarrent également dès le premier jour mais avec une faible intensité.

Comparativement au témoin, toutes les concentrations testées ont montrés une activité insecticide marquée.

La figure 18 représente la relation proportionnelle qui existe entre les différentes doses et la mortalité corrigée des pucerons, Cette dernière démontre une corrélation positive entre les doses de l'H.E de *Syzygium aromaticum* et la mortalité avec un coefficient de corrélation de 0.8423. On remarque également que la DL50 est de 0.98%.

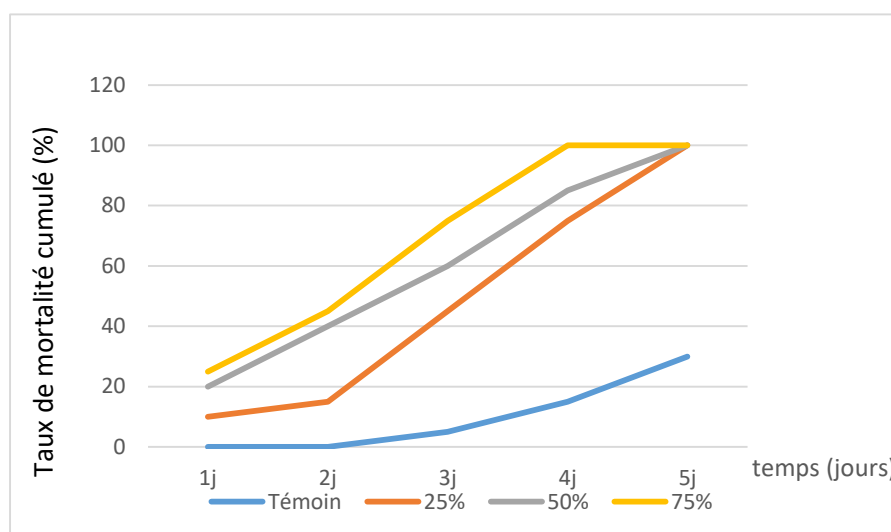


Figure 19 : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle d'*Illicium verum*.

La figure 19 montre que l'huile essentielle d'*Illicium verum* a un effet assez important dont les mortalités causer. A partir du premier jour, L'huile essentielle a exposé son efficacité due à la mortalité atteinte sur les lots de différentes concentrations, on obtient une mortalité de 100% au bout du 4ém jour sur les lots traités à la dose 75% et au 5ème jour pour les lots traités à 25% et 50%.

Une mortalité intéressante a été remarquée durant le premier jour du traitement due à la forte efficacité de l'huile essentielle spécialement pour la dose 75%. Pour les autres lots les mortalités démarrent également dès le premier jour mais avec une faible intensité.

Comparativement au témoin, toutes les boites testées par les différentes concentrations de l'huile essentielle d'*Illicium verum* ont montrés une activité insecticide marquée.

III. Comparaison entre l'activité insecticide par contact des deux plantes

D'un point de vue comparatif, les résultats montrent que la mortalité enregistrée au cours de traitement. Pour la concentration 25%, le girofle présente une mortalité élevée (100%) par rapport à la badiane (64%), ainsi que pour la dose 50%. En revanche, dans la concentration 75% les deux plantes atteignent la même mortalité (100%).

Ces résultats indiquent que le traitement par l'huile de girofle est plus efficace par rapport à celle de la badiane, et la dose 75% du girofle reste toujours la plus forte qui tue 100% de la population dès le 4^{ème} jour.

VI. Evaluation de la toxicité des huiles essentielles par ingestion (contact indirecte)

Les résultats du test d'efficacité par ingestion des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* sur les adultes du puceron vert des agrumes *Aphis spiraecola* montrent les variations de mortalité en fonction du temps et des doses comparativement au témoin.

Tableau 12 : Efficacité des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* par ingestion vis à vis l'*Aphis spiraecola*.

		<i>Syzygium aromaticum</i>		<i>Illicium verum</i>	
Doses	Temps	TM (%)	MC (%)	TM (%)	MC (%)
témoin	1j	0	/	0	/
	2j	0	/	0	/
	3j	10	/	10	/
	4j	20	/	20	/
	5j	35	/	35	/
25%	1j	10	10	10	10
	2j	15	15	20	20
	3j	45	39	45	39
	4j	55	44	60	50
	5j	70	54	65	53
50%	1j	10	10	10	10
	2j	25	25	25	25
	3j	45	39	50	44
	4j	80	75	90	87
	5j	85	77	100	100
75%	1j	20	20	40	40
	2j	50	50	70	70
	3j	75	72	100	100
	4j	100	100	100	100
	5j	100	100	100	100

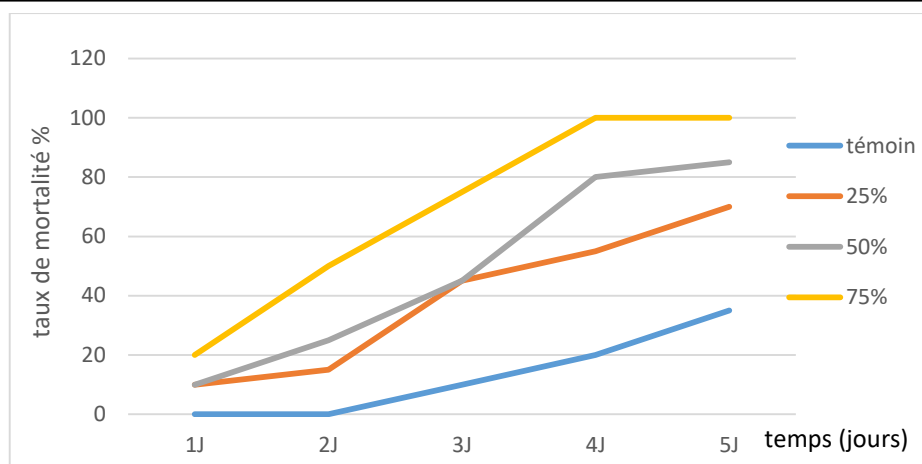


Figure 20 : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum*.

Discussion

La figure 20 montre que l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* à causer des mortalités importantes sur les adultes d'*Aphis spiraecola*. En effet, l'huile essentielle à 75% a décimé les individus des différents lots le premier jour du traitement. Cent pour (100%) de mortalité sont atteints le 4^{ème} jour chez les lots traités par la dose 75%, les autres doses n'ont plus atteint la 100% au bout du 5^{ème} jour, dû à leurs faibles mortalités,

Les premières mortalités apparaissent dès le premier jour, c'est à dire qu'il n'y a pas eu de période de latence spécialement pour la dose 75%. Pour les autres lots les mortalités démarrent également dès le premier jour mais avec une faible intensité.

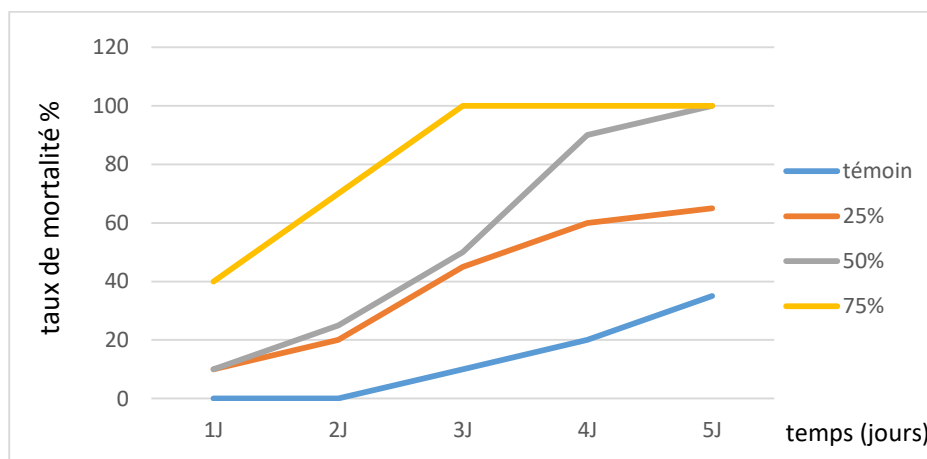


Figure 21 : Evolution du taux de mortalité cumulé d'*Aphis spiraecola* sous l'effet de différentes doses de l'huile essentielle d'*Illicium verum*.

La figure 21 montre que l'huile essentielle de *Illicium verum* à causer des mortalités importantes sur les adultes d'*Aphis spiraecola*. En effet, l'huile essentielle à 75% a décimé les individus des différents lots le premier jour du traitement. Cent pour (100%) de mortalité sont

atteint le 3ème jour chez les lots traités par la dose 75% et le 05ème jour pour celui traités par la dose 50 %.

Nous avons noté que les premières mortalités apparaissent dès le premier jour, c'est à dire qu'il n'y a pas eu de période de latence spécialement pour la dose 75%. Pour les autres lots les mortalités démarrent également dès le premier jour mais avec une faible intensité.

V. Comparaison entre l'activité insecticide par ingestion des deux plantes

En comparaison, les résultats montrent que la mortalité enregistrée au cours de traitement. Pour la concentration 25%, le girofle présente une mortalité peu importante (54%) par rapport à la badiane (53%), contrairement pour la dose 50% où la badiane a exposé une mortalité assez élevée (100%) par rapport au girofle (77%). En revanche, dans la concentration 75% les deux plantes atteignent la même mortalité (100%).

Ces résultats indiquent que le traitement par l'huile de la Badiane est plus efficace par rapport à celle de girofle, et la dose 50% du girofle reste toujours la plus forte qui tue 100% de la population.

IV. Effet du test répulsif des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* vis-à-vis d'*Aphis spiraecola*

Les pourcentages de répulsion des différentes doses des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* sont récapitulés dans les tableaux 14 et 16. Ils montrent que le pourcentage de répulsion augmente significativement en fonction des doses.

➤ *Syzygium aromaticum*

Tableau 13 : Résultats du test répulsif de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* sur le puceron vert des agrumes.

C Boites	25%		50%		75%	
	Extrait	Acétone	Extrait	Acétone	Extrait	Acétone
Boites	4	8	2	10	2	10

Tableau 14 : pourcentages de répulsion de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* sur les adultes *Aphis spiraecola*.

Les doses (%)	PR
25%	33%
50%	67%
75%	67%

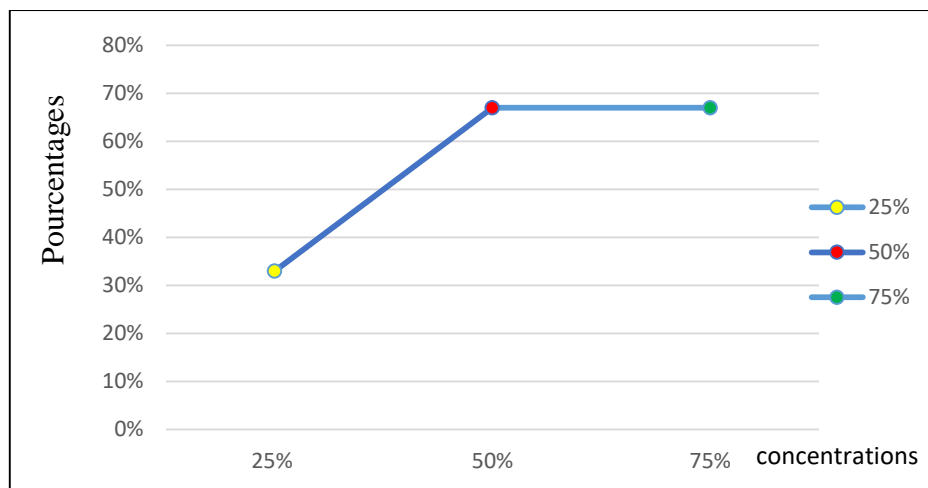


Figure 22 : l'effet répulsif de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* sur le puceron vert des agrumes.

A la lumière des résultats représentés sur la figure n°22, on note que l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* possède une activité insectifuge à l'égard des pucerons d'*Aphis spiraecola* et que la moyenne répulsive est de 56%. Selon McDonald et *al.* (1970) [83], les huiles utilisées sont repartis dans les classes :

- 25% \Rightarrow classe II. \Rightarrow Faiblement répulsif
- 50% \Rightarrow classe III \Rightarrow Répulsif.
- 75% \Rightarrow classe IV \Rightarrow Répulsif.

➤ *Illicium verum*

Tableau 15 : Résultats du test répulsif de l'huile essentielle d'*Illicium verum* sur le puceron vert des agrumes.

C	25%		50%		75%	
	Extrait	Acétone	Extrait	Acétone	Extrait	Acétone
Boites	3	9	2	10	1	11

Tableau 16 : pourcentages de répulsion de l'huile essentielle d'*Illicium verum* sur les adultes *Aphis spiraecola*.

Les doses (%)	PR
25%	50%
50%	67%
75%	84%

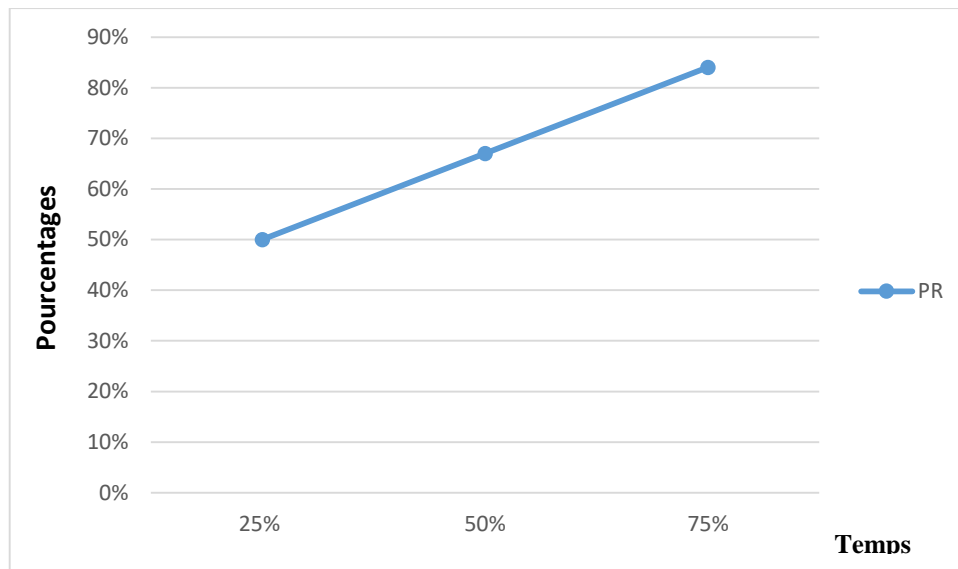


Figure 23 : l'effet répulsif de l'huile essentielle d'*Illicium verum* sur le puceron vert des agrumes.

A la lumière des résultats représentés sur la figure n°23, on note que l'huile essentielle d'*Illicium verum* possède une activité insectifuge à l'égard des pucerons d'*Aphis spiraecola* et que la moyenne répulsive est de 67%. Selon McDonald et al. (1970), les huiles utilisées sont réparties dans les classes :

- 25% \Rightarrow classe II \Rightarrow Modérément répulsive.
- 50% \Rightarrow classe III \Rightarrow Répulsive.
- 75% \Rightarrow classe IV \Rightarrow Très répulsive.

IV. Comparaison entre la répulsivité des deux plantes sur *Aphis spiraecola*

En tenant comparaison, les résultats du test répulsif indiquent que l'huile essentielle d'*Illicium verum* a un effet répulsif élevé de moyen répulsif (67%) par rapport au celle du *Syzygium aromaticum* de moyen (56%). Et montre que cette efficacité augmente avec les concentrations proportionnellement.

D'après le test de répulsivité, On distingue que le traitement avec l'huile essentielle d'*Illicium verum* est plus efficace que du celle de *Syzygium aromaticum*, et la concentration reste le facteur intéressant donnant le meilleur résultat

Conclusion

Conclusion

Les pucerons sont considérés actuellement parmi les ravageurs les plus nuisibles en agriculture, *Aphis spiraecola* est l'un des pucerons les plus abondants, spécialement sur les agrumes.

Afin de lutter contre ce ravageur, plusieurs méthodes dites biologique s'appuient sur une stratégie de défense écologique et durable, viennent corriger certaines lacunes que rencontrent les autres méthodes de lutte, toute en maintenant un équilibre naturel.

Les huiles essentielles du girofle et de la badiane et ces constituants majeurs, sont des composés aromatiques naturels qui se caractérisent par un large spectre d'activités biologiques. L'objectif principal de ce travail est de tester l'efficacité des huiles essentielles de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* en tant qu'insecticides par trois voies de traitement : contact, ingestion, et inhalation sur les adultes d'*Aphis spiraecola* (puceron vert des agrumes).

Les résultats obtenus lors de ce travail montrent que la toxicité diffère d'une espèce à l'autre en fonction de la dose et des variations du temps. Le test de contact signale que l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* a exposé une mortalité assez élevée atteignant les 100% pour la dose 25% comparativement à l'huile essentielle d'*Illicium verum* qui a signalé une mortalité de 85% et ceci pour la dose 50%.

Les résultats de la toxicité par ingestion montrent une variation de mortalité importante, contrairement à la première méthode où la mortalité atteint son maximale 100% au bout du 5^{ème} jour à la dose 50% pour l'huile essentielle de la badiane, alors que l'huile essentielle du girofle a marqué une activité insecticide très intéressante avec une mortalité estimée à 100% pour la dose 75% et ceci au bout du 4^{ème} jour de traitement.

En revanche, on appliquant le test d'inhalation ; l'huile essentielle de la badiane a montré une action répulsive moyenne estimée à 50% comparativement à l'huile essentielle du girofle qui n'a pu éliminer que 33% des individus à la dose 25%.

Ces résultats bien que préliminaires, indiquent clairement l'existence d'une relation proportionnelle entre le taux de mortalité et les deux facteurs : dose et temps, ils témoignent également que ces huiles essentielles ont une activité insecticide et insectifuge assez importante contre les adultes d'*Aphis spiraecola*.

Résumé

Afin de lutter contre le puceron vert des agrumes (*Aphis spiraecola*), des nombreux travaux visent à chercher des solutions alternatives basées sur l'utilisation des produits naturels extraites à partir de plantes médicinales. La présente étude vise à tester l'efficacité de l'huile essentielle de deux plantes aromatiques : *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* vis-à-vis d'*Aphis spiraecola* (puceron vert des agrumes).

Pour répondre à cet objectif, une extraction des huiles essentielles du girofle et de la badiane a été réalisée, afin d'évaluer leurs toxicité sur les pucerons vert des agrumes, et ceci on applique trois différents tests; par inhalation, par contact et par ingestion.

Le rendement de l'huile essentielle de la badiane est le plus important estimé à 6%, par rapport à celle du girofle qu'il a un faible rendement estimé à 0.4%. Cette dernière a montré une forte activité insecticide par contact, une mortalité de 100% à la dose de 25%. L'effet de toxicité par ingestion indique une forte mortalité provoquée par l'huile essentielle de la badiane avec un taux estimé à 100% pour la dose 50%.

L'effet répulsif de l'huile essentielle de la badiane montre une répulsivité moyenne de l'ordre de 50% par rapport au girofle qui n'a signalé que 33%, et ceci à la dose 25%.

Mots clés : *Aphis spiraecola*, le Girofle (*Syzygium aromaticum*), la badiane (*Illicium verum*) test de toxicité, test répulsif, DL50.

Abstract

In order to combat the green aphid of citrus fruits (*Aphis spiraecola*), numerous works aim to seek alternative solutions based on the use of natural products extracted from medicinal plants. The purpose of this study is to test the efficacy of the essential oil of two aromatic plants: *Syzygium aromaticum* and *Illicium verum* in relation to *Aphis Spiraecola* (green aphid of citrus fruits).

To meet this objective, extraction of essential oils from cloves and badiane has been carried out, in order to assess their toxicity on citrus green aphids, and this applies three different tests; By inhalation, contact and ingestion.

The yield of the essential oil of the badiane is the most important estimated at 6%, compared to that of the clove that it has a low yield estimated at 0.4%. The latter showed high contact insecticide activity, with a mortality rate of 100% at 25%. The effect of ingestion toxicity indicates a high mortality caused by the essential oil of the badiane with an estimated rate of 100% for the dose 50%.

The repulsive effect of the essential oil of the anise shows an average *répulsivité* of the order of 50% compared to the Clove, which reported only 33%, at the dose 25%.

Key words: *Aphis Spiraecola*, Clove (*Syzygium aromaticum*), badiane (*Illicium verum*) toxicity test, repellent test, LD50.

Références

1. **Sullivan D. J., 2008.** Aphids (Hemiptera: Aphididae). In: Capinera J. L. (ed.), Encyclopedia of Entomology, Ed. Springer (Dordrecht), 191 – 215
2. **Bhatia V., Uniyal P. L., Bhattacharya R., 2011.** Aphid resistance in Brassica crops: challenges, biotechnological progress and emerging possibilities. *Biotechnology Advances* **29**, 879 - 888.
3. **Chrzanowski G., Leszczyński B., Sempruch C., Sytykiewicz H. & Sprawka I., 2009.** Effect of phenolics from woody plants on activity of grain aphid oxidases. *Pestycydy/Pesticides* **20**, 63 - 70.
4. **Loussert R., 1989.** Les Agrumes. Tome 2 : Production. Ed. Technique et Documentation - Lavoisier (Paris), 158 p.
5. **Harmel N., Francis F., Haubruge E. & Giordanengo P., 2008.** Physiologie des interactions entre pomme de terre et pucerons: Vers une nouvelle stratégie de lutte basée sur les systèmes de défense de la plante. *Cahiers Agricultures* **17** (4), 395 - 400.
6. **Horrigan L., Lawrence R. S. & Walker P., 2002.** How sustainable agriculture can address the environmental and human health harms of industrial agriculture. *Environmental Health Perspectives* **110** (5), 445 – 456.
7. **Smith, C. M., 2005.** Plant resistance to arthropods: Molecular and conventional approaches. Ed. Springer (Netherlands), 423 p.
8. Disponible sur :
<https://jardinage.ooreka.fr/plante/voir/402/badiane>
9. **Sforza R., Silvy C., Riba G., 2008 –** Lutte biologique. In : La Science au présent 2008. Une année d'actualité scientifique et technique Encyclopédie. Universalise France, 201-213.
10. **Salvo A., et Valladares G.-R., 2007 –** Leafminer parasitoids and pest management. *Ciencia e Investigacion Agraria*. **34**, 3, 125-142.
11. Disponible sur :
<https://www.aujardin.info/plantes/syzygium.aromaticum.php#bDHJWYXbwPMDAIQC.99>
12. **Bruneton J, 1999.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, techniques et documentations Lavoisier.

13. **BOIS D.** Les plantes alimentaires chez tous les peuples et à travers les âges : histoire utilisation, culture. Volume 3 : plantes à épices, à aromates, à condiments. Paris : Ed. CME; 1999. p. 1-11.
14. **RANOARISOA KM.** Evolution historique et état des lieux de la filière girofle à Madagascar [Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur Agronome]. Antananarivo : Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; 2012. 89 p.
15. Disponible sur http://afs4food.cirad.fr/content/download/4421/33648/version/2/file/Ranoarisoa_historique_filiere_girofle_2012.pdf
16. MINISTERE DE L'AGRICULTURE DE LA REPUBLIQUE DE MADAGASCAR. Giroflier [en ligne]. 2014 [consulté le 19.09.14]. Disponible sur : <http://www.agriculture.gov.mg/wpcontent/uploads/2014/pdf/Giroflier.pdf>
17. **RAMARIJAONA RABARY BC.** Le giroflier de Madagascar : conditions de production et différentes utilisations. Thèse de chirurgie dentaire. Université de Nancy I ; 1985, 110 f.
18. **BARBELET S.** LE GIROFLIER : HISTORIQUE, DESCRIPTION ET UTILISATIONS DE LA PLANTE ET DE SON HUILE ESSENTIELLE. (Mémoire de fin d'étude Pour obtenir le Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie) UNIVERSITE DE LORRAINE, 2015
19. **BOULLARD B.** Plantes médicinales du monde : croyances et réalités. Paris : Ed. ESTEM ; 2001. p. 511-512.
20. **HEYWOOD VH.** Les plantes à fleurs : 306 familles de la flore mondiale. Paris : Ed. Nathan ; 1996. p. 11 ; 13-15.
21. **FAUCON M.** Traité d'aromathérapie scientifique et médicale : fondements & aide à la prescription : monographies : huiles essentielles, huiles végétales, hydrolats aromatiques. Paris : Ed. Sang de la Terre ; 2012. 879 p
22. **PERRIER DE LA BÂTHIE H.** Flore de Madagascar et des Comores, 152ème famille, Myrtacées. Paris : Firmin-Didot et Cie ; 1953. p. 1-2.
23. **AMSHOFF GJH.** Myrtacées. Paris : MNHN ; 1966. p. 3-4 ; 16.
24. **DUPONT F, GUIGNARD JL.** Botanique : les familles des plantes. 15e éd. Issy-les-Moulineaux : Elsevier Masson ; 2012. p. 16.

25. **Michel Botineau**, Botanique systématique et appliquée des plantes à fleurs, éditions Tec & Doc.
26. **Peter Marius Veth, Sue O'Connor et Matthew Spriggs**, The Archaeology of the Aru Islands, Eastern Indonesia, Terra Australis, Vol. 22, février 2007.
27. **WERNER M, VON BRAUNSCHWEIG R.** L'aromathérapie : principes, indications, utilisations. Paris : Ed. Vigot ; 2008. 334 p.
28. Compagnie des Sens, 2, rue Saint Jean de Dieu, 69007 Lyon.
29. **BROWN SA, BIGGERSTAFF J, SAVIDEE GF**, Disseminated intravascular coagulation and hepatocellular necrosis due to clove oil. Blood Coagulation & fibrinolysis.1992; 3(5): 665-668.
30. Disponible sur : <http://www.phytomania.com/phyto/badiane.htm>
31. Disponible sur : <http://www.doctissimo.fr/html/sante/phytotherapie/plante-medicinale/badiane-anis-etoile.htm>
32. disponible sur : http://fr.labo-hevea.com/downloads/HE_fr.pdf
33. **DUNSTAN H., FLORENTINE S. K., CALVIÑO-CANCELA M., WESTBROOKE M.E., PALMER G. C., 2013.** Dietary characteristics of Emus (*Dromaius novaehollandiae*) in semi-arid New South Wales, Australia, and dispersal and germination of ingested seeds. CSIRO PUBLISHING, 113: 168-176
34. Disponible sur : <https://www.aroma-zone.com/info/fiche-technique/huile-essentielle-anis-vert-aroma-zone?page=library>
35. **COUECOU B., LAPIERRE L.** : Transformation des fruits exotiques en jus : description des process et optimisation des qualités. Conférence Cirad-flhor. Conservation et transformation des fruits : nouveaux enjeux, nouvelles techniques. France. Septembre 2001
36. **Richard, H. 1992.** Épices et Aromates. Technologie et Documentation Lavoisier. Paris. 339 p.
37. **DIRECTION DE LA QUALITE DU MEDICAMENT DU CONSEIL DE L'EUROPE.** Pharmacopée Européenne. 5e éd. Sainte-Ruffine : Maisonneuve S.A. ; 2004.
38. **KLEIN AH, CARSTENS ML, CARSTENS E.** Eugenol and carvacrol induce temporally desensitizing patterns of oral irritation and enhance innocuous warmth and noxious heat sensation on the tongue, Pain. 2013; 154(10): 2078-2087.

-
39. **MAILHEBIAU P.** La nouvelle aromathérapie : caractérologie des essences et tempéraments humains. Toulouse : Ed. Nouvelle Vie ; 1989. 372 p.
 40. **MAILHEBIAU P, SOULIER JM, AZEMAR J.** Collège d'aromathérapie Philippe Mailhebiau : étude et prescription de la médecine aromatique. [Avesnelles] : Nouvelles Presses Internationales ; 1992. 163 p.
 41. **Karimzadeh F, Hosseini M, Mangeng D, Alavi H, Hassanzadeh G, Bayat M, Jafaryan M, Kazemi H, Gorji A.** Anticonvulsant and neuroprotective effects of *Pimpinella anisum* in rat brain. *BMC Complementary and Alternative Medicine* 2012, 12:76 (18 June 2012).
 42. **Hosseinzadeh H, Tafaghodi M, Abedzadeh S, Taghiabadi E.** Effect of aqueous and ethanolic extracts of *Pimpinella anisum* L. seeds on milk production in rats. *J Acupunct Meridian Stud.* 2014 Aug;7(4):211-6. doi: 10.1016/j.jams.2013.10.004
 43. **Gillij Y.G., Gleiser R.M., Zygadlo J.A.** ; Mosquito repellent activity of essential oils of aromatic plants..., *Bioresour. Technol.*, 2007, doi : 10.1016/j.biortech.2007.04.066
 44. *Brevet US 2004/0092606 A1*, 2003, Tor McPartland.
 45. **Gelb M.H., Tamanoi F., Yokoyama K., Ghomashchi F., Esson K., Gould M.N.** ; *Cancer Letters*, 1995, 91, 169
 46. **Weiqiang Chena, Ying Liu, Ming Li, Jianwen Mao, Lirong Zhang, Rongbo Huang, Xiaobao Jin, Lianbao Ye.** Anti-tumor effect of α -pinene on human hepatoma cell lines through inducing G2/M cell cycle arrest.
 47. Disponible sur : <https://www.royalqueenseeds.fr/blog-les-terpenes-du-cannabis-le-linalol-n674>
 48. **Dzamic, A., et al.,** Chemical composition and antifungal activity of *Illicium verum* and *Eugenia caryophyllata* essential oils. *Chemistry of Natural Compounds*, 2009. 45(2): p. 259-261.
 49. **Wang, Z., et al.,** Rapid analysis of the essential oils from dried *Illicium verum* Hook. f. and *Zingiber officinale* Rosc. by improved solvent-free microwave extraction with three types of microwave-absorption medium. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 2006. 386(6): p. 1863-8.
 50. **ISMAN, M.B., 2005** - Botanical insecticides, deterrents and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annu. Rev. Entomol.*, N° 51, pp. 45-66.

-
51. **KIM, S., C. PARK, M. OHH, H. CHO AND Y. AHN, 2003** - Contact and fumigant activities of aromatic plant extracts and essential oils against *Lasioderma serricornis* (Coleoptera: Anobiidae). *J. Stored Prod. Res.*, N° 29, pp. 11-19.
52. **Saharaoui L. & Hemptinne J. L., 2009.** Dynamique des communautés des coccinelles (Coleoptera : Coccinellidae) sur agrumes et interactions avec leurs proies dans la région de Rouiba (Mitidja orientale) Algérie. *Annales de la Société Entomologique de France* **45** (2), 245 - 259.
53. **Bové J. M., 1967.** Maladies à virus des citrus dans les pays du Bassin méditerranéen. *Fruits* **22** (3), 125 - 140.
54. **Fraival A., 2006a.** Les pucerons : 1^{ère} partie. *Insectes* 141 (2), 3 - 8.
55. **Brues C. T. & Melander A. L., 1932.** Classification of insects : A key to the known families of insects and other terrestrial arthropods. Ed. Cambridge (USA), 672 p.
56. **Turpeau E., Hullé M. & Chaubet B., 2015.** La morphologie des pucerons et les critères d'identification. Disponible sur le site <https://www6.inra.fr/encyclopedie-pucerons/Qu-est-ce-qu-un-puceron/Morphologie>. Consulté le 23 /07/ 2018.
57. **Williams I. S. & Dixon A. F. G., 2007.** Life cycles and polymorphism. In: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 69 - 85.
58. **Kindlmann P., Jarošík V. & Dixon A. F. G., 2007.** Population dynamics. *In*: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 311 - 329.
59. **Bonnemain J. -L., 2010.** Aphids as biological models and agricultural pests. *Comptes Rendus Biologies* 333, 461 - 463.
60. **CABI(2013)** Fiche technique *Aphis spiraecola*. <http://www.cabi.org/cpc/datasheet/6221> (consulté 4 06 2018).
61. **Praloran J.-C., 1971.** Les agrumes. Ed. G.-P. Maisonneuve et Larose (Paris), 565 p.
62. **Dedryver C.-A. & Turpeau-Ait Ighil E., 2011.** Variété des cycles biologiques chez les pucerons des arbres fruitiers. *In* : Journées Techniques Fruits et Légumes Biologiques, 7 - 8 décembre 2011, Rennes.

-
63. **Dedryver C.-A., Ralec A. L. & Fabre F., 2010.** The conflicting relationships between aphids and men: A review of aphid damage and control strategies. *Comptes Rendus Biologies* **333**, 539 - 553.
 64. **Kaygin A.-T., Gorure G., Sadei F.-C., 2009** –Aphid (Hemiptera: Aphididae) species determined on herbaceous and shrub plants in Bartin Province in Western Blacksea Region of Turkey. *African Journal of Biotechnology*. 8, 12, 2893-2897.
 65. **Eastop V. F., 1977.** Worldwide importance of aphids as virus vectors. *In*: Harris K. F. & Maramorosch K. (eds.), *Aphids as Virus Vectors*, Ed. Academic Press (New York), 3 - 62.
 66. **Cœur d'acier A., Hidalgo N. P. & Petrović-Obradović O., 2010.** Aphids (Hemiptera, Aphididae). *BioRisk* **4**, 435 - 474.
 67. **Blackman R. L. & Eastop V. F., 2007.** Taxonomic issues. *In*: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 1 - 29.
 68. **Goggin F. L., 2007.** Plant–aphid interactions: Molecular and ecological perspectives. *Current Opinion in Plant Biology* **10** (4), 399 - 408.
 69. **Barbagallo S., Cocuzza G., Cravedi P. & Komazaki S., 2007.** IPM case studies : Tropical and subtropical fruit trees. *In*: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 663 - 676.
 70. **Foster S. P., Devine G. & Devonshire A. L., 2007.** Insecticide Resistance. *In*: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 261 - 285.
 71. **Powell W. & Pell J. K., 2007.** Biological control. *In*: van Emden H. F. & Harrington R. (eds.), *Aphids as Crop Pests*, Ed. CAB International (UK), 469 - 513.
 72. **Tremblay E., 1984.** The parasitoid complex (Hymenoptera: Ichneumonoidea) of *Toxoptera aurantii* (Homoptera: Aphidoidea) in the Mediterranean area. *Entomophaga* **29**, 203 - 209.
 73. **ISMAN M.B., 2000** - Plant essential oils for pest and disease management, *Crop Protection.*, N° 19, pp. 603-608.
 74. **KOUMAGLO H. K 1992** - Quelle alternative pour le développement du monde rural. La Valorisation des Production Végétales : Cas des Produits Aromatique et des Huiles Essentielles. Réunion Scientifique Internationale. IRST Butare, pp.263-268.

-
75. **PEYRON L., 1992** : Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Chapitre 10, pp 217 – 238. Cité In : Les arômes alimentaires. Coordinateurs RICHARD H. et MULTON J.-L. Ed. Tec & Doc-Lavoisier et Apria. 438 p.
 76. **CROUZET J., 1998** : Arômes alimentaires. Techniques de l'ingénieur F 4 100, pp : 1 – 18.
 77. **CICILE J.-C., 2002** : Distillation. Absorption Etude pratique. Techniques de l'ingénieur J 2610 pp 1-20.
 78. **LEYBROS J. et FREMEAUX P., 1990** : Extraction solide-liquide, aspect théorique. Techniques de l'ingénieur J 2780 pp 7-8.
 79. **Fadamiro H. Y., Xiao Y., Hargroder T., Nesbitt M., Umeh V. & Childers C. C., 2008.** Seasonal occurrence of key arthropod pests and associated natural enemies in Alabama Satsuma citrus. *Environmental Entomology* **37** (2), 555 - 567.
 80. **Yoldaş Z., Günçan A. & Koçlut T., 2011.** Seasonal occurrence of aphids and their natural enemies in Satsuma mandarin orchards in Izmir, Turkey. *Türkiye Entomoloji Dergisi* **35** (1), 59 - 74.
 81. **Mostefaoui H., Mahmoud A., Allal Benfekih L., Petit D. & Saladin G., 2012.** Fluctuations des abondances saisonnières des populations d'aphidiens du clémentinier en fonction de l'accumulation de leurs réserves énergétiques. *In*: 3ème Congrès de Zoologie et d'Ichtyologie, 6 - 10 novembre 2012, Marrakech.
 82. **Abbott W. S. 1925.** A method of computing the effectiveness of an insecticide. *Journal of Economic Entomology*. 18: 265-267.
 83. **McDonald L.L., Guy R.H. & Speirs R.D., 1970.** Preliminary evaluation of new candidate materials as toxicants, repellents and attractants against stored product insects. *Marketing. Res. Rep. n° 882.* Washington: Agric. Res. Service, US. Dept of Agric, 183 p.
 84. **D. F. Finny,** Probit Analysis. 3ed. University press, Cambridge, 1971.
 85. **Satar S & Uygun N (2008)** Cycle de vie d'*Aphis spiraecola* Patch (Homoptera: Aphididae) à l'est région méditerranéenne de Turquie et son développement sur certaines plantes hôtes importantes. *Contrôler dans les Cultures d'agrumes Bulletin IOBC / wprs* 38: 216-224.
 86. **Salvo A., et Valladares G.-R., 2007** – Leafminer parasitoids and pest management. *Ciencia Investigacion Agraria*. 34, 3, 125-142.

