



UNIVERSITE DE KASDI MERBAH OUARGLA
FACULTE DES SCIENCES
ET SCIENCES DE L'INGENIEUR

N° d'ordre :

N° de série:

Mémoire

Pour l'Obtention du Diplôme de Magister
Option : Chimie Analytique et Contrôle de l'Environnement

Présenté par : M^{lle} ALLOUI Lamia

Extrait des feuilles de pistachier de l'atlas et son application comme insecticide sur le puceron noir

Devant le jury le:/..... 2005

Mr : TOUHAMI Lanez	Professeur	U.Ouargla	Président
Mr : MOKHTAR Lahrech	Maître de conférences	C.U.Djelfa	Examineur
Mr : LAKHDER Sakhri	Maître de conférences	U. Ouargla	Examineur
Mr : ALI Choukri	Maître de conférences	C.U.Djelfa	Promoteur
Mr : ABDELKADER Bacha	Chargé de cours	C.U.Djelfa	Co.Promoteur

Année Universitaire :2004/2005

REMERCIEMENT

Je remercie dieux qui m'a offert la chance de réaliser ce travail et de le mener à son terme .

Que mon professeur , Mr CHOUKRI trouve ici l'expression de mes sincères remerciements et de ma profonde gratitude , pour son aide précieuse tant scientifique qu' administrative et pour les facilités qu'il m'a prodigué dans le travail, l'hébergement et les déplacements .

Je tiens aussi à présenter mes remerciements à mon enseignant Mr BACHA pour l'encadrement et l'orientation du présent travail, et pour avoir assumé la responsabilité malgré toutes les difficultés qui ont jonchées le chemin .

Je remercie profondément Mr LANEZ pour avoir accepter de présider le jury et pour son aide importante .

Mes remerciements sont aussi à Mr SAKHRI et Mr LAHRECHE pour avoir accepter de débattre ma thèse, et pour l'aide apporté à la réalisation du côté expérimental.

Je n'oublierai pas de présenter mes remerciements au professeur Mr AZOUZI, Mr SAIDAT, Mr YOUNCFI de l'université de Laghouat; Mr CHEBCHEB de l'université de BOUMREDES et Mr SIGNI de l'université de Ouargla pour leurs aides et orientations .

Je tiens aussi à remercier beaucoup les enseignants , les assistants de laboratoire et les agents de la bibliothèque au niveau du centre universitaire de Djelfa pour leur esprit d'aide et de leur coopération : c'est bien grâce à eux que j'ai passé l'année de pratique dans de meilleures conditions .

Je ne manquerai pas de présenter mes grands remerciements pour le photographe du Centre Universitaire SARAI BOUBAKER pour sa persévérance dans le travail .

Je remercie les assistants du laboratoire de l'université de Ouargla et tout ceux qui ont œuvré ou contribué de près ou de loin pour que ce travail soit enfin concrétisé entre autres, la section chimie Analytique et contrôle de l'environnement .

LAMIA

Sommaire

Introduction générale	01
Première partie :	
Rappel bibliographie	
Chapitre I : Généralités sur les insecticides	
Introduction historique	02
Lutte contre les insectes	02
Efforts collectifs	03
la marche vers le progrès	04
1- Les progrès de l'entomologie	04
2- Les premières applications	05
les insecticides périmés en Algérie	06
Classification des méthodes de lutte appliquées contre les insectes nuisibles	07
1 - Les méthodes culturales	07
2 – Lutte biologique	08
3- Lutte psychique	10
4- Lutte physique	10
5- Lutte chimique	11
Classification des insecticides	11
1- insecticide d'ingestion	11
2- insecticide de contact	12
3- insecticide organique de synthèse	12
4- insecticide respiratoire ou fumigants	13
Mode d'action des insecticides	13
1- pourcentage élevé du principe actif	13
2- stabilité chimique	14
3- Innocuité pour l'homme et les animaux domestiques	15
4- TEPP	15
Chapitre II : Le puceron noir et le pistachier de l'Atlas	18
I- le puceron noir	18
1- Introduction	18
2- Classification	18
3- Description	18
4- Le cycle biologique	18
5- Les dégâts causés par les pucerons	19
6 - Lutte chimique	20
II- Le pistachier de l'atlas	20
1 - Introduction	20
2- Pistacia atlantica Desf	21
Chapitre III : Rappel sur l'extraction et les tanins	
Extraction à partir du matériel végétal	24

1- Principes généraux	24
2- Solvants utilisés	25
3- Purification des extraits	26
Les Tanins	27
1-Tanins hydrolysables	27
2-Tanins condensés	27
3- Structure des Tanins Hydrolysable	27
4-Tanins hydrolysables monomères	28
Deuxième partie : Expérimentation	
Chapitre I : Matériel et méthode	
Matériel	29
Les solvants	30
Préparation de la poudre	30
La cueillette	30
Les graines	31
Le séchage	31
Séchage naturel	32
Séchage industriel	32
Test chimique de la poudre de pistachier	33
1- Alcaloïdes	34
2- Tanins	34
3- Flavonoïdes	34
4- Saponosides	34
5- Cardénalides	34
6- les Terpènes	35
Méthode	
1- La macération	35
2- Filtration	53
3- Extraction avec n-hexane	36
4- Vaporisation	36
5- Chromatographie de couche mince	36
6- Chromatographie sur colonne	36
7- L'extraction avec l'éther	37
La macération (Avec le méthanol)	37
Remarque	37
Chapitre II : Résultats et Discussion	
Le solvant utilisé l'eau	39
Extraction liquide-liquide	41
avec n-hexan	41
la micellisation	42

Taille et forme de micelles	42
Agitation léger	44
Agitation fort	53
Avec l'éther	53
Le solvant utilisé méthanol	57
La macération dans l'eau	59
Conclusion	60
Conclusion général	61

Liste des Figures :

Figure 01 : Cycle biologique de puceron noir

Figure 02 : formes des feuilles des différentes espèce de pistachier .

Figure 03 : schéma des étapes de la préparation de la poudre de pistachier .

Figure 04: étapes successives de la formation de micelle dans l'eau .

Figure 05 : manière de la formation de micelle insecticide .

Figure 06 : spectre **IR** des cristaux blancs .

Figure 07 : spectre **IR** du produit noir .

Figure 08 : spectre **IR** du produit marron foncé .

Figure 09 : spectre **IR** du produit jaune .

Figure 10 : spectre de **RMN** de C^{13} pour le produit majoritaire .

Figure 11 : spectre de **RMN** de H^1 pour le produit majoritaire .

Figure 12 : spectre de **IR** du produit majoritaire

Figure 13 : spectre de **IR** de la solution dans le méthanol.

Liste des photos

Photo 01 : puceron noir

Photo 02 : Puceron noir sur la feuille

Photo 03 : l'arbre de pistachier de l'atlas .

Photo 04: solution homogène à $T= 80\text{ }^{\circ}\text{C}$

Photo 05 : solution homogène à T= 40 °C

Photo 06 : la plaque de CCM pour mauvaise séparation

Photo 07 : apparition des trois produits

Photo 08 : la plaque de CCM pour bonne séparation

Photo 09 : le premier produit récupéré (couleur noir)

Photo 10 : le dernière produit (couleur jaune)

Photo 11 : le produit marron (composé deux produits)

Photo 12 : comparaison entre les quatre produits

Liste des tableaux

Tableau 01 : Les caractéristique des solvants

Tableau 02 : tests d'efficacité en fonction de température

Tableau 03 : les tests de l'efficacité en fonction de temps

Introduction

L'idée nous est parvenue d'une simple observation que le puceron noir envahi des arbres , alors qu'un arbre qui se situe au milieu n'a pas été atteint , c'était un pistachier .

Donc , pour quelle raison le puceron noir a-t-il évité cet arbre ?

A cette question il n'y a malheureusement pas de réponses simples .

Une réponse assez probable c'est que l'arbre a élaboré une matière active pour éloigner cet insecte nuisible (voir le film) .

Notre stratégie était d'essayer de séparer cette substance et de l'appliquer sur le puceron noir pour pouvoir confirmer son effet insecticide .

Pour cela nous avons adopté un protocole expérimental en suivant certaines étapes comme la macération de la poudre dans de l'eau et dans de l'alcool (méthanol) , suivie d'une séparation de phase .

Plan de travail

- Introduction général

- Expérimentation

1- Préparation de la poudre

2- Le test chimique de la plante

3- Résultats et discussion

- On expose un film

- Conclusion général

Introduction général

L'idée nous y parvenue d'une nature observation tel que le puceron noir a envahi des arbres , alors qu'un arbre que si situe au milieu n'a pas été atteint , c'était un arbre de pistachier .

Donc , pour quelle raison le puceron noir à éviter cet arbre ?

A cette question il n'y a malheureusement pas de réponses simples .

Une réponse assez probable c'est que l'arbre a cédé une matière active pour éloigner cet insecte nuisible (voir le film) .

De cet effet , notre stratégie était d'essayer **d'arriver** à cette matière de **l'isoler** et de **l'appliquer** comme insecticide sur le puceron noir .

Dans notre travail nous avons cueilli des feuilles d'arbres en deux périodes différentes pour montrer la date de formation de la matière active .

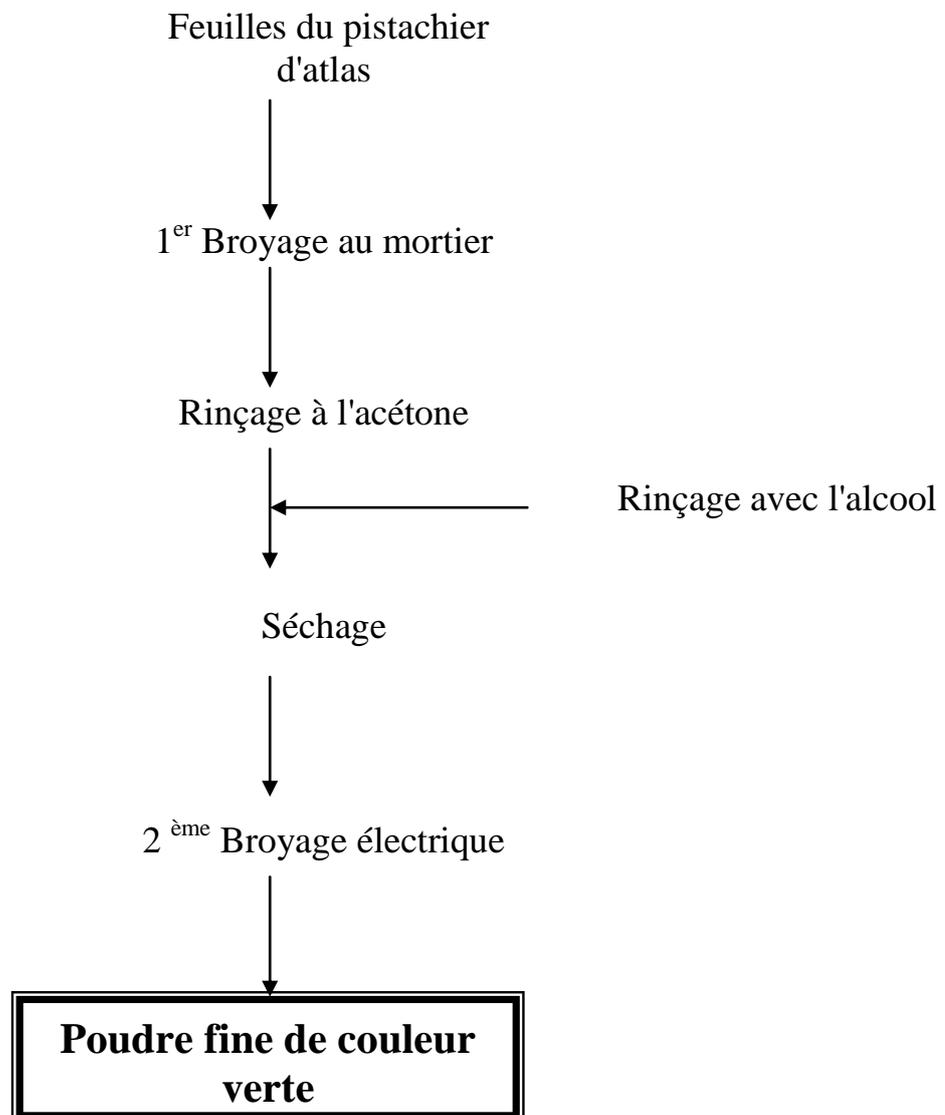
1)- La premier récolte début Novembre (échantillon I) : feuilles jaunes la fin du cycle annuel de l'arbre . Nous avons obtenus de bon résultat avec cette groupes des feuilles .

2)- La deuxième récolte fin Mars début Avril (échantillon II) : feuilles vertes et fines . les résultats étaient négatif .

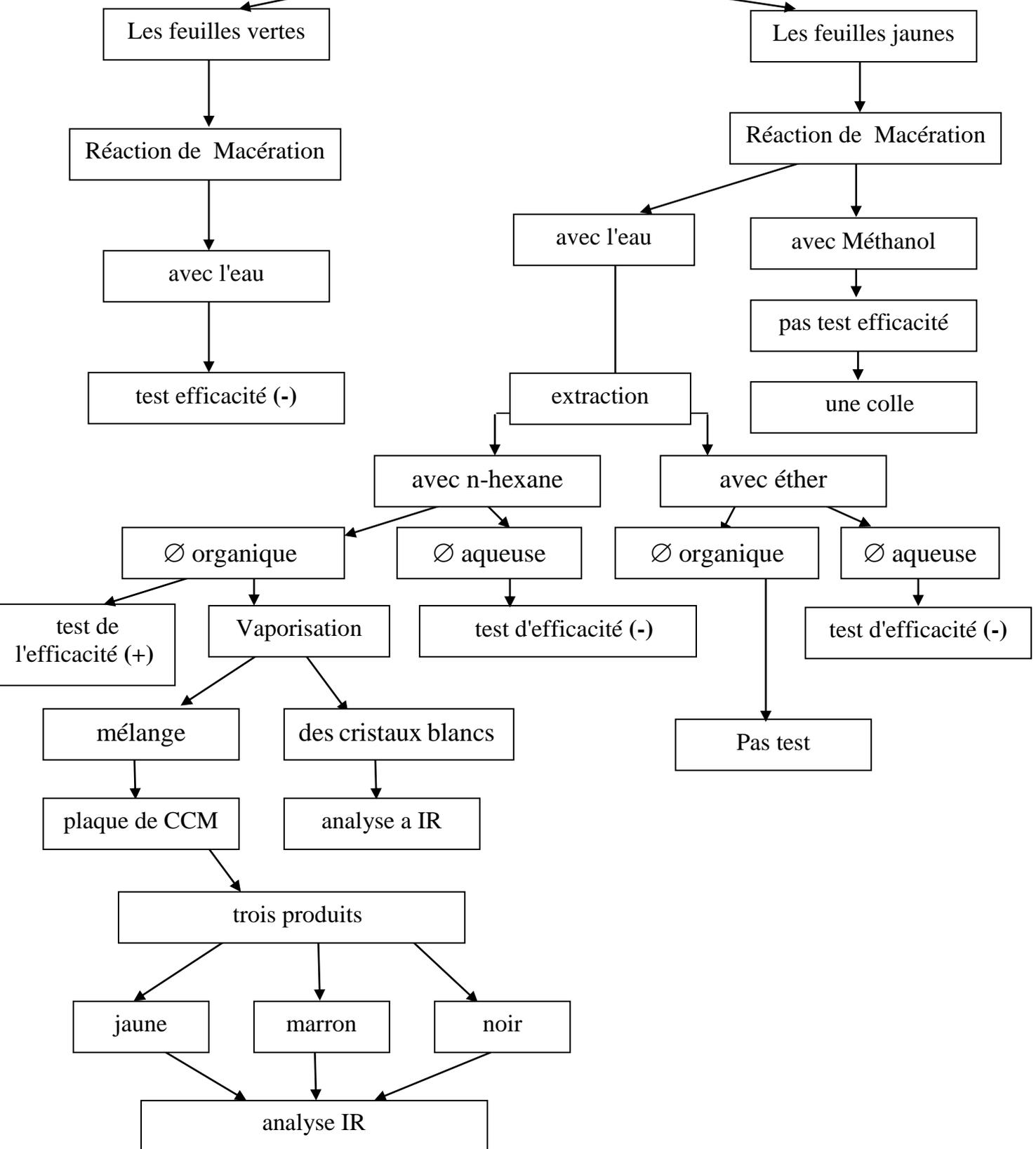
Pour les deux périodes seulement en prenant les feuilles .

On à travaillé sur des feuilles stock à se conserver pendant une année c'est-à-dire après la cueillette, le séchage et stockage par un manière naturel .

Le schéma suivant montre les étapes de la préparation de la poudre .



Les feuilles du Pistachier



Test de la composition chimique de la poudre de pistachier :

Puisque la poudre est prête , donc le protocole à suivre pour déterminer les composés est le suivant :

Le produit	Le test
Alcaloïdes	Négatif
Cardénalides	Négatif
Tanins	positif
Flavonoïdes	positif
Les Terpènes	positif

Mais avec les Saponosides c'est une cas spécial (voir la partie expérimental) .

I- Echantillon I (les feuilles jaunes) :

I-1 le solvant utilisé l'eau :

Nous avons utilisé une méthode classique simple lors du traitement biologique .

60 individus dans chaque boite , puis nous injectons quelques gouttes (jusqu'à 2 cm³) .

Après séparation des produits , on a pris 03 boites et on a refait la même expérience Pour chaque manipulation on teste l'efficacité des solutions sur les insectes, (si les pucerons meurent ou non) .

Température°C	Résultats de tests
20	Non efficace
25	Non efficace
30	Faible efficacité
35	Efficacité apparente
40	Forte efficacité
45	Efficacité apparente
50	Très Faible efficacité
80	Non efficace

à T=20°C et T=25°C la matière active n'a pas été séparée .

à T= 30° C elle commence à se produire et devenir vapeur.

à T = 40°C la matière active et complètement isolée .

à T= 80°C dégradation et déformation de la matière, la couleur de la solution est différente .

Extraction liquide-liquide

L'extraction est faite à l'aide de deux solvants pour obtenir des résultats différents .

Avec n-hexane : En utilisant l'hexane on a obtenu deux phases différentes : Savoir l'efficacité des deux phase .

l'efficacité est dans la phase organique seulement,

Agitation léger :

cette partie appelée phase organique récupérée pour la suite du travail après purification .

On obtient un liquide dont la solidification donne des cristaux blancs .

Montre le spectre infra – rouge obtenus après la formation des cristaux blancs .D'après le spectre , nous pouvons conclure que tous les fonctions caractéristiques aromatique n'existent pas .

En effet , on note la disparition de la bande (650 – 800) cm^{-1}

Caractéristique de groupement d'azote (N -) des fonction amines n'existe pas .

Une bande large à 1110.9 cm^{-1} du groupement C = O .

La CCM nous a indique la présence de trois produits .

La chromatographie sur colonne doit servir à séparer les produites .

Nous constatons que le premier produit était de couleur noir .

Deuxième produit est de couleur marrons foncé possédant une odeur de thé .

Dernier produit est de couleur jaune .

Une autre expérience avec CCM nous confirmé que le produit de couleur marron foncé nous indique que celui – ci est composé de deux produits

On a fait des tests d'efficacité sur les trois produits .

Montre que le spectre infra – rouge Pour le produit noir .

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{N} \rightarrow (2358.8 \text{ et } 2090.7) \text{ cm}^{-1} \\ \text{-OH} \rightarrow 3411.8 \text{ cm}^{-1} \\ \text{C=O} \rightarrow 1635.5 \text{ cm}^{-1} \\ \text{C-H aromatique} \rightarrow 1016.4 \text{ cm}^{-1} \end{array} \right.$$

Montre que le spectre infra – rouge du produit jaune .

D'après le spectre , nous pouvons conclure , que les fonctions apparaître à (- CH aliphatique à 2837.1 cm^{-1}) , et groupement carbonyle (C=O) à 1651.0 cm^{-1} . et = C-H à 1024.1 cm^{-1} .

Résultats et discussions :

Les résultats obtenus des tests de l'efficacité sont :

Produit utilise	Temps utilisé pour l'expérience (min)	Résultats obtenus
mélange initial Ø org + Ø aqueuse	15	mort lente de la plupart des insectes
mélange de la Ø aqueuse	15 jus qu'a 20	La majorité des insectes sont vivants
mélange de la Ø organique	15	mort lente de la plupart des insectes
produit noir	5 → 10	mort de tous les insectes mais lente
produit marron	5	mort rapide des insectes
produit jaune	5 → 10	mort de toute les insectes Mais lente

Tableau : les tests de l'efficacité en fonction de temps

Après la filtration et la purification on obtient une seul phase (bourbeux) .

- Après l'extraction et les tests d'efficacité. On constate que l'insecticide se trouve dans la phase organique, alors c'est une matières qui a des caractères hydrophobes se phénomène est interpré comme tensioactif .

- le premier remarque le produit marron est un produit intéressant après 05 minute aucun insecte vivant .

- après séparation sur colonne, on trouve que est l'efficacité augmenté .alors que l'effet du produit dans le mélange était faible ceci est du à l'encombrement stérique

Agitation fort :

On obtient une couche épaisse de mousse qui devient transparente, grasseuse qui disparaît après l'évaporation du solvant .

En additionnant NaOH à la couche de mousse, elle devient un liquide vert de couleur semblable à la couleur de la poudre .

On ne peut pas confirmer que c'est un saponoside car c'est une matière volatile (qui s'évapore avant n-hexane) .

Avec l'Ether de pétrole :

On obtient deux phases (organique et aqueuse) on sèche la phase organique avec le $MgSO_4$, en suite on la traite avec une plaque de CCM .

On évapore le solvant pour obtenir une poudre verte claire qui est mesurée en prenant en considération toutes les conditions expérimentales et on obtient 140mg de 10g de la poudre déjà utilisée, (R=1.4%) la température de fusion du produit majoritaire est calculée

Dans cette étape l'efficacité n'est pas testée pour deux raisons .

- 1) - dans la phase organique l'éther de pétrole c'est un drogue (toxique) .
- 2) - Après l'évaporation du solvant on a obtenu une petite quantité de poudre qu'on n'a pas pu isolé .

Mais on est obligé de choisir deux solvants à polarité différente .

- **n-hexane** : est un produit apolaire qui peut extraire tous les produits organiques

- **Ether de pétrole** : est un produit polaire qui peut extraire les produits de forte polarité .

Le solvant utilisé méthanol :

On a fait la réaction de macération dans les mêmes conditions précédentes en remplaçant l'eau par le méthanol on obtient un produit de couleur vert foncé complètement différente de l'autre, le volume diminué du produit et ceci est due à la polarité.

- on a fait l'expérience à $T=40^{\circ}C$ et on a remarqué que la réaction de macération était plus rapide (la vapeur apparaîtra en moins de temps
- la vaporisation du solvant est spontanée on obtient une colle, semblable que celle donnée par les feuilles de l'arbre et qui est le principe de certains insecticides qu'on trouve sur le marché. Cette matière récupérée n'a pas été utilisée pour voir son efficacité

on expose cette solution à IR :

Echantillon II :

On utilise dans cette étape les feuilles vertes

- Réaction de macération dans l'eau :

On a fait la réactions de macération dans les mêmes condition précédentes et le même manière ($T= 40^{\circ}\text{C}$ et $T= 80^{\circ}\text{C}$) pour obtenir des solution différentes que les solutions des feuilles jaunes et nous avons eu des couleurs très différentes .

Les tests d'efficacité en utilisant ces produits n'ont rien donné .

Discussion :

La formation des produits pendant la croissance des feuilles vertes n'est pas terminé ce qui fait que la matière active n'a pas été formée .

Ce qui donne à réfléchir c'est la comparaison entre les échantillon (jaunes - verts) et dans les degrés de température ($T= 40^{\circ}\text{C}$, $T = 80^{\circ}\text{C}$) .

$T=40^{\circ}\text{C}$ (feuilles vertes) une couche de champignon et changement de couleur, On peu isoler cette couche. Sa structure de cristallisation..

La remarque c'est que les échantillons ont été mit dans les mêmes conditions expérimentales .

La bactérie se trouvait uniquement dans l'échantillon (A) cela implique que ce milieu a aidée la bactérie à vive et à se développer , la constitution de cet échantillon est différente des autres (échantillons B,Cet D) .

1- la nature des feuilles (Jaune et verte)

2- la température $T = 80^{\circ}\text{C}$ est suffisante pour dégrader les produits .

Résultats :

Au terme de ce travail , nous avons pu démontré la présence d'une matière active dans les feuilles jaunes (feuille fin du cycle) .

La réaction de macération est une opération qui consiste tremper la poudre dans l'eau ou l'alcool (notre exemple) , pour extrait les produits solubles .

Avec le méthanol , nous avons obtenue une colle (voir le filme) .

L'application du produit marron a donné de bon résultat .

Conclusion

L'ensemble des travaux effectués a permis de pouvoir extrapoler la réaction de macération en milieux aqueuse et organique de la poudre des feuilles de pistachier .

Pour cela il a été nécessaire d'étudier l'influence de la température sur la quantité prise pour faire une bonne extraction .

Cette dernière a pu être déterminée par la méthode de Soxhlet , le seul inconvénient pour cette technique c'était le rendement .

L'étude de la réaction a permis de donner plusieurs produits (voir la synthèse), et définitivement conclure .

Les quantités trouvées (obtenues) ont été suffisantes pour permettre la réalisation des tests sur le puceron et de voir leur comportement.

Les résultats des tests ont été encourageants et le produit (marron foncé) a pu donner un résultat très intéressant .

Enfin , une étude pouvait être effectuée notamment en ce qui concerne la nature du produit et son comportement vis-à-vis l'environnement .

1)- Introduction historique :

Insecticides et parfums sont souvent associés, ils étaient utilisés depuis antiquité lors des cérémonies religieuses et dans le traitement des maladies [57] .

Pline écrivait que pour protéger les pommiers contre les attaques des vers, il était nécessaire de suspendre à leur sommet un lézard vert, mais pour les garantir des fourmis, le lézard doit –être remplacé par un poisson [4] .

Hérodote et **Hippocrate** – les plus grand médecins de l'antiquité – ont résumé les connaissances de leur temps sous tous les aspects alors accessibles, nous apprennent ce que les **Grecs** connaissaient des produits utilisés contre les insectes . Un siècle plus tard, vers 300 ans avant **Jesus –christ**, **théophraste** le "devin parleur " selon **Aristote**, publie **neuf** volumes intitulés " les recherches sur les plantes " suivis de **seize** volumes sur " les causes des plantes " [57] .

2° / Lutte contre les insectes :

Pour lutter contre la vermine qui pullulait dans les habitations, les charançons dans les greniers, les courtilières, les chenillés de piérides et de noctuelles dans les potages et les jardins, les vers blancs dans les cultures, l'eudémis et la cochylis, dans les Vignobles, on avait recours, il y'a peine cent-ans, à des recettes qui tenait à la fois de la magie et de la sorcellerie. Des formules secrètes conservées jalousement de famille à famille et léguée comme un talisman, aux proches et aux descendants, formaient le fond d'une pharmacopée obscure ou l'on trouvait presque toujours mélangés, le soufre,le mercure (vif argent) le vinaigre, le bitume, la chaux, la poix des huiles et graisses diverses, le brou de noix, le tabac et les herbes les plus variées [4].

3°/ Efforts collectifs :

Lorsque les invasions d'insectes prenaient le caractère d'un véritable fléau, des mesures collectives intervenaient fréquemment, elles étaient souvent rendues obligatoires par des édits, décisions ou lois, et encouragées parfois sous forme de primes au ramassage, à la destruction, ou par le paiement des journées de travail [26].

A une époque où nos compatriotes vivaient encore presque exclusivement sur leurs ressources locales, où le transport des denrées alimentaires était très limité d'une région à une autre, où les rendements des années normales suffisaient à peine à nourrir la population, l'invasion ou la pullulation massive de ravageurs déterminaient des disettes, voire de véritables famines, entraînant derrière elles des épidémies provoquant l'émigration partielle des populations.

Cet état de choses se retrouve encore de nos jours après les invasions de sauterelles dans les pays éloignés, dépourvus de voies de communications, tels que la Chine centrale ou l'Afrique tropicale.

Afin de limiter les dégâts, combattre les fléaux, toute la population joignait ses efforts dans une lutte souvent désespérée, car toutes ces mesures n'intervenaient généralement que lorsque le mal devenait dramatiquement spectaculaire, c'est-à-dire beaucoup trop tard pour avoir une efficacité quelconque. Des nombreuses publications s'échelonnent jusqu'au début de notre siècle, rapportent, ces efforts collectifs, heureux ou malheureux mais qui constituaient cependant déjà un réel progrès sur l'ignorance, [42,27] Les invasions d'acridiens avaient autrefois, des conséquences économiques et sociales catastrophiques, comme en témoignent les nombreux rapports, notes, circulaires recueillis par **Kunchel d'Herculais** au cours de son enquête sur les invasions de sauterelles en Algérie [26].

L'année mille huit cent soixante sept resta l'année du mal. L'Algérie connut en effet la plus considérable invasion de sauterelles qu'on ait vu de mémoire d'homme [36], elle détermina une famine suivie d'épidémie de choléra et de typhus entraînant la mort de 245.494 indigènes en quelque mois [28] *. un rapport officiel signale que l'excès de misère a amené quelques organisations à lutter contre les vagues de sauterelles, cet effet et malgré la densité exceptionnelle de l'invasion, n'ont pas dépassé en 1947 et 1948 la zone saharienne et dans l'ensemble leurs ravageurs dans les cultures furent négligeables.

* - la population totale de l'Algérie dépassait à peine, en 1867, 1 million d'habitants.

4°/ la marche vers le progrès :

4-1- / les progrès de l'entomologie :

Au milieu de XIX^{ème} siècle, l'entomologie était restée presque exclusivement une science abstraite que d'aucuns considéraient à l'époque comme un divertissement inoffensif, et futile réservé à quelques originaux ou le passe-temps de chasseurs de papillons dont **Jules Verne** nous a laissé quelques portraits particulièrement symboliques [33].

Ces entomologistes, par goût et par vocation, ont cependant inscrit à leur actif une œuvre scientifique gigantesque, dont seuls quelques initiés peuvent mesurer aujourd'hui l'immense étendue en demeurant confondus devant cette prodigieuse et magnifique activité, ont réussi non seulement à établir les grands systèmes de la nomenclature entomologique moderne, mais aussi à décrire, classer, identifier avec une incomparable précision, près de trois cent-mille espèces d'insectes que l'exploration méthodique des nouveaux continents déversait dans d'innombrables collections nationales et privées. Des myriades de coléoptère, diptères, lépidoptères hyménoptères, hémiptères insectes de tous ordres, provenant de cinq continents, ont pu ainsi être baptisés, recevoir un état civil régulier, faire désormais partie d'une famille, d'une tribu, d'une lignée. Oeuvre admirable de patience, et de persévérance, d'effort soutenu de ténacité de toute une vie de longues recherches d'observations de minutie, de soins de travaux inachevés par les uns repris et complétés par les autres [47] .

4.2 -Les premières applications :

A partir de la seconde moitié du XIX^{ème} siècle, avec l'épanouissement de l'ère pasteurienne, les applications de la science dans tous les domaines ont transformé de fond en comble la vie de hommes et des choses. Si les méthodes de lutte anti-parasitaire se perfectionnèrent rapidement, les insectes nuisibles devinrent eux aussi, chaque jour plus nombreux et plus virulents. Dans toutes les régions du globe, les cultures sont ravagées par des parasites inconnus jusqu'alors, fruits amers d'un progrès trop rapide, d'un déséquilibre brutal entre la nature et la civilisation .

L'apparition brutale de phylloxera (*phylloxera vitifolii* Fitch), en Europe et en Méditerranée, suivi par des maladies cryptogamiques redoutables, failli porter un coup fatal à

la culture de la vigne. La crise phylloxérique, pour ses conséquences catastrophiques, attire l'attention de tout le monde savant de l'époque qui pour la première fois mesurait toute l'importance de la parasitologie végétale et d'une science dont les buts avaient paru jusqu'alors de plus abstraits aux yeux du grand public. En Europe, en Amérique et en Afrique, de nombreux entomologistes et agronomes se consacrèrent fébrilement au problème phylloxérique, la participation de **Pasteur** fut également sollicitée, mais entièrement préoccupé à l'époque par ses travaux sur la pébrine du ver à soie qui devait sauver la sériciculture, il ne peut disperser ses efforts [45] .

Le cycle complexe du phylloxera fut précisé, des traitements chimiques bien que très imparfaits encore, furent néanmoins appliqués en tenant compte des mœurs du parasite.

L'empirisme, le hasard, la superstition avaient disparu, la science pénétrait peu à peu dans un domaine qui lui avait été pratiquement fermé jusqu'alors . La crise phylloxérique se solda par un demi-échec : ni l'inondation des vignes par le sulfure de carbone, ni le badigeonnage des ceps par des insecticides caustiques divers n'apportèrent la solution désirée. Le mal fut vaincu par le greffage des cépages européens de vitis vinifera sur des port-greffes américain. Cependant toutes les recherches et applications modernes de la lutte contre les insectes nuisibles contribua pour une large part à la création des premières centres et laboratoires phytosanitaires [4] .

5°/- les insecticides périmés en Algérie :

L'accumulation des stocks de pesticides périmés en Algérie a de tout temps constitué une menace pour l'environnement et la santé des populations.

Les différentes opérations de recensement initiées par les pouvoirs publics (1980, 1987), avaient montré à chaque fois que la situation était critique sans que des solutions efficaces aient pu être trouvées pour la résorption de ces produits potentiellement dangereux. l'opération de recensement initié sous l'égide de l'Institut National de la Protection des Végétaux en 1996 , en vue d'actualiser l'état des stocks et de statuer sur leur devenir, a révélé l'existence à travers le territoire national d'une quantité de 2.360,472 tonnes de produits phytosanitaire à usage agricole considérés périmes.

Ces quantité recensées au niveau de 500 site répartis sur 42 wilayate sont distribuées géographiquement comme suit 40,4% à l'Ouest et au Sud/Ouest du

pays - 34,1% dans les wilayate du Centre et 25,4% à l'Est et au Sud /Est du pays. L'enquête a révélé par ailleurs, que 1.958, 989 tonnes, représentant 83% du tonnage global des stocks recensés sont :

- soit d'un age supérieur ou égal à 10 ans (44,4 %) ;
- soit conditionnées dans des emballages ne comportant pas d'étiquette (38.6 %).

En outre, 1.356,292 tonnes, soit 57,4% des même stocks se trouvent dans un état de dégradation avance en raison des conditions précaires de conservation.

La classification toxicologique de ces stocks a montré que 638,825 tonnes, soit 27,1% du tonnage global, sont considérés selon la classification des Organisations Internationales (OMS / FAO) comme hautement toxiques.

Eu égard à toutes ces considérations, la mise en oeuvre d'un plan d'assainissement articulé de quatre. (04) opérations principales : le reconditionnement le regroupement, le contrôle de le conformité et enfin la mise en décharge contrôlée ou l'incinération, s'avère plus que nécessaire [8] .

6°/- Classification des méthodes de lutte appliquées contre les insectes nuisibles :

Les impératifs d'une agriculture moderne s'accommodent mal d'accidents tels que ceux qui sont provoqués par les ravageurs des cultures. L'intervention de l'homme est devenue nécessaire pour maintenir les rendements et la qualité des produits alimentaires à un niveau élevé permettant une rentabilité accrue [8] .

Il existe de nombreuses méthodes de lutte pour détruire les insectes et bien qu'il soit difficile d'établir une classification rigoureuse de tous les procédés, il est possible toute fois de les grouper suivant leur mode d'action et leur origine en un certain nombre de catégories, sans donner à cette nomenclature une valeur trop absolue [4] .

Les différentes méthodes sont :

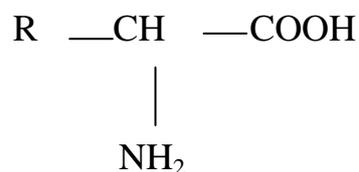
6-1 - Les méthodes culturales :

Elles sont très variées et s'appliquent chaque fois que l'on interviendra dans un mode de culture d'une plante cultivée pour la préserver directement ou indirectement contre les attaques des insectes .

Parmi les applications les plus courantes et les plus remarquables, il convient de citer la sélection génétique en vue d'obtention des variétés résistantes .

Cette sélection peut porter non seulement sur la modification profonde de l'espèce végétale par hybridation, mais aussi sur sa précocité et la transformation artificielle de tel ou tel organe végétatif. Depuis que les bio techniciens savent bricoler des êtres vivants, plantes ou animaux, pour mieux les adapter à nos besoins et depuis que les grands industriels, habitués à protéger leurs découvertes par des brevets, ont racheté les sélectionneurs traditionnels des semences, certaines plantes sont devenues propriétés privées [37] .

On peut également prévenir ou arrêter une invasion d'insecte en ayant recours à d'autres procédés culturels tel que; la modification de l'assolement, l'inversion des cultures, la plantation des plantes pièges ou plantes abris, le greffage, ...etc Nul n'aura bientôt le droit de les reproduire sans autorisation, le problème qui se pose sérieusement depuis l'apparition et la multiplication des plantes transgéniques, c'est-à-dire des végétaux dont le patrimoine génétique a été enrichi par l'introduction d'un gène nouveau leur conférant par exemple une résistance particulière (à un herbicide à un parasite, à la sécheresse) ou les rendant aptes à produire soit un acide aminé .



soit une molécule pharmaceutique recherché exp : β - myrcène* .. etc. [9]

6-2 – Lutte Biologique :

Elle connaît de nombreuses et remarquables applications et consiste à détruire les insectes nuisibles par l'utilisation d'insectes entomophages (prédateurs ou parasites) , de maladies microbiennes ou cryptogamiques . Les réalisations de ces deux dernières applications sont encore restreintes [4] alors que l'utilisation des plantes d'enzyme modifié est devenue la question subsidiaire [23] .

* - présente une importance considérable dans l'industrie de la parfumerie .

La plupart des désherbants chimiques tuent toutes les plantes en agissant sur une enzyme clef de leur métabolisme commun, ce sont les herbicides totaux. Ils ne peuvent servir qu'à faire le désert . Heureux, on a trouvé des désherbants sélectifs qui ne tuent que les mauvaises herbes, tout en respectant théoriquement la plante cultivée, mais ils ont l'inconvénient d'épargner aussi les plantes de la même famille que la plante cultivée et qui sont, elle aussi de mauvaises herbes, les généticiens ont donc décidé de prendre le problème à l'envers plutôt que de chercher à grands frais " la molécule sélective " qui protège la carotte et tue le chardon, ils vont introduire dans la plante cultivée la propriété de résister à l'herbicide total . Ils ont obtenu des colzas des tomates, des sojas, des cotons des betteraves à sucre qui tolèrent son herbicide, à base de glyphosate, grâce à un gène qui fait surproduire l'enzyme cible [37] .

En 1985, Plant Genitic System (P.G.S Belgique) introduit chez le tabac la résistance à un insecte grâce à un gène de la bactérie *Bacillus thuringiensis* .

Ce gène produit un cristal protéique qui provoque des lésions dans l'épithélium intestinal de l'insecte et paralyse des mandibules et son tube digestif. Depuis cette innovation, des tomates, des choux, des cotons, des pommes de terre ayant intégré le gène du **Bt** ont vu le jour . La plupart des souches de **Bt** sont actives contre les chenilles de lépidoptère, (pyrale du maïs, du riz, ver du cotons piéride des choux) .

Le Centre génétique d'agriculture en Belgique a extrait d'une plante de zone sèche, le niébé, le gène d'un inhibiteur d'une enzyme digestive, la trypsine .

Ce gène introduit dans les plantes pourrait les rendre résistantes à un plus grand nombre d'espèce d'insectes que le gène **Bt** .

Les pommes de terre sauvages exsudent ainsi une substance claire et liquide dès qu'elle sort, elle se transforme en un sirop brun épais qui piège les insectes et leur donne des pattes en ciment le gène responsable de cette colle est activement recherché à l'université Américaine de **Cornell** [23] .

6-3- Lutte psychique :

On classe dans ces procédés de lutte toutes les applications des tropismes ou taxies, c'est-à-dire de l'attraction ou de la répulsion de diverses substances de sources aux radiations lumineuses, de courants diverses ... etc, dont l'action psychique se manifeste sur les centres nerveux des insectes par l'intermédiaire de terminaisons nerveuses réceptrices situées sur diverses parties du corps (antennes, palpes, pattes, yeux, cuticule ventrale ou dorsale , ... etc) [42]

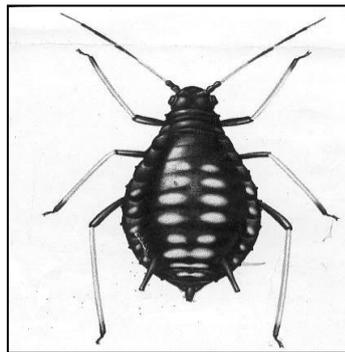


Photo 01 : puceron noir

6-4- Lutte physique :

La chaleur, le froid, la déshydratation ou l'hydratation sont des moyens physiques pour lutter contre les insectes, l'immersion, l'utilisation du courant électrique, les ondes courantes l'eau chaude (aux environs de 90°C) peut également servir à désinfecter de petites quantités des terres destinées à la préparation des émies en cagettes . La thérapie consiste à maintenir une culture à une température donnée pendant un temps précis, de façon que la chaleur en détruisse le virus ,.... Etc Les applications sont assez nombreuses [8] .

6-5- Lutte chimique :

De tous les procédés de lutte appliqués contre les insectes , la lutte chimique occupe indiscutablement aujourd'hui la place la plus importante tant par l'efficacité que par le nombre de ses applications . Chaque année, ce sont des milliers de tonnes d'insecticides qui

sont utilisés dans le monde pour lutter contre les insectes nuisibles à l'homme aux animaux domestiques , et aux plantes cultivées .

Des milliers d'appareils de pulvérisation de poudreuses mécaniques ou à moteur sont livrés annuellement par l'industrie pour lutter contre les insectes et nous voyons même apparaître ces dernières années l'avion et l'hélicoptère épandeurs d'insecticides [39].

7- Classification des insecticides :

Il existe plusieurs classifications des insecticides mais aucune n'est réellement satisfaisante, étant donné le mode d'action très variée des différents produits et la diversité de leur nature chimique .

En tenant compte d'une part du principal mode d'actions des différents composés insecticides et d'autre part de leur origine chimique ou physico-chimique Shepard [54] les classes peu différemment au système établi en 1935 [5] .

7-1- insecticide d'ingestion [22]:

*** composés arsenicaux :**

Exemple :

Calcium arsenate
Copper acetoarsenite
Potassium arsenite
Sodium arsenite

*** composés fluorés :**

Exemple :

barium hexafluorosilicate
cryolite
sodium fluorosilicate
sodium hexafluorosilicate
sulfuramide

7-2- insecticide de contact [22]:

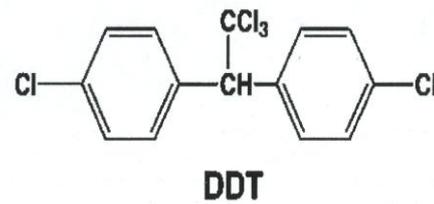
- Chimie minérale :

- polysulfure " calcium polysulfide "
- composés chlorés inorganiques " mercurous chloride "
- Composés végétaux :
 - alcaloïde
 - Glucosides et extraits végétaux divers
- Huile et carbures :
 - Pétrole et ses dérivés
 - Huile de houille
 - Huile végétales – d'arachides – d'olives

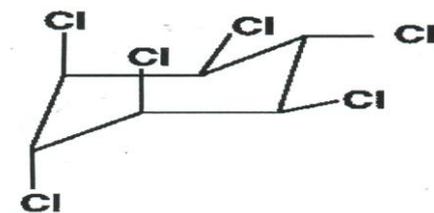
7-3- insecticide organique de synthèse [22]:

Agissant à la fois par contact et ingestion :

D.D.T dichlorodiphenyltrichloroéthane

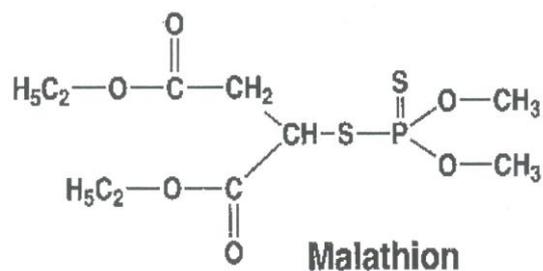


H.C.H hexachlorocyclohexane



S.P.S sulfure de polychlorocyclane

Ester phosphorique



7-4- insecticide respiratoire ou fumigants (très dangereux) [22] :

Acide cyanhydrique HCN

Sulfure de carbone

Brome de méthyle CH₃ Br

Oxyde d'éthylène C₂H₄O

Tétra chlorure de carbone CCl₄ [31]

8- Mode d'action des insecticides :

Comme il ressort de cette classification, les insecticides sont susceptibles d'agir sur les insectes de trois manières différentes, par ingestion, par contact et par voie respiratoire, mais chacun de ces modes d'action comprend de nombreuses variantes qui sont en rapport avec la nature chimique ou physico-chimique de chaque insecticide considéré. Cependant les phénomènes intimes de l'intoxication des insectes restent encore à préciser dans la plupart des cas, et ces recherches sont dans leur ensemble, moins avancées que celles de la toxicologie médicale et vétérinaire. Ces phénomènes sont plus difficiles à mettre en lumière chez les insectes en raison de leur multiplicité presque illimitée de forme et de structure [29] Ces insecticides doivent répondre à certaines qualités élémentaires valables dans tous les cas et qui sont les suivantes :

8.1/ pourcentage élevé du principe actif :

il y a avantage à fabriquer ou à utiliser un insecticide très concentré en principe actif réalisant le maximum d'efficacité dans un minimum de volume (5.22).

8.2/stabilité chimique :

la valeur toxique d'un insecticide doit se conserver aussi longtemps que possible dans les emballages et ne pas être altérée par les agents physiques ou chimiques (oxydation, hydrolyse, carbonations, chaleur lumière, fermentation diversesetc.), le principe actif doit rester intact pendant une longue durée et sa stabilité chimique constitue la qualité essentielle de tout insecticide agissant par ingestion (arsénicaux , composés fluorés, D.D.T, H.C.H , ...etc.) dont la valeur est en rapport direct avec la durée d'action. Cette stabilité ne doit pas seulement être garantie durant la conservation du produit dans les emballages mais aussi, une fois répandu sur les végétaux ou elle subit l'action destructive plus ou moins rapide des différents agents extérieurs. La durée de la toxicité diminue avec le temps, elle n'est jamais illimitée, car il n'existe aucun insecticide indéfiniment stable, aussi variera-t-elle avec la nature chimique du composé, sa concentration, son mode de fabrication et les conditions du traitement.

Les insecticides à base d'extraits végétaux , tels que la roténone (sa formule brute $C_{23}H_{22}O_6$ est un principe actif contenu dans les racines de diverses légumineuses exotiques [13]) et les pyréthrines (sont des oléo – résines contenues dans les fleurs d'un chrysanthème – *pyrethrum cinerariaefolium* L. spontané dans le Caucase et les Balkans dont les propriétés insecticides sont connues depuis XVII^{ème} siècle, ils sont cultivés aujourd'hui au Kenya et en

Egypte [52]), sont souvent instables, aussi, leurs conservation comme leur mode d'emploi posent de nombreux problème que chimistes industriels se sont efforcées de résoudre dans toute le mesure du possible .

Les insecticides volatils seront conservés dans les emballages étanches comme tous ceux qui sont sensible à l'oxydation et à l'hydrolyse.

Les dosages d'emploi des produits instables devront tenir du compte du pourcentage de perte inévitable de principe actif avec le temps, de même les fabrications devront garantir sur les emballages la durée maxima de la stabilité d'un insecticide en indiquant la date limite au-delà de le quelle ils n'assurent plus son efficacité [28].

8.3 Innocuité pour l'homme et les animaux domestiques :

Cette innocuité a une grande importance et elle est réglementée par une législation qui varie suivant les pays. Certains insecticides de haute valeur toxique vis-à-vis des insectes sont également toxiques pour l'homme et leur manipulation, comme leur emploi doivent être interdits ou sévèrement contrôlés [29].

En phase vapeur, de nombreux produits présentent un risque toxicologique, qui oblige à prendre les précautions adéquates. La question se pose alors de savoir quelles sont exactement les procédures souhaitables à respecter pour une substance donnée ?

Il existe un indice calculé pour de nombreux produits gazeux ou liquide; pour cette valeur.

On se réfère à la valeur limite de seuil (Threshold Limit Value, TLV) donnée par l'American conférence of gouvernemental industriel hygiénistes publiée en grande Bretagne sous forme d'une note guide par le health and safety executive [21]. D'une manière simplifiée, il s'agit de là concentration d'une vapeur dans l'atmosphère d'un lieu de travail à la quelle on estime que la majorité des gens peuvent être exposés sans risque.

Les Permitted Exposure Limts (PEL) de l'OSHA (US Occupationnel Safety and Health Administration [31], souvent identique aux valeurs précédentes pour de nombreuse substances également bien connue [12].

TEPP :

Ce composé est très voisin physiquement et chimiquement du H.ET.P, il est soluble dans l'eau, l'acétone, l'alcool, l'acétate d'éthyle, la glycérine, le toluène,... etc. mais insoluble dans les huiles minérales et le pétrole .

Il a été expérimenté avec succès contre les pucerons, les tétranyques, divers charançons et la tenthrède du rosier (*caliroa aethiops* F). Son pouvoir ovicide est également faible comme celui du H.E.T.P, mais il peut être considérablement augmenté par une action synergique, en mélange avec le dinitro-orthocyclohexylphenol. Le produit pur est très toxique pour l'homme et les mammifères et il doit-être manipuler avec précaution.

Une dose de 1/100 mg, placée sur la peau abdominale ou administrée par voie orale suffit à provoquer la mort presque instantanée chez le lapin.

Le T.E.P.P anhydre attaque a l'état pour plusieurs métaux (fer blanc, tôle galvanisée et étamée) d'où sa difficulté d'emballage dans les récipients métalliques [14] .

Parathion :

$(C_2H_5O)_2 PS-O-C_6H_4-NO_2$ 12g pour 100L d'eau.

Ce composé découvert également en Allemagne vers la fin de la dernière guerre. C'est un des plus intéressants esters phosphoriques actuellement existants. Il se présente à l'état pur sous forme d'un liquide brun foncé légèrement visqueux.

Contrairement au H.E.T.P et au T.H.P.P, il est peu soluble dans l'eau, il se solubilisé dans la plupart des solvants organique (alcool, acétone, cyclohexanone, huile végétale et animale...etc. il s'emploie surtout en émulsion additionnée d'un produit mouillant ou en poudrage. Son pouvoir insecticide est comparable à celle du HETP et TEPP mais elle est beaucoup plus durable du fait qu'il ne s'hydrolyse pas et persiste sur les plantes. Le résidu toxique compromet son emploi sur les fruits, légumes, et autres substances végétales rapidement consommables, le parathion est très toxique pour l'homme et les mammifères, cette toxicité est de 70 à 100 fois supérieure à celle du D.D.T et ce danger est augmentée du fait qu'il pénètre à travers la peau. C'est la raison pour la quelle il est nécessaire de manipuler la Parathion avec précaution, l'emploi de cet insecticide est interdit dans certain pays comme le Canada alors qu'il esl autorisé dans d'autres comme Allemagne, Algérie, U.S...etc .

Sa toxicité vis-à-vis des insectes est très élevée et plus accusée dans son ensemble que celle des autres esters phosphoriques, il agit sur le puceron du chrysanthème (*Rhopalosiphum rufomaculatum* kalt) à des doses extrêmement faible, mais en plein air, la concentration est doublée pour l'obtention d'un résultat identique à la dose normale en principe actif, son pouvoir ovicide à été démontré sur les œufs du psylle du poirier

(*psyllapyricola forst*) et à des doses légèrement inférieures, il détruit non seulement les adultes mais également les œufs d'araignée rouge, notamment ceux de *matatetranychus pilosus* kosh, si résistant aux autres insecticides. La température joue un rôle important dans l'efficacité de son action, c'est ainsi qu'à la dose 0,3%, on obtient 92% de mortalité parmi les œufs de tétranyques à 27°C, et seulement 24,3% à 19°C et 14,8% à 15,3°C.

Le parathion agit également sur une très grande gamme d'insectes. C'est ainsi que les chenilles de lépidoptères sont très sensibles, celles de la tordeuse orientale du pêcher (*laspeyresia molesta* busk) sont tuées à des doses moindres que celles du D.D.T, et des chenilles robustes comme celles des noctuelles (*prodenia eridania*) sont également facilement détruites. En fin, son efficacité à été constatée sur des coléoptères adultes, notamment la coccinelle du haricot (*Epilachna varivestis* muls) [14]

Les tests n'ont jamais signalé d'accident de végétation comme se fut par contre le cas pour le H.E.T.P, il est également un insecticide cytotope, qui est absorbé et véhiculé dans les tissus végétaux qu'il immunise contre les attaques d'insectes.

Le Parathion constitue donc, dans l'état actuel du marché des insecticides, un des composés les plus toxiques pour les insectes et dont la polyvalence est la plus accusée.

Seule, sa grande toxicité sur l'homme et les animaux domestiques restreint actuellement son emploi [14].

Chapitre II : Le puceron noir et le pistachier de l'Atlas

I- Le puceron noir :

1-Introduction :

Dans le champs et les jardins , les pucerons noir sont des ravageurs très répandus , on les trouve sur les plantes à fleurs , et parfois sur les mousses et les fougères .

Donc on définit cette insecte .

2-Classification :

Règne : animale

Embranchement : arthropodes

Classe : insecta

Ordre : homoptère

Famille : aphidides

Genre : aphis

Espèce : aphis fabae



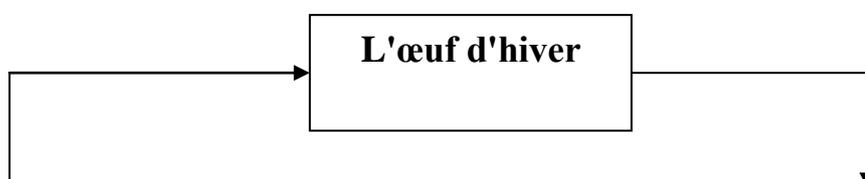
Photo 02 : Puceron noir sur le feuille

3- Description :

Adulte peut atteindre environ 2 mm de long , noir mat à verdâtre foncé . Les ailés sont plus allongés , la tête et le thorax sont noir brillant . Les antennes ne dépassent pas 2/3 de la longueur du corps . Les femelles ovipares ont des tibias postérieurs renflés caractéristique .

4- Le cycle biologique:

Le cycle biologique des pucerons noir est complexe . on peut résumer ce cycle complexe ainsi : **oeuf d'hiver** fécondé subit une éclosion au printemps qui donne dans **femelle " fondatrices "** donnant par parthénogenèse une 1^{ère} génération et aussi des jeunes pucerons appelés **virginipares** par viviparité évoluant en aptères ou ailés (plusieurs génération en été) **individus sexués (sexupares)** en automne dont les femelle , après accouplement , donnent les oeufs d'hiver ... avec ou non changement d'hôte au cours de ce cycle .



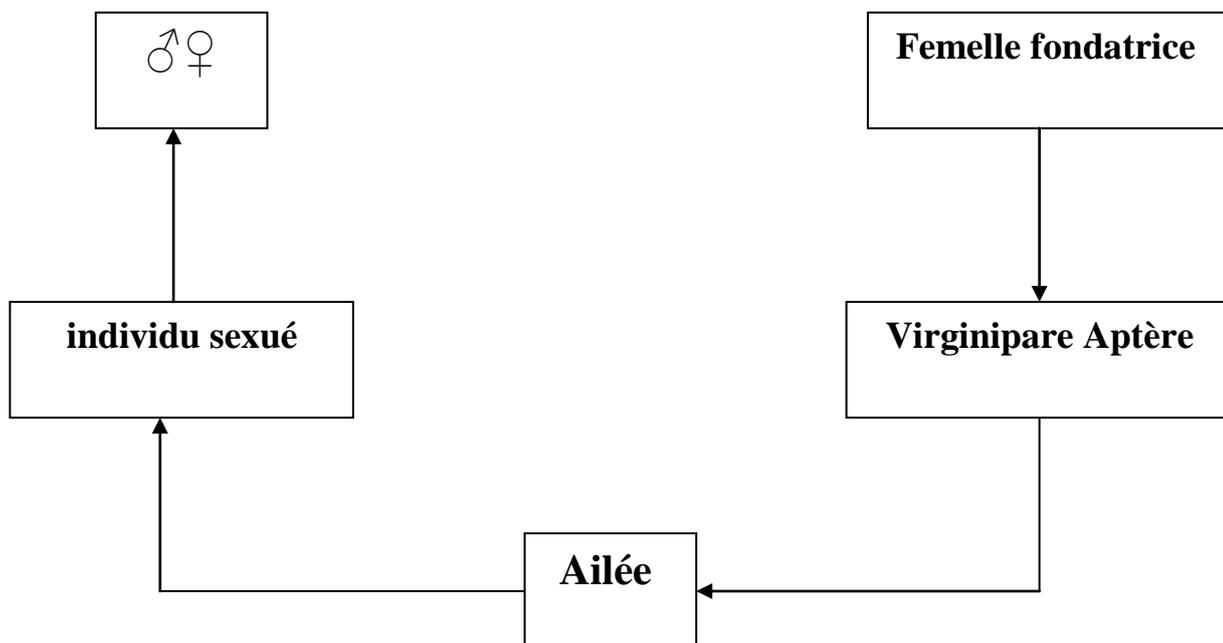


figure 01 : Cycle biologique de puceron noir

5- Les dégâts causés par les pucerons :

Les pucerons se trouvent généralement au niveau des jeunes pousses et ou toute autre partie tendre des plantes et d'en sucer la sève . plusieurs types de dégâts en découlent :

Prélèvement de sève : qui provoque l'affaiblissement de la plante .

Production de miellat : sur lequel s'installent des champignons appelés " fumagine" fruits et plantes collants et dépréciés .

Transmission de virus : nombreuses maladies .

(jaunisses et mosaïque)

Déformation des plantes : par injection de toxines .

Plants collants et dépréciés

6 - Lutte chimique :

La Lutte chimique se fait par l'utilisation de certain produits chimiques :

1-ACTARA .

2- SHERPA 25 EC .

3- MOSPILAN 20 SP .

II- Le pistachier de l'atlas :

1 - Introduction :

Le pistachier de L'atlas en Algérie, plus particulièrement dans les zones . Steppiques est un arbre spontané. L'homme de la région intervient que récoltes anarchiques chaque année – même L'état, surtout les services des forêts, ne mettent plus en évidence des projets concernant la lutte contre dégradation intense des superficies occupées par ces essences à l'exception de ces dernières années [43]. Un caractère d'homogénéité des pistachiers et plus particulièrement des " Batoum " tient à la production de résine par leur écorce, cette résine peut être distillée, elle exsude naturellement par temps chaud, c'est une résine mastic, en quelque sorte, un ancêtre méditerranéen des " chewing-gum ", dont les populations locales faisaient, autre fois quelques usages, et dont la pharmacie s'est longtemps servie pour la fabrication d'onguents, on l'appelait " mastic de chio " [50].

En tout cas, le mastic du " Betoum " fut exploité jadis par les pays des dayats au sud de Laghouat [38].

D'après les enquêtes réalisées sur le terrain on constate que l'utilisation du pistachier n'est pas très importante, elle concerne surtout les fruits.

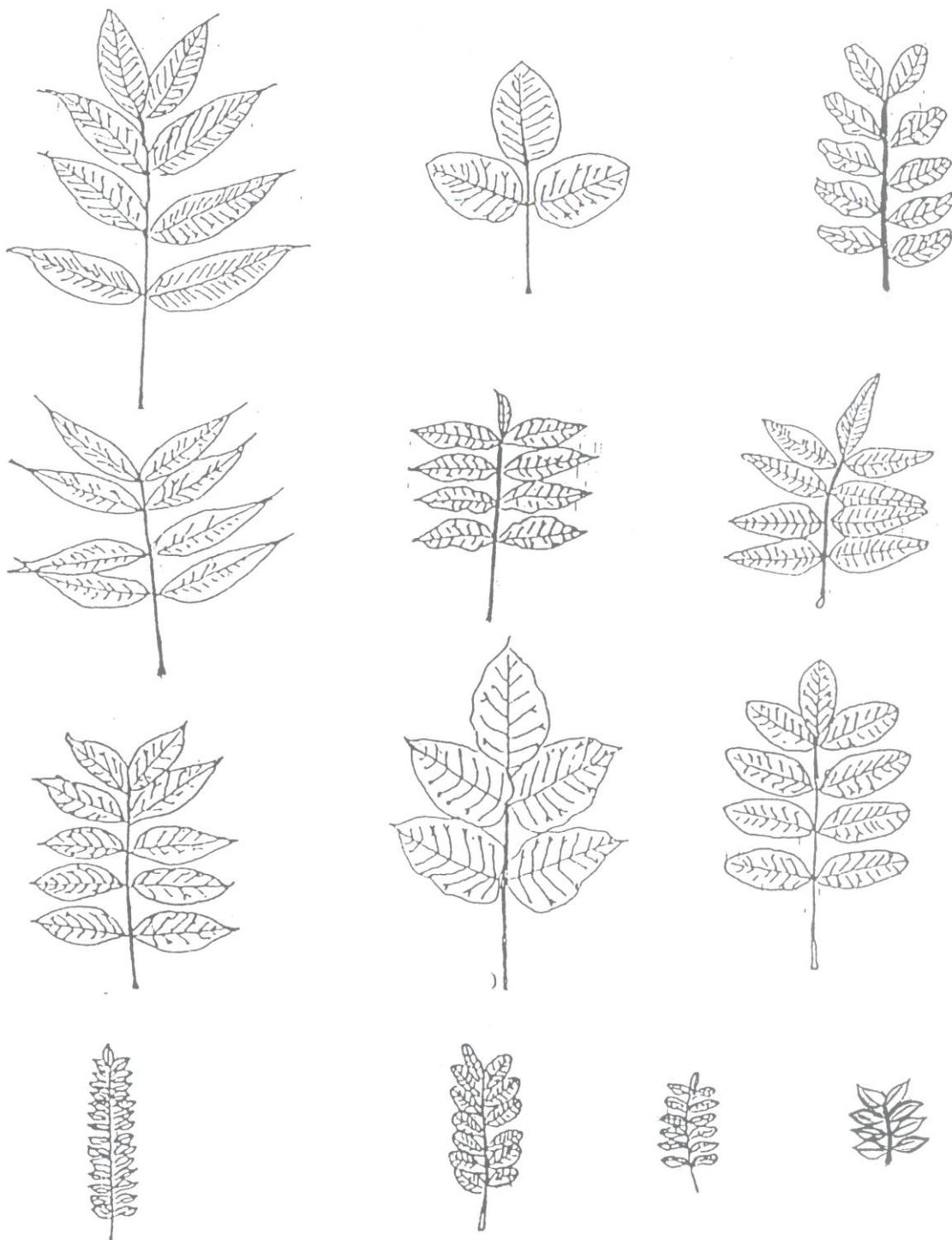
Il sont utilisés pour la consommation humaine et animale, les fruits sont concassés et mélangés avec des dattes et du beurre les feuilles sont utilisées en médecine traditionnelle et aussi pour l'alimentation du bétail (ovin) mais l'utilisation du pistachier reste encore insuffisante . Les dayats des pistachier offrent un microclimat particulier, assurent le développement d'une végétation annuelle et saisonnière permettant l'élevage des ovins (cynodon dactylon hordeum murinum et différentes espèces) . [44]

2- Pistacia atlantica Desf :

Le " Betoum " est le plus ubiquiste des arbres du nord Africain et du proche orient, à l'état adulte sa silhouette est impressionnante son feuillage semble même d'autant plus serré qu'il se développe dans des stations au plus faible indice d'évapotranspirations, cette plasticité exceptionnelle vis-à-vis de la sécheresse pourrait être son caractère principale. il peut occuper la situation la plus extrême tant qu'on le laisse faire, dans les terrains malmenés et y joue un rôle de liaison entre les divers types de forêt [15].

En Algérie si la régénération de l'espèce dans certains massifs forestiers pouvait être protégée longtemps, elle se traduirait certainement par la constitution de boisements très semblable.

A
que



ceux

donne le chêne liège et le chêne vert à l'age adulte .

Les arbres de pistachier de l'atlas Desf. sont de grande taille . Ils peuvent atteindre 25m de hauteur, de longévité dépassant 1000ans [6]. ils sont caduques. comme les autres espèces du pistachier .

Les feuilles possèdent 3 a5 paires de folioles latérales, et une terminale [7]., Les folioles sont pointues et pubescentes , les bouquets de fleurs males sont rassemblés, alors que les

bouquets de fleurs femelles sont éparpillés les fruits passent la même structure que p. verra L. mais de plus petite dimension de 5 à 7 mm de diamètre [25] .



Photo 03 : l'arbre de pistachier de l'Atlas

Chapitre III : Rappel sur l'extraction et les tanins

I- Extraction à partir du matériel végétal :

1- Principes généraux :

L'extraction des composés phénoliques à partir d'un tissu végétal, ne présente pas en général de difficultés particulières. Il peut être nécessaire dans certaines cas d'effectuer une purification de l'extrait initial obtenue; nous pouvons sur cette question donner quelques considérations générales, mais il est bien évident que chaque cas particulier nécessite une application propre des notions de base [51].

L'extraction quantitative des composés phénoliques d'un tissu végétal est toujours un problème difficile et il ne semble pas qu'il existe actuellement de méthode tout à fait satisfaisante pour cela .

L'extractions est effectuée en épuisant à plusieurs reprises par une solutions aqueuse à 1% d'acide chlorhydrique concentré du commerce, solvant qui nous a donné les meilleurs résultats [48].

Un autre aspect important du problème de l'extraction des composés phénolique concerne les modification éventuelles, des substances présentes dans la plante au cours des opérations d'extractions. Les cellules végétales contiennent différents types d'enzymes, susceptible de provoquer des modifications des composés phénolique, en particulier des poly phénols – oxydases et des glycosidases.

Sous l'action des glycosidases des hétérosides complexes peuvent être transformés en hétérosides plus simples, ou même en aglycones que apparaissent sur les chromatogrammes provoquant des artéfacts .

En général on peut éliminer cet inconvénient par un séchage rapide du matériel végétal, aussitôt après sa collection; le matériel séché peut être conservé pendant un certain temps sans modification importante. On utilise aussi souvent la conservation du matériel frais par congélation à -20°C ou -30°C ; la encore les activités enzymatiques sont complètement inhibées, mais elles peuvent réapparaître dès que la matériel est dégelé, en vue de son extraction.

On trouvera dans la littérature différents exemples d'applications des procédés d'extraction à des matériels végétaux particuliers [40].

2- Solvants utilisés : Il est souvent recommandé de faire une première extraction du matériel végétal par un solvant non polaire, tel que l'éther de pétrole, qui permet d'éliminer, tout au moins en partie, les graisses, les cires, les chlorophylles et les caroténoïdes.

Dans la mesure où l'extraction n'est pas trop poussée, les flavonoïdes ne sont pas extraits par ce solvant; cependant certains tissus, comme les bois de cœur contiennent des flavonoïdes non glucosidiques, facilement extraits par l'éther de pétrole [35].

L'extraction proprement dite est effectuée ensuite, après broyage organes végétaux dans un mixer, en utilisant comme solvant le méthanol, l'éthanol ou même l'eau; il faut épuiser à plusieurs reprises le tissu pour avoir une extraction satisfaisante

C'est un solvant aqueux qui nous a donné les meilleurs résultats pour l'extraction quantitative des anthocyanes des raisins [56].

Le méthanol et l'éthanol possèdent l'avantage d'être plus facilement éliminés, dans le cas où l'on veut concentrer l'extrait sous vide; cependant, au cours de cette concentration, il ne faut pas aller jusqu'au résidu sec, qui serait difficile à redissoudre. L'utilisation de l'eau est intéressante si l'on veut fractionner la solution obtenue, en faisant une nouvelle extraction liquide-liquide, par exemple, par l'acétate d'éthyle ou l'éther, avant ou après hydrolyse [51].

3- Purification des extraits :

Nous envisageons ici le problème de l'obtention d'une solution contenant les composés phénoliques d'un matériel végétal, en vue de leur étude par chromatographie. Souvent l'extrait direct, par un solvant aqueux ou alcoolique, est suffisant, éventuellement après concentration ou nouvelle extraction avec l'acétate d'éthyle par exemple. Cependant, on extrait ainsi de nombreux constituants des tissus végétaux (glucides, acides, sels minéraux) qui peuvent perturber les séparations chromatographiques; dans ce cas une purification devient nécessaire [40].

On a beaucoup utilisé, mais on l'utilise moins aujourd'hui, la propriété des composés phénoliques de donner des précipités insolubles quand ils sont traités par l'acétate de plomb en milieu alcalin. Après centrifugation et lavage du précipité, il est mis en suspension dans de l'alcool ou dans de l'eau et décomposé par un courant d'hydrogène sulfuré. On peut également éliminer le plomb, et remettre en solution les composés phénoliques à l'aide d'acide sulfurique ou de résines échangeuses de cations [48].

Dans une certaine mesure, il est possible en traitant successivement par l'acétate neutre et l'acétate basique de plomb, de séparer certaines impuretés et même de séparer certains types de poly-phénols, par exemple les o-diphénols et les monophénols; cependant, une telle séparation a perdu la plus grande part de son intérêt, car la chromatographie permet plus simplement et plus sûrement des résultats bien supérieurs [51].

II- LES TANINS

On distingue habituellement, chez les végétaux supérieurs, deux groupes de tanins différents : les tanins hydrolysables et les tanins condensés [56].

Tanins hydrolysables : Ce sont des polyesters d'un sucre (ou d'un polyol apparenté) et d'un nombre variable de molécules d'acide-phénol. Le sucre est très généralement le glucose. L'acide-phénol est soit l'acide gallique dans le cas des tanins gallique soit l'acide hexahydroxydiphénique (HHDP) et ses dérivés d'oxydation (déhydrohexahydroxydiphénique = DHHDP: acide chébulique) dans le cas des tanins classiquement (mais improprement) dénommés tanins ellagiques

Tanins condensés : Les tanins condensés ou proanthocyanidols sont des polymères flavaniques. Ils sont constitués d'unités de flavan-3-ols liées entre elles par des liaisons carbone-carbone le plus souvent 4-> 8 ou 4-> 6. résultante du couplage entre le C-4 électrophile d'un flavanyle issu d'un flavan-4-ol ou d'un flavan-3,4-diol et une position nucléophile (C-8. plus rarement C-6) d'une autre unité, généralement un flavan-3-ol. Les proanthocyanidols ont été isolés ou identifiés dans tous les groupes végétaux. Gymnospermae et Pterydophyta compris [56].

Structure des Tanins Hydrolysables :

En règle générale, les tanins galliques sont des esters de l'acide gallique et du glucose. Il faut cependant remarquer que les mono- et les digalloylglucoses ne présentent pas les propriétés classiques des tanins, leur masse moléculaire étant trop faible; Ces propriétés — en particulier l'aptitude à précipiter les protéines— sont le fait des triesters et de leurs homologues supérieurs.

Biogénétiquement. l'acide gallique (acide 3,4,5-trihydroxybenzoïque) est issu du métabolisme de l'acide shikimique. On admet qu'il est habituellement formé par déshydrogénation directe de l'acide 3-déhydroshikimique ou. dans certains cas particuliers, par oxydation de l'acide prolocatéchique (lui-même dérivé d'un acide en C6-C3-). l'acide caféique). La glucosylation de l'acide gallique fait intervenir l'uridine diphosphoglucose (UDP-glucose) et l'on admet, sur la base d'expérimentations in vitro, que le monogalloylglucose formé la (β -glucogauine) peut ensuite, en fonctionnant aussi bien comme donneur que comme accepteur de glucose, conduire à un diester. le 1,6-di-O-galloyl- β -D-glucose. et ainsi de suite via les dérivés 1,2,6-tri -O et 1,2,3,6-tétra-(9-galloylés) . jusqu'au pentagalloylglucose [53].

Tanins hydrolysables monomères :

Le penta-ester (i. e. le 2.3.4.6-penta-O-galloyl- β -D-g]ucose) est le composé le plus connu. Il occupe une position centrale dans le métabolisme des tanins. En effet, la plupart des végétaux sont susceptibles de poursuivre le métabolisme de cette molécule .

Evolution vers une molécule plus lourde (hexa- à undécagalloyiglucose) par formation, en 3, 4 et/ou en 6 du glucose. de chaînes latérales constituées de plusieurs acides galliques liés selon un mode méta- ou para-depsidique (les deux forme s'équilibrant en solution par migration d'acyl). Ces tanins galliques sont caractérisés par un petit groupe de familles : Anacardiaceae (Rhus) (Quercus). Ericaceae Geraniaceae . Aceraceae etc [11] .

Chapitre I : Matériel et Méthode

I- Matériel :

- Agitateur magnétique .
- Les spectres **IR** ont été obtenus avec les appareils :
 - Spectroscopie infra-rouge
 - L'analyse spectrale par une cellule de chlorure de sodium (NaCl) pour les produits liquides .
 - On utilise le solvant tétra chloro méthane (CCl₄) pour les produits solide
 - Tests Cam . shimadzu FT-IR 8000 séries entre (4000 -500) cm⁻¹
- Balance :

On utilise une balance électronique SCALTEC .
de précision
- pour fixé la température on utilise le thermocouple **IKA**
- chromatographie couche mince (**CCM**)

pour l'apparition :

 - vapeur de l'iode
 - la lampe ultraviolet (UV- Stahler KW)
- Rota vapeur de type " Buchi " R-200 .
- broyeur électrique A10
- Réfrigérant (L = 25cm , R = 2cm)
- colonne de chromatographie (la longueur L = 30 cm).

II- Les solvants :

Dans ce travail on utilise les solvants suivants :

Tableau 01 : Les caractéristique des solvants

Solvant	Masse molaire	Densité	Température d'ébullition	Température de fusion	Solubilité dans l'eau	Polari té partiel le	Taux de Pureté
Méthanol	32.04	0.79	64.4	-98	M ³	0.762	99.5%
Ether	74.12	0.71	34.6	-116.3	7.5	0.177	99.8%
Aceton	58.08	0.79	56.2	-94.3	M	0.355	< 99%
Hexane	86.18	068	69	-95	0.014	0.009	< 95%

III- Préparation de la poudre :

La cueillette

La cueillette se fait au moment du repos végétatif . L'automne est alors la saison la plus propice et surtout qu'elle succède à l'été, la saison sèche.

Dans notre travail nous avons cueilli des feuilles sur le même arbre mais en deux périodes différentes pour montrer la date de formation de la matière active .

1)- La première récolte au début Novembre (échantillon I) : feuilles jaunes à la fin du cycle annuel de l'arbre .

2)- La deuxième récolte à la fin Mars et début Avril (échantillon II) : feuilles vertes et fines .

- Première période début novembre : les feuilles jaunes et les fruits sont murs c'est-à-dire à la fin du cycle annuel de l'arbre .
- Deuxième période fin Mars début Avril : les feuilles vertes et fines et fruit ne sont pas en état d'être récoltés .

- Les graines :

On coupe les sommets fructifères, puis on les met dans des sacs en papier. Après la maturité complète, les graines tombent dans le sac, puis on les récupère.

choix des plantes :

Les principes de choix des plantes :

- * La plante spontanée doit toujours l'emporter sur la plante cultivée.
- * On doit choisir les plantes et toutes les parties du végétal qui croissent éloignées les unes des autres parce qu'ils sont mieux nourris, plus gros.
- * On choisit les plantes qui ont plus d'odeur, de saveur et de couleur.

- Le séchage :

Le séchage des plantes médicinales (ou ses parties) doit se faire dans un endroit aéré, ombragé, sec et chaud. Un séchage convenable ne doit changer ni la couleur, ni la forme du matériel végétal [49]

Le séchage des plantes aromatiques ne doit pas excéder la température de 30°C dans les autres cas la température est entre 15 et 70°C .[30]

Pour les racines et l'écorce, on les lave aussitôt après les avoir arrachées. Pour accélérer la dessiccation, on peut les exposer quelques heures au soleil, enfin il est préconisé de couper ces racines en morceaux avant le séchage [56].

Selon Chahat (1986), après le nettoyage et le traitement du produit végétal, il faut qu'il subisse différentes étapes pour se débarrasser de l'humidité y compris, atteignant des limites bien déterminées (feuilles : 4-6%, graines : 6-14%, fleurs : 3-4%, fruits : 6-8%) .[30]

Le but de séchage est toujours de conserver les principes actifs pendant leur stockage, car ils seront influencés par les facteurs climatiques et ceux du stockage mal effectué ou par les facteurs internes tels que l'activité enzymatique dans les tissus, contamination par les insectes ou le développement des champignons à cause de l'humidité élevée. Cependant le séchage nous" facilite plusieurs tâches telles que : le transport, l'exportation (diminution du poids), ainsi que l'opération de broyage et l'extraction des principes actifs, de ces causes précitées il y a plusieurs types de séchages dont on cite :

- **Séchage naturel** : consiste à exposer l'organe végétal mûre aux rayons du soleil directement ou de le mettre à l'ombre, jusqu'au dessèchement total après quelques jours. La

durée du séchage est variable de 1-3 semaines selon l'organe à sécher, et c'est le procédé applicable dans notre région d'étude.

- Conservation et stockage :

Après le séchage, on procédera au stockage ou à la conservation, qui se fait à l'abri de l'air et l'humidité soit dans des sacs de papier soit dans des boîtes de fer blanc ou dans des bocaux de fer-blanc fermés par des bouchons de liège ou un morceau de toile [16].

Signale qu'il ne faut jamais conserver les plantes' fraîches ou sèches dans des emballages en plastiques.

On a travaillé sur des feuilles stock à se conserver pendant une année c'est-à-dire après la cueillette, le séchage et stockage par une manière naturelle.

Le schéma suivant montre les étapes de la préparation de la poudre.

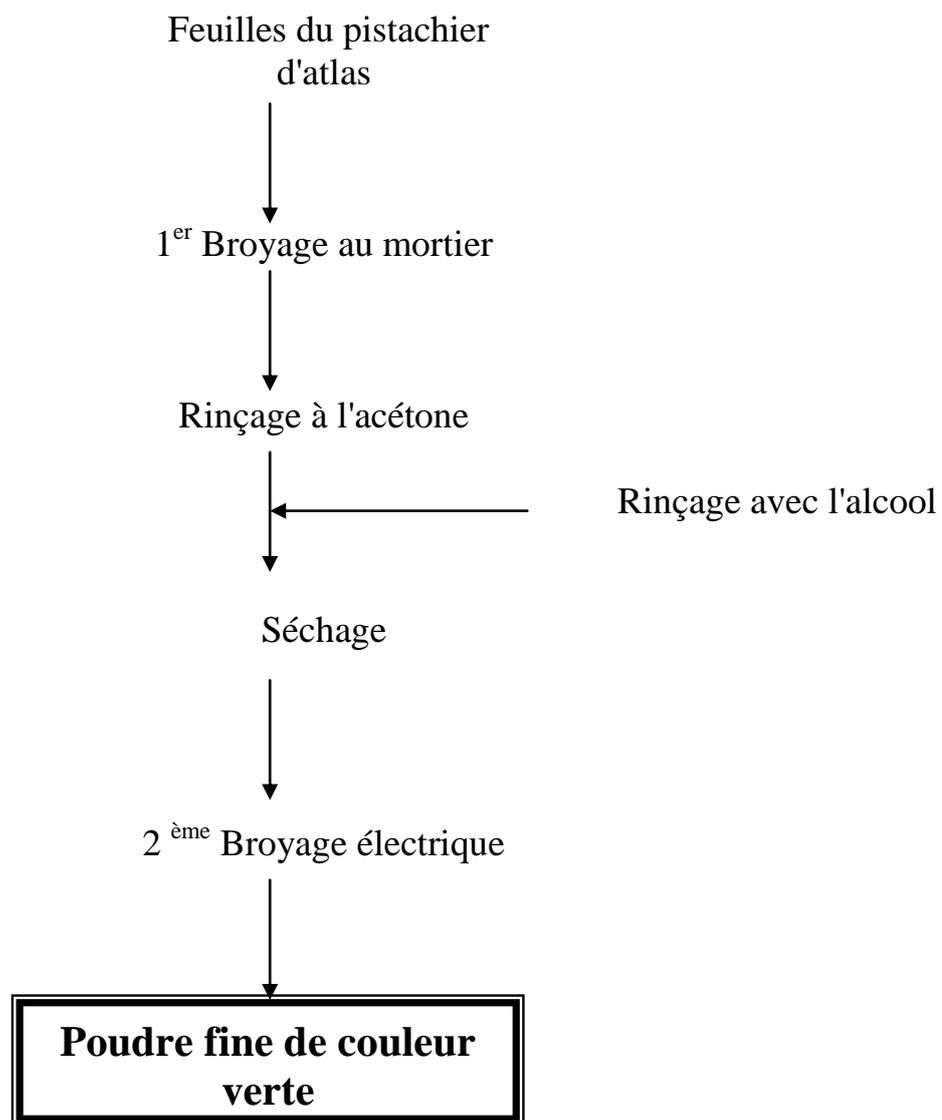


Figure 03 : schéma des étapes de préparation de la poudre du pistachier

Test chimique de la poudre de pistachier :

1- Alcaloïdes : Prendre 10g du poudre sèche et l'extraire avec 50ml de HCl dilue 1% rendre l'extrait basique avec NH_3 puis extrait le mélange 3 fois avec du CHCl_3 chaque fois avec 20ml Evaporer la phase organique puis dissoudre le précipite dans 2 ml de HCl dilué 1% .

Ajouter à la solution 3 gouttes du réactif de Mayer.

On Obtient un précipite bleu . cela indique que le test est négatif , car on doit obtenir un précipite blanc .

2- Tanins

Prendre 10 g de poudre sèche , l'extraire avec une solution aqueuse de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1 % filtrer , tester le filtrat avec quelque goutte d'une solution de FeCl_3 l'apparition d'une couleur verte indique la présence des tanins .

3- Flavonoides :

Macérer 10 g de poudre sèche , dans 150 ml de HCl dilué 1 % pendant 24 h , filtrer au test suivant :

Prendre 10 ml de filtrat , le rendre basique par l'ajoute NH_4OH , l'apparition d'une couleur jaune clair dans la partie supérieur de tube a essai indique la présence des flavonoides .

4-Saponosides

Prendre 2g de poudre la mettre à l'ébullition avec 80ml d'eau distillée filtrer et refroidir la solution ensuite agiter le filtrat , L'apparition d'une mousse qui dure quelques instants indique la présence des saponosides (voir le chapitre III deuxième partie) .

5- Cardénalides :

Macérer 1 g de poudre sèche dans 20 ml d'eau distillée et filtrer , prélever 10 ml de filtrat l'extraire avec un mélange de 10 ml de CHCl_3 et de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ evaporer la phase organique et dissoudre le précipite dans 3ml de CH_3COOH glacial ajouter quelques gouttes de FeCl_3 suivi de 1 ml de H_2SO_4 concentre sur les parois du tube à essai L'apparition d'une couleur vert- bleu (pour avoir les carénalides on n'a pas obtenu le précipite) .

6- les Terpènes :

Prendre 5 g de poudre sèche la dissoudre dans 20 ml d'éther de pétrole filtrer évaporer le résidu est dissous dans 0,5 ml d'acide acétique et ensuite dans 0,5 ml de CHCl_3 .

Les solutions sont transférées dans un tube à essai puis on ajoute 1 ml de H_2SO_4 concentré. Dans la zone de contact entre les deux liquides un cercle violet ou marron est formé puis devient gris, ceci indique la présence des terpènes.

IV -Les Méthodes :

Echantillon I :

1 - La macération (avec l'eau) :

On met dans un ballon 10 g de poudre avec 50 cm^3 d'eau distillée. On met le tout dans un bain marie on les chauffe jusqu'à 20°C et on fixe le thermocouple pendant deux heures avec l'agitation on ne remarque ni changement ni évaporation, on laisse le mélange pendant 24h pour la précipitation afin de séparer la phase solide et la phase liquide.

Filtration :

On laisse la phase liquide se précipiter pour séparer les petites particules ensuite filtre le liquide pour obtenir une solution homogène, au début le liquide était vert et après les différentes opérations de filtration et de précipitation le liquide devient marron clair.

On répète la même manipulation aux températures suivantes :

1/ $T=25^{\circ}\text{C}$, aucun changement couleur ((marron foncé))

2/ $T=30^{\circ}\text{C}$ on remarque une petite quantité de vapeur dans le col du ballon est en bas du réfrigérant avec un léger changement de couleur .

3/ $T=35^{\circ}\text{C}$ condensation de la vapeur et formation de gouttes en bas du réfrigérant .

4/ $T=40^{\circ}\text{C}$ condensation de la vapeur avec formation de gouttes transparentes qui reviennent au ballon .

5/ $T=80^{\circ}\text{C}$ même résultat avec $T=40^{\circ}\text{C}$ mais il y a une grande différence dans la couleur du liquide

Extraction avec n-hexane :

- On utilisant une ampoule à décanter on extrait les produits organiques avec un solvant ((n-hexane)) le solvant transparent devient marron jaunâtre après agitation .

Vaporisation :

- On a évaporé le solvant en utilisant un bain d'huile (formation de cristaux blancs séparés du mélange) .

Chromatographie de couche mince :

On teste le mélange restant avec les plaques de CCM .

En utilisant :

1/ la phase stationnaire: gel de silice

2/ la phase mobile : 60% méthanol, 40% n-hexane et 1 goutte de acide acétique .

Il faut savoir que le mélange se compose des trois produits :

$$Rf_1=0.63 \quad Rf_2=0.33 \quad Rf_3=0.29$$

Chromatographie sur colonne :

Séparation par la chromatographie sur colonne (longueur 25cm diamètre 2 cm) en utilisant la même phase stationnaire et il est préparé avec n-hexane

L'extraction avec l'éther :

- L'extraction est faite avec l'éther en utilisant le MgSO_4 . la poudre est composée de trois produits .
- La phase mobile 67% éther et 33% éther de pétrole .
- Le produit majoritaire ($Rf=0,4$)

- Les deux autres sont des traces indétectables .
- Après ce la on évapore le solvant , pour avoir une poudre verte jaunâtre .
En prenant en considération les conditions expérimentales à la perte de masse .

On trouve que $m=140\text{mg}$ (de 10g) de la poudre . Ce qui fait que le rendement est 1.4% et c'est un rendement important dans l'extraction végétale .

- Les produits, n'ont pas été séparés .
- La température de fusion a été calculé en négligeant les traces : $T_f = 240^\circ\text{C}$ (le produit majoritaire) .
- Le (PM) est exposé à RMN ^1H et RMN ^{13}C .

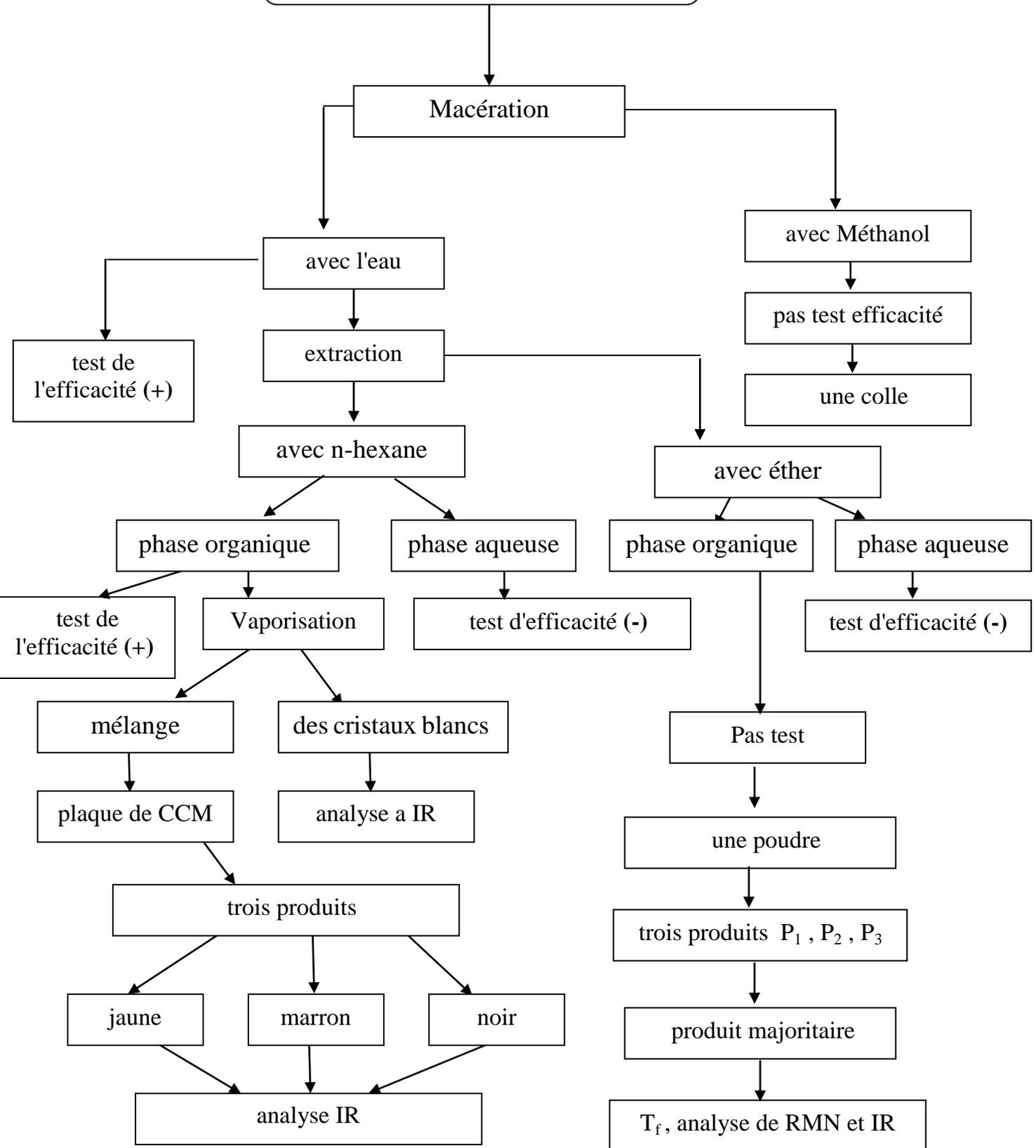
2- La macération (avec le méthanol) :

On met dans le ballon 10 g de poudre avec 50 cm^3 de Méthanol, on répète la même manipulation ($T= 40^\circ\text{C}$) .

Remarques :

- La vitesse de l'agitation avec le Méthanol est supérieure à celle de l'eau .
- Le temps nécessaire à la condensation et la formation des gouttes était inférieure à celui de l'eau .
- Le volume de solution obtenue avec le Méthanol est inférieur à celui avec l'eau .
- La couleur est vert foncée avec le Méthanol alors que avec l'eau est vert claire .
- La solution est endothermique dans le méthanol .

Les feuilles du Pistachier



I- Echantillon I (les feuilles jaunes):

I-1 le solvant utilisé l'eau :

Nous avons utilisé une méthode classique simple lors du traitement biologique .

60 individus dans chaque boite, puis nous injectons quelques gouttes (jusqu'à 2 cm^3).

Après séparation des produits , on a pris 03 boites et on a refait la même expérience (tableau 03).

Pour chaque manipulation on teste l'efficacité des solutions sur les insectes, (si les pucerons meurent ou non). Voir le tableau ci-dessous .

Tableau 02 : tests d'efficacité en fonction de la température

Température°C	Résultats de tests
20	Non efficace
25	
30	Non efficace
35	
40	Faible efficacité
45	
50	Efficacité apparente
80	Forte efficacité Efficacité apparente
	Très Faible efficacité
	Non efficace

Résultats et Discussion

à $T=20^{\circ}\text{C}$ et $T=25^{\circ}\text{C}$ la matière active n'a pas été séparée .

à $T= 30^{\circ}\text{C}$ elle commence à se produire et devenir vapeur.

à $T = 40^{\circ}\text{C}$ la matière active est complètement isolée .

à $T= 80^{\circ}\text{C}$ dégradation et déformation de la matière, la couleur de la solution est différente :

$T = 40^{\circ}\text{C}$ \longrightarrow marron foncé

$T = 80^{\circ}\text{C}$ \longrightarrow marron plus foncé

Voir les photos suivantes :



Photo 04 : solution homogène à $T = 80^{\circ}\text{C}$



Photo 05 : solution homogène à $T = 40^{\circ}\text{C}$

Extraction liquide-liquide

L'extraction est faite à l'aide de deux solvants pour obtenir des résultats différents .

I-1-1 avec n-hexane :

En utilisant l'hexane on a obtenu deux phases différentes : Savoir l'efficacité des deux phase .

l'efficacité est dans la phase organique seulement, donc le produit est hydrophobe .

Cette molécule possédant une chaîne hydrocarbure insoluble dans l'eau et une fonction soluble ; l'augmentation de leur concentration donne ce qu'on appelle micelle .

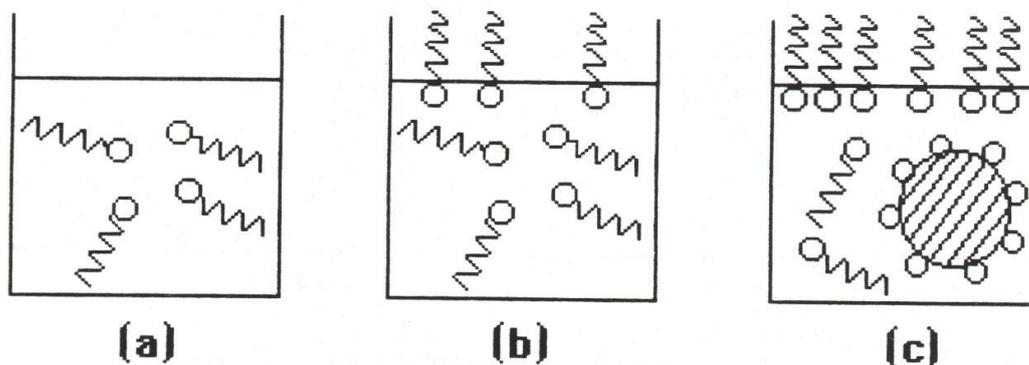


Figure 04 : Etapes successives de la formation de micelle dans l'eau

- a- Dispersion à faible concentration .
- b- Formation d'une fine couche à l'interface .
- c- Formation des agrégats .

Ce phénomène d'agrégation se traduit par une concentration dite critique par l'apparition d'une rupture dans l'évaluation des propriétés physiques de la solution en fonction de sa concentration globale [56] .

- La micellisation :

En solution aqueuse, les tensioactifs s'associent par interactions hydrophobes et polaires pour former des agglomérats appelés " micelles " cette notion fut introduite par la première fois en 1913 par J.W.MC Bain [10] .

Il a utilisé le mot micelle pour distinguer des agrégats colloïdaux obtenus à partir de sels d'acides gras. G.S. Hartely a confirmé cette découverte et a donné naissance à un nouveau champ d'étude très vaste [20].

Les micelles sont sous diverses formes, la plus simple est une micelle sphérique uniformément chargée.

- 1- le coeur de la micelle est formé par l'association d'un chaînes carbonées non hydratées. la densité est voisine de celle de l'hydrocarbure correspondant à l'état liquide, son rayon ne peut excéder la longueur de la chaîne carbonée étendu [60].
- 2- la couche de Stern contient les têtes polaires et les contre-ions restent hydratés et peuvent être assimilés à des sphères
- 3- la couche de **Gony**-Chapman, ou couche diffuse, contient un excès de $(1-\infty)n$ contre-ions [18].

Tailles et formes des micelles :

D'après **Shinoda** [55], les propriétés des solutions de tensioactifs peuvent être expliquées en considérant qu'il n'existe qu'une sorte de micelle en solution, à température et pression constantes. Par conséquent, pour un tensioactif ionique donné la micelle est influencée en particulier par :

L'agitation thermique [1], par la nature de la molécule (insecticides).

La force ionique [9] et la nature du contre-ion [34]. pour les surfactant, elle dépend de la longueur de chaîne et de la nature du contre-ions

- de paramètres géométriques liés à sa forme et à sa taille .
- un nombre d'agrégats n égal au nombre de monomères qui contient la micelle .

un degré d'association proportionnel égal au rapport du nombre de contre-ions associés au nombre d'agrégats ce paramètres sont de terminés expérimentalement techniques (diffusion de la lumière, de neutrons, rayons x, viscosité ,etc ...) et permettent d'évaluer la charge superficielle d'une micelle par unité de surface [19]

la population de micelle peut être polydispersée et les agrégats ne sont pas nécessairement sphériques .

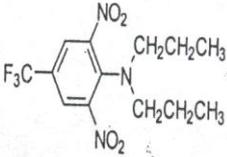
Ils peuvent exister sous forme de cylindres, disque, tubes ou ellipsoïdes [60].



Surfactant



insecticide



Micelle [M]

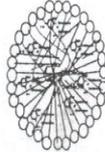


Figure 05 : Formation de micelle insecticide

A/- Agitation léger :

cette partie appelée phase organique récupérée pour la suite du travail après purification .

On obtient un liquide dont la solidification donne des cristaux blancs .

La figure (06) montre le spectre infra – rouge obtenus après la formation des cristaux blancs .D'après le spectre , nous pouvons conclure que tous les fonctions caractéristiques aromatique n'existent pas .

En effet , on note la disparition de la bande (650 – 800) cm^{-1}

Caractéristique de groupement d'azote (N -) des fonction amines n'existe pas .

Une bande large à 1110.9 cm^{-1} du groupement C = O .

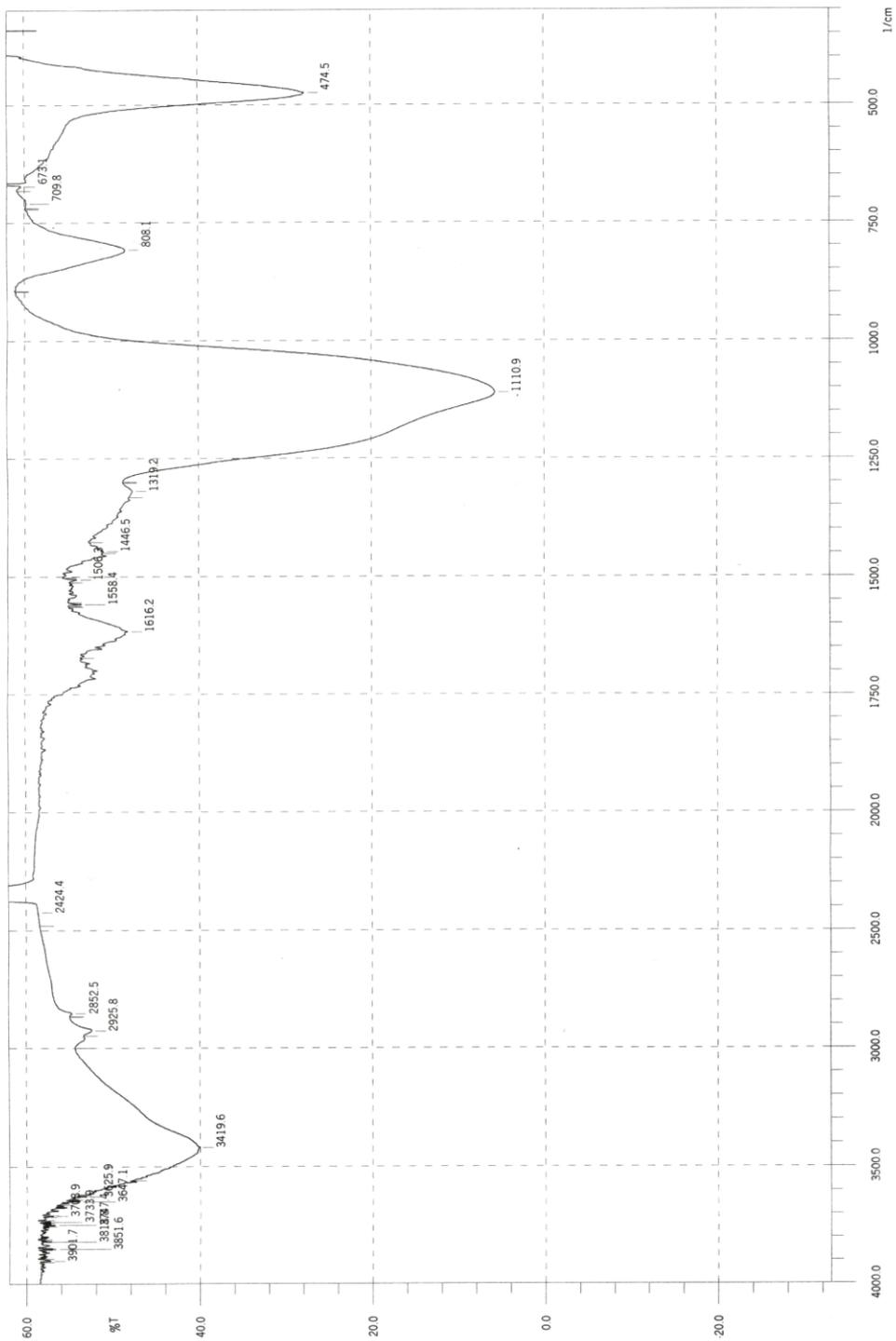


Figure 06 : spectre IR des cristaux blancs

La CCM nous a indiquée la présence de trois produits .

La chromatographie sur colonne doit servir à séparer les produits .

Nous constatons que le premier produit était de couleur noir .

Deuxième produit est de couleur marrons foncé possédant une odeur de thé .

Dernier produit est de couleur jaune .



Photo 06 : la plaque de CCM pour mauvaise séparation



Photo 07 : apparition des trois produits



Photo 08 : la plaque de CCM pour bonne séparation



Photo 09 : le premier produit récupéré (couleur noir)



Photo 10 : le dernier produit (couleur jaune)

Une autre expérience avec CCM nous a confirmé que le produit de couleur marron foncé nous indique que celui-ci est composé de deux produits

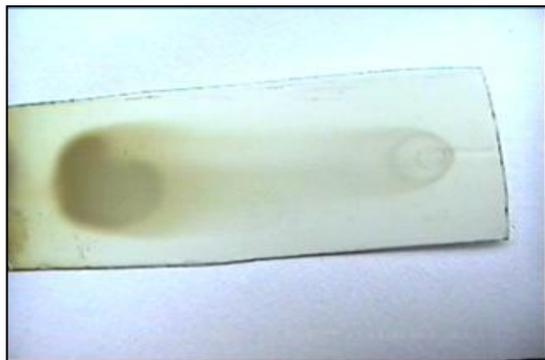
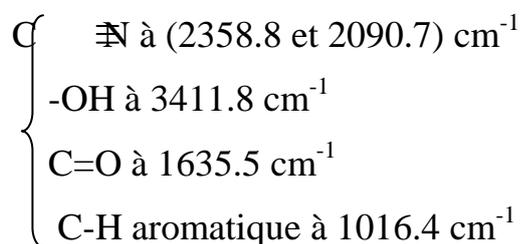


Photo 11 : le produit marron (composé deux produits)

On a fait des tests d'efficacité sur les trois produits .

La figure (07) montre que le spectre infra – rouge Pour le produit noir .



La figure (09) montre que le spectre infra – rouge du produit jaune .

D'après le spectre , nous pouvons conclure , que les fonctions apparaissent à (- CH aliphatique à 2837.1 cm^{-1}) , et groupement carbonyle (C=O) à 1651.0 cm^{-1} .

et = C-H à 1024.1 cm^{-1} .

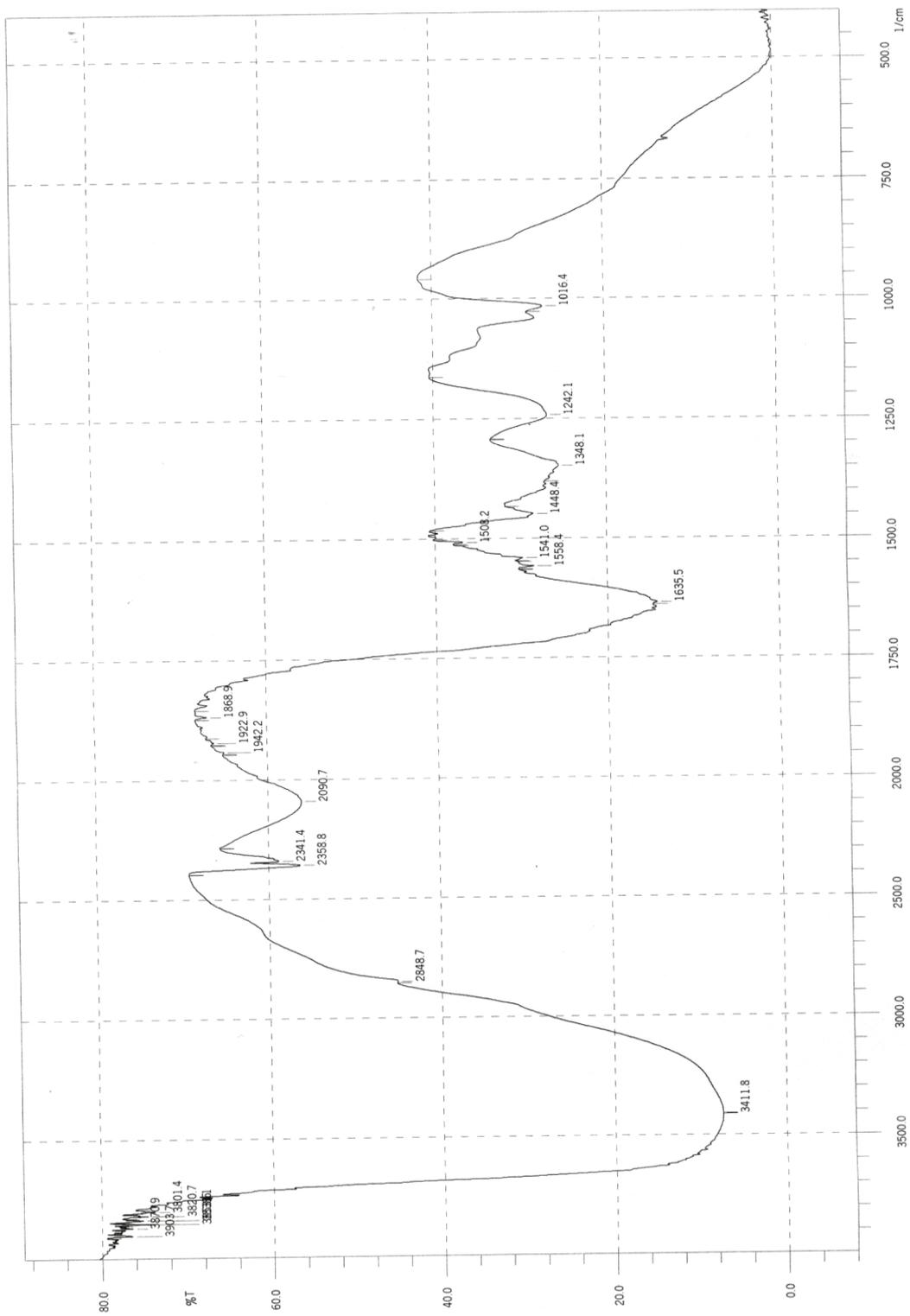


Figure 07 : spectre IR du produit noir

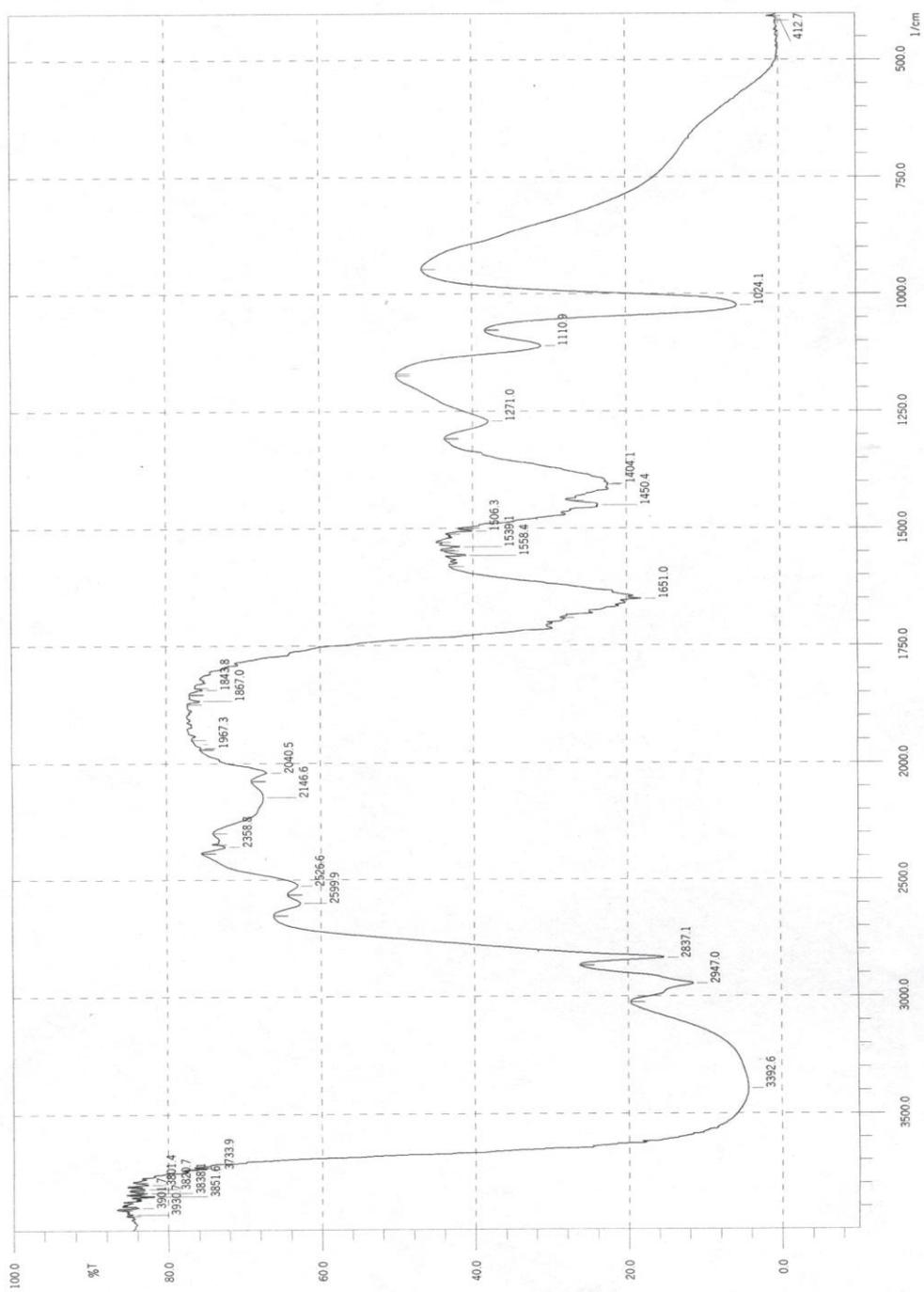


Figure 09 : spectre IR du produit jaune

Résultats et discussions :

Les résultats obtenus des tests de l'efficacité sont :

Tableau 03 : les tests de l'efficacité en fonction de temps

Produit utilise	Temp s utilisé pour l'expé rience (min)
mélange initial Ø org +Ø aqueuse	15
mélange de la Ø aqueuse	15 jus qu'a 20
mélange de la Ø organique	15
produit noir	5 → 10

produit marron	5	
produit jaune	5 → 10	

- Après la filtration et la purification on obtient une seul phase (bourbeux) .
- Après l'extraction et les tests d'efficacité. On constate que l'insecticide se trouve dans la phase organique, alors c'est une matières qui a des caractères hydrophobes se phénomène est interpré comme tensioactif .
- le premier remarque le produit marron est un produit intéressant après 05 minute aucun insecte vivant .
- après séparation sur colonne , l'efficacité augmente .alors que l'effet du produit dans le mélange était faible ceci est du à l'encombrement stérique .

B/- Agitation forte :

On obtient une couche épaisse de mousse qui devient transparente, grasseuse qui disparaît après l'évaporation du solvant .

En additionnant NaOH à la couche de mousse, elle devient un liquide vert de couleur semblable à la couleur de la poudre .

On ne peut pas confirmer que c'est un saponoside car c'est une matière volatile (qui s'évapore avant n-hexane) .

I-1-2 Avec l'Ether :

On obtient deux phases (organique et aqueuse) on sèche la phase organique avec le $MgSO_4$, en suite on la traite avec une plaque de CCM .

On évapore le solvant pour obtenir une poudre verte claire qui est mesurée en prenant en considération toutes les conditions expérimentales et on obtient 140mg de 10g de la poudre déjà utilisée, (R=1.4%) la température de fusion du produit majoritaire est calculée .

Dans cette étape l'efficacité n'est pas testée pour deux raisons .

3) - dans la phase organique l'éther étant toxique .

4) - Après l'évaporation du solvant on a obtenu une petite quantité de poudre qu'on n'a pas pu isoler .

On expose le produit majoritaire à **RMN** de carbone et **RMN** de proton et **IR** pour obtenir les spectres suivantes :

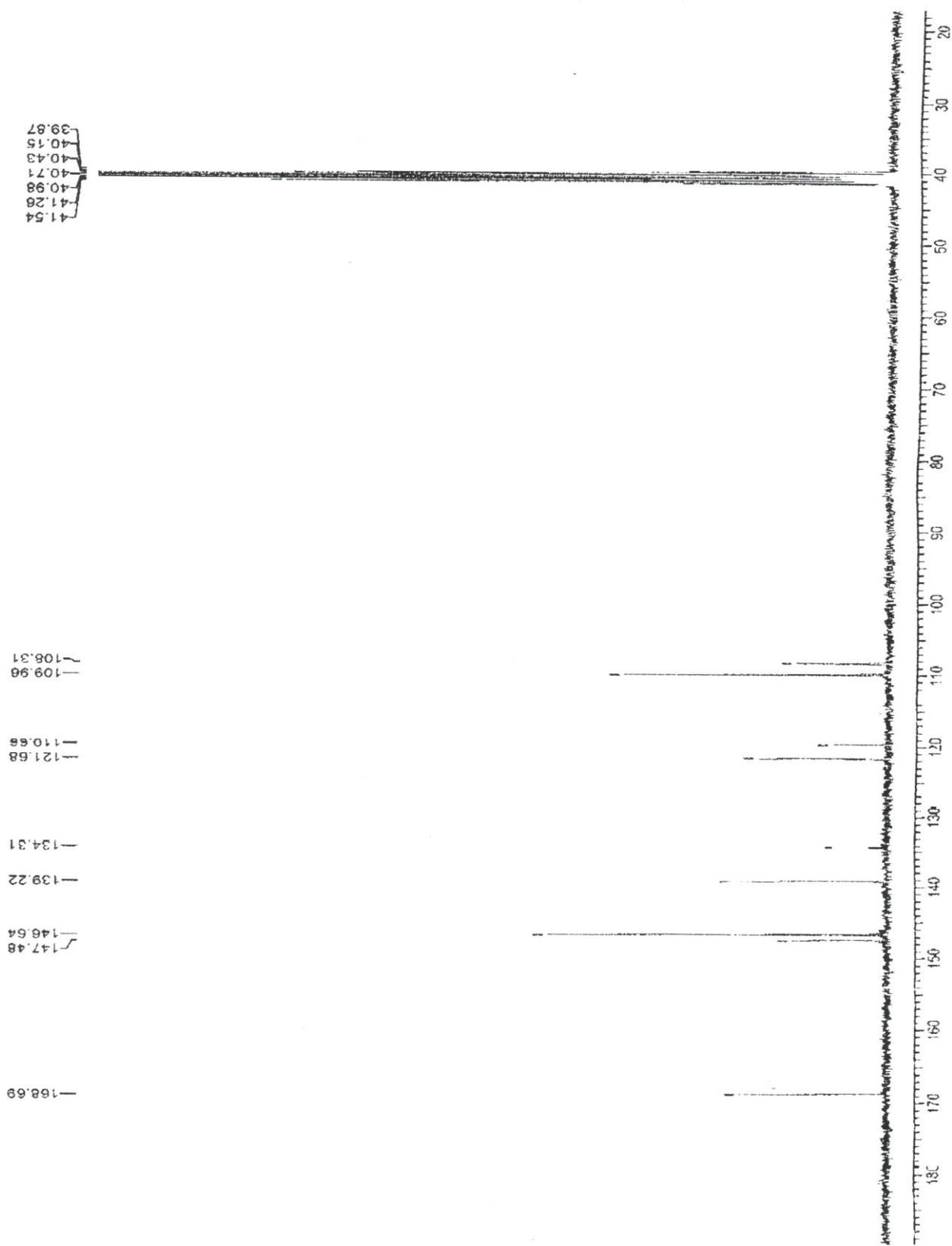


Figure 10 : spectre de RMN de ^{13}C pour le produit majoritaire

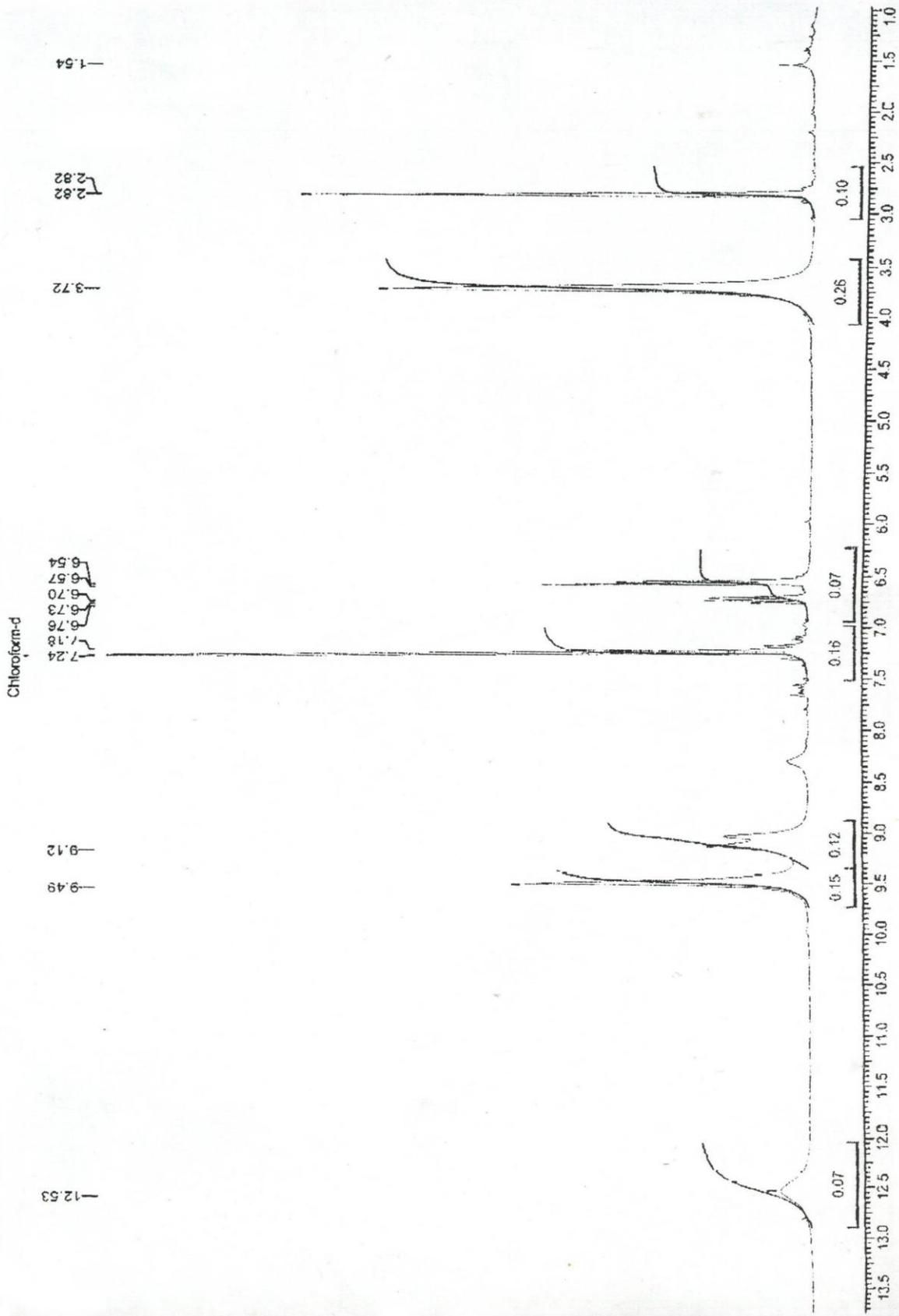


Figure 11 : spectre de RMN de ^1H pour le produit majoritaire

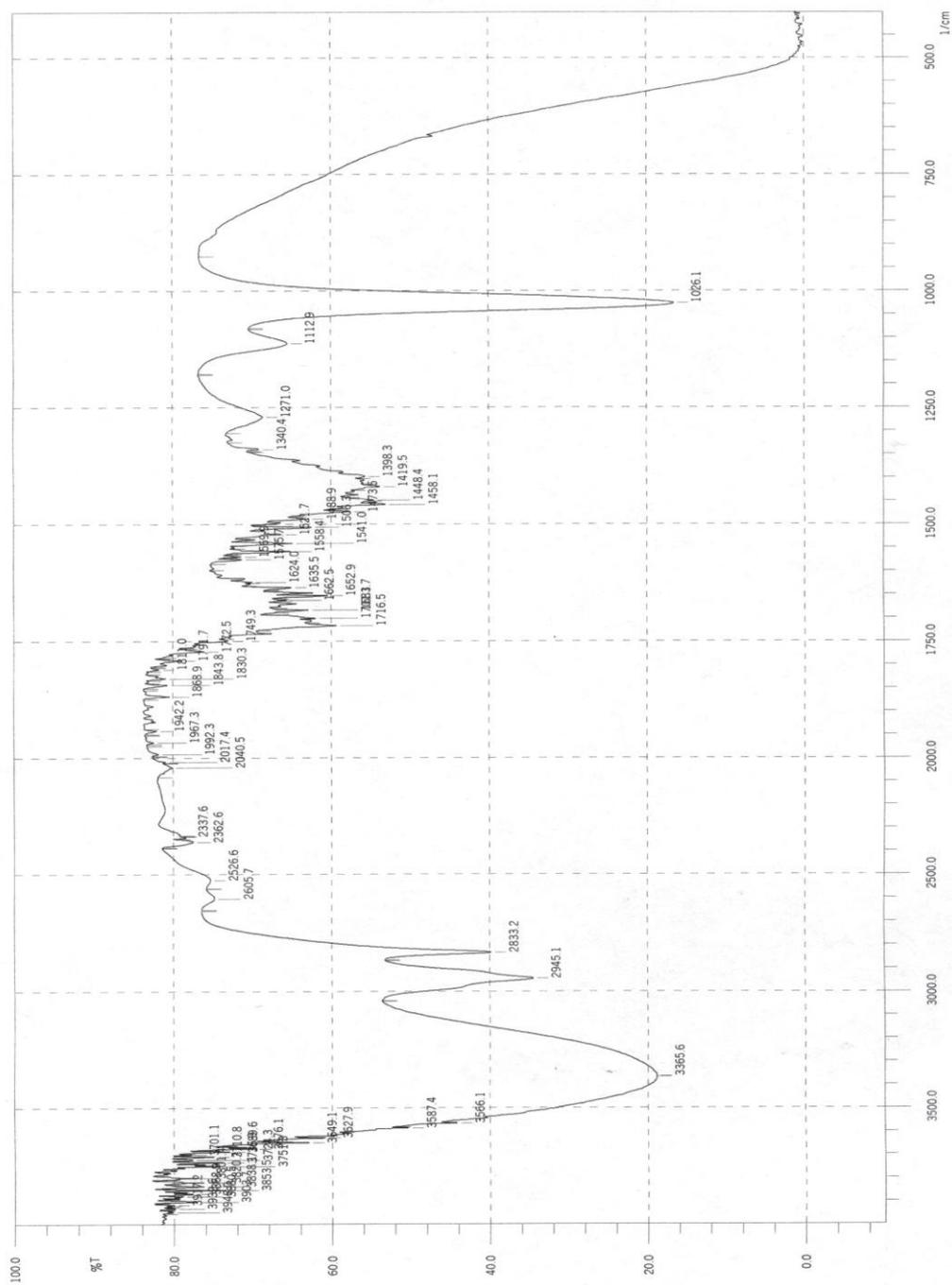


Figure 12 : spectre de IR pour le produit majoritaire

Mais on est obligé de choisir deux solvant à polarité différente .

- **n-hexane** : est un produit apolaire qui peut extraire tous les produits organiques
- **Ether** : est un produit polaire qui peut extraire les produit de forte polarité .

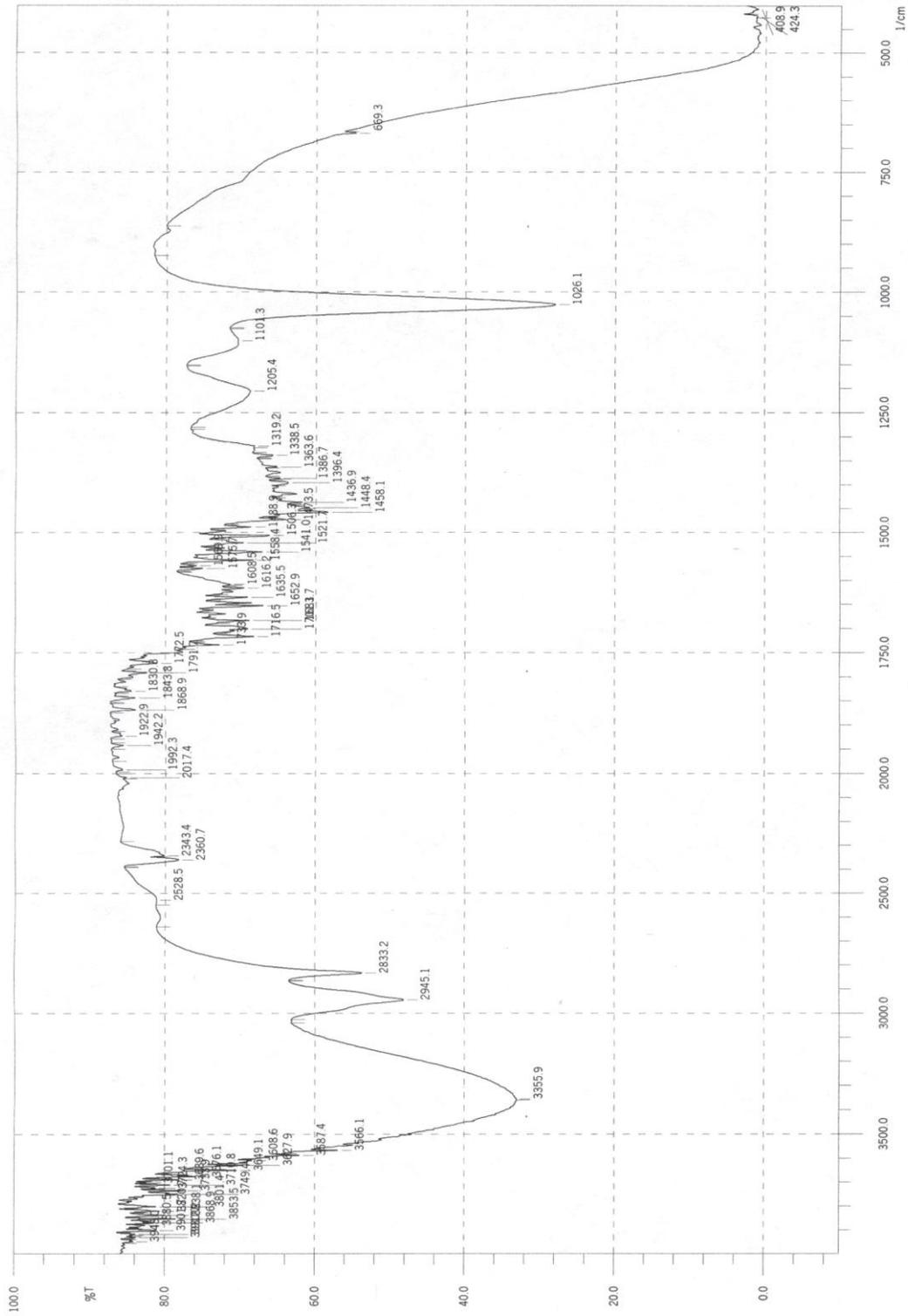
La macération :

I-2 Le solvant utilisé méthanol :

On a fait la réaction de macération dans les mêmes conditions précédentes en remplaçant l'eau par le méthanol on obtient un produit de couleur vert foncé complètement différente de l'autre, le volume diminué du produit et ceci est due a la polarité.

- on a fait l'expérience à $T=40^{\circ}\text{C}$ et on a remarque que la réaction de macération était plus rapide (la vapeur apparaîtra en moins de temps) .
- la vaporisation du solvant est spontané on obtient une colle, semblable que celle donnée par les feuilles de l'arbre et qui est le principe de certains insecticides qu'on trouve sur le marche. Cette matière récupère n'a pas été utilisé pour voir son efficacité

on expose cette solution à IR :



II – Echantillon II :

On utilise dans cette étape les feuilles vertes

- La macération dans l'eau :

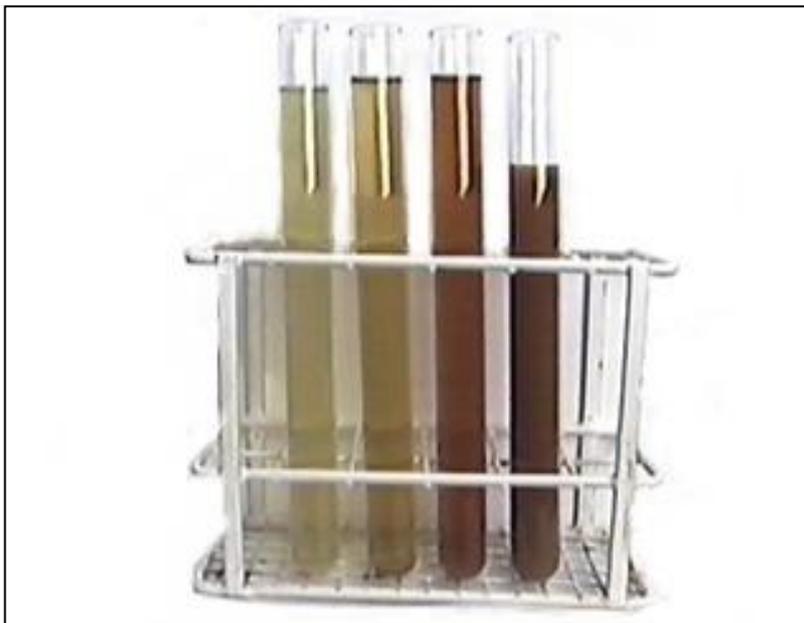
On a fait les réactions de macération dans les mêmes conditions précédentes et de la même manière ($T= 40^{\circ}\text{C}$ et $T= 80^{\circ}\text{C}$) pour obtenir des solutions différentes que les solutions des feuilles jaunes et nous avons eu des couleurs très différentes .

Les tests d'efficacité en utilisant ces produits n'ont rien donné .

Discussion :

La formation des produits pendant la croissance des feuilles vertes n'est pas terminée ce qui fait que la matière active n'a pas été formée .

Photo 12 : Comparaison entre les quatre produits



Conclusion

Au terme de ce travail , nous avons pu démontré la présence d'une matière active dans les feuilles jaunes (feuille fin du cycle) .

Les étapes de macération constituent une opération qui consiste tremper la poudre dans l'eau ou l'alcool afin d'extraire les produits solubles Avec le méthanol , nous avons pu obtenir une colle (voir le film) .

L'application du produit marron a donné de bons résultats .

Conclusion

L'ensemble des travaux effectués a permis de pouvoir extrapoler la macération en milieux aqueux et organique de la poudre des feuilles de pistachier .

Pour cela il a été nécessaire d'étudier l'influence de la température sur la quantité prise pour faire une bonne extraction .

le seul inconvénient pour cette technique c'était le faible rendement .

L'étude de la réaction a permis de donner plusieurs produits (voir la synthèse), et différentes conclusions .

Les quantités trouvées (obtenues) ont été suffisantes pour permettre la réalisation des tests sur le puceron et de voir leur comportement.

Les résultats des tests ont été encourageants et le produit (marron foncé) a donné un résultat très intéressant .

Enfin , une étude pouvait être effectuée notamment en ce qui concerne la nature du produit et son comportement vis-à-vis l'environnement .

Resumé :

L'idée nous est parvenue d'une simple observation que le puceron noir envahi des arbres, alors qu'un arbre qui se situe au milieu n'a pas été atteint, c'était un pistachier.

Donc, pour quelle raison le puceron noir a-t-il évité cet arbre ?

A cette question il n'y a malheureusement pas de réponses simples.

Une réponse assez probable c'est que l'arbre a élaboré une matière active pour éloigner cet insecte nuisible.

Notre stratégie était d'essayer de séparer cette substance et de l'appliquer sur le puceron noir pour pouvoir confirmer son effet insecticide.

Pour cela nous avons adopté un protocole expérimental en suivant certaines étapes comme la macération de la poudre dans de l'eau et dans de l'alcool (méthanol), suivie d'une séparation de phase.

Mots clés : puceron noir, pistachier, séparation, macération, extraction

Astract:

The idea reached us of a simple observation that the black aphid invaded of the trees, whereas a tree that is located at the middle has not been reached, it was a pistachier.

For what reason does the black aphid have therefore, avoided this tree?

To this question there are not any simple answers unfortunately.

A likely enough answer it is that the tree elaborated an active matter to move away this harmful bug (to see the movie).

Our strategy was to try to separate this substance and to apply it on the black aphid to be able to confirm his/her/its insecticide effect.

For it we adopted an experimental protocol while following some stages as the steeping of the powder in water and in the alcohol (methanol), follows a separation of phase.

Key words: black aphid, pistachio, separation, steeping, extraction.

ملخص:

جاءت الفكرة من ملاحظة الحشرة المسماة البيسيرو الأسود و هي تهاجم الأشجار، بينما

تتخلى عن شجرة الفزق، و على هذا طرح السؤال، لماذا هذه الحشرة تتخلى على مهاجمة شجرة الفزق .

و لكن للأسف لا توجد إجابة سهلة على هذا السؤال: منها حيث عملنا يتركز على محاولة فصل المادة الحيوية الموجودة في هاته الشجرة أي الفزرق و القيام بالتجربة على الحشر المذكورة حيث يتسنى لنا معرفة تأثير المادة الحيوية.

و لهذا قمنا باختيار طريقة تجريبية التي تعتمد على أخذ العينة و تنقيتها في الماء و الكحول، و فصلها، و بعد ذلك القيام بتحليلها.

الكلمات المفتاحية: البيسيرا والأسود، الفزرق، الفصل، التنقيع، الاستخلاص