



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة الشهيد حمه لخضر الوادي  
Université Echahid Hamma Lakhdar-El-Oued  
كلية العلوم الطبيعية والحياة  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
قسم البيولوجيا  
Département de Biologie

## THÈSE

PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION D'UN DIPLÔME DE DOCTORAT  
3ème Cycle (LMD)

En Ecologie et Environnement

Spécialité : Ecologie Animale

## THEME

**Etude de potentiel bio-insecticide des extraits de  
*Ziziphus spina-christi* sur un ravageur de culture  
(*Aphis fabae*) dans la région d'Oued Souf**

Présentée par : Mme. Nassima GUEZZOUN

Soutenue publiquement le 26/02/2025

Devant le jury composé de :

Président	M. Atef CHOUIKH	Professeur	Univ. El Oued
Directeur de thèse	M. Mehdi SELMANE	MCA	Univ. El Oued
Co-directeur de thèse	M. Bachir KHEZZANI	MCA	Univ. El Oued
Examineur	M. Moussa HADJOU DJ	Directeur de recherche	C.R.S.T.R.A. Touggourt
Examineur	M. Nour Eddine SLIMANI	Professeur	Univ. El Oued
Examineur	M. El Amine KHECHEKHOUCHE	MCA	Univ. El Oued
Examineur	M. Bilal BENAMOR	MCA	E.S.A. S. El Oued
Membre invité	M. Ahmed Elkhalfa CHEMSA	Professeur	Univ. El Oued

Année Universitaire : 2024/ 2025

# *Dédicace*

*Je dédie cette thèse à*

*Mes chers parents*

*Ma chères petite famille, mon mari et mes enfants*

*Mes chers frères et sœurs*

*Je dédie également ce travail à tous mes amis et mes proches.*

*\*\*\* Nassima \*\*\**

# *Remerciement*

*Avant tout, je remercie mon Dieu, le tout puissant de m'avoir donné la force et le courage pour réaliser ce travail.*

*Je tiens à remercier avec tout mon profond respect le Docteur Mehdi Selmene mon directeur de thèse, pour l'encadrement de ce travail et ses orientations durant toute la période de ma formation, pour m'avoir accordé sa confiance.*

*Ma reconnaissance et mes vifs remerciements vont également à mon co-directeur de thèse, Docteur Bachir Khezzani, d'avoir cru en moi tout au long de ces années, de Master à la thèse de doctorat. Je le remercie également pour l'attention qu'il m'a accordé, pour sa disponibilité, son soutien moral, ses conseils précieux et fructueux qu'il n'a cessé de me prodiguer.*

*Mes vifs remerciements vont également aux membres du jury :*

- Pr. Atef Chouikh Président -Université d'El-oued,*
- Dr. Moussa Hadjoudj Examineur- Centre de Recherche Scientifique et Technique des Régions Arides (CRSTRA)de Touggourt,*
- Pr. Nour Eddine Slimani Examineur-Université Université d'El-oued,*
- Dr. Khechekhouche El Amine Examineur-Université d'El-oued,*
- Dr. Bilal Benamor Examineur- Ecole supérieure d'Agriculture Saharienne d'El-oued*

*Pour l'intérêt qu'ils ont porté à ma recherche en acceptant d'examiner ce travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*J'aimerais également exprimer ma gratitude au Pr. Atef Chouikh, gérant du Laboratoire de Biologie, Environnement et Santé pour son aide précieuse durant toute la période de ma formation en Doctorat.*

*Mes vifs remerciements s'adressent à Pr. Ahmed Elkhalfa Chemsas, pour son aide, ses précieux conseils, son encouragement et pour avoir dirigé ce travail.*

*Mes remerciements vont également aux Dr. Yahia Khelef et Pr. Mohammed Messaoudi pour leurs aides et la confirmation des analyses statistiques.*

*J'aimerais également exprimer ma gratitude à Dr. Sana Goubi, responsable des laboratoires pédagogiques et tous les ingénieurs des laboratoires de la faculté SNV pour leurs aides précieuses durant toute la période de ma formation en Doctorat.*

*Spécial remerciement s'adresse à ma chère amie Dr. Naoual Zemmouli, pour son aide, son soutien durant toute la période de la recherche.*

*Sans oublier de remercier mes collègues au sein du Laboratoire de Biologie, Environnement et Santé, pour l'ambiance de travail et leur soutien moral.*

*Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin, directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.*

## Résumé

### Etude de potentiel bio-insecticide des extraits de *Ziziphus spina-christi* sur un ravageur de culture (*Aphis fabae*) dans la région d'Oued Souf

Récemment, l'intérêt mondial tend à profiter des plantes comme étant une source renouvelable des molécules bioactives pour chercher des alternatives écologiques, moins toxiques et rentables aux pesticides chimiques. Le puceron noir *Aphis fabae* Scopoli, 1763 (Homoptera : Aphididae) est une espèce d'insecte ravageur important qui devient de plus en plus résistant aux insecticides de synthèse. Il est répandu dans le monde entier, endommage la culture de fève et nuit à leur qualité et à leur productivité.

Dans ce contexte, nous avons réalisé un travail de recherche mené dans le but de déterminer le contenu en composition phytochimique bioactive des différents extraits d'hexane, de chlorométhane, de méthanol et aqueux issus des feuilles et d'écorce de tige de la plante médicinale *Ziziphus spina-christi* (Rhamnaceae) de la région d'Oued Souf, et à évaluer l'activité insecticide de ces extraits à l'égard des larves et des adultes aptères de puceron de fève *Aphis fabae* afin de classer et de sélectionner l'extrait le plus efficace en tant qu'aphicide.

Les meilleurs résultats en rendements d'extraction ont été enregistrés dans l'extrait de méthanol par rapport à celui enregistré dans les autres extraits pour les feuilles et l'écorce de tige. Les teneurs des extraits d'hexane, de dichlorométhane, de méthanol et aqueux en polyphénols, flavonoïdes, tanins et saponines s'avèrent plus importantes pour les extraits méthanoïques que pour les autres extraits. Les extraits de dichlorométhane des feuilles et les extraits d'hexane et de dichlorométhane d'écorce de tige ont été présentés comme les plus pauvres extraits en composés bioactifs. Par ailleurs, la teneur en alcaloïdes était plus intéressante pour les feuilles que pour l'écorce de tige.

L'étude de l'activité insecticide a prouvé l'efficacité des extraits de méthanol des deux parties de la plante comme effectif insecticide, avec des pouvoirs de mortalité plus puissants à la concentration 60 mg/ml avec des taux de  $89.41 \pm 9.66\%$  pour les larves et  $81.54 \pm 10.32\%$  chez les adultes à l'égard d'extrait méthanoïque des feuilles, et de  $89.40 \pm 9.66\%$  pour les larves et  $81.54 \pm 6.31\%$  chez les adultes à l'égard d'extrait méthanoïque d'écorce de tige. Les valeurs de  $DL_{50}$  les plus basses d'extrait méthanoïque des feuilles ont été de 17.747 mg/ml vis-à-vis des larves et de 21.819 mg/ml vis-à-vis des adultes aptères, alors que les valeurs de  $DL_{50}$  les plus basses pour l'extrait méthanoïque d'écorce de tige ont été de 12.377 mg/ml vis-à-vis des larves et de 21.312 mg/ml vis-à-vis des adultes aptères. Le pourcentage de

population résiduelle de puceron noir a montré que l'effet de toxicité varie en fonction du type d'extrait, du temps d'exposition, du stade de développement du puceron et de la concentration. Les taux de PR ont indiqué que les extraits méthanoïques étaient supérieurs en effet de toxicité par rapport aux autres extraits pour les deux parties de plante. Ils ont également prouvé que l'extrait méthanoïque d'écorce de tige était plus toxique qu'à celui des feuilles. Le PR% a montré le développement de l'action insecticide des extraits avec le temps d'exposition, et la sensibilité des larves était plus élevée que les adultes aptères d'*A. fabae* aux extraits utilisés.

Cette étude a révélé un grand potentiel de l'activité insecticide des extraits de méthanol de *Ziziphus spina-christi* qui peuvent être des alternatives aux pesticides chimiques de synthèse.

**Mots clés:** Activité insecticide ; Pourcentage de population résiduelle ; *Ziziphus spina-christi* ; Extrait de méthanol ; *Aphis fabae* ; Oued Souf.

---

**Abstract****Study of the bio-insecticidal potential of *Ziziphus spina-christi* extracts on a crop pest (*Aphis fabae*) in the Oued Souf region**

Recently, there has been a worldwide interest in using plants as a renewable source of bioactive molecules in the search for environmentally friendly, less toxic and cost-effective alternatives to chemical pesticides. The black aphid *Aphis fabae* Scopoli, 1763 (Homoptera : Aphididae) is a major insect pest becoming increasingly resistant to synthetic insecticides. It is widespread worldwide, damaging bean crops and affecting their quality and productivity.

In this context, we carried out research to determine the bioactive phytochemical composition content of various hexane, chloromethane, methanol and aqueous extracts from the leaves and stem bark of the medicinal plant *Ziziphus spina-christi* (Rhamnaceae) from the Oued Souf region, and to evaluate the insecticidal activity of these extracts against the larvae and apterous adults of the bean aphid *A. fabae* to classify and select the most effective extract as an aphicide.

The best results in extraction yield were recorded in the methanol extract compared with other leaf and bark extracts. The content of polyphenols, flavonoids, tannins, and saponins in the hexane, dichloromethane, methanol, and aqueous extracts was higher in the methanol extracts than in the other extracts. Dichloromethane extracts of leaves and hexane and dichloromethane extracts of stem bark were found to have the lowest levels of bioactive compounds. In addition, the alkaloid content was higher in the leaves than in the stem bark.

The study of insecticidal activity demonstrated the efficacy of methanol extracts from both parts of the plant as an insecticidal agent, with higher mortality rates at the 60 mg/ml concentration of 89.41±9.66% for larvae and 81.54±10.32% for adults using methanolic leaf extract, and 89.40±9.66% for larvae and 81.54±6.31% for adults using methanolic stem bark extract. The lowest LD<sub>50</sub> values for leaf methanolic extract were 17,747 mg/ml for larvae and 21,819 mg/ml for apterous adults, while the lowest LD<sub>50</sub> values for stem bark methanolic extract were 12,377 mg/ml for larvae and 21,312 mg/ml for apterous adults. The percentage of residual black aphid population showed that the toxicity effect varied according to the type of extract, exposure time, aphid development stage and concentration. The PR rates indicated that the methanolic extracts were superior in toxicity effect compared with the other extracts for both parts of the plant. They also showed that the methanolic extract of stem bark was more toxic than that of leaves. The PR% showed the development of the insecticidal action of

---

the extracts with time of exposure, and the sensitivity of larvae was higher than that of apterous adults of *A. fabae* to the extracts used.

This study revealed the great potential of the insecticidal activity of methanol extracts from *Ziziphus spina-christi* as alternatives to synthetic chemical pesticides.

**Keywords:** Insecticidal activity; Percentage of residual population; *Ziziphus spina-christi*; Methanol extract; *Aphis fabae*; Oued Souf.

## الملخص

دراسة الإمكانات الحيوية لمستخلصات نبات *Ziziphus spina-christi* على آفة المحاصيل (*Aphis fabae*) في منطقة وادي سوف

في الآونة الأخيرة، أصبح الاهتمام العالمي يميل إلى الاستفادة من النباتات كمصدر متجدد للجزيئات النشطة بيولوجيا للبحث عن بدائل بيئية أقل سمية من المبيدات الحشرية الكيميائية. المن الأسود *Aphis fabae* Scopoli, 1763 (Homoptera : Aphididae) هو آفة حشرية رئيسية أصبحت مقاومة بشكل متزايد للمبيدات الحشرية الاصطناعية، وهو منتشر في جميع أنحاء العالم، ويضر بجودة محصول الفول وإنتاجيته.

في هذا السياق، قمنا بعمل بحثي يهدف إلى تحديد محتوى التركيب الكيميائي الحيوي للمستخلصات المختلفة من الهكسان والديكلوروميثان والميثانول والمحلل المائي من أوراق ولحاء سيقان نبات الطبي *Ziziphus spina-christi* (Rhamnaceae) من منطقة وادي سوف، وتقييم النشاط الحشري لهذه المستخلصات ضد يرقات وحشرات المن البالغة من نوع *Aphis fabae* من أجل تصنيف واختيار المستخلص الأكثر فعالية كمبيد للمن.

وقد تم تسجيل أفضل النتائج في إنتاجية الاستخلاص في مستخلص الميثانول مقارنة بما تم تسجيله في المستخلصات الأخرى للأوراق ولحاء الساق. إن محتوى البوليفينول والفلافونويد والتانين والسابونين في مستخلصات الميثانولية كان أعلى مقارنة بمستخلصات الهكسان والديكلوروميثان والميثانول والمستخلصات المائية. وقد تم تقديم مستخلصات الديكلوروميثان من الأوراق ومستخلصات الهكسان والديكلوروميثان من لحاء الجذع على أنها أفقر المستخلصات في المركبات النشطة بيولوجياً. علاوة على ذلك، كان محتوى القلويد أكثر إثارة للاهتمام بالنسبة للأوراق من لحاء الجذع.

أثبتت دراسة النشاط المبيد فعالية المستخلصات الميثانولية لجزئي النبات كمبيد حشري فعال مع قوة قتل أعلى عند تركيز 60 ملغم/مل وبنسب  $9.66 \pm 89.41\%$  لليرقات و  $10.32 \pm 81.54\%$  للبالغين بالنسبة للمستخلص الميثانولي للأوراق، و  $9.66 \pm 89.40\%$  لليرقات و  $6.31 \pm 81.54\%$  للبالغين بالنسبة للمستخلص الميثانولي لحاء الساق. كانت أقل قيم  $LD_{50}$  للمستخلص الميثانولي للأوراق  $17.747$  ملغم/مل لليرقات و  $21.819$  ملغم/مل للبالغين غير المجنحين، في حين كانت أقل قيم  $LD_{50}$  للمستخلص الميثانولي من لحاء الجذع  $12.377$  ملغم/مل لليرقات و  $21.312$  ملغم/مل للبالغين غير المجنحين. أظهرت النسبة المئوية لبقايا المن الأسود أن تأثير السمية يختلف باختلاف نوع المستخلص وتركيزه ووقت التعرض ومرحلة تطور المن. أشارت معدلات PR إلى أن المستخلصات الميثانولية كانت أعلى في التأثير السمي مقارنة بالمستخلصات الأخرى لكلا الجزأين في النبات. كما أثبتوا أن المستخلص الميثانولي للحاء الساق كان أكثر سمية من مستخلص الأوراق. أظهرت نسبة PR% تطور مفعول المستخلصات كمبيد حشري مع مرور زمن التعرض، وكانت حساسية اليرقات للمستخلصات المستخدمة أعلى من البالغات عديمة الأجنحة لـ *A. fabae*.

كشفت هذه الدراسة عن إمكانية كبيرة للنشاط المبيدات الحشرية لمستخلص الميثانول من نبات *Ziziphus spina-christi* والذي يمكن أن يكون بديلاً للمبيدات الكيميائية الاصطناعية.

**الكلمات المفتاحية:** نشاط المبيدات الحشرية؛ النسبة المئوية للسكان المتبقين؛ *Ziziphus spina-christi*؛ مستخلص الميثانول؛ *Aphis fabae*؛ الوادي سوف.

---

## *Table des matières*

---

---

**Table des matières**

Dédicace.....	
Remerciement .....	
Résumé.....	I
Abstract.....	III
المخلص.....	V
Table des matières.....	VII
Liste des tableaux.....	X
Liste des figures .....	XI
Liste des abréviations.....	XIII
Introduction.....	1
Chapitre I : Aperçu général sur les biopesticides d'origine végétale.....	7
I.1. Généralités .....	7
I.2. Avantages et inconvénients de biopesticides .....	7
I.3. Métabolites secondaires issus des plantes.....	8
I.3.1. Définition .....	8
I.3.2. Rôle des métabolites secondaires dans les plantes.....	8
I.4. Activité insecticide des composés phytochimiques .....	10
I.4.1. Polyphénols .....	10
I.4.2. Terpènes (terpénoïdes) .....	11
I.4.3. Alcaloïdes .....	11
I.4.4. Saponines .....	11
I.5. Mode d'action des principes actifs .....	12
Chapitre II : Présentation de puceron noir <i>Aphis fabae</i> Scopoli.....	16
II.1. Taxonomie .....	16
II.2. Morphologie .....	17

II.3. Biologie, écologie et régime alimentaire .....	19
II.4. Cycle évolutif .....	20
II.5. Dommages et pertes causés par les <i>Aphis fabae</i> .....	22
II.6. Lutte et gestion de puceron noir .....	24
II.6.1. Insecticides chimiques .....	24
II.6.2. Contrôle par poussières inertes .....	24
II.6.3. Contrôle biologique .....	24
Chapitre III : Monographie de <i>Ziziphus spina-christi</i> .....	29
III.1. Rappel sur les jujubiers ( <i>Ziziphus</i> spp.) .....	29
III.2. Classification.....	29
III.3. Description botanique .....	29
III.4. Répartition géographique .....	32
III.5. Écologie.....	33
III.6. Composition chimique en métabolites secondaires .....	34
III.7. Activités biologiques .....	36
III.7.1. Activités médicinales et pharmacologiques.....	36
III.7.2. Activités biocides (allélopathiques).....	37
Chapitre IV : Matériels et méthodes .....	41
IV.1. Présentation de la zone d'étude .....	41
IV.1.1. Situation géographique de la région de Souf.....	41
IV.1.2. Caractéristiques climatiques durant la période des relevées expérimentales.....	41
IV.2. Démarches expérimentales de l'étude .....	44
IV.2.1. Objectifs de l'étude.....	44
IV.2.2. Matériels de l'étude .....	45
IV.2.3. Méthodes.....	46
IV.2.3.4. Traitement statistique des résultats .....	53
Chapitre V : résultats et discussion .....	55

V.1. Caractéristiques chimiques des parties étudiées .....	55
V.1.1. Rendement d'extraction .....	55
V.1.2. Analyse quantitative des métabolites secondaires.....	57
V.1.2.1. Quantification de teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux, tanins .....	57
V.2. Evaluation de l'effet insecticide des extraits .....	60
V.2.1. Estimation de taux de mortalité corrigée.....	60
V.2.2. Détermination des doses létales (DL <sub>50</sub> ).....	64
V.2.3. Détermination des populations résiduelles (PR%).....	66
Conclusion et perspectives.....	74
Références bibliographiques.....	77
Annexes.....	100

**Liste des tableaux**

**Tableau II.1** : Place d'*Aphis fabae* dans la systématique ..... 16

**Tableau III.1** : Place de *Z. spina-christi* dans la systématique. ....29

**Tableau III.2** : Quantités en composants phytochimiques de différents partis et différents extraits /fractions de *Ziziphus spina-christi* .....35

**Tableau IV.1**: Moyennes mensuelles et annuelles des températures et des précipitations de la région de Souf durant la période d'étude. ....43

**Tableau V.1**: Teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux, tanins condensés, et saponines totales dans les feuilles et l'écorce de tige de *Z. spina-christi* .....58

**Tableau V.2** : Taux de mortalité des larves et des adultes aptères d'*Aphis fabae* exposés aux extraits des feuilles et d'écorce de tige après 48 heures d'exposition .....62

**Tableau V.3** : Valeurs DL<sub>50</sub> des différents extraits des feuilles et d'écorce de tige contre les larves et les adultes aptères d'*Aphis fabae* pour 48 heures d'exposition. ....65

## Liste des figures

<b>Figure II.1</b> : Schéma de morphologie générale d' <i>Aphis fabae</i> ; A : vivipare aptère ; B : vivipare ailé:.....	18
<b>Figure II.2</b> : Différentes formes morphologiques d' <i>Aphis fabae</i> . A, B, C , D.....	19
<b>Figure II.3</b> : Cycle de vie d' <i>Aphis fabae</i> . .....	22
<b>Figure II.4</b> : Dégâts d' <i>Aphis fabae</i> sur artichaut (Astéracées).....	23
<b>Figure III.1</b> : Aspect de <i>Z. spina-christi</i> dans la nature .....	30
<b>Figure III.2</b> : Différentes parties de <i>Z. spina-christi</i> . Écorce de tige : A ; feuilles : B. Épines :C; fruits et graines :D.....	31
<b>Figure III.3</b> : Fleur de <i>Z. spina-christi</i> . A; B. ....	32
Figure IV.1: Localisation géographique de la région de Souf.....	41
<b>Figure IV.2</b> : Représentation du diagramme Ombrothermique de Bagnouls et Gausson pour la région de Souf de la période 2022-2023. ....	44
<b>Figure IV.3</b> : Lieu de récolte des feuilles et d'écorce de tige de <i>Ziziphus spina-christi</i> . .....	45
<b>Figure IV.4</b> : Plantes d'une culture de fève infestées par les pucerons d' <i>Aphis fabae</i> .....	46
<b>Figure IV.5</b> : Schéma représentant la méthodologie de l'étude expérimental. ....	46
<b>Figure IV.6</b> : Bac en plastique pour l'élevage des pucerons d' <i>Aphis fabae</i> .....	50
<b>Figure IV.7</b> : Dispositif expérimental de bio-essai de l'activité insecticide. Adultes aptères traitées : A ; larves traitées : B. ....	51
<b>Figure V.1</b> : Rendement en (%) des extraits de <i>Z. spina-christi</i> . Rendement des feuilles : A; Rendement d'écorce de tige : B.....	56
<b>Figure V.2</b> : Teneurs totales en alcaloïdes dans les feuilles et l'écorce de tige sèches de <i>Z. spina-christi</i> . .....	60
<b>Figure V.3</b> : Comparaison du pourcentage de population résiduelle de larves d' <i>Aphis fabae</i> . 68	

**Figure V.4** : Comparaison du pourcentage de population résiduelle d'adultes aptères d'*Aphis fabae*.....69

**Liste des abréviations**

<b>A</b>	<i>Aphis</i>
<b>Aq</b>	Aqueux
<b>ANOVA</b>	Analyse de la variance
<b>°C</b>	Degré Celsius
<b>ddl</b>	Degré de liberté
<b>Dich</b>	Dichlorométhane
<b>DL<sub>50</sub></b>	Dose qui tue 50% de la population testée
<b>DMSO</b>	Dimethyl Sulfoxyde
<b>(L:D)</b>	Light /Day (photopériode)
<b>FL95%</b>	Limites de confiance à 95% pour doses
<b>Hex</b>	Hexane
<b>MANOVA</b>	Analyse de la variance multivariée
<b>Méth</b>	Méthanol
<b>n</b>	Nombre de réplication
<b>P</b>	Seuil de signification
<b>PR</b>	Population résiduelle
<b>SD</b>	Standards de déviation (Ecart type)
<b>SEM</b>	Erreur standard moyen
<b>sp.</b>	Non identifié
<b>Spp.</b>	Sous espèces
<b>t</b>	Test de Student
<b><math>\chi^2</math></b>	Khi-carré
<b>Z</b>	<i>Zizyphus</i>

---

## *Introduction*

---

## Introduction

Parmi les nombreux facteurs qui affectent sur la production agricole en Algérie, on trouve les ravageurs et les maladies qui peuvent compromettre la totalité de la récolte (Anjarwalla et al., 2016). Divers insectes, champignons, bactéries, virus et autres ravageurs attaquent les plantes aux différents stades de leurs développement (Tapwal et al., 2011). La pression de bioagresseurs a été identifiée comme la contrainte majeure du fait de pertes de récoltes infligées (Mondedji et al., 2015)

Les pucerons sont des ravageurs majeurs des cultures agricoles et horticoles dans le monde entier, causant des dommages directs en suçant la sève des plantes, et causant également des dommages indirects en transmettant plus de 300 virus pathogènes (Dedryver et al., 2010). Les pucerons excrètent du miellat à la surface des feuilles, favorisant la croissance de moisissures fuligineuses qui réduisent la surface photosynthétique (Dedryver et al., 2010 ; Blackman & Eastop, 2017;). Les adultes et les nymphes se nourrissent de la sève des plantes et s'attaquent à presque toutes les parties de la plante : fruits, fleurs, bourgeons et feuilles. Cela provoque des feuilles jaunes, enroulées ou flétries, des fleurs déformées et des galles sur les racines et les tiges des plantes affectées (Blackman & Eastop, 2017).

L' *Aphis fabae* Scopoli, 1763 (Homoptera : Aphididae) était l'une des 14 espèces de pucerons les plus importantes pour l'agriculture dans le monde (Blackman & Eastop, 2017). Il continue d'être l'un des principaux ravageurs d'un grand nombre de cultures et d'espèces de plantes ornementales ; leur hôte comprend plus de 200 espèces de plantes hôtes dans le monde entier (Akca et al., 2015). *A. fabae* s'étend sur une vaste zone, et des espèces peuvent être trouvées en Asie occidentale, en Europe, en Amérique du Sud et en Afrique (Blackman & Eastop, 2017). Cette espèce complexe aspire la sève de la plante, réduisant l'efficacité des échanges gazeux photosynthétiques et respiratoires, provoquant des lésions sur les feuilles et l'excrétion de miellat (Shannag, 2007). En outre, elles peuvent transmettre de nombreux virus aux plantes (Blackman & Eastop, 2017). Dans les tissus affectés, elles endommagent entre 7 et 33 % de la teneur en protéines (Shannag, 2007). Il est considéré comme l'insecte ravageur le plus destructeur de la culture de fève en Algérie (Meradsi & Laamari, 2016).

Les pesticides chimiques sont connus pour provoquer la résistance des ravageurs, leur résurgence, la mort d'organismes non ciblés et la réduction des ressources alimentaires pour les arthropodes utiles (parasitoïdes, prédateurs et pollinisateurs), ainsi que la pollution de

l'environnement, malgré les meilleures intentions lors de leur utilisation (Ndakidemi et al., 2016). L'application d'insecticides chimiques dans le monde entier comme principal moyen de lutte contre les pucerons sur diverses cultures a entraîné de nombreux problèmes, notamment l'échec de la lutte contre les ravageurs, les effets négatifs sur l'environnement et l'apparition d'une résistance des pucerons aux insecticides (Foster et al., 2017).

Les pucerons ont été contrôlés avec plusieurs pesticides organophosphorés et carbamates, leurs effets nocifs sur la santé humaine et l'environnement ont progressivement conduit à une dépendance croissante à l'égard des néonicotinoïdes et des pyréthroïdes (Dewar & Denholm, 2017). Il s'agit des pesticides synthétiques les plus couramment utilisés contre *A. fabae*, et leur utilisation excessive entraîne de graves problèmes pour l'environnement et la santé humaine (Bennour et al., 2021). L'impact négatif des pesticides néonicotinoïdes sur les pollinisateurs a conduit à leur interdiction et à leurs restrictions progressives, malgré l'efficacité de plusieurs de ces pesticides (Dewar & Denholm, 2017). L'inquiétude croissante des consommateurs à l'égard des pesticides et l'apparition d'une résistance aux pesticides chimiques chez diverses espèces de pucerons ont conduit à la nécessité de trouver d'autres stratégies de lutte (Foster et al., 2017).

Ces problèmes ont conduit à utiliser des stratégies sûres pour lutter contre *A. fabae*, dans lesquelles les extraits de plantes suscitent un intérêt croissant (Bennour et al., 2021). L'utilisation d'extraits botaniques pour lutter contre les ravageurs est une stratégie plus respectueuse de l'environnement que les insecticides chimiques. Les produits botaniques ont peu d'effets sur les autres organismes non cibles, la santé humaine et l'environnement. De plus, ils sont à la fois faciles à appliquer et peu coûteux (Tarusikirwa et al., 2020).

De nombreuses espèces végétales de diverses familles botaniques sont utilisées contre *A. fabae*, montrant le potentiel de toxicité, de répulsion et de distorsion du cycle biologique contre ce ravageur (Bennour et al., 2021). Meradsi and Laamari (2016) ont testé l'effet bioinsecticide d'extraits de feuilles de *Vicia faba* (Fabaceae) au méthanol et à l'eau en tant que cultivar résistant aux pucerons. Acheuk et al. (2017) ont constaté que l'extrait éthanolique de la partie aérienne d'*Artemisia judaica* L. (Asteraceae) a un effet insecticide significatif. En outre, Amin and Majeed (2018) ont évalué l'activité insecticide des extraits aqueux d'*Eucalyptus* sp (Myrtaceae) et d'*Allium sativum* (Liliaceae), d'*Allium cepa* (Liliaceae) et de *Cinnamomum* sp (Lauraceae). Chaieb et al. (2018) ont testé l'huile essentielle de la peau de *Citrus aurantium* L. (Rutaceae) *in vivo* contre les pucerons noirs.

En outre, Al-Jassani et al. (2020) ont étudié l'effet biocide de l'extrait de feuilles de *Sonchus oleraceus* (Asteraceae) contre les pucerons noirs.

De nombreuses études antérieures suggèrent que les bioactivités de la plante médicinale *Ziziphus spina-christi* (L.) (Rhamnaceae) pourraient être dues à une teneur élevée en métabolites secondaires. L'identification de plusieurs métabolites bioactifs de *Z. spina-christi* a été rapportée dans des études antérieures (Tuenter et al., 2017). Cette espèce est identifiée comme une riche source de diverses compositions actives, notamment des flavonoïdes, des triterpénoïdes, des alcaloïdes, des sapogénines, des saponines et des stérols (-sitostérol) (Hussein, 2019). Elle contient de nombreuses huiles essentielles, des tanins, de l'acide bétulinique et des phytostérols (Kadioglu et al., 2016). Alhassan et al. (2019) ont trouvé que les stéroïdes, les flavonoïdes, les tanins, les lipides, les anthraquinones, les saponines et les alcaloïdes existent dans les extraits de feuilles de *Z. spina-christi*. Les résultats de Ads et al. (2022) ont révélé la présence et l'identification de 36 composés phytochimiques sur l'écorce de la tige de *Z. spina-christi*, appartenant à différentes classes phytochimiques telles que les acides organiques, les alcaloïdes, les hydrocarbures, les triterpènes, les acides gras, les flavonoïdes et les triterpènes.

Des recherches antérieures ont démontré diverses propriétés bénéfiques de *Z. spina-christi*. Les feuilles ont montré une activité anticancéreuse (Soliman et al., 2019), une activité antibactérienne (Mervat et al., 2018), et une activité molluscicide (Yousef & El-Kassas, 2013). L'écorce de la tige possède également des propriétés antimicrobiennes et cytotoxiques (Ads et al., 2017, 2018). Cela indique qu'ils pourraient être des candidats appropriés contre les insectes, en particulier le puceron noir. Nous avons donc décidé de tester l'activité biocide de cette plante sur cet insecte ravageur qui devient de plus en plus résistant aux insecticides de synthèse.

Il n'existe qu'un nombre très limité de littératures précédentes sur l'activité insecticide de cette plante. L'évaluation du potentiel insecticide de différents extraits des racines de *Z. spina-christi* a été étudiée contre le *Lasioderma serricornis* (Elaloui et al., 2021). L'activité insecticide d'extrait méthanolique des feuilles a été étudiée sur le *Tribolium castaneum* (Elaloui et al., 2022). À notre connaissance, il s'agit du premier rapport sur l'analyse phytochimique et l'activité insecticide de *Z. spina-christi* du sud-est d'Algérie. Par conséquent, les objectifs de la thèse de doctorat visent à rechercher et renforcer les connaissances sur le contenu de la composition phytochimique bioactive des différents extraits d'hexane, de chlorométhane, de méthanol et aqueux issus des feuilles et d'écorce de tige de la plante médicinale *Z. spina-*

*christi* du la région d'Oued Souf par la macération à froid, et à évaluer l'activité insecticide de ces extraits contre les larves et les adultes aptères de puceron *A. fabae* afin de classer et de sélectionner l'extrait le plus efficace en tant qu'aphicide. La finalité de ce travail est de contribuer à l'élaboration d'une biopesticide de lutte alternative aux insecticides chimiques, respectueux de l'environnement et de la santé humaine.

Pour répondre à ces objectifs, le travail est structuré en 2 parties : la première partie est une synthèse bibliographique, elle subdivise en 03 chapitres qui sont : aperçu général sur les biopesticides d'origine végétale, présentation de puceron noir *Aphis fabae* Scopoli et monographie de *Ziziphus spina-christi*.

La deuxième partie subdivise en 02 chapitres :

- Le quatrième chapitre (matériels et méthodes) porte sur la description générale de la région d'étude, de collecte et de préparation des matériels végétale et les insectes qui sont utilisée dans l'étude. Il comprend la description de protocole d'extraction et de préparation des extraits, ainsi que les méthodes de détermination le contenue totale en nutriments secondaires bioactifs. Enfin, la description des essais expérimentaux mis en place pour l'évaluation de l'activité biocide des extraits.
- Le cinquième chapitre (résultats et discussion) porte sur les résultats obtenus en pourcentage de rendements et en contenu des composés bioactifs (les polyphénols, les flavonoïdes, les tanins condensés, les saponines et les alcaloïdes) de différents extraits des parties sélectionnées de la plante, ainsi que de comparer et de déterminer les extraits ayant une forte activité insecticide et d'interpréter la supériorité desquels sur les autres extraits contre les larves et les adultes aptères de puceron *Aphis fabae*.

*Partie 1*

---

*Revu bibliographique*

## *Chapitre I*

---

### *Aperçu général sur les biopesticides d'origine végétale*

## Chapitre I : Aperçu général sur les biopesticides d'origine végétale

### I.1. Généralités

Historiquement, les produits biopesticides à base des végétaux ont une bien plus longue histoire que la plupart des autres pesticides. Dès l'Antiquité, les Grecs, les Chinois, et les Romains utilisent des plantes ou extraits de plantes à côté du soufre et de l'arsenic. Il a rapporté que les Romains utilisent des poudres préparées à partir de *Veratrum* sp. comme insecticides et rodenticides (Philogène et al., 2008). *Cymbopogon* spp., étaient couramment utilisées pour protéger les aliments conservés contre les dégâts d'insectes dans l'antiquité (Khater, 2012).

Avant la découverte des pesticides modernes, les extraits de plantes contenant de la nicotine et de la pyréthrine étaient largement utilisés dans l'agriculture comme insecticides. La recherche d'alternatives naturelles a permis d'améliorer le développement de bioessais de laboratoire, un ensemble d'approches synthétiques pour des produits naturels connus et nouveaux qui présentent des activités pertinentes telles que la suppression de l'alimentation et la dissuasion (Manners, 1996).

Plus de 2000 espèces végétales dotées de propriétés insecticides ont été répertoriées (Grainge & Ahmed, 1988). Le biopesticide d'origine végétale le plus utilisé est l'huile de neem, un insecticide extrait des graines d'*Azadirachta indica* (Schmutterer, 1990).

### I.2. Avantages et inconvénients de biopesticides

Les biopesticides offrent de nombreux avantages écologiques, ils (i) sont biodégradables, (ii) ont une activité sélective, (iii) diminuent les effets non intentionnels sur les espèces non cibles, et (iv) diminuent les résistances pour certains d'entre eux (Menn & Hall, 1999; Regnault-Roger et al., 2005; Bertrand, 2013).

Les pyrèthres, sont insecticides extraits de la plante *Tanacetum* (*Chrysanthemum cinerariaefolium*) ont une action rapide, une faible toxicité contre les mammifères et une faible persistance après leur application (Silverio et al., 2009). Ainsi que le temps de dégradation moyen (DT50) dans le sol des 126 insecticides chimiques est de 39,38 jours à des valeurs variant de 4,8 h pour un organophosphoré (le vamidothion), à 1 001 jours pour un nicotinoïde (la chlothianidine). Alors que le temps de dégradation moyen des huit bioinsecticides dans le sol est de 6,49 jours à des valeurs variant de 2 jours pour la nicotine à 14 jours pour le spinosad. Dans le contexte de phytosanitaire, les molécules issues des

organismes vivants sont généralement moins rémanentes dans le sol que les molécules chimiques (Deravel et al., 2013).

Certains des avantages écologiques des biopesticides, comme leur faible rémanence ou le fait qu'un produit soit actif contre un faible spectre de nuisibles, peuvent être considérés comme des inconvénients. En effet, ces deux avantages écologiques combinés à leur activité souvent dépendante des conditions climatiques et environnementales rendent les biopesticides moins efficaces que leurs homologues chimiques. Certains professionnels de l'agriculture estiment que les biopesticides ne leur conviennent pas car ils ne sont pas assez efficaces. Ces derniers évaluent les résultats du biopesticide à court terme, comme s'il s'agissait d'un substitut aux produits phytosanitaires chimiques. Cependant, la mise en place et l'efficacité d'un contrôle biologique doivent être évaluées sur la durée (Popp et al., 2013).

### **I.3. Métabolites secondaires issus des plantes**

#### **I.3.1. Définition**

Les métabolites secondaires sont des molécules organiques complexes synthétisées et accumulées en petites quantités par les plantes autotrophes (Lutge et al., 2002; Marouf & Reynaud, 2007). Elles sont des molécules très variées structurellement, et sont répartis en trois grandes familles chimiques : les composés aromatiques (phénoliques, l'acide shikimique ou les dérivés d'acétate), les terpénoïdes et stéroïdes et les composés azotés ou alcaloïdes (Muanda, 2010). Ils interviennent dans les relations qu'entretient la plante avec les organismes vivants qui l'entourent, ces différentes relations ont donné lieu à une extrême diversification des composés secondaires (Krief, 2003). Les métabolites secondaires sont produits en très faible quantité, il existe plus de 200 000 métabolites secondaires (Vermerris & Nicholson, 2007).

#### **I.3.2. Rôle des métabolites secondaires dans les plantes**

Ehrlich and Raven (1964) sont à l'origine de la théorie de la coévolution biochimique c'est-à-dire que la synthèse des métabolites secondaires chez la plante hôte est spécifiquement liée à l'utilisation de ce végétal par les insectes phytophages monophages ou oligophages. Coley et al. (1985) ont montré que les ressources disponibles et le taux de croissance de la plante déterminent la composition et la quantité de métabolites secondaires.

Les métabolites secondaires des plantes, tels que les alcaloïdes, les glyco-alcaloïdes, les terpénoïdes, les acides organiques ou les alcools, sont considérés comme des sources prometteuses de substances protectrices des plantes (Adeyemi, 2010; Ibanez et al., 2012).

Ces composés sont produits par une variété d'espèces végétales dans pratiquement tous leurs organes, ils constituent l'une des lignes de défense les plus importantes des plantes contre les ravageurs (Wink, 2000).

L'augmentation de la teneur en métabolites secondaires dans les organes des plantes est un effet courant de l'invasion des ravageurs, et l'on peut dire que les plantes utilisent ces composés comme des armes chimiques (Miresmailli & Isman, 2014).

Les stratégies varient ; ces composés peuvent réduire l'attrait d'une plante pour les insectes, rendre une plante non appétissante (Hirayama et al., 2007), ou attirer les insectes pour les empoisonner, c'est-à-dire une stratégie de leurre et de mise à mort (Tangtrakulwanich & Reddy, 2014). Cependant, le rôle principal est la réduction de l'attrait des plantes pour les insectes.

La coexistence évolutive des plantes et des insectes a conduit au développement d'interactions complexes entre ces deux groupes d'organismes, comme la répulsion et la toxicité aiguë susmentionnées des insecticides naturels, qui affectent également la pollinisation des plantes et la reproduction des insectes. Ces insecticides peuvent être acquis et utilisés par les insectes herbivores contre les prédateurs et les parasitoïdes (Ibanez et al., 2012).

Les métabolites secondaires ont des implications sublétales, telles qu'une fécondité réduite, une viabilité réduite ou des malformations dans les générations parentales et filiales. En outre, ces composés réduisent le nombre d'individus dans les populations à la fois directement (par suite de la mort) mais aussi, voire surtout, indirectement (Chowański et al., 2016). Les métabolites secondaires des plantes peuvent perturber le développement, entraîner des malformations ou des dysfonctionnements, prolonger la durée des stades de développement (Weissenberg et al., 1998; Nenaah, 2011), ou agir comme des répulsifs (Sanchez Chopa et al., 2009; Dinesh et al., 2014).

Ces phénomènes peuvent influencer la reproduction des populations affectées ou provoquer la migration des herbivores loin des plantes riches en ces composés, ce qui peut réduire le nombre d'organismes nuisibles dans une zone donnée (Chowański et al., 2016).

Mais, le métabolisme qui génère et maintient cette diversité biochimique, et les rôles remplis par ces composés, qui diffèrent en fonction des espèces végétales, restent encore largement inconnus (Krief, 2007).

#### **I.4. Activité insecticide des composés phytochimiques**

La plupart des métabolites secondaires tels que les astépenoïdes et les alcaloïdes sont signalés comme des candidats pour les composés insecticides qui pourraient constituer une alternative efficace pour la lutte contre les insectes nuisibles. Les métabolites secondaires des plantes (tels que les flavanoïdes, les terpènes, les phénols, les alcaloïdes, les stérols, les cires, les graisses, les tanins, les sucres, les gommes, les subérines, les acides résiniques, les caroténoïdes, etc.) les défendent contre les pathogènes microbiens et les ravageurs invertébrés (Wink, 1999).

Une étude sur les huiles végétales réalisée par Regnault-Roger (1997) met en évidence la complexité, les effets écologiques et économiques, le potentiel et les tendances de la lutte contre les insectes nuisibles. Outre leur rôle dans la défense chimique d'une plante, ils peuvent également servir de signaux chimiques pour attirer les animaux utiles à la pollinisation et à la dispersion des graines. Par exemple, les anthocyanes et les monoterpènes servent d'attractifs pour les insectes dans les fleurs, mais peuvent être insecticides et antimicrobiens lorsqu'ils sont présents dans les feuilles (Wink, 1999).

Chez les espèces non ciblées, cependant, de nombreux composés présentent certaines activités biologiques utiles. Ceux-ci peuvent être regroupés en quatre classes chimiques principales qui sont : les composés phénoliques, les terpènes (terpénoïdes), les alcaloïdes et les saponines.

##### **I.4.1. Polyphénols**

Les polyphénols se caractérisent par la présence d'un groupe hydroxyle (-OH), attaché à un anneau de benzène ou à d'autres structures cycliques aromatiques complexes, comme le catéchol, le résorcinol, l'hydroquinone, le pyrogallol, etc. Les composés phénoliques des plantes ont été considérés comme l'un des principaux moyens de défense contre les insectes dans diverses études (Barbehenn et al., 1996).

Les polyphénols ont de forts pouvoirs insecticide (Hashim & Devi, 2003; Boualem et al., 2017). Les flavonoïdes ont été signalés pour avoir une activité ovicide et insecticide

remarquable, ils peuvent devenir une source potentielle de bio-pesticides pour une stratégie de lutte contre les ravageurs agricoles (Upasani et al., 2003; Mendki et al., 2005). Les tanins hydrolysables du chêne sont connus sous le nom de phénols, qui peuvent influencer négativement la croissance de la spongieuse (Rossiter et al., 1988).

#### **I.4.2. Terpènes (terpénoïdes)**

Les terpènes sont largement utilisés dans les secteurs de l'alimentation, de la pharmacie et de la parfumerie, ainsi que dans un large éventail d'applications pharmacologiques. Ils constituent le plus grand groupe de produits naturels issus des plantes, comprenant les huiles essentielles, les arômes, les parfums et les pigments végétaux liposolubles. Ces composés hydrophobes sont généralement stockés dans les plantes dans les canaux résinifères, les cellules oléagineuses ou les trichomes glandulaires (Wink & Schimmer, 2018).

Les mélanges de terpènes contenant des composés aux propriétés physiques différentes peuvent être plus toxiques et présenter une plus grande persistance des défenses. Ils renforcent les effets d'autres toxines en agissant comme des solvants qui facilitent leur passage à travers les membranes. Un exemple de cette synergie semble se produire dans la résine de conifère, qui est un mélange d'oléfines monoterpéniques ayant une activité anti-herbivore et anti-pathogène, et de diterpènes toxiques et dissuasifs pour les herbivores. La toxine provoque une perturbation du système nerveux entraînant la paralysie et la mortalité, ce qui a conduit à la mise au point des pesticides commerciaux les plus performants (Raffa & Priestler, 1985).

#### **I.4.3. Alcaloïdes**

Les alcaloïdes sont des composés complexes aux structures les plus variées dont plusieurs sont très toxiques (Lazar, 2005). Les alcaloïdes sont isolés ou détectés à partir de sources végétales, animales ou de micro-organismes (Badiaga, 2011). Ils peuvent donc se trouver dans toutes les parties de la plante : écorce, racines, feuilles et fruits (Hesse, 2002).

Ces produits chimiques ne sont pas volatils et peuvent être utilisés comme répulsifs en brûlant du matériel végétal, soit sur un feu, soit dans un serpentin à moustiques, pour créer une fumée insecticide qui repousse les insectes par toxicité directe. Les alcaloïdes sont présents en grandes quantités dans de nombreux membres des familles Berberidaceae, Fabaceae, Solanaceae et Ranunculaceae, qui sont tous largement utilisés comme insectifuges traditionnels (Secoy & Smith, 1983; Kagabu, 2008).

#### **I.4.4. Saponines**

Les saponines sont une classe intéressante de composés stéroïdiens ou triterpénoïdes que l'on trouve dans les plantes et qui présentent une gamme variée de bioactivités (Podolak et al., 2010).

La présence d'un groupe polaire (chaînes de sucres) et non polaire (groupe aglycone) en fait des composés tensioactifs (Vincken et al., 2007). Les saponines ont de nombreuses applications commerciales en raison de leurs propriétés mouillantes, émulsifiantes et moussantes (Balandrin, 1996). Ces composés ont des activités antimicrobiennes, antioxydantes, insecticides, nématocides et molluscicides (Sparg et al., 2004; Podolak et al., 2010; D'addabbo et al., 2011).

Les saponosides, à leur tour, parmi les hétérosides ont été aussi signalés pour avoir un potentiel pesticide très intéressant, leur activité est due à leur interaction avec le cholestérol provoquant ainsi une perturbation de la synthèse des ecdystéroïdes (Chaieb, 2010).

### **I.5. Mode d'action des principes actifs**

Les espèces végétales les plus performantes synthétisent généralement un large éventail de composés de défense modérément toxiques ou un petit nombre de substances hautement toxiques. Les insectes herbivores se nourrissent d'un large éventail d'espèces végétales et peuvent donc être confrontés à des substances toxiques ayant des effets relativement peu spécifiques sur un grand nombre de cibles moléculaires. Ces cibles vont des protéines (enzymes, récepteurs, canaux ioniques, protéines structurales), des acides nucléiques, des biomembranes aux métabolites secondaires avec des interactions spécifiques ou non et d'autres composants cellulaires (Harborne, 1982).

Les analogues de métabolites secondaires interfèrent avec certains composants vitaux du système de signalisation cellulaire, ou interfèrent avec des enzymes vitales, la signalisation dans le système nerveux (comme la synthèse, le stockage, la libération, la liaison et la recapture des neurotransmetteurs, l'activation et la fonction des récepteurs, les enzymes impliquées dans la transduction des signaux) et bloquent les voies métaboliques (Wink, 2000).

La connaissance des propriétés chimiques de ces composés est nécessaire pour déterminer la sécurité et l'économie de leur utilisation en agriculture. Cependant, en raison des effets antifeedants et de régulation de la croissance observés (Nathan et al., 2004), il est évident que les insecticides botaniques affectent la physiologie des insectes de différentes manières et sur différents sites récepteurs. Chez les larves de lépidoptères, les terpènes

(drimane sesquiterpines) bloquent les effets stimulants du glucose et de l'inositol sur les cellules réceptrices chimiosensorielles situées sur les pièces buccales, et ils pourraient également agir sur les récepteurs d'autres manières (Gershenson & Dudareva, 2007).

Les huiles essentielles et leurs composants affectent les processus biochimiques et perturbent en particulier l'équilibre endocrinologique des insectes. Elles peuvent être neurotoxiques ou agir comme des régulateurs de croissance des insectes, perturbant le processus normal de morphogenèse (Reynolds, 1987; Balandrin & Klocke, 1988).

La neurotoxicité de plusieurs monoterpénoïdes (D-limonène, myrcène, terpinéol, linalol et pulégone), qui ont été identifiés comme des composants importants des huiles essentielles, a été évaluée contre la mouche domestique ainsi que sur la blatte allemande (Coats et al., 1991).

La toxicité des huiles essentielles ou de leurs composants chez les insectes et autres arthropodes indique un mode d'action neurotoxique ; les symptômes les plus importants sont l'hyperactivité suivie d'une hyperexcitation conduisant à une mise à terre rapide et à l'immobilisation (Enan, 2001).

Le système de défense allélochimique des insectes comprend les P450, les glutathion-S-transférases et les estérases, qui sont généralement concentrées dans l'intestin moyen de l'insecte, ce qui permet une élimination rapide des substances toxiques ingérées, et/ou dans les corps gras, facilitant la détoxification des contaminants pénétrant dans la structure cuticulaire ou trachéale (Schuler, 1996).

Le mode d'action de la Sabadilla (*Schoenocaulon officinale*) est similaire à celui des pyréthrinés, car elle affecte les canaux sodiques voltage-dépendants de l'axone nerveux (Ohta, 1973; Levi et al., 1980).

Les symptômes de l'empoisonnement à la nicotine suivent la séquence générale d'excitation, de convulsions, de paralysie, de mort, dans le cadre de l'action de l'acétylcholine en interagissant avec le récepteur de l'acétylcholine de la nicotine, car le récepteur ne parvient pas à faire la distinction entre la nicotine et l'acétylcholine (Richards Jr & Cutkomp, 1945).

La vératridine provoque une augmentation de la durée du potentiel d'action, des tirs répétitifs et une dépolarisation du potentiel de la membrane nerveuse (Bloomquist, 1996). Chez les insectes, le résultat de cet empoisonnement nerveux peut être la mort immédiate ou plusieurs jours de paralysie avant la mort.

La roténone (des espèces *Deris elliptica* et *Lonchocarpus*) perturbe le métabolisme énergétique des mitochondries cellulaires, soit en inhibant le système de transport d'électrons, soit en découplant le système de transport de la production d'ATP (Fukami, 1961; Yamamoto & Kurokawa, 1970; Storey et al., 1981). Elle interfère avec le système de transport d'électrons entre la NADH déshydrogénase et le coenzyme Q au niveau du complexe 1 sous la forme de piericidine-A, ce qui entraîne une forte réduction de la consommation d'oxygène. Chez les insectes, les pièces buccales sont paralysées, de sorte qu'ils cessent de se nourrir et meurent de faim. La roténone se transforme en métabolites hautement toxiques pour les insectes, mais elle se détoxifie chez les mammifères (Ware & Whitacre, 2004). Les symptômes d'empoisonnement se manifestent successivement par l'inactivité, l'instabilité locomotrice, l'abattement, la paralysie et la mort lente.

Salehzadeh et al. (2003), ont indiqué que l'azadirachtine a été classée comme insecticide antimitotique (phase G2/M de la division cellulaire). Des études utilisant de l'azadirachtine radiomarquée ont indiqué sa localisation spécifique dans le corpus cardiacum (Rembold et al., 1989).

## *Chapitre II*

---

### *Présentation de puceron noir Aphis fabae Scopoli*

## Chapitre II : Présentation de puceron noir *Aphis fabae* Scopoli

### II.1. Taxonomie

*Aphis fabae* Scopoli, 1763 (Homoptera : Aphididae) est une espèce complexe comprenant six taxons étroitement apparentés, différenciés sur la base de caractères morphologiques et de différences génétiques : *Aphis fabae fabae*, *Aphis fabae cirsiacanthoidis*, *Aphis fabae evonymi*, *Aphis fabae mordvilkoii*, *Aphis fabae solanella* et *Aphis fabae eryngii* (Zhang HuiHong et al., 2010).

Les sous-espèces sont identifiées en fonction de la plante hôte dont elles peuvent se nourrir, *Vicia faba* est la plante hôte principale d'alimentation pour la sous-espèce d'*Aphis fabae fabae* (Bennour et al., 2021). Selon (Blackman & Eastop, 2017), *A. fabae fabae* est originaire d'Europe et est présente en Europe, en Asie occidentale, en Afrique et en Amérique du Sud.

En outre, la classification d'*Aphis fabae* a été effectuée par Balachowsky and Mesnil (1936), présentée dans le tableau II.1 comme suit :

**Tableau II.1** : Place d'*Aphis fabae* dans la systématique

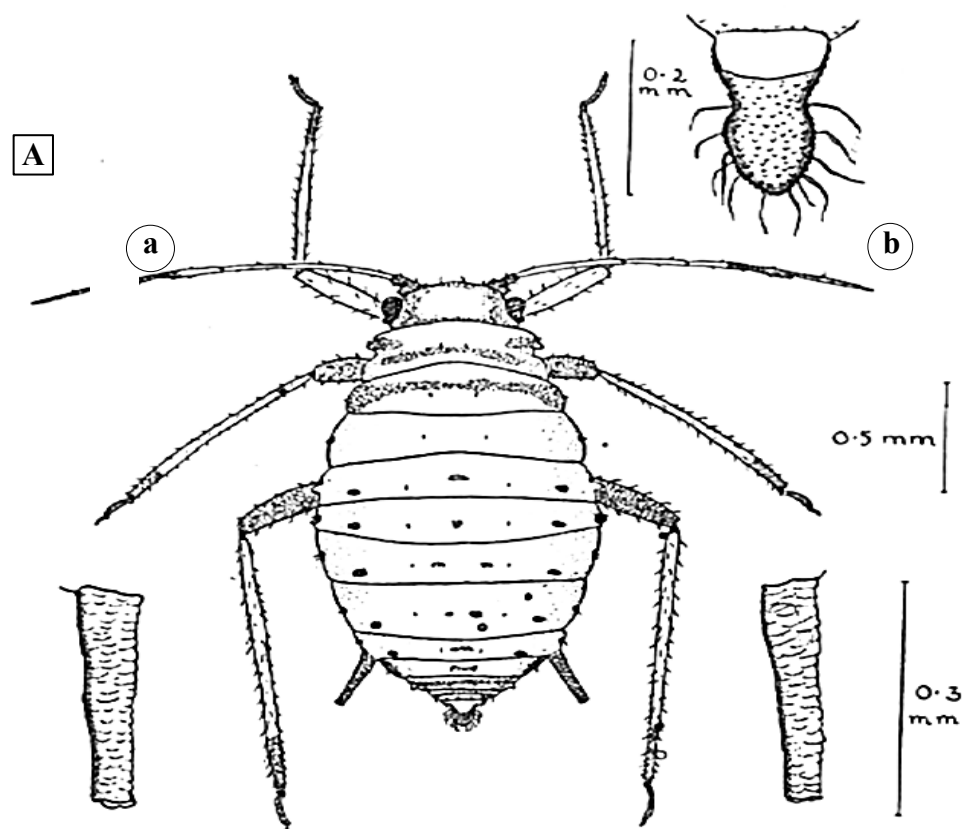
<b>Règne</b>	Animale
<b>Embranchement</b>	Arthropodes
<b>Sous-embranchement</b>	Antennates (mandibulates)
<b>Classe</b>	Insectes
<b>Sous-classe</b>	Ptérygotes
<b>Section</b>	Neoptères (paranéoptère)
<b>Sous-section</b>	Hétérométaboles
<b>Super ordre</b>	Hémiptéroïdes
<b>Ordre</b>	Homoptères
<b>Sous-ordre</b>	Aphidoidea
<b>Famille</b>	Aphididae
<b>Sous-famille</b>	Aphidinae
<b>Genre</b>	<i>Aphis</i>
<b>Espèce</b>	<i>Aphis fabae</i>

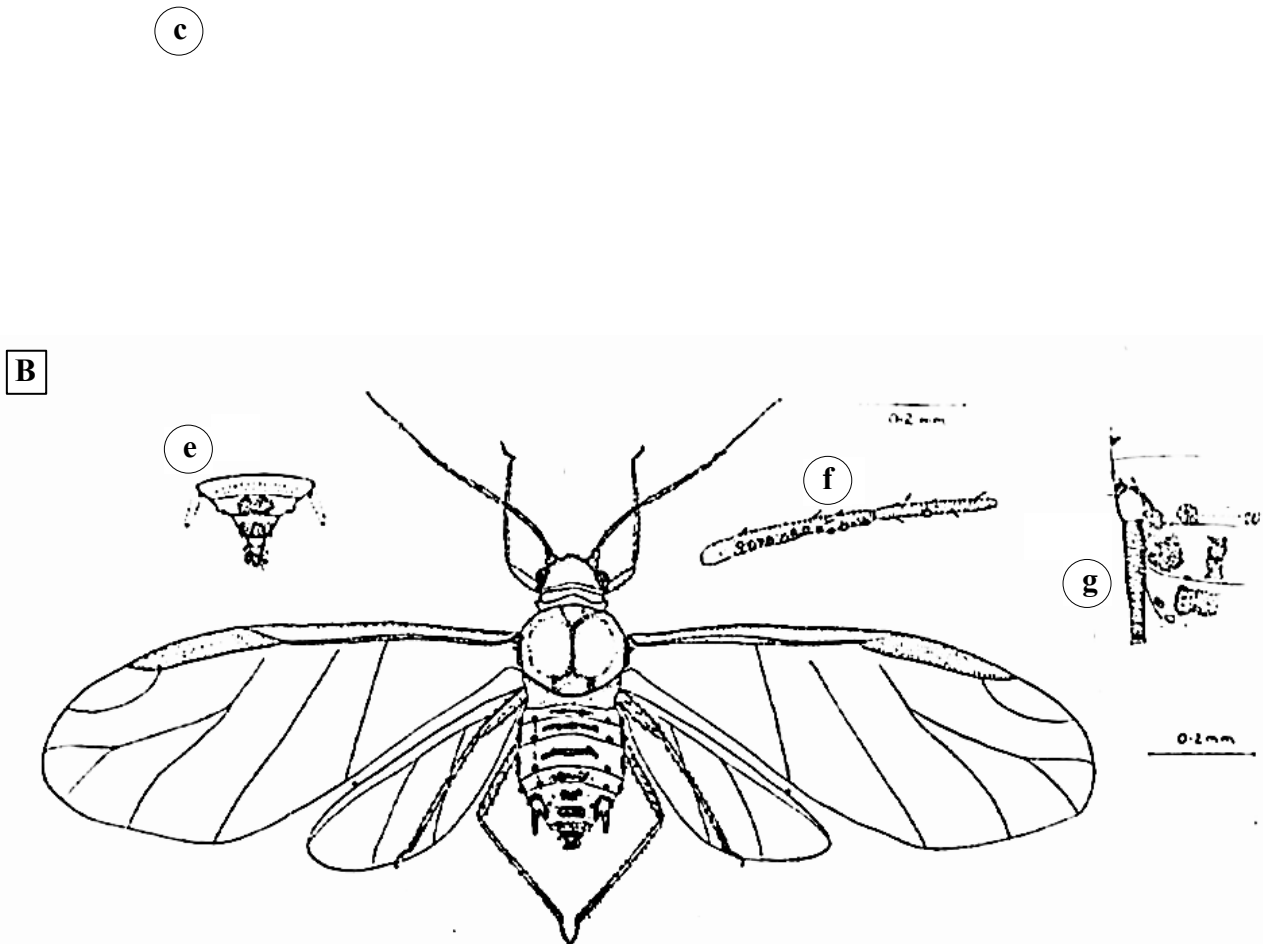
## II.2. Morphologie

La taille des Aphides varie, chez les adultes, entre 0,5 et 8 mm, et le plus souvent entre 2 et 4 mm (Leclant, 1999a). Le puceron noir de fève *A. fabae* est une espèce de petite taille (1,5 à 2 mm), parfois avec un abdomen segmenté marqué par une sécrétion poudreuse (Muimba-Kankolongo, 2018). Il possède des formes adultes aptères et ailé (Bennour et al., 2021).

La forme aptère d'*A. fabae* est de couleur verte olive foncé à noir mat et recouverte d'une forte sécrétion cireuse blanche. Les cornicules sont coniques, nettement plus longues que la cauda (Leclant, 1999b). La nymphe de cette forme se caractérise par la présence de trois paires de taches blanches cireuses sur l'abdomen.

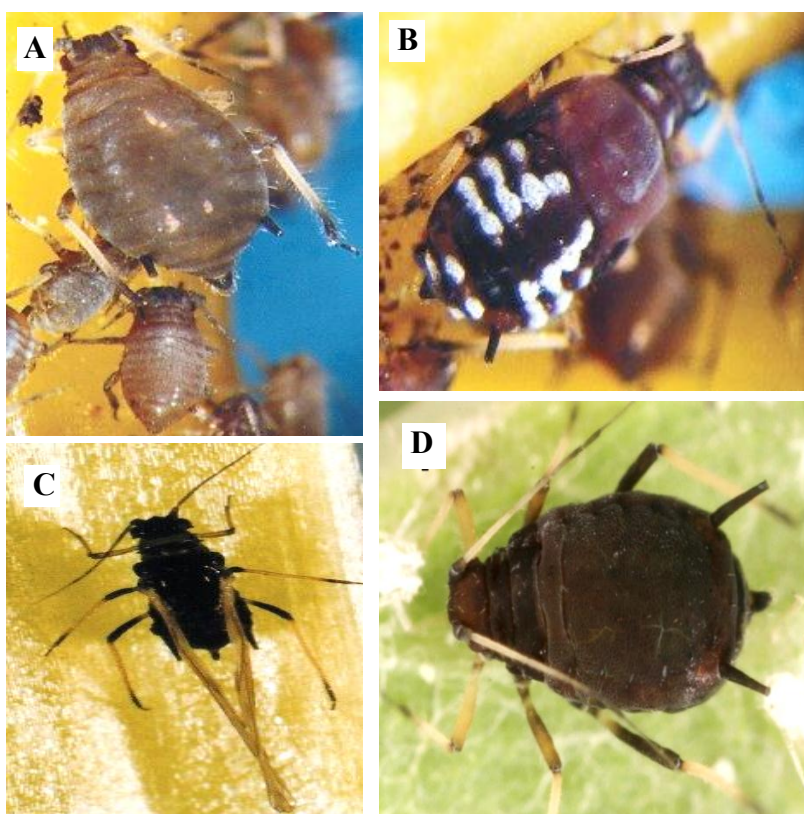
Alors que sa forme ailé, *A. fabae* est plus allongée que l'aptère. Elle est de couleur sombre, avec des antennes courtes et qui représentent environ les deux tiers de la longueur du corps (Hullé et al., 1999). Des bandes pigmentées plus ou moins étendues sont visibles sur l'abdomen des ailés. Cauda épaisse, trapue, digitiforme chez l'aptère et l'ailé (Leclant, 1999b).





**Figure II.1** : Schéma de morphologie générale d'*Aphis fabae* ; A : vivipare aptère ; B : vivipare ailé (Margaret, 1942). Vue dorsale : a ; cornicule : b ; cauda : c ; surface ventrale de l'arrière-train de l'abdomen : e ; 3<sup>ème</sup> et 4<sup>ème</sup> joint d'antenne : f ; face dorsale à la base de la cornicule : g.

La surface des pucerons peut être brillante, mate ou recouverte d'excrétion cireuse plus ou moins abondante (simple pruinosité, filaments blanchâtres ou aspect cotonneux). La cuticule peut être pigmentée ou dépourvue de pigmentation (imprégnée de mélanine) selon les stades de développement, les formes ou les espèces. Chez la plupart des espèces des pucerons, les larves et les nymphes ne sont pas pigmentées, même si les stades adultes le sont fortement.



**Figure II.2** : Différentes formes morphologiques d'*Aphis fabae*. A, B, C (Godin & Boivin, 2002), D (Kim et al., 2010). Larve âgée et jeunes larves : A ; Larve avec fourreaux alaires et marques sur l'abdomen : B ; Ailé :C ; Adulte aptère :D.

Chez beaucoup d'espèces il peut y avoir de grandes différences de pigmentation entre les différentes formes se succédant au cours d'un cycle évolutif complet. Pour la même espèce et la même forme (aptere mais surtout ailé), la pigmentation peut varier en intensité et en étendue selon les régions ou la période de l'année, en liaison avec les températures (les individus évoluant en périodes ou en zones froides sont généralement plus fortement pigmentés) ou selon les plantes hôtes (différences entre les insectes pris sur les hôtes primaires ou sur les hôtes secondaires par exemple) (Leclant, 1999a).

La morphologie est influencée par plusieurs facteurs qui comprennent les conditions environnementales, climatiques et saisonnières, la qualité des plantes hôtes et la densité des populations (Saguez et al., 2013).

### II.3. Biologie, écologie et régime alimentaire

Les majorités des pucerons s'alimentent de sève élaborée, prélevée dans le phloème de leur hôte, grâce à leurs deux paires de stylets très effilés et souples (Wieczorek, 2011).

L'alimentation peut avoir lieu, grâce à la salive injectée qui inhibe les mécanismes de défense de la plante (Powell et al., 2006).

Les conditions abiotiques, telles que la qualité de la plante hôte (teneur en acides aminés et en azote) et la température, sont essentiels aux performances des aphidés en tant que facteur de fécondité, de croissance, de survie des larves et de régulation de leur cycle évolutif (Gould et al., 2014).

Généralement, l'activité des pucerons est régulée par la température ; elle détermine la durée de survie totale, la période de reproduction et la fécondité des femelles (Collier & Finch, 2007). En effet, à 20 °C, il faut 8 jours aux larves pour atteindre le stade adulte. Les températures automnales douces stimulent la production de formes sexuées, tandis que les températures élevées, à partir de 30 °C, peuvent conduire à la mort des pucerons. Les vols quant à eux ne commencent qu'à partir de 12 °C. En dessous de 3 °C, les pucerons ne sont plus actifs, mais peuvent survivre si la température ne descend pas en dessous de -5 à -12 °C. La formation d'œufs peut résister à une température d'hiver de moins de 30 °C (Williams & Dixon, 2007).

Le puceron noir du fève *Aphis fabae* Scopoli est un puceron hétéroceptif qui possède 1 à 3 hôtes hivernaux (primaires) : (*Euonymus europae*, *Viburnum opulus* et *Philadelphus coronarius*) et un large éventail d'hôtes estivaux (secondaires) appartenant à plusieurs familles : Asteraceae (*Arctium lappa*), Fabaceae (*Vicia faba*), Brassicaceae (*Armoracia rusticana*), Apiaceae (*Apium graveolens*) (Tosh et al., 2001 ; Blackman & Eastop, 2017). Elle se nourrit notamment de la sève du phloème (Tosh et al., 2001).

#### II.4. Cycle évolutif

La plupart des espèces de pucerons présentent, au cours de leur cycle évolutif, une génération d'insectes sexués (mâle, femelle) alternant avec une ou plusieurs générations se multipliant par parthénogenèse et constituées uniquement de femelles (parthénogenèse thélytoque). Les femelles fécondées sont toujours ovipares alors que les femelles parthénogénétiques sont le plus souvent vivipares (Leclant, 1999a).

Le cycle de vie d'*A. fabae* comprend cinq stades (Figure I.3) : l'œuf, quatre stades nymphaux et l'adulte (Saruhan et al., 2015a). Les œufs sont d'abord verts et deviennent rapidement noirs brillants tandis que les nymphes sont sombres avec quatre paires de barres blanches sur la face dorsale de l'abdomen (Capinera, 2001).

Les quatre stades nymphaux durent respectivement 2, 2 - 1,5 et 2,5 jours à 20° C (Tsitsipis & Mittler, 1976). Les femelles du puceron de la fève mesurent 1,8-2,4 mm de long alors que les mâles sont légèrement plus petits (Capinera, 2001).

Selon (Fericean et al., 2012), le cycle de vie d'*Aphis fabae* est composé de générations sexuelles et asexuées : en automne, les pucerons s'accouplent et les femelles ailées pondent des œufs sur les plantes hôtes primaires où elles se reproduisent. En automne, les pucerons s'accouplent et les femelles ailées pondent des œufs sur les plantes hôtes primaires où elles passent l'hiver ; au printemps, ces œufs éclosent et donnent naissance à des femelles dépourvues d'ailes. Ces fundatrix (mères des tiges) se reproduisent de manière partenogénétique et donnent naissance à des descendants vivants (nymphes). Ces nymphes sont également des femelles parthénogénétiques, mais les générations suivantes sont généralement ailées (alates). Les virginopares ailés migrent vers leurs plantes hôtes secondaires, où ils se reproduisent de manière asexuée sur la face inférieure des feuilles ou à l'extrémité des tiges en été, et de grandes populations se développent rapidement. À l'approche de l'automne, les sexuparae ailées, produites en réponse à la surpopulation, migrent à nouveau vers les plantes hôtes primaires où les mâles et les femelles sont produits de manière asexuée. Les femelles accouplées pondent des œufs qui passent l'hiver.

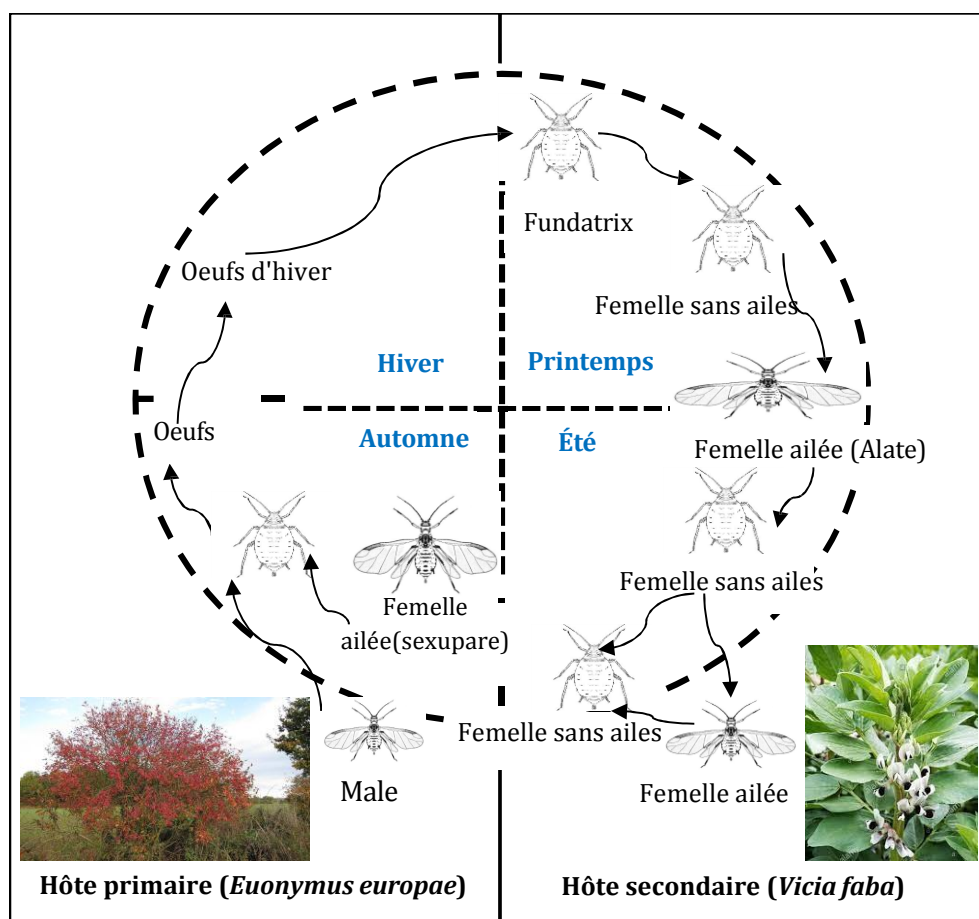


Figure II.3 : Cycle de vie d'*Aphis fabae* (Bennour et al., 2021).

En général, *A. fabae* produit quatre générations (Douglas, 1997 ; Cichocka et al., 2002). La multiplication des pucerons dépend de plusieurs facteurs tels que l'étendue de la colonisation initiale, la température, la luminosité, l'abondance des ennemis naturels et la compétition intraspécifique pour la nourriture et l'espace (Way, 1967; Way & Banks, 1967).

Le cycle de vie d'*A. fabae* dépend de facteurs climatiques : dans les régions où les hivers sont froids, le ravageur se reproduit sexuellement sur son hôte primaire, et parthénogénétiquement sur les hôtes secondaires, alors que dans les zones à hiver doux, il se reproduit exclusivement de manière asexuée (Béji et al., 2013; Blackman & Eastop, 2017).

### II.5. Dommages et pertes causés par les *Aphis fabae*

Les attaques de pucerons peuvent causer deux types de dommages : des dommages directs (dus au drainage des sèves et à la réaction de la plante à l'alimentation des pucerons) et des dommages indirects liés à la transmission de virus (Dedryver et al., 2010).

Les dégâts causés par les insectes phytophages sont liés essentiellement à leur mode de nourriture (Pointeau, 2011) et les symptômes engendrés varient en fonction du

comportement alimentaire, des composés salivaires et du type de plante hôte (Dardeau, 2014).

*Aphis fabae* se nourrit de la sève du phloème riche en sucre et en acides aminés (Wilkinson & Douglas, 2003). Seuls les alates se nourrissent de la sève du xylème (Powell & Hardie, 2002). Lorsqu'il se nourrit, il cause des blessures à la plante hôte. De plus, le ravageur excrète un excès de sucres sous forme de miellat et peut développer des moisissures fuligineuses qui réduisent l'efficacité de la respiration et de la photosynthèse et, par conséquent, la qualité des gousses produites (Dedryver et al., 2010). L'infestation par *Aphis fabae* diminue la concentration en hydrates de carbone non structurels dans les tissus des tiges de betteraves sucrières et la teneur en saccharose dans les racines (Capinera, 1981). Elle endommage environ 7 à 33 % des niveaux de protéines brutes dans les tissus infestés (Shannag, 2007). En réponse à l'attaque d'*Aphis fabae*, les feuilles se plissent, se décolorent et se dessèchent, et les gousses restent petites et donnent de faibles rendements (Calin et al., 2020).



**Figure II.4 :** Dégâts d'*Aphis fabae* sur artichaut (Asteracées) (Hullé et al., 1999).

L'*Aphis fabae* peut également transmettre plus de 42 virus végétaux, y compris des virus non persistants du haricot, du pois, de la betterave, des crucifères, des cucurbitacées, du dahlia, de la pomme de terre, du tabac, de la tomate et de la tulipe, et des virus persistants tels que le Beet yellow net virus (BYNV) et le Potato leaf roll virus (PLRV) (York, 1992 ; Shannag, 2007 ; Blackman & Eastop, 2017). Le puceron noir de la fève est reconnu comme présentant un risque pour l'industrie céréalière (Ltd, 2019).

De plus, les pertes induites par l'infestation d'*A. fabae* sont liées à l'abondance des pucerons. En effet, les pertes sont de l'ordre de 6,3-13,6% lorsque les populations de pucerons atteignent 0,2-85 pucerons/plant, alors que les pertes atteignent 100% lorsque la population de pucerons est d'environ 6920 pucerons/plante (Way, 1967).

## **II.6. Lutte et gestion de puceron noir**

### **II.6.1. Insecticides chimiques**

Plusieurs insecticides synthétiques sont utilisés pour lutter contre *A. fabae*. Les insecticides pyréthrinoïdes constituent la principale classe utilisée en application foliaire pour lutter contre les pucerons (Johnson et al., 2009). Les pesticides pyréthrinoïdes (par exemple le fenvalerate) et néonicotinoïdes (par exemple le thiaclopride) ont été très efficaces contre *A. fabae* dans des conditions de laboratoire (Purhematy et al., 2013). Selon Ayala et al. (1996), le chlorpyrifos méthyl plus la cyperméthrine, l'oxydéméton méthyl, l'imidaclopride et le thiométon sont les plus efficaces.

Néanmoins, certaines études ont montré qu'une certaine résistance au pirimicarbe et une forte résistance au méthamidophos ont été développées par *A. fabae* (Ioannidis, 2000). Outre le problème de la résistance, l'utilisation d'insecticides chimiques menace la santé humaine, les organismes non ciblés et l'environnement.

### **II.6.2. Contrôle par poussières inertes**

Le dioxyde de silicium est considéré comme une matière active alternative prometteuse pour la lutte contre *A. fabae*. La poussière est appliquée directement ou à l'aide d'un filet enduit de nanoparticules de SiO<sub>2</sub> sur les adultes d'*A.fabae* et des niveaux élevés de mortalité de l'insecte ont été enregistrés après un jour d'exposition à la formulation de poussière à base de silice (Agrafioti et al., 2020; Faliagka et al., 2020). Le dioxyde de silicium agit sur les arthropodes par contact, entraînant une la dessiccation (Faliagka et al., 2020).

### **II.6.3. Contrôle biologique**

La lutte biologique contre les ravageurs présente l'avantage d'être peu coûteuse et sans danger pour la santé humaine et l'environnement (Mwanauta et al., 2015). Elle comprend l'utilisation de champignons entomopathogènes, d'ennemis naturels comme prédateurs ou parasitoïdes, de plantes comme variétés résistantes, de pratiques culturales ou de plantes médicinales (Bennour et al., 2021).

### II.6.3.1. Champignons entomopathogènes

Plusieurs champignons entomopathogènes sont utilisés pour lutter contre *A. fabae*. Les espèces les plus répandues sont *Beauveria bassiana* (Akello & Sikora, 2012; Jensen et al., 2019), *Gibberella moniliformis*, *Trichoderma asperellum* (Akello & Sikora, 2012), *Simplicillium lamellicola* (Saruhan et al., 2015b), *Lecanicillium muscarium* (Mohammed, 2018), *Verticillium lecanii*, *Paecilomyces fumosoroseus*, *Paecilomyces lilacinus* et *Metarhizium anisopliae* (Saruhan et al., 2014), *Aspergillus flavus* et *Aspergillus tamarii* (Boni et al., 2021).

Plusieurs méthodes sont utilisées pour évaluer l'effet des champignons entomopathogènes sur les populations d'*A. fabae* : l'évaluation du taux de mortalité des adultes traités par une suspension de spores fongiques dans des boîtes de Pétri (Boni et al., 2021), l'évaluation du taux de fécondité de l'insecte sur la plante après inoculation des graines ou des feuilles par les champignons (Akello & Sikora, 2012; Mohammed, 2018; Jensen et al., 2019).

La toxicose et l'épuisement des nutriments résultant de la pénétration des champignons entraînent la mort de l'insecte (Sani et al., 2020). Plusieurs méthodes de biomasse sont utilisées pour évaluer l'effet des champignons endopathogènes sur la population d'*A. fabae* : (i) inoculation directe des graines ou des feuilles de la plante hôte par les champignons (ii) l'utilisation de champignons entomopathogènes reste une approche respectueuse de l'environnement pour lutter contre les ravageurs. Cependant, elle présente certains inconvénients tels qu'une longue durée d'action et le risque de résistance (Bennour et al., 2021).

Pour éviter les inconvénients de cette approche, certaines études utilisent une combinaison de champignons entomopathogènes et d'animaux dans la lutte intégrée contre les ravageurs (Mohammed, 2018).

### II.6.3.2. Ennemis naturels

#### II.6.3.2.1. Prédateurs

Selon Bennour et al. (2021), 54 espèces appartenant à 6 ordres (Coleoptera, Diptera, Hemiptera, Neuroptera, Thysanoptera et Dermaptera) et 9 familles (Cantharidae, Carabidae,

Coccinellidae, Forficulidae, Syrphidae, Anthocoridae, Chrysopidae, Hemerobiidae et Thripidae) sont des prédateurs d'*A. fabae*.

L'effet du prédateur est étudié en laboratoire et sur le terrain. Seuls les adultes de certaines espèces, mais aussi les adultes et les larves d'autres espèces, s'attaquent à *A. fabae* (Talebi-Chaichi, 1982). Certaines études examinent l'efficacité du prédateur à différentes densités de la proie (Jafari & Goldasteh, 2009). D'autres étudient la relation entre l'âge du prédateur et le stade de la proie (Farhadi et al., 2011).

*Aphis fabae* a d'autres prédateurs que les insectes comme les araignées : *Pardosa amentata* (Toft, 1995), *Erigone* sp. (Traugott & Symondson, 2008) et les oiseaux : *Apus apus* (Lack & Owen, 1955).

#### **II.6.3.2.2. Parasitoïdes**

D'après Bennour et al. (2021), 32 espèces appartenant à 1 ordre (Hymenoptera) et 4 familles (Aphelinidae, Braconidae, Figitidae et Pteromalidae) sont des parasitoïdes d'*A. fabae*. Certains d'entre eux ont une préférence pour certains stades de l'hôte (Tahriri et al., 2007). Le taux de parasitisme dépend des facteurs climatiques et des espèces de plantes hôtes (Matin et al., 2009).

#### **II.6.3.3. Plantes**

La gestion d'*A. fabae* basée sur les plantes comprend l'utilisation de variétés résistantes de plantes hôtes combinées à des ennemis des pucerons (Shannag & Obeidat, 2008), des pratiques culturales ou des extraits de plantes.

##### **II.6.3.3.1. Pratiques culturelles**

Les pucerons peuvent être gérés en utilisant certaines manipulations comportementales comme la culture intercalaire. Selon (Hansen et al., 2008), la culture intercalaire de céréales a réduit de manière significative le nombre d'*A. fabae* par plante de haricot et le nombre de plantes infestées.

De même, l'ensemencement de plantes utiles aux prédateurs d'*A. fabae* peut être une bonne pratique de gestion de l'habitat pour une apparition précoce de ces prédateurs et, par conséquent, une réduction des dommages causés aux cultures par les pucerons (Wojciechowicz-Zytka & Wnuk, 2012).

##### **II.6.3.3.2. Extraits de plante**

L'utilisation d'extraits de plantes pour lutter contre les parasites est une stratégie plus écologique que les insecticides synthétiques. Les produits botaniques ont peu d'effets sur la santé humaine, les organismes non ciblés et l'environnement. En outre, elles sont faciles à appliquer et peu coûteuses (Tarusikirwa et al., 2020).

De nombreuses plantes appartenant à plusieurs familles telles que les Liliaceae, Meliaceae, Euphorbiaceae et Fabaceae sont utilisées pour lutter contre *A. fabae*. Plusieurs parties de la plante sont utilisées, en particulier les feuilles, les tiges et les pelures. Les extraits aqueux et alcooliques sont les formes les plus utilisées (Bennour et al., 2021).

Les principaux composants sont probablement responsables des effets biologiques. Le mode d'action de ces composés est l'empoisonnement de l'estomac et/ou des nerfs. Selon (Acheuk et al., 2017), l'extrait éthanolique brut d'*Artemisia judaica* contenant des flavonoïdes inhibe l'activité de l'acétylcholinestérase ; l'enzyme qui régule la transmission de l'influx nerveux.

De même, l'activité de la glutathion S-transférase (enzyme qui joue un rôle essentiel dans la détoxification et la défense antioxydante des insectes contre les insecticides naturels et synthétiques) chez *A. fabae* a été significativement stimulée par l'extrait éthanolique brut d'*A. fabae* stimulée de manière significative par l'extrait éthanolique brut d'*A. judaica* contenant des tanins.

## *Chapitre III*

---

### *Monographie de Ziziphus spina-christi*

## Chapitre III : Monographie de *Ziziphus spina-christi*

### III.1. Rappel sur les jujubiers (*Ziziphus* spp.)

Le genre *Zizyphus* appartient à la famille des Rhamnaceae et comprend près de 100 espèces d'arbres et d'arbustes (Hussein, 2019). Ce genre regroupe plusieurs espèces comme *Ziziphus spina-christi* (L.), *Ziziphus mauritiana* Lam. *Ziziphus lotus* (L.), *Ziziphus vulgaris* Lam. Parmi ces espèces, *Ziziphus mauritiana* et *Ziziphus jujuba* sont les plus connus (San et al., 2009). *Ziziphus spina-christi* a été considérée comme l'espèce la plus importante du genre *Ziziphus* (Dafni et al., 2005). Le nom de *Ziziphus* dérive de l'appellation Arabe « Ziziofun », qui signifie arbuste épineux (Mariod et al., 2017). Ainsi que chez les Arabes connus sous le nom de Sidr, Nabq ou 'Unnab. Aussi bien, elle connut des noms locaux tels que Nibs, Jabat, Zejjaj, Zefzoof, Ardeg, Ghosl et Kana (Hussein, 2019). En anglais Jujube de l'épine du Christ (Abubaker et al., 2021).

### III.2. Classification

La classification adoptée est celle de Quézel and Santa (1963) dans le tableau n° III.1.

Tableau III.1 : Place de *Z. spina-christi* dans la systématique.

<b>Règne</b>	Plantae
<b>Embranchement</b>	Spermatophytes
<b>Sous-embranchement</b>	Angiospermes
<b>Classe</b>	Dicotylédones
<b>Ordre</b>	Rhamnales
<b>Famille</b>	Rhamnacées
<b>Genre</b>	<i>Zizyphus</i>
<b>Espèce</b>	<i>Zizyphus spina-christi</i>

### III.3. Description botanique

En effet, toutes les espèces de *Ziziphus* sont armées d'épines et ne sont pas des plantes à racines profondes (Mariod et al., 2017). *Z. spina-christi* est un arbuste épineux d'une hauteur

de 5 à 10 mètres, qui reste vert durant toute l'année (Abdallah, 2017). Le diamètre du tronc de cet arbre peut atteindre 45 cm (Saied et al., 2008), mais parfois peut atteindre une hauteur de 20 m et un diamètre de 60 cm ; branches brun blanchâtre, souvent en zigzag, finement poilues à l'état jeune (Adzu et al., 2002; Yossef et al., 2011; Sameera & Mandakini, 2015).



**Figure III.1 :** Aspect de *Z. spina-christi* dans la nature (Originale 2023).

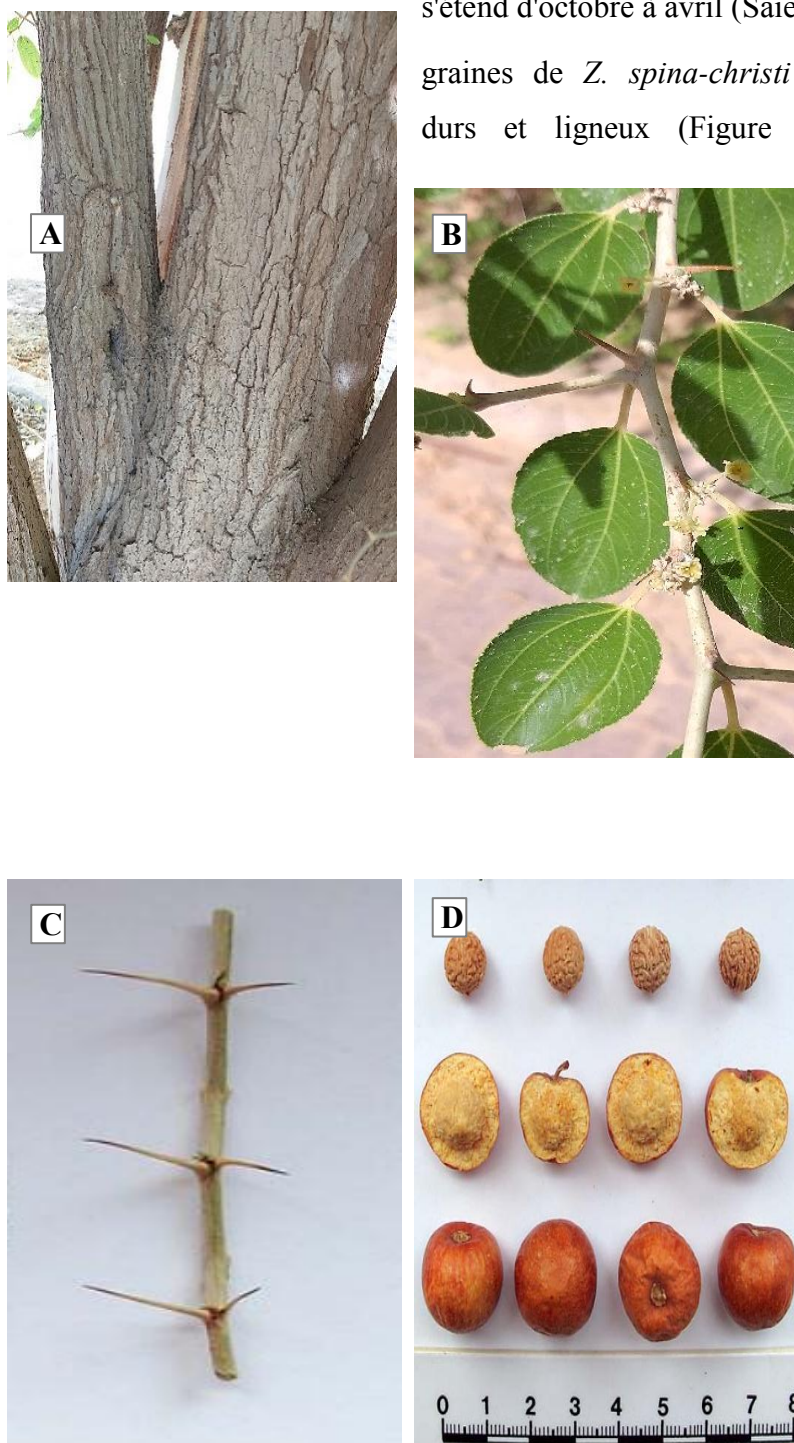
L'écorce est brun blanchâtre ou gris pâle et profondément fissurée (Figure III.1. A). Les feuilles sont simples, alternes, étroitement ovate lancéolées (Figure III.1. B), d'une longueur de 1 à 9 cm et largeur de 1 à 3,5 cm, elles sont glabres au-dessus, elles contiennent de trois nervures basales bien visibles allant jusqu'à l'apex et des pétioles de 0,5-1 cm de long (Arbonnier, 2004).

Les épines sont de couleur brun clair. L'une des paires mesure jusqu'à 8 mm de long (Figure III.1. C), droite et dirigée vers l'avant, tandis que l'autre est plus courte et légèrement incurvée (El Amin, 1990).

Le fruit est une drupe globuleuse d'environ 1-1,5 cm de diamètre, rouge-brun, avec un noyau dur (Figure III.1. D), entouré d'une pulpe sucrée comestible. La période de fructification

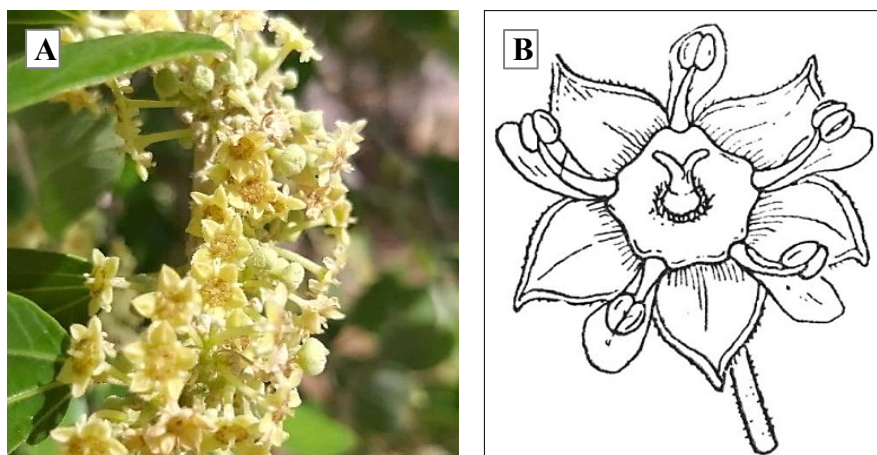
Les téguments entravent la germination (Saied et al.,

graines de *Z. spina-christi* possèdent des durs et ligneux (Figure III.1. C), qui germination (Saied et al., 2008).



**Figure III.2** : Différentes parties de *Z. spina-christi*. Écorce de tige : A ; feuilles : B (Originale 2022). Épines :C; fruits et graines :D (Saied et al., 2008).

Les fleurs ont un parfum doux et se trouvent en grappes denses à l'aisselle des feuilles. Elles sont petites, jaune verdâtre, subsessile avec 5 sépales minces de 2 mm de long et 5 pétales de 1,5 mm de long (El Amin, 1990). Le nombre des étamines est de cinq, opposées aux pétales dans la base d'un disque plat et lobé (Figure III.3). L'ovaire est à deux loges ; les styles sont courts et divisés en haut en deux lobes (Miller & Morris, 1988). La période de floraison s'étend d'août à décembre.



**Figure III.3** : Fleur de *Z. spina-christi*. A (Origine 2022); B (Sahni, 1968).

#### III.4. Répartition géographique

Toutes les espèces de genre *Ziziphus* se trouvent dans les régions tropicales d'Afrique et d'Asie et ne sont pas présentes dans les régions de collines au climat frais (Farooqi, 2016). *Z. spina-christi* est répandue dans les pays tropicaux et subtropicaux (Abdallah, 2017). Cet arbre est présent dans toute la zone sahélienne, du Sénégal au Soudan et dans une grande partie d'Afrique du Nord, au Moyen-Orient, à l'est de l'Afghanistan et au nord-ouest de l'Inde (Arbonnier, 2004; Abdallah, 2017). L'espèce est originaire du Soudan (El Amin, 1990; Vogt, 1995; Dafni et al., 2005).

En Algérie, le genre *Ziziphus* représente par cinq espèces qui sont : *Ziziphus spina Christi* (L.) Willd. *Ziziphus Mauritiana* Lam. *Ziziphus Lotus*(L.) Desf. *Ziziphus Saharae* Batt. *Ziziphus Vulgaris* Lam. *Ziziphus spina christi* est cultivée et plus au moins spontanée sur les hauts plateaux (chelalah) et dans les oasis sahariennes (Quézel & Santa, 1963). Cette espèce est cultivée dans diverses oasis du Sahara central (Ozenda, 2004).

Après avoir approfondi les recherches sur les études antérieures sur cette espèce, je n'ai trouvé qu'un nombre très limité de recherches sur cette espèce en Algérie. Dans la région du Souf, *Ziziphus spina christi* a été importé de Tunisie et planté pour la première fois dans la commune de Debila à la fin des années quatre-vingt. Après cela, la Conservation des Forêts de la wilaya d'El-Oued, l'a augmentée en 2015. Ils l'ont planté à grande échelle à proximité de la zone forestière du district du 8 mai 1954, ainsi qu'à l'université en 2017.

### III.5. Écologie

Les espèces fruitières du genre *Zizyphus*, à grand potentiel de sélection, représentent des exemples extraordinaires de plantes pérennes à usages multiples dans les zones arides et semi-arides voire même désertiques de presque tous les continents grâce à leur capacité de résistance à la sécheresse, l'aire naturelle de la majorité des jujubiers se situant entre 20° et 30° de latitude, zone qui est caractérisée par des climats chauds et secs et où sont localisés la majorité des déserts du globe. Les jujubiers subsistent bien dans les environnements arides grâce à leurs mécanismes physiologique et morphologique d'adaptation (Reich, 1991; Clifford et al., 1998; Arndt et al., 2001). Ils jouent un rôle très important dans la conservation des sols grâce à leurs systèmes racinaires profonds et vigoureux qui permettent une stabilisation des substrats et protègent ceux-ci contre l'érosion (Laamouri et al., 2008).

*Ziziphus spina-christi* se trouve généralement à 600 m d'altitude. Toutefois, dans les Émirats arabes unis, il a été signalé qu'il poussait à des altitudes d'environ 1500 m (Jongbloed et al., 2003). L'espèce peut tolérer des températures élevées. Elle pousse dans les zones désertiques avec des précipitations annuelles de 50 à 300 mm (Saied et al., 2008). Un certain nombre d'espèces de *Ziziphus* sont adaptées à la sécheresse et les sols dégradés (Asatryan & Tel-Zur, 2014). *Z. spina Christi* résistant aux conditions difficiles comme la chaleur extrême, la sécheresse et la salinité (Mariod et al., 2017). Mais on la trouve aussi souvent dans les wadis où l'on trouve de l'eau souterraine. En Égypte l'arbre est cultivé dans la vallée du Nil, dans les villages et les parcs (Boulos, 2000). L'arbuste prospère sur une large gamme de types de sols, mais préfère les sols limoneux légers (Vogt, 1995). Les importantes réserves d'hydrates de carbone dans les racines contribuent au fort potentiel de régénération des plantes de *Ziziphus* (Grice, 1996).

En concernant la propagation, *Ziziphus* se propage généralement par les graines et présente donc une grande hétérogénéité génétique (Sudharsan & Hussain, 2003). Cette variabilité génétique peut être bénéfique pour ce genre dans les conditions d'environnement défavorables, qu'elle lui permet de s'adapter rapidement aux changements climatiques.

### III.6. Composition chimique en métabolites secondaires

Les espèces de *Ziziphus* spp. sont des plantes médicinales très riches en biomolécules actives douées d'activités biologiques. Le nombre de métabolites secondaires que l'on trouve chez *Ziziphus* spp. est de 65 alcaloïdes, 151 flavonoïdes, 43 terpénoïdes, 31 saponines et 40 autres composés (El Maaiden et al., 2020).

Les feuilles, les fruits et les graines de *Ziziphus spina-christi* contiennent de quantités considérables de différentes composantes phytochimiques, précisément les polyphénols, les flavonoïdes, les tanins, les alcaloïdes, les terpénoïdes et les saponines (Baghazadeh-Daryaii et al., 2017). Selon Yossef et al. (2011), le fruit contient des teneurs élevées des composés phénoliques totaux.

Les principaux composés bioactifs de la plante sont les alcaloïdes, les flavonoïdes, les saponines, les tanins, les terpénoïdes, les peptides, les cyclopeptides, les stérols( $\beta$ -sitostérol), l'acide bétulinique, les triterpénoïdes, les glycosides, les acides triterpéniques, la quercétine, le kaempférol et les dérivés de la phlorétine (Hussein, 2019), proanthocyanidines et acides chlorogéniques (Karar et al., 2016). Outre la zizyphine-F, la jubanine-A, l'amphibine-H, la spinanine-A (un alcaloïde cyclopeptidique à 14 chaînons du type amphibine-B) ont également été isolés précédemment à partir de l'écorce de la tige de la plante (Abdel-galil & El-Jissry, 1991; Ismail, 1998; Dweck, 2005). Environ 57 composés phénoliques différents ont également été détectés dans *Ziziphus spina-christi*, parmi lesquels, 52 d'entre eux existent dans l'extrait méthanol/eau des feuilles (Karar et al., 2016).

Il est intéressant de noter que les différentes parties de la plante ont accumulé différents constituants avec des variations en leurs quantités. Ces variations sont dû aux différences de localisation géographique qui influencent sur la biosynthèse et l'accumulation de métabolites secondaires chez les plantes (Abdulrahman et al., 2022).

Outre les substances phytochimiques végétales sont beaucoup plus sensibles à l'environnement (Azwanida, 2015), et varient en fonction des conditions environnementales (Vaidya et al., 2014). La teneur qualitatif et quantitatif des composés bioactifs de matière

végétale dépend principalement au type du solvant d'extraction approprié (Bhandary et al., 2012; Ngo et al., 2017).

Le tableau III.2, représente la quantité de principaux composants bioactifs trouvés dans les différentes parties et de divers extraits et fraction de *Ziziphus spina-christi*.

**Tableau III.2 :** Quantités en composants phytochimiques de différents partis et différents extraits /fractions de *Ziziphus spina-christi* (Abdulrahman et al., 2022).

Partie de plante	Extrait/Fraction	Classe de composants	Quantité (%/mg/g/ug/ml/mg/100g)
Feuilles	Extrait de méthanol	Polyphénols (EAG)	74.6-58.7
		Flavonoïdes (EQ)	64.2-47.3
		Quercétine	1.39-3.66
		Saponine	1.80-2.6
	Extrait de méthanol (80%)	Polyphénol totale (EAG)	87.3 ± 4.7
		Flavonoïde totale (EQ)	9.6 ± 1.1
Racines	Extrait aqueux	Polyphénol totale (EAG)	59.89 ± 0.42
	Extrait de méthanol	Flavonoïde totale (EQ)	9.01 ± 0.01
	Extrait d'éthanol	Catéchine (EC)	12.28 ± 1.07
	Extrait d'acétone	Polyphénol totale (EAG)	59.98 ± 0.1
		Flavonoïde totale (EQ)	9.45 ± 0.03
		Catéchine (EC)	19.6 ± 0.19
Parti aérienne	Extrait de méthanol	Polyphénols (EAG)	51.33 ± 0.4
		Flavonoïdes (EQ)	14.78 ± 0.36
		Tannins (EC)	21.6 ± 1.51
Pulpe	Extrait aqueux	Polyphénol totale (EAG)	30.97 ± 0.67
		Flavonoïde totale (ER)	5.05 ± 1.09
Grains	Extrait aqueux	Polyphénol totale (EAG)	74.46 ± 2.12
		Flavonoïde totale (ER)	19.84 ± 1.56

Note. EAG : equivalent acid gallic, EQ : equivalent quercetin, ER : equivalent rutin, CE : equivalent catechin.

En plus de nombreux hydrocarbures aromatiques (2-phényl undécane, 3-phényl undécane, 4-phényl undécane, 5-phényl undécane, 6-phényl tridécane, 2-phényl dodécane, 3-phényl dodécane, 4-phényl dodécane et 6-phényl dodécane) et des composés volatils (m-cymène, crypton,  $\alpha$ -pinène, farnesan, (+) -sabinène et  $\alpha$ -bergamotène) ont également été exploités dans l'extrait de fruit de cette espèce (Mervat et al., 2018).

Il est également évident que les graines de *Ziziphus spina-christi* ont une quantité relative d'huile allant de  $27.8 \pm 1.69\%$  (Ahamed, 2016), à  $28.89 \pm 0.58\%$  (Ahmed et al., 2015). Des nombreux acides gras ont été détecté dans les graines sont : l'acide heptanoïque, l'acide octanoïque, l'acide 5-octadécénique, acide 5-octadécénique-6-octadécénoïque, (Z)-, acide dodécanoïque, acide Cis-5-dodécénoïque acide entadécanoïque, acide 9-hexadécénoïque, (Z)-, acide hexadécanoïque, acide Cis-10- acide heptadécénoïque (Z,Z), acide heptadécénoïque, acide 9,12-octadécadiénoïque (Z,Z)-, acide 9-octadécénoïque, acide (Z)-, acide 11,14-éicosadiénoïque, acide oxiranéoctanoïque, acide 3-octyl-,11-eicosenioc, acide heneicosanoïque, acide 3-docosénoïque, acide tricosanoïque acide tricosanoïque, acide étracosanoïque (tous sous forme d'esters méthyliques). De plus, le chercheur a également détecté de l'hydroxyfluène butlé, du tétradécanoate de méthyle, de l'hexadéc-9-énoate de méthyle, du stéarate de méthyle, du 10-trans,12-cis -Octadécadiénoate, de l'osadiénoate, du 18-méthylnonadécanoate d'éthyle, du 20-méthyl-heneicosanoate de méthyle et le squalène (Ahamed, 2016).

### III.7. Activités biologiques

#### III.7.1. Activités médicinales et pharmacologiques

Les espèces végétales de *Ziziphus* sont généralement sûres et non toxiques pour l'homme (Alsayari & Wahab, 2021). Les recherches approfondies ont été menées sur les activités phytochimiques, pharmacologiques et microbiologiques de *Ziziphus spina-christi* ont permis de constater que la plante possède des composés ont des multiples effets biologiques (Hussein, 2019). *Z. spina-christi* est riche en composés phénoliques et présente une bonne activité antioxydante. Elle peut être utilisée comme source naturelle d'antioxydants pour traiter de nombreuses maladies (Alhakmani et al., 2014).

De nombreuses études récentes indiquent que l'extrait de *Z. spina-christi* pourrait être une source précieuse pour l'identification et le développement de nouveaux composés actifs antibactériens. La plante peut être utilisée pour fabriquer des antibiotiques efficaces contre les infections bactériennes (Abdulrahman et al., 2022).

Des études antérieures ont confirmé l'activité cytotoxique de l'extrait des feuilles de la plante sur les cellules cancéreuses du col de l'utérus et du sein (Jafarian et al., 2014), en plus de l'efficacité cytotoxique de l'extrait aqueux des fruits sur les cellules de cancer du sein (Hoshyar et al., 2015; Farmani et al., 2016). Un nouveau dérivé de la bétuline (13-déhydrobétuline) isolé de la tige de la plante a montré une activité anticancéreuse substantielle spécifiquement contre le cancer du foie et avec une large gamme thérapeutique (Soliman et al., 2019). La fraction éthanolique de *Z. spina-christi* démontre des propriétés antiprolifératives sur les cellules MCF7 en induisant l'apoptose (Farmani et al., 2016).

### **III.7.2. Activités biocides (allélopathiques)**

L'activité allélopathique, est un processus biologique important en écologie, a été largement utilisée et remplacer les herbicides, les fongicides et les insecticides nocifs pour protéger les cultures et l'environnement.

#### **III.7.2.1. Activité herbicide**

Les extraits de feuilles de *Z. spina-christi* présentent des effets allélopathiques sur la croissance et le développement des plantes ou micro-organismes (Bhadoria, 2010). Les propriétés herbicides de cette espèce représentée par l'effet des molécules naturelles comme la juglone et l'artémisine qui affectent la perméabilité membranaire, l'équilibre hydrique et la régulation osmotique (Sánchez-Moreiras et al., 2008).

Les extraits de feuilles de *Z. spina-christi* pourraient également constituer un herbicide naturel ayant un impact positif sur l'environnement en raison de leurs activités allopathiques. Les activités allélopathiques *in vitro* des extraits aqueux des feuilles ont été testées sur les graines de *Trigonella foenum-graecum* L. et *Lens culinaris* L. (Elaloui, Ghazghazi, et al., 2017).

Les extraits aqueux des six provenances de *Ziziphus* étudiées ont un potentiel allélopathique et inhibent significativement la germination et la croissance de *T. foenum-*

*graecum* et de *L. culinaris*. Ces extraits sont dotés d'une puissante activité cytotoxique. La croissance des racines est plus sensible à différentes concentrations d'extraits aqueux de six provenances de cette espèce que la germination (Naghmouchi & Alsubeie, 2020).

L'extrait aqueux des feuilles de *Z. spina-christi* a montré un meilleur résultat d'inhibition de la racine (90.699 % et 89.92%) et les longueurs de pousse (88.17% et 85.29%) de *Triticum durum* et *Raphanus sativus* respectivement. Les extraits de feuilles pourraient justifier l'utilisation de cette espèce comme herbicide et peuvent donner un grand succès en agriculture. (Elaloui, Soltani, et al., 2017).

### III.7.2.2. Activité insecticide

À travers une recherche approfondie dans les littératures antérieures, nous n'avons trouvé qu'un nombre très limité des recherches menées sur l'activité insecticide de cette plante.

La composition phytochimique de *Z. spina-christi* a révélé la présence de quatre glycosides de saponine et d'alcaloïdes comme molluscicides (Anthony, 2005; Shahat et al., 2008). Les résultats de Yousef and EI-Kassas (2013) montrent que *Z. spina-christi* a été efficace sur les escargots; *Biomphalaria alexandrina* et *Bulinus truncatus*.

L'extrait aqueux, méthanoïque, éthanolique et acétonique de racines sont les plus forts potentiels insecticides lorsqu'ils sont testé contre *Lasioderma serricornis*. Les extraits éthanoliques et acétoniques ont des valeurs CL<sub>95</sub> de 3,17 et 4,86 µg/insecte respectivement. Au cours de cette étude, l'épicatéchine a été détectées, qui peut être utilisée comme bioinsecticide (Elaloui et al., 2021).

Les feuilles de cette plante présentaient également des activités insecticides élevées (Nisar et al., 2010). En outre, le traitement avec les extraits méthanoliques a provoqué une mortalité de 66,60 % chez *Tribolium castaneum* (Elaloui et al., 2022).

*Partie 2*

---

*Etude expérimentale*

## *Chapitre IV*

---

### *Matériels et méthodes*

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

### IV.1. Présentation de la zone d'étude

#### IV.1.1. Situation géographique de la région d'Oued Souf

La région d'Oued Souf est située au Sud-Est de l'Algérie (entre 33° et 34° de latitude Nord ; entre 6° et 8° de longitude Est), à une distance de 650 km de la capitale, au Nord-Est du Sahara septentrional. Elle est limitée par Khenchela au Nord, par Tebessa au Nord-Est, par la wilaya d'El-Mughir au Nord-Ouest et par Touggourt à l'Ouest, au Sud par la wilaya de Ouargla, et à l'Est par la Tunisie. El Oued couvre une superficie de 35 752 km<sup>2</sup>.

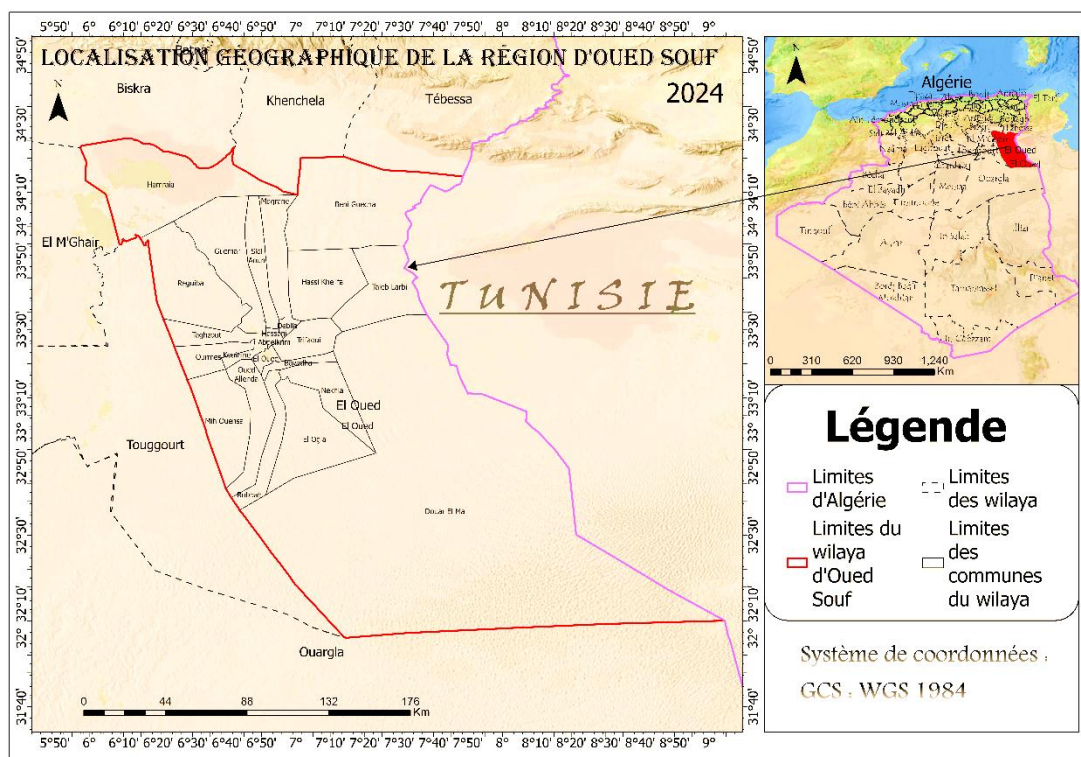


Figure IV.1: Localisation géographique de la région d'Oued Souf.

#### IV.1.2. Caractéristiques climatiques durant la période des relevées expérimentales

##### IV.1.2.1. Généralité sur le climat de la région d'Oued Souf

Le climat de la zone d'étude est hyper-aride, caractérisé par un été chaud et sec et un hiver doux. Les températures peuvent descendre jusqu'à un niveau proche du point de congélation en hiver et atteindre 45 °C en été, avec un taux annuel de 26 °C. Les moyennes mensuelles d'humidité ne dépassent pas 30 % en été et peuvent atteindre jusqu'à 65 % en hiver (Khezzani et al., 2021).

Les précipitations sont faibles, sporadiques et oscillantes, avec un total annuel dépassant rarement 70 mm. Les vents sont généralement doux, mais au printemps et en automne, ils deviennent violents (Khezzani & Bouchemal, 2017). L'évaporation est caractérisée par des valeurs élevées dépassant les 2200 mm (Khezzani et al., 2016).

Selon Wichtl and Anton (1999), les facteurs extrinsèques, tels que température, ensoleillement, influent sur la composition chimique et le rendement de leur extraction des espèces de plante.

#### IV.1.2.2. Températures et précipitations

La température affecte directement la vitesse de la réaction des individus, ainsi que leur abondance et leur croissance (Dajoz, 1985). En milieu aride, les effets des températures sont toujours difficiles à isoler de ceux des précipitations. La température représente un facteur limitant de toute première importance, car elle contrôle l'ensemble des phénomènes métaboliques et conditionne de ce fait la répartition de la totalité des espèces et des communautés d'êtres vivants dans la biosphère (Ramade, 1984).

Malgré leur faible altitude, les oasis du Souf ont des minima moyens de 5°C en hiver et un été chaud (Dubost, 1991). Le Souf présente de fort maxima de températures en été, alors qu'en hiver elles peuvent être très basses (Voisin, 2004).

Les prélèvements thermiques mensuels et journaliers (moyens, maximaux et minimaux) effectués durant l'année 2023 sont :

- Le mois le plus chaud est Juillet, avec une température moyenne de 45 °C.
- Le mois le plus froid est Janvier, avec une température moyenne de 4.2 °C.
- La plus haute température enregistrée fut de 49.1 °C le 29 Juillet.
- La plus basse température enregistrée fut de -0.1 °C le 29 Janvier.
- La température moyenne annuelle est de 23.20 °C.
- La température maximale moyenne annuelle est de 29,66 °C.
- La température minimale moyenne annuelle est de 16,69 °C.

Les températures mensuelles et annuelles moyennes ( $T_{\text{moy}}$ ), maximales ( $T_{\text{max}}$ ) et minimales ( $T_{\text{min}}$ ) ainsi que les moyennes mensuelles et annuelles des précipitations relevées en durant la période (2022-2023) sont détaillées dans le tableau IV.1.

**Tableau IV.1:** Moyennes mensuelles et annuelles des températures et des précipitations de la région de Souf durant la période d'étude (2022-2023).

	Mois											
	Jan	Fev	Mar	Avr	Mai	Jun	Juil	Aou	Sep	Oct	Nov	Déc
<b>T<sub>moy</sub> (°C)</b>	10.05	13.25	18.05	21.35	26	23.25	36.55	34	31.2	24.95	18	13.6
<b>T<sub>max</sub> (°C)</b>	16.75	19.35	24.15	28	32.35	40.05	43.3	40.5	37.5	31.7	24.6	19.95
<b>T<sub>min</sub> (°C)</b>	4.05	6.75	11.7	14.7	19.1	25.45	29	27.3	24.8	18.2	11.9	8.3
<b>P (mm)</b>	0.51	3.43	2.8	3.04	5.71	0.51	0.12	0.25	0.63	0.25	1.01	6.60

(Tutiempo, 2024)

T<sub>moy</sub> : températures moyennes

T<sub>max</sub> : températures maximales moyennes

T<sub>min</sub> : températures minimales moyennes

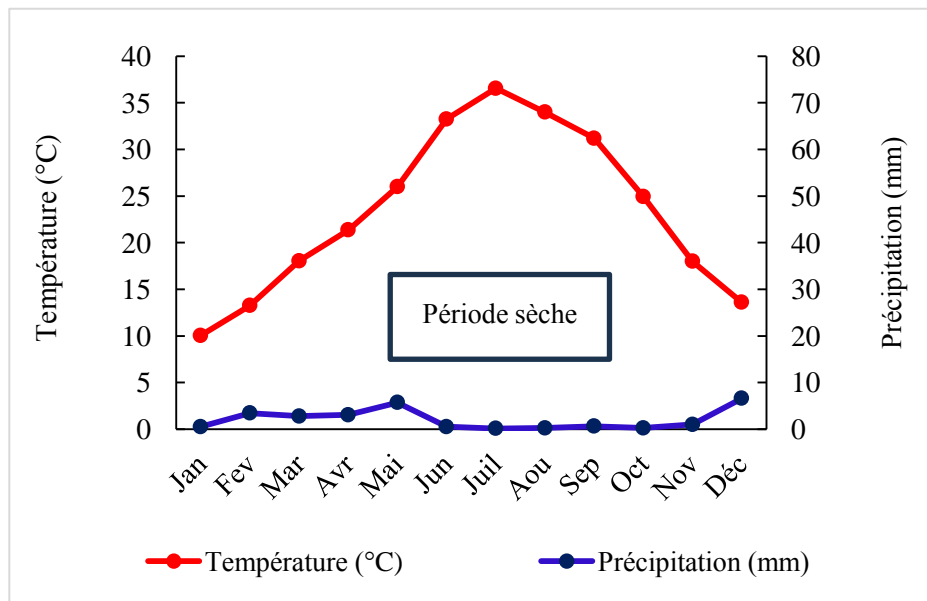
P: précipitations moyennes

Les précipitations jouent un rôle écologique fondamental dans le fonctionnement et la répartition des écosystèmes terrestres (Elhaï, 1968). Comme dans la majeure partie des régions sahariennes, les précipitations sont marquées par leur faible quantité et leur irrégularité (Najah, 1971).

Le mois le plus pluvieux de la durée (2022-2023) dans notre région d'étude a été Mai avec 5.71 mm et Décembre, avec 6.60 mm (Tableau IV.1). En revanche, une sécheresse presque permanente caractérise les mois de Janvier, Juin, Juillet, Août, Septembre, Octobre et Novembre.

#### IV.1.2.3. Diagramme Ombrothermique de Bagnouls et Gaussen

Le Diagramme Ombrothermique de Bagnouls and Gaussen (1953) permet de suivre les variations saisonnières de la réserve hydrique. Il est présenté à travers une échelle où  $P=2T$ .



**Figure IV.2 :** Représentation du diagramme Ombrothermique de Bagnouls et Gausson pour la région de Souf de la période 2022-2023.

D'après la figure IV.2, nous remarquons que la courbe des précipitations est toujours en dessous de la courbe des températures, ce qui indique que les précipitations sont faibles, ayant une période défavorable durant la période (2022 – 2023).

## IV.2. Démarches expérimentales de l'étude

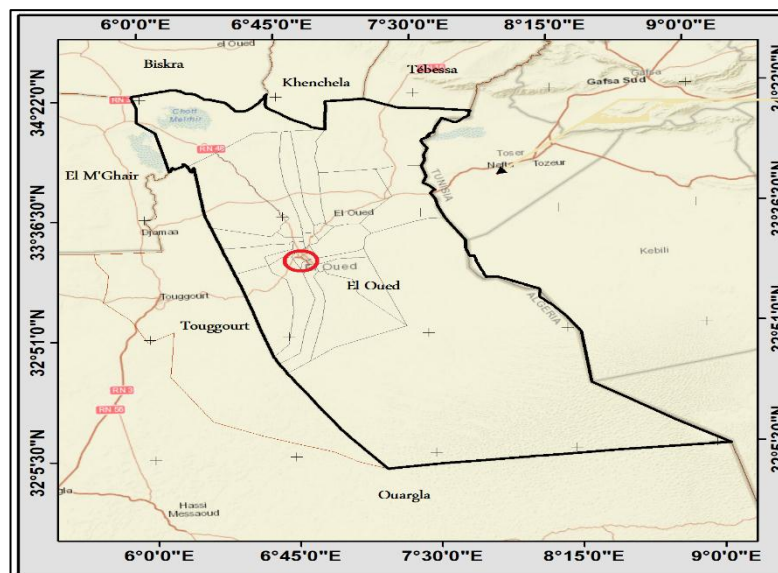
### IV.2.1. Objectifs de l'étude

La présente étude est menée dans le but de déterminer les caractéristiques phytochimiques des composants bioactifs ayant des effets toxiques (les polyphénols, les flavonoïdes, les tanins, les saponines et les alcaloïdes) des extraits d'hexane, de dichlorométhane, de méthanol et aqueux issus des feuilles et d'écorce de tige de *Ziziphus spina-christi*, et ensuite d'évaluer le potentiel insecticide de ces extraits afin de sélectionner les extraits les plus efficaces en tant que bioinsecticides puissants contre le puceron *Aphis fabae*.

## IV.2.2. Matériels de l'étude

### IV.2.2.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé pour cette étude est les feuilles et l'écorce de tige de *Ziziphus spina-christi* a été collectés en Octobre 2022 et en Juillet 2023, sur le campus de l'Université d'Oued Souf, Sud Este d'Algérie. Les coordonnées géographiques de la zone de récolte sont les suivantes : (33°23' 41.835" N) (6°51' 28.648" E). La plante a été identifiée taxonomiquement par M. Youcef Halis spécialiste du Centre de Recherche Scientifique et Technique sur les Régions Arides (CRSTRA) de Touggourt- Algérie. Les feuilles et l'écorce de la tige ont été lavés à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée, puis séchés à l'air libre à température ambiante pendant 10 jours et réduites en poudre à l'aide d'un broyeur électrique. Ils ont été ensuite tamisés avec un maillage de 2 mm et conservées dans un récipient en verre et hermétique en vue d'une utilisation ultérieure.



**Figure IV.3 :** Lieu de récolte des feuilles et d'écorce de tige de *Ziziphus spina-christi*.

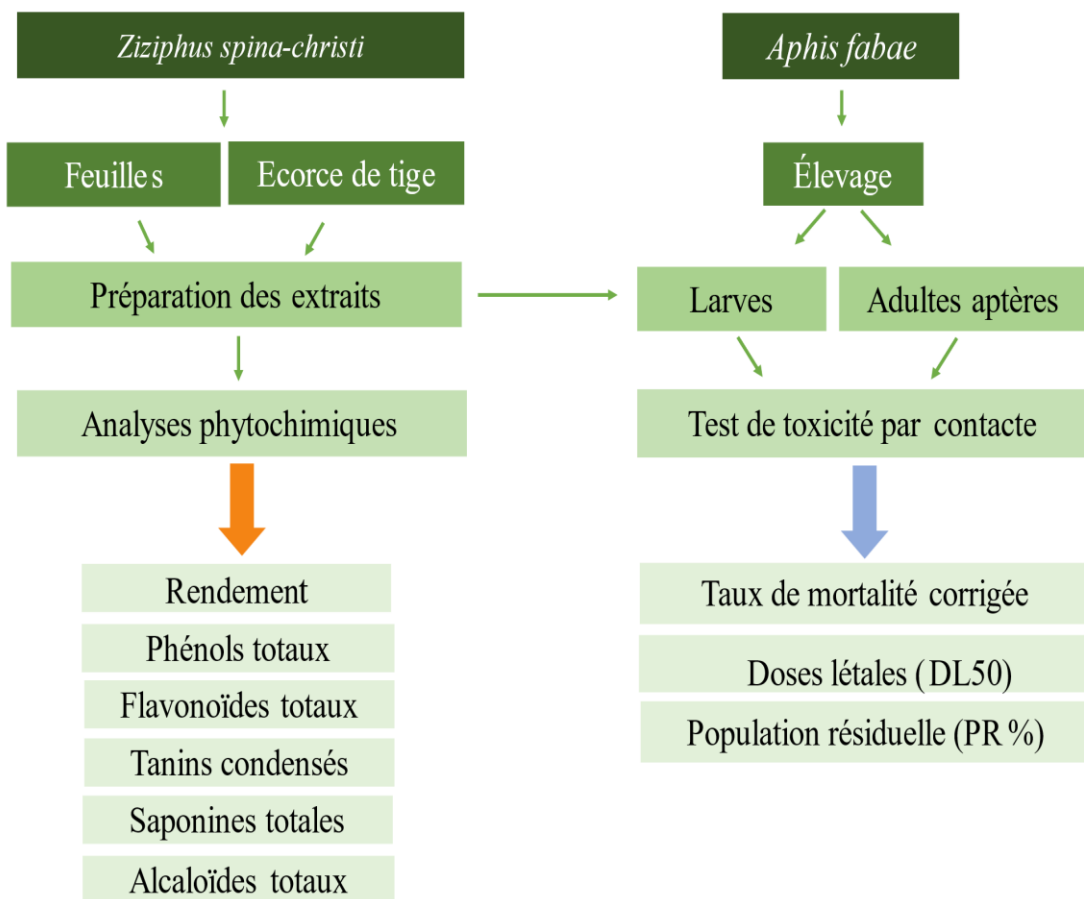
### IV.2.2.2. Les insectes

Les pucerons de cette étude sont les adultes et les larves d'*Aphis fabae* Scopoli ont été collecté à la fin du mois de Janvier 2024 dans la culture de plants de fèves (*Vicia faba* L.), sur les champs de la commune de Hassani Abdelkrim de la Wilaya d'El-Oued (sud-est de l'Algérie).



**Figure IV.4 :** Plantes d'une culture de fève infestées par les pucerons d'*Aphis fabae* (Originale, 2024).

### IV.2.3. Méthodes



**Figure IV.5 :** Schéma représentant la méthodologie de l'étude expérimental.

- Objectif 1 : Déterminer les caractéristiques phytochimiques des composants bioactifs.
- Objectif 2 : Evaluation de l'activité insecticide des extraits.

### **IV.2.3.1. Caractérisations chimiques de plante étudiée**

#### **IV.2.3.1.1. Extraction des métabolites secondaires**

La matière végétale a été extraite par solvants à différentes polarités selon le protocole de Chaouche et al. (2015) avec quelques modifications. Dix gammes de poudre végétale a été macéré successivement dans *n*-hexane (100 ml), du dichlorométhane (100 ml), du méthanol (100 ml) et de l'eau distillée (100 ml), pendant 24 h à température ambiante avec une agitation magnétique. Chaque solvant a été filtré sur papier filtre Whatman et par la suite les filtrats obtenus ont été concentré sous vide par évaporation à une température ne dépassant pas 45 °C. Ensuite, transféré dans un flacon d'échantillon et stocké à 4 °C à l'obscurité jusqu'à l'utilisation.

#### **IV.2.3.1.2. Détermination du rendement d'extraction**

Le pourcentage de rendement a été calculé à partir de la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = [P1 - P2/P3] \times 100$$

Où :

P1 : poids après évaporation ;

P2 : poids du récipient vide avant évaporation ;

P3 : poids de la matière végétale sèche de départ.

#### **IV.2.3.1.3. Analyse quantitative des métabolites secondaires**

##### **IV.2.3.1.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux**

Le contenu phénolique total des différents extraits a été estimé par la méthode de Folin-Ciocalteu d'après (Singleton et al., 1999; Slinkard & Singleton, 1977).

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène.

- **Mise en œuvre pratique**

Une prise de 125  $\mu$ L de chaque extrait a été mélangée à 500  $\mu$ L d'eau distillé, puis 125  $\mu$ L du réactif de Folin-Ciocalteu sont ajoutés au mélange, après 3 minutes 1250  $\mu$ L d'une solution carbonate de sodium (2%) fraîchement préparée et 1 mL d'eau distillé ont été ajoutés au mélange. Le mélange réactionnel a été incubé à température ambiante et à l'obscurité pendant 90 minutes. L'absorbance de la couleur bleue obtenue a été mesurée à 765 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. L'acide gallique a été utilisé comme standard avec une gamme est également préparée à des concentrations allant de 0 à 0,5 mg/ mL.

La teneur phénolique total a été calculé comme la moyenne  $\pm$  SD (n=3 ; tous les échantillons ont été analysés en triple) et exprimée en milligrammes d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait de plante (mg EAG/g EP).

#### **IV.2.3.1.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux**

La teneur totale en flavonoïdes a été mesurée selon la méthode décrite par Turkoglu et al. (2007) avec quelques modifications.

- **Mise en œuvre pratique**

250  $\mu$ L de chaque extrait à analyser a été ajouté à 2550  $\mu$ L de méthanol (95 %), 0,1 mL de 1M de solution d'acétate et 0.1 mL de 10% nitrate d'aluminium. Après agitation, le mélange a été incubé dans l'obscurité à température ambiante pendant 40 minutes. L'absorbance a été mesurée à 415 nm, en utilisant une courbe d'étalonnage de la quercétine (gamme, 0 - 0,2 mg/mL).

La teneur totale en flavonoïdes a été calculée comme la moyenne  $\pm$  SD (n=3 ; tous les échantillons ont été analysés en triple) et exprimée en milligrammes d'équivalent quercétine par gramme d'extrait de plante (mg EQ/g EP).

#### **IV.2.3.1.3.3. Dosage des tanins condensés**

Le dosage des tanins condensés est réalisé pour les différents extraits selon la méthode de Hagerman (2002).

Le principe de ce dosage est basé sur la fixation du groupement aldéhydique de vanilline sur le carbone 6 du cycle A de la catéchine pour former un complexe chromophore rouge qui absorbe à 500 nm (Schofield et al., 2001).

• **Mise en œuvre pratique**

À 1 mL de chaque extrait ou de standard (préparé dans le méthanol) est ajouté 5mL du réactif d'analyse (2,5 mL de la solution de vanilline à 1% mélangée à 2,5 mL de la solution du HCl à 8% (8 ml HCl complétés à 100 mL avec du méthanol)), le mélange est vigoureusement agité. Après 1 min ; 5 mL de la solution HCl à 4% sont additionnée. Le mélange est ensuite introduit au bain marie à 30°C et laissés pendant 20 min. La lecture des absorbances est lue à 500 nm. Une courbe d'étalonnage établie par la catéchine servira à la quantification des tanins condensés (gamme,0 - 0,3 mg/mL).

La teneur en tanins condensés a été calculée comme la moyenne  $\pm$  SD (n=3 ; tous les échantillons ont été analysés en triple) et exprimée en milligrammes d'équivalent de catéchine par gramme d'extrait de plante (mg EC/g EP).

**IV.2.3.1.3.4. Dosage des saponines totales**

La procédure de dosage de l'acide vanilline-sulfurique rapportée par Hiai et al. (1976) avec quelques modifications.

• **Mise en œuvre pratique**

À 0.5 mL de solution d'échantillon, on a ajouté 0,5 mL de solution de vanilline à 8%(w/v) :800 mg de vanilline ont été dissous dans 10 mL d'éthanol à 99,5%(v/v) préparé fraîchement, puis 5 mL d'acide sulfurique 72% (v/v) ont été ajouté sur la paroi intérieure de tube. Le mélange a été chauffé dans un bain-marie à 60°C pendant 10 minutes, puis les tubes ont été refroidi dans bain d'eau glacée pendant 3 à 4 minutes. L'absorbance mesurée à 544 nm par rapport au blanc réactif. Le diosgénine a été utilisé comme standard avec une gamme est également préparée à des concentrations allant de 0 à 0.1 mg/ mL.

La teneur en saponine total a été calculé comme la moyenne  $\pm$  SD (n=3 ; tous les échantillons ont été analysés en triple) et exprimée en milligrammes d'équivalent de diosgénine par gramme d'extrait de plante (mg ED/g EP).

**IV.2.3.1.3.5. Quantification des alcaloïdes totaux**

La détermination gravimétrique des alcaloïdes suit la procédure proposée par Harborne (1998) avec quelques modifications.

- **Mise en œuvre pratique**

Environ 5 g de poudre de feuilles et d'écorce de tige sèches de *Z. spina-christi* été dispersés dans 50 mL d'acide acétique à 10% dans le méthanol. La suspension a été agitée dans un incubateur secousse à 120 tours/minute à température 30°C, puis a été laissée au repos pendant 4 heures. La suspension a été filtré à l'aide de papier filtre et le filtra a été évaporé jusqu'à  $\frac{1}{4}$  de son volume d'origine à l'aide d'une plaque chauffante. De l'hydroxyde d'ammonium concentré 30% a été ajouté goutte à goutte pour précipiter les alcaloïdes de filtrat. A papier filtre pré-pesé, on a été filtré le précipité et ensuit été lavé avec une solution d'hydroxyde d'ammonium 1%. Le papier filtre contenant les alcaloïdes a été séché et repesé, son teneur est déterminé par la différence entre les poids de papier filtres et exprimé en mg/g de poids sec.

#### IV.2.3.2. Elevage d'*Aphis fabae*

Les pucerons ont été élevés selon la méthode de Salari et al. (2010) avec quelques modifications. Le puceron *A. fabae* a été maintenue en laboratoire en utilisant comme hôtes des plants de fève infestés a été placées dans des bacs en plastique de 45×33×19 cm, couvercle en papier films alimentaire étirable avec des trous maillés pour permettre l'échange d'aire (Figure IV.6), a été élevée dans des conditions de chambre de croissance de  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  de température,  $60 \pm 10\%$  d'humidité relative et une photopériode de 16:8 h (L:D) de lumière artificielle à une intensité d'environ 4000 lux.



**Figure IV.6 :** Bac en plastique pour l'élevage des pucerons d'*Aphis fabae* (Originale, 2024).

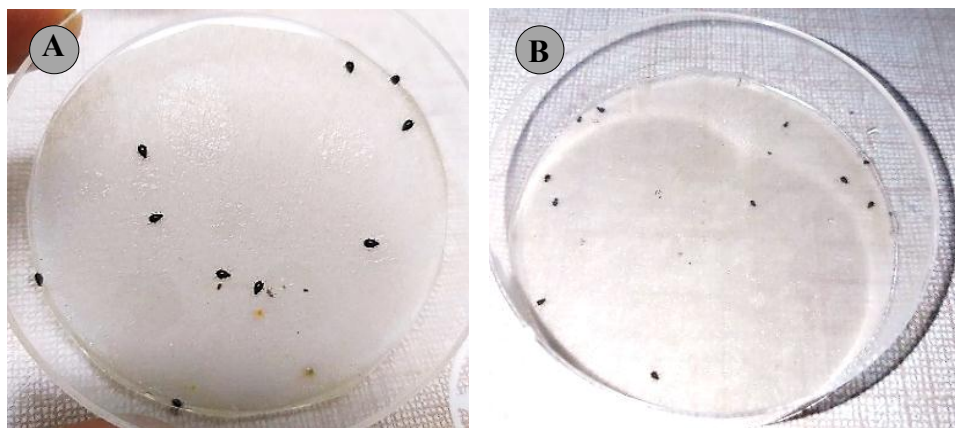
### IV.2.3.3. Evaluation *in vitro* de l'effet insecticide des extraits de plante sur *Aphis fabae*

#### IV.2.3.3.1. Bio essai de l'activité insecticide

A partir de différents extraits qui ont obtenu, une gamme de traitements expérimentaux de quatre concentrations de 60, 30, 15, 7.5 mg/mL de chaque extrait étaient préparés avec la solution de sulfoxyde de diméthyle (DMSO)10%. De méthodes de toxicité par contact a été adoptées pour examiner l'activité insecticide de chaque extrait contre les larves et les adultes d'*Aphis fabae* selon le protocole de Pascual-Villalobos and Robledo Miras (1999) avec quelques modifications.

##### • Mise en œuvre pratique

Un aliquote de 250 uL de chaque concentration de chaque extrait ont été appliquées sur des disques de papier filtre séparés dans des plaques de Petri (4,5 × 0,5 cm), et on a été laissé les pendant 3 à 5 minutes pour absorber les aliquotes. 10 insectes sains et actifs de même taille et de même âge pour les larves comme les adultes ont été placés dans chaque plaque à l'aide d'un pinceau propre. Un contrôle négatif a été préparé avec la solution (DMSO)10%. Cinq répétitions pour chaque concentration et pour traitement de contrôle ont été incluses. Les plaques ont ensuite été placées dans une chambre de croissance à 25±1°C, 60 ±10% d'humidité relative et une photopériode de 16:8 (L:D).



**Figure IV.7 :** Dispositif expérimental de bio-essai de l'activité insecticide. Adultes aptères traités : A ; larves traitées : B.

#### IV.2.3.3.2. Détermination de taux de mortalité corrigée

La mortalité de larves et d'adultes d'*Aphis fabae* ont été observées et enregistrées après 48 heures depuis le début de l'exposition aux traitements. Les données de mortalité observées ont été corrigées en fonction de la mortalité des témoins à l'aide de la formule d'Abbott (Abbott, 1925) :

$$Ma (\%) = [(Mt - Mc)/(100 - Mc)] \times 100$$

Ma : mortalité corrigée (%).

Mt : mortalité dans le traitement (%).

Mc : mortalité dans le contrôle (%).

#### IV.2.3.3.3. Détermination les doses létales (DL<sub>50</sub>)

Les doses létales 50 sont déterminés 48 heures après traitement, elles sont calculées en transformant les doses utilisées en logarithme décimaux et les valeurs de pourcentage de mortalité corrigée en Probit. Les valeurs de DL<sub>50</sub> sont déterminées à partir des droites de régression Probit :  $f(\log \text{ dose})$  à l'aide de programme (IBM SPSS Statistiques V27.0.1) (Sakuma, 1998).

#### IV.2.3.3.4. Détermination des pourcentages de population résiduelle (PR%)

L'efficacité de toxicité des différents extraits appliqués a été révélée ainsi par l'estimation et la comparaison des populations résiduelles de pucerons (PR%). La population d'aphidien a été dénombrées après une exposition de 24, 48 et 72 heures en sondant doucement avec un pinceau fin et en observant la présence de mouvement de l'insecte.

Le pourcentage de populations résiduelles a été déterminé selon (Baba-Aissa et al., 2017):

$$PR (\%) = [(NFM)t / (NFM)c] \times 100$$

PR (%) : pourcentage de populations résiduelles.

(NFM)t : nombre des formes mobiles dans le traitement.

(NFM)c : nombre des formes mobiles dans le contrôle.

- Catégories de toxicité :

(PR>60%) : lorsque la molécule neutre ou légèrement toxique ;

(30% <PR <60%) : lorsque la molécule moyennement toxique ;

(PR <30%) : lorsque la molécule toxique.

#### **IV.2.3.4. Traitement statistique des résultats**

Tous les tests statistiques ont été effectués à l'aide de (IBM SPSS Statistics V27.0.1) à un niveau de signification de 0,05, et à intervalle de confiance de 95%.

Le test (MANOVA) a été utilisé pour analyser et comparer les teneurs en polyphénols, en flavonoïdes, en tanins et en saponines entre les différents extraits suivis de test de comparaison multiple (Tukey). Le test t de Student a été utilisé pour analyser et comparer les teneurs en alcaloïde des feuilles et d'écorce de tige de la plante. Les effets des extraits sur la mortalité ont été analysés et comparés par l'analyse de variance à sens unique (ANOVA) suivis par le test (Tukey). Les données de pourcentage de population résiduelle (PR%) ont été soumises à une analyse de variance à sens unique (ANOVA), suivie d'un test de comparaison multiple (Tukey) afin de comparer l'effet de toxicité causée par les différents extraits. Les données relatives à pourcentage de population résiduelle (PR%) et le temps d'exposition ont été soumises à une analyse en utilisant le test non paramétrique (Kruskal-Wallis) pour déterminer la signification d'effet de temps d'exposition sur la capacité insecticide des extraits.

## *Chapitre V*

---

### *Résultats et discussion*

## **Chapitre V : résultats et discussion**

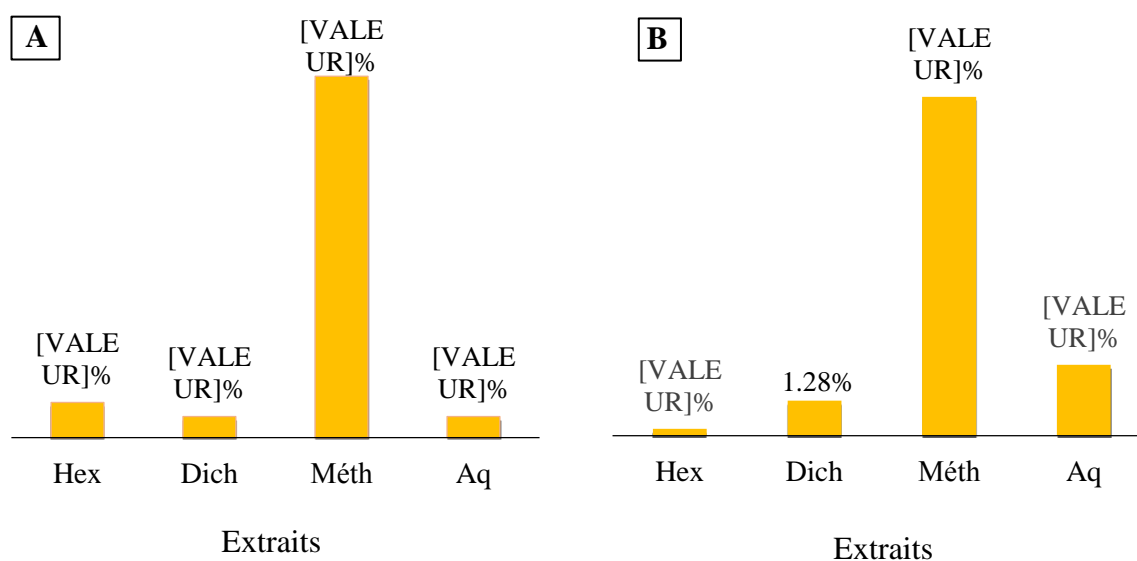
### **V.1. Caractéristiques chimiques des parties étudiées**

#### **V.1.1. Rendement d'extraction**

Le rendement de l'extraction pour les extraits de chaque partie de plante est mentionné dans la figure V.1. L'extraction des métabolites secondaires par la méthode de macération a été utilisée pour minimiser la dégradation des composés bioactifs en préservant leurs bioactivités.

Les résultats obtenus montrent que le rendement d'extrait de méthanol était plus élevé par rapport à celui observé pour les autres extraits, suivi de l'extrait d'hexane et dichlorométhane et aqueux dans les feuilles (Figure V.1.A). De même dans l'écorce de tige, l'extrait de méthanol a été représenté le taux de rendement le plus élevé, suivi de l'extrait aqueux, de dichlorométhane et d'hexane (Figure V.1.B). Ces résultats indiquent que le taux de rendement varie en fonction de type de solvant en concernant leur polarité, c'est-à-dire que le rendement d'extraction augmente selon le degré croissant de polarité des solvant utilisés. Ça peut justifier par la forte capacité de solubilité des métabolites secondaires dans les solvants polaires.

Selon nos résultats, les taux de rendements des extraits de méthanol et d'hexane des feuilles : 17% et 1.66% étaient supérieurs comparativement à ceux observés chez l'écorce de tige avec des valeurs de 12.4% et 0.25% successivement (Figure V.1. A, B). Ces résultats montrent ainsi que la variation de rendement s'accorde également avec la partie extraite de la plante, ce qui signifie que la teneur en nutriment secondaire extraite varie d'une partie à l'autre de la même plante.



**Figure V.1 :** Rendement en (%) des extraits de *Z. spina-christi*. Rendement des feuilles : A; Rendement d'écorce de tige : B. Hex : Extrait d'hexane, Dich : Extrait de dichlorométhane, Méth : Extrait de méthanol, Aq : Extrait aqueux.

En général, le rendement de l'extraction dépend du type de solvant utilisé, le temps d'extraction, la température, le rapport échantillon/solvant ainsi que de la composition chimique et des caractéristiques physiques des échantillons (Dai & Mumper, 2010).

La composition chimique et le rendement de leur extraction des différentes espèces sont influencés par l'espèce botanique, le chémotype (Setzer & Haber, 2007), l'origine et les facteurs extrinsèques tel température, nature du sol, ensoleillement, altitude, pratiques culturales (Wichtl & Anton, 1999), l'organe végétal, l'âge de la plante, le cycle végétatif, la période de récolte, la durée et des conditions de conservation et de la sélection (Angioni et al., 2006), et par le procédé et la cinétique du processus d'extraction (Randrianarivelo, 2010).

La comparaison des résultats de rendement avec les résultats des études antérieures n'est pas facile, à cause de l'intervention de certains facteurs qui agissent sur le rendement, comme les conditions et la méthode d'extraction, de l'espèce et l'origine géographique de la plante, des conditions et de la durée du stockage et de la période de la récolte (Chaouche et al., 2014).

## V.1.2. Analyse quantitative des métabolites secondaires

### V.1.2.1. Quantification de teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux, tanins condensés, et saponines totales

Les résultats obtenus ont montré que la teneur totale en phénols, flavonoïdes, tanins condensés et en saponines varie d'une partie à l'autre et d'un extrait à l'autre (Tableau V.1).

L'analyse de test MANOVA a montré une différence très hautement significative ( $P = 0.001 : ***$ ) entre les différents extraits en teneurs totales en phénols, flavonoïdes, tanin condensé et saponines à la fois chez les feuilles comme chez l'écorce de tige de *Z. spina-christi*, c'est-à-dire qu'il y a un effet très hautement significatif des types de solvant sur la quantité de nutriments secondaires extraites, cela dépend de leur degré de polarité.

Les résultats de la présente étude montrent que l'extrait de méthanol de feuilles de *Z. spina-christi*, est très riche en phénols et saponines que les autres extraits, car il représente des teneurs très importantes qui sont successivement de  $58.27 \pm 0.618$  mg EAG/g ES et  $320.93 \pm 1.475$  mg ED/g ES. En revanche, l'extrait de dichlorométhane représente les valeurs les plus faibles en phénols, tanins et saponines que celles trouvées dans les autres extraits qui sont successivement de  $8.49 \pm 0.974$  mg EAG/g ES,  $0.002 \pm 0.0005$  mg EC/g ES et de  $23.83 \pm 1.552$  mg ED/g ES (Tableau V.1).

En accorde Ermias et al. (2011) et Alhassan et al. (2019) ont trouvé que des stéroïdes, des flavonoïdes, des tanins, des lipides, des anthraquinones, des saponines et des alcaloïdes sont présents dans les extraits des feuilles de *Z. spina-christi*.

Concernant l'extrait de méthanol d'écorce de la tige de *Z. spina-christi*, il est également très riche en nutriments secondaires, car il représente les valeurs les plus élevées en phénols, flavonoïdes, tanins et en saponines qui sont successivement  $185.96 \pm 1.254$  mg EAG/g ES,  $8.92 \pm 0.319$  mg EQ/g ES,  $0.014 \pm 0.0002$  mg EC/g ES et  $662.47 \pm 4.838$  mg ED/g ES qui sont presque 2 ou 3 fois plus élevé que celles observé dans l'extrait aqueux. En revanche, les extraits d'hexane et de dichlorométhane présentent des valeurs très faibles correspondant à moins de 15% de celles trouvées dans l'extrait de méthanol (Tableau V.1).

Les contenus phytochimiques des différents extraits varient en fonction du solvant utilisé et de sa polarité qui jouerait un rôle clé dans l'augmentation de la solubilité de ces composants (El Maaiden et al., 2019).

Des études phytochimiques antérieures sur l'écorce de la tige de *Z. spina-christi* ont révélé l'existence d'alcaloïdes, de flavonoïdes, de stérols, de tanins et de triterpénoïdes, de saponines, et cette partie de plante a été signalée pour ses activités antimicrobiennes et cytotoxiques (Ads et al., 2017, 2018). Des criblages phytochimiques préliminaires réalisés par (Adzu et al., 2003) montrèrent une présence des tannins et des saponines dans l'extrait de méthanol de l'écorce de la tige.

En ce qui concerne la teneur des extraits en saponines, elles représentent la composante la plus abondante comparativement aux autres composants phytochimiques dans les feuilles et l'écorce de tige de *Z. spina-christi* (Tableau V.1). L'étude d'Albalawi (2021) a confirmé la présence de grandes quantités de saponine dans les feuilles. L'analyse phytochimique de l'extrait éthanolique d'écorce de tige a montré une présence abondante de saponine (Taghipour et al., 2020).

**Tableau V.1:** Teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux, tanins condensés, et saponines totales dans les feuilles et l'écorce de tige de *Z. spina-christi*.

Extraits	Feuilles			
	TTP <sup>A</sup>	TTF <sup>B</sup>	TTC <sup>C</sup>	TTS <sup>D</sup>
Hex	11.86 ± 0.945 <sup>bc</sup>	28.62 ± 0.603 <sup>a</sup>	0.012 ± 0.0002 <sup>a</sup>	49.11 ± 1.215 <sup>b</sup>
Dich	8.49 ± 0.974 <sup>c</sup>	5.69 ± 0.654 <sup>d</sup>	0.002 ± 0.0005 <sup>c</sup>	23.83 ± 1.552 <sup>d</sup>
Méth	58.27 ± 0.618 <sup>a</sup>	20.04 ± 0.998 <sup>b</sup>	0.002 ± 0.0001 <sup>c</sup>	320.93 ± 1.475 <sup>a</sup>
Aq	12.82 ± 2.473 <sup>b</sup>	11.78 ± 0.524 <sup>c</sup>	0.005 ± 0.0001 <sup>b</sup>	41.22 ± 2.383 <sup>c</sup>
Extraits	Ecorce de tige			
	TTP <sup>A</sup>	TTF <sup>B</sup>	TTC <sup>B</sup>	TTS <sup>C</sup>
Hex	10.07 ± 0.238 <sup>c</sup>	2.87 ± 0.479 <sup>c</sup>	0.005 ± 0.0003 <sup>b</sup>	3.05 ± 2.383 <sup>d</sup>
Dich	1.75 ± 0.357 <sup>d</sup>	0.61 ± 0.079 <sup>d</sup>	-	92.43 ± 2.178 <sup>c</sup>
Méth	185.96 ± 1.254 <sup>a</sup>	8.92 ± 0.319 <sup>a</sup>	0.014 ± 0.0002 <sup>a</sup>	662.47 ± 4.838 <sup>a</sup>
Aq	72.09 ± 0.545 <sup>b</sup>	5.50 ± 0.138 <sup>b</sup>	0.001 ± 0.0001 <sup>c</sup>	205.95 ± 2.011 <sup>b</sup>

Les données sont exprimées en moyenne ± SD de trois répétitions. Les différentes lettres (a, b, c, d, ab) dans la même colonne indiquent une différence hautement significative (P = 0,001 : \*\*\*).

<sup>A</sup> Teneur totale en polyphénols est exprimée en milligrammes d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait sec (mg EAG/g ES).

<sup>B</sup> Teneur totale en flavonoïdes est exprimée en milligrammes d'équivalent quercétine par gramme d'extrait sec (mg EQ/g ES).

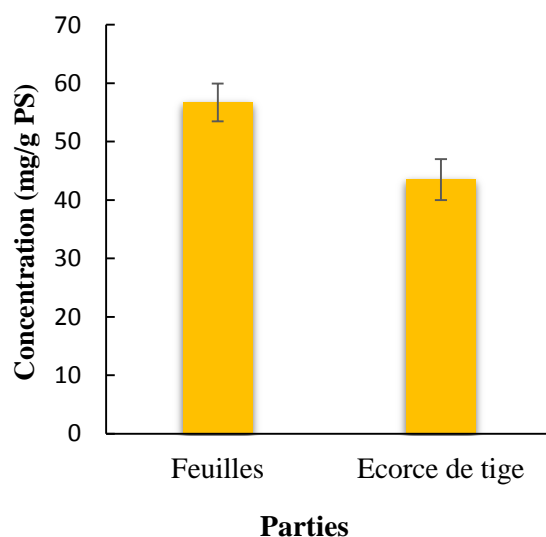
<sup>C</sup> Teneur en tanins condensés est exprimée en milligrammes d'équivalent catéchine par gramme d'extrait sec (mg EC/g ES).

<sup>D</sup> Teneur totale en saponines est exprimée en milligrammes d'équivalent diosgénine par gramme d'extrait sec (mg ED/g ES).

### V.1.2.2. Quantification de teneurs en alcaloïdes

L'analyse de test *t* a révélé une différence hautement significative ( $P = 0.009 : **$ ) entre les concentrations d'alcaloïdes dans les feuilles et l'écorce de tige de la plante (Figure V.2), ce qui signifie que la teneur d'alcaloïde varie significativement d'une partie à une autre dans la même plante. L'écorce de la tige contient une quantité d'alcaloïdes moins que celle trouvée dans les feuilles avec une valeur de  $43.50 \pm 3.50$  mg/g PS. La répartition des saponines entre les différentes parties dépend de l'âge de la plante (Kharkwal et al., 2012).

Les feuilles représentent également une valeur de  $56.70 \pm 3.245$  mg/g PS, elle est plus élevée par rapport à celle trouvée précédemment par (Khaleel, 2018). Les substances phytochimiques sont beaucoup plus sensibles à l'environnement (Azwanida, 2015), elles varient selon les conditions environnementales (Vaidya et al., 2014).



**Figure V.2 :** Teneurs totales en alcaloïdes dans les feuilles et l'écorce de tige sèches de *Z. spina-christi*. Les valeurs sont exprimées en moyennes de trois répétitions pour chaque partie  $\pm$  SD. La signification statistique a été calculée avec le test *t* à un seuil de 0.05. (Valeur  $p = 0.009$  : \*\*).

## V.2. Evaluation de l'effet insecticide des extraits

### V.2.1. Estimation de taux de mortalité corrigée

Le tableau V.2, représente le taux de mortalité des larves et des adultes aptères d'*A. fabae* a été enregistré après 48 heures d'exposition aux différents extraits des feuilles et d'écorce de tige de *Z. spina-christi* et aux différentes concentrations qui ont été appliquées par contact.

Le test ANOVA a signalé une différence statistiquement très hautement significative ( $P < 0.001$  : \*\*\*) entre les différentes concentrations aux extraits des feuilles et d'écorce de tige de la plante sur les taux de mortalité pour les larves et les adultes (Tableau V.2), c'est-à-dire qu'il y a un effet de manière très hautement significatif des concentrations des extraits sur les taux de mortalité chez les larves comme chez les adultes d'*A. fabae*. Les résultats de (Imran et al., 2021; Rahman et al., 2007) indiquent que le taux de mortalité était directement proportionnel à la concentration d'extrait. Cela signifie que plus la concentration de traitement est augmentée, plus le taux de mortalité est élevé.

En outre, selon le test Tukey, des valeurs de mortalité significatives ont été enregistrées sur les larves et les adultes qui ont été traités aux concentrations élevées (60 et 30 mg/mL) comparativement aux effets des traitements de (15 et 7.5 mg/mL) qui sont la plupart faibles (moins de 30% de taux de mortalité).

À partir des résultats obtenus (Tableau V.2), on peut bien observer que pour les feuilles, l'extrait de méthanol a été montré un effet de mortalité plus important chez les larves et les adultes aptères que les autres extraits avec des taux de mortalité des larves de  $89.411 \pm 9.66\%$

à concentration de 60 mg/mL et de  $68.235 \pm 7.89\%$  à concentration de 30 mg/mL, et pour les adultes de  $(81.538 \pm 10.32\%$  à 60 mg/mL et de  $67.692 \pm 5.16\%$  à 30 mg/mL, suivi de l'extrait aqueux avec un taux de mortalité de  $71.76 \pm 9.66\%$  à 60 mg/mL et de  $43.53 \pm 7.89\%$  à 30 mg/mL pour les larves, et de  $67.69 \pm 5.16\%$  à 60 mg/mL et de  $42.31 \pm 14.13\%$  à 30 mg/mL pour les adultes. Alors que les extraits d'hexane et de dichlorométhane ont été représentés par les taux de mortalité les plus faibles. L'extrait d'hexane a révélé une mortalité de  $61.17 \pm 7.89\%$  à 60 mg/mL et de  $40 \pm 9.66\%$  à 30 mg/mL pour les larves, et de  $53.85 \pm 8.15\%$  à 60 mg/mL et de  $28.46 \pm 5.16\%$  à 30 mg/mL pour les adultes. La mortalité d'extrait de dichlorométhane qui était enregistrée est de  $61.18 \pm 7.89\%$  à 60 mg/mL et de  $54.12 \pm 9.66\%$  à 30 mg/mL pour les adultes, et de  $51.54 \pm 5.15\%$  à 60 mg/mL et de  $35.39 \pm 6.31\%$  à 30 mg/mL pour les adultes.

De plus, l'extrait de méthanol d'écorce de tige a également montré la mortalité la plus élevée chez les larves que les adultes aptères par rapport aux autres extraits avec un taux de  $89.40 \pm 9.66\%$  à concentration de 60 mg/mL et de  $68.23 \pm 7.89\%$  à concentration de 30 mg/mL pour les larves, et chez les adultes avec des valeurs de  $81.54 \pm 6.31\%$  à 60 mg/mL et de  $58.45 \pm 10.32\%$  à 30 mg/mL, suivi des extraits d'hexane et aqueux qui ont révélé un effet similaire. Le taux de mortalité d'hexane a été enregistré avec des valeurs de  $75.29 \pm 9.66\%$  et de  $54.12 \pm 9.66\%$  à 60 et 30 mg/mL de concentration successivement pour les larves, et de  $53.85 \pm 8.15\%$  et de  $35.37 \pm 6.31\%$  à 60 et 30 mg/mL de concentration successivement pour les adultes. De même effet de mortalité d'extrait aqueux que nous avons bien observé avec des valeurs de  $75.28 \pm 9.66\%$  à 60 mg/mL et de  $50.59 \pm 7.89\%$  à 30 mg/mL chez les larves, et pour les adultes avec des taux de  $60.77 \pm 10.32\%$  à 60 mg/mL et de  $37.68 \pm 10.32\%$  à 30 mg/mL. Tandis que l'extrait de dichlorométhane a été présenté avec la mortalité la plus faible ( $54.12 \pm 15.78\%$  à 60 mg/mL et de  $25.87 \pm 7.89\%$  à 30 mg/mL chez les larves) et ( $51.54 \pm 12.63\%$  à 60 mg/mL et de  $21.52 \pm 12.63\%$  à 30 mg/mL chez les adultes) (Tableau V.2).

**Tableau V.2 :** Taux de mortalité des larves et des adultes aptères d'*Aphis fabae* exposés aux extraits des feuilles et d'écorce de tige après 48 heures d'exposition.

Taux de mortalité d'extraits des feuilles (%)								
Concentration (mg/mL)	Hex		Dich		Méth		Aq	
	Larves	Adultes	Larves	Adultes	Larves	Adultes	Larves	Adultes
60	61.17 ±7.89 a	53.85 ±8.15 a	61.18 ±7.89 a	51.54 ±5.15 a	89.41 ±9.66 a	81.54 ±10.32 a	71.76 ±9.66 a	67.69 ±5.16 a
30	40 ±9.66 b	28.46 ±5.16 b	54.12 ±9.66 a	35.39 ±6.31 b	68.23 ±7.89 b	67.69 ±5.16 b	43.53 ±7.89 b	42.31 ±14.13 b
15	25.88 ±7.89 bc	14.61 ±6.31c	18.82 ±9.66 b	14.62 ±6.31 c	36.47 ±9.66 c	33.08 ±5.16 c	36.47 ±9.66b c	26.15±10.32 bc
7.5	22.35 ±9.66 c	12.31 ±6.31c	15.29 ±7.89 b	10 ±5.15 c	25.88 ±14.76 c	14.61 ±6.31 d	22.35 ±9.66 c	12.31 ±6.31 c

Taux de mortalité d'extraits d'écorce de tige (%)								
Concentration (mg/mL)	Hex		Dich		Méth		Aq	
	Larves	Adultes	Larves	Adultes	Larves	Adultes	Larves	Adultes
60	75.29 ±9.66 a	53.85 ±8.15 a	54.12 ±15.78 a	51.54 ±12.63 a	89.40 ±9.66 a	81.54 ±6.31 a	75.28 ±9.66 a	60.77 ±10.32 a
30	54.12 ±9.66 b	35.37 ±6.31 b	25.87 ±7.89 b	21.52 ±12.63 b	68.23 ±7.89 b	58.45 ±10.32 b	50.59 ±7.89 b	37.68 ±10.32 b
15	25.88 ±7.89 c	21.54 ±5.16 c	18.81 ±9.66 b	12.31 ±6.31 b	57.63 ±9.66 b	37.68 ±6.31 c	29.40 ±12.47 c	21.52 ±12.63 bc
7.5	15.28 ±7.89 c	16.91 ±9.65 c	15.28 ±7.89 b	10 ±5.16 b	36.47 ±9.66 c	21.54 ±12.63 c	18.81 ±9.66 c	12.31 ±6.31 c

Les données sont exprimées en moyenne ± SD de cinq répétitions. Les lettres différentes (a, b, c, d, ab) sur une même colonne signifient une différence très hautement significative ( $P < 0,001$  : \*\*\*) par le test de Tukey pour un seuil de 0,05 entre les différents traitements sur les larves et les adultes.

Les principaux résultats de notre étude indiquent que l'effet de mortalité des extraits des feuilles et d'écorce de tige sur les larves et les adultes aptères d'*A. fabae* varie d'un extrait à l'autre en fonction de leur contenu en métabolites secondaires, aussi il est dû à la présence de différents composés chimiques actifs. Compte tenu de nos résultats sur la quantité des composés bioactifs dans les extraits les plus efficaces (l'extraits de méthanol des feuilles et d'écorce de tige), on peut confirmer leur activité insecticide à la présence des quantités importantes des composés phénoliques, des saponines et peut-être des alcaloïdes.

En général, les métabolites secondaires produits par les plantes ont un large spectre d'activité, leur action perturbe les processus cellulaires et physiologiques responsables du maintien de l'homéostasie, et peuvent provoquer des changements dans divers tissus et organes, ce qui peut finalement entraîner la mort (Chowański et al., 2016). Les flavonoïdes, les terpènes, les phénols, les alcaloïdes, les stérols, les cires, les graisses et les tanins etc, ils sont des composants qui défendent contre les pathogènes microbiens et les ravageurs invertébrés (Gottlieb, 1990; Wink & Schimmer, 2018).

En outre, diverses études ont considéré les composés phénoliques des plantes comme l'une des défenses les plus importantes contre les insectes (Barbehenn & Martin, 1994; Barbehenn et al., 1996; Henn, 1997). Les polyphénols peuvent être toxiques pour les insectes herbivores (Singh et al., 2021). Selon l'étude de Simmonds (2001), les flavonoïdes ont des effets insecticides. Margareth BC Gallo et leurs collègues montrent que les quercétines extraites de *Vitex polygama* sont des substances très actives entraînant une mortalité de 78 et 85 % contre les larves de *Spodoptera frugiperda* (Gallo et al., 2006).

Des études antérieures indiquant qu'il y a l'un des types de quercétine peut être un inhibiteur puissant de l'ATPase mitochondriale (Lang & Racker, 1974), des oxydases à fonction mixte (MFO) dépendantes du cytochrome P-450 (Mitchell et al., 1993) et des glutathion-S-transférases des larves de *S.frugiperda* (Yu & Abo-Elghar, 2000).

Concernant les saponines, de nombreux chercheurs ont prouvé les activités des saponines d'origine végétale avec un grand potentiel d'activités insecticides significatives en raison de leur nature toxique contre un nombre important d'insectes nuisibles (comme les pucerons, les coléoptères, les charançons, les cicadelles, les vers et les papillons de nuit... etc). Des études ont montré une mortalité et des activités cytotoxiques contre les insectes nuisibles testés. Les saponines affectent gravement le comportement, la physiologie et le métabolisme des pucerons et réduisent ainsi leurs populations sur les plantes (Singh & Kaur, 2018).

En outre, les alcaloïdes naturels de différentes classes chimiques ont des effets insecticides (Zhu et al., 2012; Kathuria et al., 2013; Chowański et al., 2016). Les composés bioactifs, tels que les alcaloïdes permis de lutter efficacement contre les insectes nuisibles (Fürstenberg-Hägg et al., 2013).

### V.2.2. Détermination des doses létales (DL<sub>50</sub>)

Les résultats des mortalités corrigées obtenus, ont permis d'estimer les valeurs des doses létales à 50% des larves et des adultes de ravageur de culture de fève *A. fabae* après 48 heure d'exposition de différents extraits des feuilles et d'écorce de tige de *Z. spina-christi*. Ces valeurs de DL<sub>50</sub> sont indiquées dans le tableau V.3.

Nous remarquons que la DL<sub>50</sub> varie d'extrait à autre, les valeurs les plus faibles qu'ont été enregistrés à l'égard des feuilles, étaient de l'extrait de méthanol avec un valeur de 17.747 mg/mL vis-à-vis des larves et de 21.819 mg/mL chez les adultes, suivi de l'extrait aqueux avec un valeur de 28.542 ; 35.109 mg/mL pour les larves et les adultes respectivement, suivi par l'extrait de dichlorométhane en valeur de DL<sub>50</sub> de 35.763 et 56.527 mg/mL chez les lares et les adultes respectivement. Alors que la valeur la plus élevée de DL<sub>50</sub> a été signalée par l'extrait d'hexane qui a représenté le DL<sub>50</sub> vis-à-vis les larves et les adultes de 41.5 et 60.774 mg/mL respectivement (Tableau V.3).

En ce qui concerne l'effet des extraits d'écorce de tige, l'extrait de méthanol a présenté la plus faible valeur de DL<sub>50</sub> pour les larves et les adultes : elle était respectivement de 12.377 et 21.312 mg/mL, suivi des extraits aqueux de 27.178 et 21.312 mg/mL et d'hexane à des valeurs de 27.599 et 55.722 mg/mL pour les larves et les adultes, tous respectivement. Tandis que l'extrait de dichlorométhane a révélé les valeurs les plus élevées en DL<sub>50</sub> étaient de 65.356 et 70.237 mg/mL chez les larves et les adultes respectivement (Tableau V.3).

**Tableau V.3 :** Valeurs DL<sub>50</sub> des différents extraits des feuilles et d'écorce de tige contre les larves et les adultes aptères d'*Aphis fabae* pour 48 heures d'exposition.

Partie de plante	Stade de développement	Extraits	DL <sub>50</sub> (mg/mL)	FL 95% (mg/mL)	Pente ± SE	χ <sup>2</sup> (ddl)	Valeur p
Feuilles	Larves	Hex	41.5	31.626 - 62.926	1.191 ± 0.199	2.591 (2)	0.274
		Dich	35.763	-	1.648 ± 0.209	7.390 (2)	0.025
		Méth	17.747	15.207- 20.530	2.135 ± 0.219	3.98 (2)	0.137
		Aq	28.542	23.065 - 36.930	1.39 ± 0.2	3.478 (2)	0.176
	Adultes	Hex	60.774	46.115 - 93.904	1.480 ± 0.218	3.805 (2)	0.149
		Dich	56.527	43.960 - 82.783	1.570 ± 0.221	1.423 (2)	0.491
		Méth	21.819	18.962 - 25.132	2.263 ± 0.221	1.979 (2)	0.372
		Aq	35.109	29.310 - 44.018	1.769 ± 0.214	0.506 (2)	0.776
Ecorce de tige	Larves	Hex	27.599	23.612 - 32.841	1.975 ± 0.214	1.294 (2)	0.425
		Dich	65.356	47.091 - 114.792	1.261 ± 0.210	5.504 (2)	0.064
		Méth	12.377	9.609 - 15.046	1.635 ± 0.211	2.201 (2)	0.333
		Aq	27.178	22.884 - 33.000	1.760 ± 0.208	1.476 (2)	0.478
	Adultes	Hex	55.722	40.89 - 93.786	1.212 ± 0.205	1.275 (2)	2.529
		Dich	70.237	-	1.549 ± 0.227	6.023 (2)	0.049
		Méth	21.312	18.02 - 25.219	1.850 ± 0.209	0.633 (2)	0.729
		Aq	43.467	35.095 - 58.508	1.611 ± 0.213	0.605 (2)	0.739

À partir de nos résultats, les plus faibles valeurs de DL<sub>50</sub> d'extrait de méthanol des feuilles et d'écorce de tige ont montré une forte toxicité par rapport aux autres extraits, ce qui explique la supériorité de ces extraits en tant qu'effet de toxicité comparativement à l'extrait aqueux. D'autre part, les valeurs les plus élevées de DL<sub>50</sub> de l'extrait d'hexane de feuilles et de dichlorométhane d'écorce de tige signifient leur faible toxicité à l'égard des larves et des adultes d'*A. fabae*. Compte tenu de nos résultats sur la quantité des composés bioactifs dans les différents extraits des feuilles et d'écorce de tige, on peut confirmer que leur forte ou faible toxicité dépend de l'abondance des quantités des composés phénoliques, des saponines et peut être des alcaloïdes.

À partir des résultats obtenus, on peut bien observer que les valeurs de  $DL_{50}$  vis-à-vis les larves d'*A. fabae* sont plus faibles par rapport à celles observées chez les adultes, ce qui démontre que les larves d'*A. fabae* sont plus sensibles que les adultes vis-à-vis aux extraits des feuilles et d'écorce de *Z. spina-christi*.

La faible toxicité des adultes peut être associée à de faibles capacités d'absorption et de pénétration des extraits dans la cuticule. La structure de la cuticule et le degré de sclérose des larves peuvent contrôler le degré de toxicité, parce que le tégument présente la première barrière de défense contre les agents xénobiotiques (Alberti & Coons, 1999; Tunaz & Uygun, 2004).

### V.2.3. Détermination des populations résiduelles (PR%)

La toxicité des extraits de feuilles et d'écorces de tiges de *Z. spina-christi* contre le puceron *A. fabae*, évaluée par le pourcentage de la population résiduelle (PR%) des larves et des adultes aptères, était très variable en fonction de multiples facteurs (Figures V.3 et V.4).

Nos résultats ont montré que les valeurs de PR% d'*A. fabae* variaient en fonction du type d'extrait, en particulier dans les concentrations les plus fortes. Les résultats du test ANOVA ont montré des différences hautement significatives ( $p < 0,01$  : \*\*) à très hautement significatives ( $p < 0,001$  : \*\*\*) entre les quatre extraits de *Z. spina-christi* (feuille et écorce de tige) lors des périodes d'exposition de 24 et 48 heures aux doses de 60, 30 et 15 mg/mL. En revanche, à la faible dose de 7,5 mg/mL, une différence significative ( $p < 0,05$  : \*) entre les types d'extraits de feuilles est apparue après 72 heures d'exposition à la fois chez les larves et les adultes, mais pour les extraits d'écorce de tige, ils ont été signalés après 48 heures d'exposition chez les larves.

En outre, les résultats du test de Tukey ont révélé la supériorité des extraits de feuilles et d'écorce de tige au méthanol sur les extraits d'eau, d'hexane et de dichlorométhane en termes d'efficacité toxique. En outre, le potentiel aphicide de l'extrait d'écorce de tige au méthanol était légèrement supérieur à celui enregistré dans l'extrait de feuille, à des valeurs de PR% inférieurs (Figures V.3 et V.4).

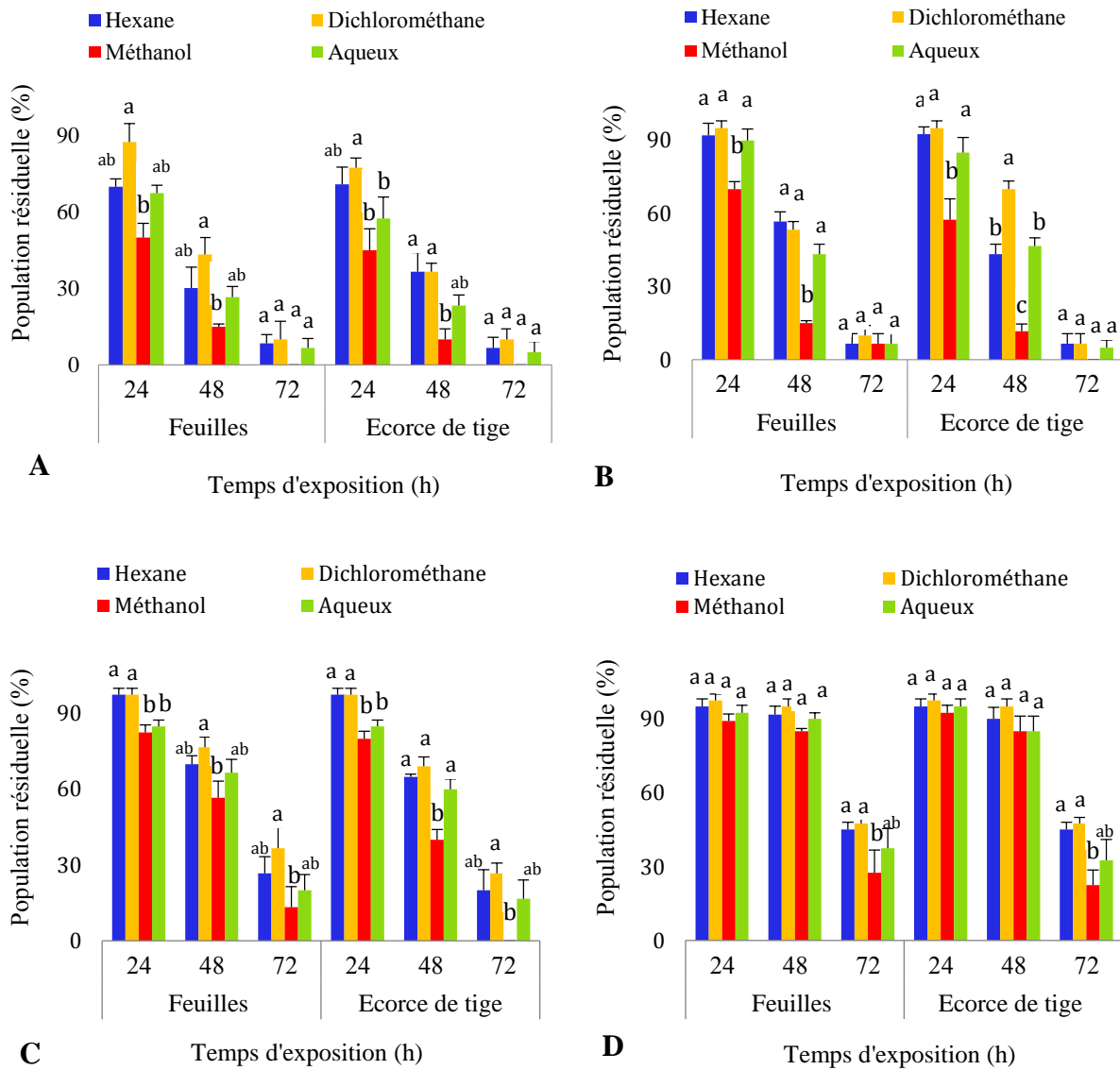
Les résultats de notre étude indiquent que le PR% d'*A. fabae* varie en fonction du temps d'exposition, les données du test de Kruskal-Wallis montrant également des différences au moins hautement significatives ( $p < 0,05$  : \*) entre les taux de PR% d'*A. fabae* en fonction de

la durée d'exposition (24, 48 et 72 h) aux extraits de feuilles et d'écorce de tige à toutes les concentrations.

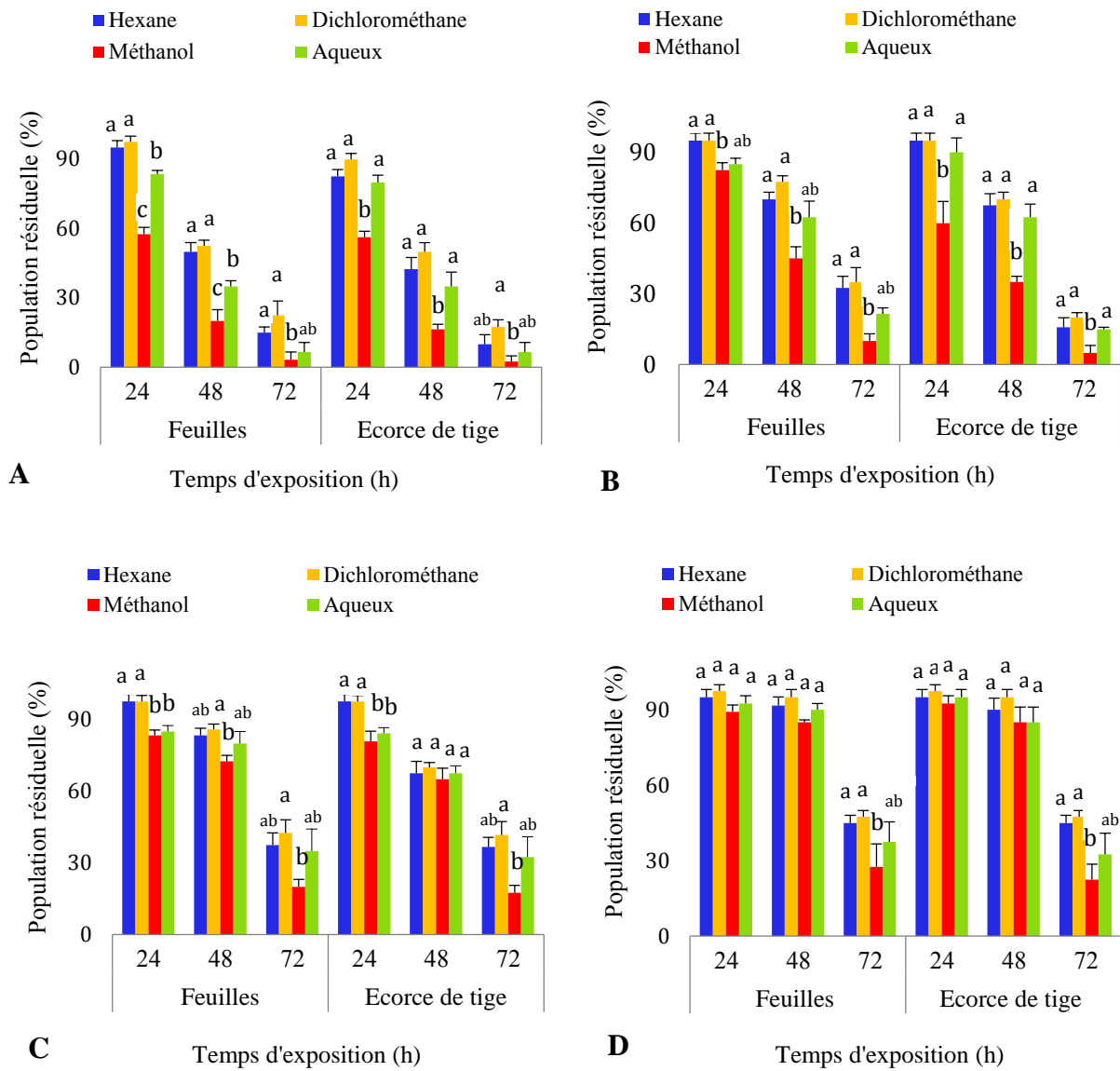
Le PR% des pucerons noirs varie également en fonction de leur stade de développement. L'effet insecticide des extraits était plus fort chez les larves que chez les adultes. De plus, le PR% des pucerons varie en fonction de la concentration de l'extrait. Les effets toxiques ont diminué avec la décroissance des doses utilisées. La concentration la plus élevée (60 mg/mL) s'est avérée la plus efficace pour atteindre les niveaux toxiques maximums que les concentrations plus faibles (30, 15 et 7,5 mg/mL) (Figures V.3 et V.4).

Considérant que l'extrait de méthanol est l'extrait le plus toxique, l'extrait de méthanol de feuilles à la concentration élevée (60 mg/mL), a provoqué une toxicité modérée (30% > PR >60%) initialement (après 24 h) et a évolué vers une toxicité élevée (PR <30 %) et précoce (après 48 h) et a atteint la valeur nulle après 72 h d'exposition sur les larves (Figure V.3). Cependant, pour les adultes (Figure V.4), l'extrait de méthanol a eu presque le même effet que celui observé sur les larves, mais avec des niveaux de PR % légèrement plus élevés. La concentration de 30 mg/mL a révélé une faible toxicité (PR >60 %) au début (après 24 h) et a évolué vers une toxicité élevée à partir de 48 h d'exposition chez les larves (Figure V.3). Chez les adultes, l'extrait de méthanol n'a atteint une toxicité élevée qu'au dernier stade (après 72 h d'exposition) (Figure V.4). L'effet toxique de la concentration de 15 mg/mL sur les larves n'a atteint une toxicité élevée qu'après 72 heures d'exposition (Figure V.3). Chez les adultes, il n'a pas atteint une toxicité élevée, même après 72 heures d'exposition (Figure V.4).

De plus, l'effet toxique de l'extrait méthanoïque d'écorce de tige à des concentrations (60, 30 mg/mL) était presque similaire à celui observé avec l'extrait de feuilles. Avec une concentration de 15 mg/mL, l'extrait de méthanol n'a atteint une toxicité élevée (PR <30 %) qu'après 72 h d'exposition chez les larves (Figure V.3). Cependant, chez les adultes, l'effet toxique est resté le même que chez les larves, mais avec un PR% légèrement plus élevé (Figure V.4). Pour la faible concentration (7,5 mg/mL), l'effet toxique était similaire à celui observé avec la concentration de 15 mg/mL chez les larves (Figure V.3). Chez les adultes, aucun effet hautement toxique n'a été observé, même après 72 h d'exposition (Figure V.4).



**Figure V.3** : Comparaison du pourcentage de population résiduelle de larves d'*Aphis fabae*. Concentrations : 60 mg/mL : (A), 30 mg/mL : (B), 15 mg/mL : (C), 7,5 mg/mL : (D) d'extraits de feuilles et d'écorce de tige de *Z. spina-christi* après 24, 48 et 72 heures d'exposition. Toutes les données sont exprimées en moyenne  $\pm$  SEM de cinq répétitions. Les barres avec la même lettre pour la même période ne sont pas significativement différentes ; test de Tukey à  $p = 0,05$ .



**Figure V.4 :** Comparaison du pourcentage de population résiduelle d'adultes aptères d'*Aphis fabae*. Concentrations : 60 mg/mL : (A), 30 mg/mL : (B), 15 mg/mL : (C), 7,5 mg/mL : (D) d'extraits de feuilles et d'écorce de tige de *Z. spina-christi* après 24, 48 et 72 heures d'exposition. Toutes les données sont exprimées en moyenne  $\pm$  SEM de cinq répétitions. Les barres avec la même lettre pour la même période ne sont pas significativement différentes ; test de Tukey à  $p = 0,05$ .

En raison des problèmes liés à l'utilisation de produits chimiques pour lutter contre les ravageurs, il est urgent d'introduire des produits naturels, principalement d'origine végétale, pour lutter contre les insectes ravageurs, en particulier *A. fabae*, l'un des principaux problèmes de la culture du haricot dans les régions du monde.

L'activité des biopesticides végétaux est basée sur l'action des métabolites secondaires, et ils sont utilisés comme alternatives pour protéger les plantes des parasites (Isman & Grieneisen, 2014; Benelli et al., 2016;), tels que les pucerons ravageurs (Smith et al., 2018).

Généralement, les bioinsecticides sont obtenus à partir d'extraits de plantes médicinales ou alimentaires industrielles et de produits qui présentent des risques minimes pour la santé et l'environnement (Isman, 2015; Pavela, 2017).

Nos résultats ont montré que les extraits de la plante médicinale *Z. spina-christi* ont des effets toxiques différents sur *A. fabae* en fonction du type de solvant, du temps d'exposition, du stade de développement du puceron et de la concentration.

Nos résultats indiquent que le type de solvant utilisé affecte significativement le taux de PR%. Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'activité insecticide des extraits de plantes diffère en fonction de leur degré de polarité concernant la teneur en composants actifs. Les solvants se diffusent dans la matière solide de la plante lors de l'extraction, solubilisant les composés polaires similaires, ils contiennent un mélange de métabolites secondaires de plantes médicinales, tels que des flavonoïdes, des glycosides, des alcaloïdes, des terpénoïdes et des lignanes (Handa et al., 2008).

Nos résultats démontrent le potentiel insecticide significatif des extraits de méthanol. Les extraits de méthanol présentent systématiquement l'effet toxique le plus élevé par rapport aux autres extraits (eau, hexane et dichlorométhane), en fonction de la dose. Cela n'indique qu'aucun des extraits d'eau, d'hexane et de dichlorométhane n'a tué *A. fabae* plus que les extraits à base de méthanol à toutes les concentrations. En raison de sa grande polarité, l'activité insecticide des extraits de méthanol peut être due à la présence des quantités importantes des métabolites secondaires bioactifs. Par conséquent, les extraits méthanoïques de feuilles et d'écorces de tiges de *Z. spina-christi* sont des bioinsecticides potentiels contre les pucerons.

En général, l'extrait méthanolique est le plus actif, offrant une extraction très efficace pour une gamme de composés bioactifs (Darah et al., 2013). L'effet aphicide supérieur des extraits méthanoliques pourrait être dû à la plus grande solubilité des composants secondaires

ou de nombreux métabolites végétaux volatils dans ce solvant, augmentant ainsi le pouvoir de ces extraits (Noureldeen et al., 2022). Ceci est en accord avec les études précédentes qui ont montré l'efficacité des extraits de méthanol de diverses espèces de plantes dans le contrôle des populations de pucerons. Shehawy et al. (2019) ont montré que l'extrait de méthanol de *Citrullus colocynthis* entraînait la plus forte mortalité d'*Aphis craccivora*, suivi de l'acétate d'éthyle et de l'éther de pétrole. Le même résultat a été observé par Ahmed et al. (2020) qui ont trouvé que la mortalité des extraits de méthanol de *Brevicoryne brassicae* L. (puceron du chou), dépassait celle des extraits d'éthanol et de chloroforme.

La toxicité de l'extrait méthanoïque d'écorce de tige était supérieure à celle des feuilles contre *A. fabae* d'après les valeurs PR%, ce qui indique que l'activité insecticide dépend du type de matériel végétal. Cette activité pourrait être attribuée à l'efficacité individuelle ou à l'action synergique des substances biologiques présentes dans les extraits de ces parties de plantes.

Nos résultats montrent que l'activité insecticide augmente avec le temps d'exposition. Ceci pourrait être attribué à l'interaction synergique de diverses substances bioactives à mesure que le temps d'exposition augmente.

En outre, l'action insecticide des extraits de méthanol était plus forte chez les larves que chez les adultes, ce qui suggère que leur sensibilité est plus élevée que celle des adultes. La structure des couches cuticulaires, en particulier la couche épicuticulaire, est essentielle pour les insectes car elles contrôlent les propriétés de la surface et constituent une barrière contre l'eau, les ions, les pesticides et les agents pathogènes (Locke, 1974; Neville, 2012).

La composition chimique de la couche épicuticulaire, en particulier les lipides, varie considérablement d'une larve à l'autre dans certains cas (Richards, 1978), il est possible que la sensibilité des larves soit due à leur forte capacité d'absorption et de pénétration des extraits à travers la cuticule. En revanche, la faible sensibilité des adultes en raison de leur faible capacités d'absorption et de pénétration des extraits dans la cuticule.

Il ressort de notre étude que l'activité insecticide diminue avec la baisse de la concentration des extraits végétaux. Imran et al. (2021) indiquent que le taux de mortalité est directement lié à la dose d'extrait, ce qui signifie que lorsque la dose d'extrait est réduite, l'effet de toxicité diminue, ce qui se traduit par une augmentation du taux de population résiduelle (PR%) d'*A. fabae*.



---

## *Conclusion et perspectives*

---

## Conclusion et perspectives

Les conséquences éco-toxicologiques, environnementales et sociales de l'utilisation généralisée des insecticides chimiques dans l'agriculture ont conduit les chercheurs à trouver des alternatives viables plus respectueuses de l'environnement que les synthétiques et l'utilisation d'insecticides à base d'extraits botaniques devient susciter un intérêt considérable.

Dans ce contexte, notre travail a été mené dans le cadre de l'étude phytochimique et l'évaluation de l'activité insecticide, *in vitro* des différents extraits obtenus de feuilles et d'écorce de tige de la plante médicinale *Ziziphus spina-christi*. Dans la présente thèse de doctorat, sur la base des résultats obtenus et rapportés, l'ensemble des objectifs susmentionnés ont été atteints.

Les résultats expriment que le pourcentage de rendement varie d'un extrait à l'autre selon le type de solvant utilisé. Le rendement d'extrait de méthanol était plus élevé par rapport à celui enregistré pour les autres extraits, suivi de l'extrait d'hexane et dichlorométhane et aqueux dans les feuilles. Pour l'écorce de tige, l'extrait de méthanol a été également représenté par le taux de rendement le plus élevé, suivi de l'extrait aqueux, de dichlorométhane et d'hexane. De plus, les résultats ont montré que le rendement varie en fonction de la partie de plante, les taux de rendements des extraits de méthanol et d'hexane des feuilles étaient supérieurs par rapport à ceux de l'écorce de tige.

Les résultats de l'analyse quantitative des métabolites secondaires de *Z. spina-christi* ont indiqué que les deux parties de la plante hébergent un contenu en composés bioactifs important et qui lui confère des propriétés biologiques intéressantes. Elle a révélé que le contenu en composés bioactifs des extraits de feuilles et d'écorce varie en fonction du degré de polarité des solvants utilisés. Les teneurs des extraits d'hexane, de dichlorométhane, de méthanol et aqueux en polyphénols, flavonoïdes, tanins et saponines s'avèrent plus importantes pour les extraits méthanoliques que pour les autres extraits, suivis de l'extrait aqueux. Les extraits de dichlorométhane des feuilles et les extraits d'hexane et de dichlorométhane d'écorce ont été marqués comme les extraits les plus pauvres en composés bioactifs. Par ailleurs, la teneur en alcaloïdes était plus intéressante pour les feuilles que pour l'écorce de tige.

Au vu des résultats obtenus lors de l'étude de l'activité insecticide des extraits de feuilles et d'écorce de tige contre les larves et les adultes aptères, les extraits de méthanol ont

présenté le taux de mortalité le plus élevé comparativement aux autres extraits, suivi de l'extrait aqueux chez les larves comme les adultes aptères. Les extraits d'hexane et de dichlorométhane ont révélé le plus faible taux de mortalité.

En ce qui concerne les valeurs de  $DL_{50}$ , les plus faibles valeurs qui ont été enregistrées à l'égard des feuilles et de l'écorce de tige, étaient de l'extrait méthanolique, suivi par l'extrait aqueux, puis l'extrait de dichlorométhane vis-à-vis les larves et les adultes. Alors que la valeur la plus élevée de  $DL_{50}$  a été signalée par l'extrait d'hexane vis-à-vis les larves et les adultes aptères.

Le pourcentage de population résiduelle a confirmé les résultats obtenus qui concernent le taux de mortalité et les valeurs de  $DL_{50}$ . Le PR% varie en fonction du type d'extrait, du temps d'exposition, du stade de développement du puceron et de la concentration. Nos résultats indiquent que le type d'extrait affecte de manière significative le taux de PR%. Les taux de la population résiduelle n'indiquent qu'aucun des extraits d'eau, d'hexane et de dichlorométhane n'a tué *A. fabae* plus que les extraits à base de méthanol à toutes les concentrations, ainsi que les résultats de PR% indiquent que l'extrait méthanoïque d'écorce de tige était supérieur à celui des feuilles contre *A. fabae*. Elles ont montré le développement d'activité insecticide des extraits avec le temps d'exposition. L'action insecticide des extraits de méthanol était plus efficace vis-à-vis des larves que les adultes aptères d'*A. fabae*, cela indique que la sensibilité des larves était plus élevée aux extraits utilisés.

Un certain nombre de perspectives faisant suite à ce travail est sélectionné. Ainsi, nous envisageons :

- Le *Ziziphus spina-christi* offre un potentiel insecticide intéressant qui pourrait être nécessitent d'autres études plus profondément plus poussées en isolant et en identifiant les molécules phytochimiques bioactifs à l'aide de méthode (HPLC-MS) dans les extraits méthanolique issus de feuilles et d'écorce de tige, et étudier leur effet insecticide sur la physiologie, la croissance et la reproduction des autres espèce d'insectes ravageurs de culture.
- Déterminer les molécules bioactives qui peuvent être responsables de l'effet de toxicité et étudier leur action à l'aide des coupes histologiques sur les organes et les tissus qui sont affectés pour l'insecte traité.

- Les effets bénéfiques potentiels des extraits de cette plante justifient des études complémentaires pour mesurer les effets de toxicité sur les mammifères, ainsi que les effets secondaires potentiels sur les organismes non ciblés tels que les prédateurs, les parasitoïdes et les pollinisateurs pour assurer les recommandations d'utilisation de ces extraits de la plante en tant qu'un efficace insecticide.

---

## *Références bibliographiques*

---

## Références bibliographiques

- Abbott, W. S. (1925). A method of computing the effectiveness of an insecticide. *Journal of Economic Entomology*, 18(2), 265-267. <https://doi.org/10.1093/jee/18.2.265a>
- Abdallah, E. M. (2017). Antibacterial activity of fruit methanol extract of *Ziziphus spina-christi* from Sudan. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 6(5), 38-44.
- Abdel-galil, F. M., & El-Jissry, M. A. (1991). Cyclopeptide alkaloids from *Zizyphus spina-christi*. *Phytochemistry*, 30(4), 1348-1349.
- Abdulrahman, M. D., Zakariya, A. M., Hama, H. A., Hamad, S. W., Al-Rawi, S. S., Bradosty, S. W., & Ibrahim, A. H. (2022). Ethnopharmacology, Biological Evaluation, and Chemical Composition of *Ziziphus spina-christi* (L.) Desf.: A Review. *Advances in Pharmacological and Pharmaceutical Sciences*, 2022.
- Abubaker, M., Mohammed, A., Farah, A., & Zhang, J. (2021). Phytochemical screening by using GC-MS and FTIR spectrum analysis of fixed oil from Sudanese *Ziziphus spina-christi* seeds. *Eurasian Chem. Commun*, 3(4), 244-256.
- Acheuk, F., Lakhdari, W., Abdellaoui, K., Belaid, M., Allouane, R., & Halouane, F. (2017). Phytochemical study and bioinsecticidal effect of the crude ethonolic extract of the Algerian plant *Artemisia judaica* L.(Asteraceae) against the black bean aphid, *Aphis fabae* Scop. *Agriculture and Forestry*, 63(1), 95. <https://doi.org/10.17707/AgricultForest.63.1.11>
- Adeyemi, M. H. (2010). The potential of secondary metabolites in plant material as deterrents against insect pests: A review. *Afr. J. Pure Appl. Chem*, 4(11), 243-246.
- Ads, E. N., Hassan, S. I., Rajendrasozhan, S., Hetta, M. H., Aly, S. H., & Ali, M. A. (2022). Isolation, structure elucidation and antimicrobial evaluation of natural pentacyclic triterpenoids and phytochemical investigation of different fractions of *Ziziphus spina-christi* (L.) stem bark using LCHRMS analysis. *Molecules*, 27(6), 1805. <https://doi.org/10.3390/molecules27061805>
- Ads, E. N., Rajendrasozhan, S., Hassan, S. I., Sharawy, S. M. S., & Humaidi, J. R. (2017). Phytochemical, antimicrobial and cytotoxic evaluation of *Ziziphus spina-christi* (L.) stem bark. *Biomedical Research*, 28(15), 6646-6653.
- Ads, E. N., Rajendrasozhan, S., Hassan, S. I., Sharawy, S. M. S., & Humaidi, J. R. (2018). Phytochemical screening of different organic crude extracts from the stem bark of *Ziziphus spina-christi* (L.). *Biomedical Research*, 29(8), 1645-1652.
- Adzu, B., Amos, S., Amizan, M. B., & Gamaniel, K. (2003). Evaluation of the antidiarrhoeal effects of *Zizyphus spina-christi* stem bark in rats. *Acta tropica*, 87(2), 245-250. [https://doi.org/10.1016/S0001-706X\(03\)00114-1](https://doi.org/10.1016/S0001-706X(03)00114-1)
- Adzu, B., Amos, S., Dzarma, S., Wambebe, C., & Gamaniel, K. (2002). Effect of *Zizyphus spina-christi* Willd aqueous extract on the central nervous system in mice. *Journal of Ethnopharmacology*, 79(1), 13-16.

- Agrafioti, P., Faliagka, S., Lampiri, E., Orth, M., Pätzelt, M., Katsoulas, N., & Athanassiou, C. G. (2020). Evaluation of silica-coated insect proof nets for the control of *Aphis fabae*, *Sitophilus oryzae*, and *Tribolium confusum*. *Nanomaterials*, 10(9), 1658.
- Ahamed, E. M. M. (2016). Characterization and biological activity study of *Ziziphus spina-christi* seed oil PhD thesis, Sudan University of Science and Technology.
- Ahmed, A. I., Babeker, A. M., Elamin, A. M. A., & Ibrahim, E. A. (2015). Physicochemical evaluation of seeds and oil of nontraditional oil seeds. *Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology*, 3(8), 687-691.
- Ahmed, M., Qin, P., Ji, M., An, R., Guo, H., & Shafi, J. (2020). Spinasterol, 22, 23-dihydrospinasterol and fernenol from *Citrullus colocynthis* L. with aphicidal activity against cabbage aphid *Brevicoryne brassicae* L. *Molecules*, 25(9), 2184. <https://doi.org/10.3390/molecules25092184>
- Akca, I., Ayvaz, T., Yazici, E., Smith, C. L., & Chi, H. (2015). Demography and population projection of *Aphis fabae* (Hemiptera: Aphididae): with additional comments on life table research criteria. *Journal of Economic Entomology*, 108(4), 1466-1478. <https://doi.org/10.1093/jee/tov187>
- Akello, J., & Sikora, R. (2012). Systemic acropedal influence of endophyte seed treatment on *Acyrtosiphon pisum* and *Aphis fabae* offspring development and reproductive fitness. *Biological Control*, 61(3), 215-221.
- Albalawi, A. E. (2021). Antileishmanial activity of *Ziziphus spina-christi* leaves extract and its possible cellular mechanisms. *Microorganisms*, 9(10), 2113. <https://doi.org/10.3390/microorganisms9102113>
- Alberti, G., & Coons, L. B. (1999). The acarimites. *Microscopic anatomy of invertebrates*, 8, 267-514.
- Alhakmani, F., Khan, S. A., & Ahmad, A. (2014). Determination of total phenol, in-vitro antioxidant and anti-inflammatory activity of seeds and fruits of *Zizyphus spina-christi* grown in Oman. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 4, 656-660.
- Alhassan, K. A., Indabawa, A. S., & Shah, M. M. (2019). Phytochemical analysis, proximate composition and antibacterial activities of *Ziziphus* species (*Z. jujube* and *Z. spina-christi*). *Journal of Applied and Advanced Research*, 4(1), 42-46. <http://doi.org/10.21839/jaar.2019.v4i1.262>
- Al-Jassani, A. A., AL-Hussainawy, K. J., Mohammed, Z. J., & AbdulAali, R. M. (2020). Efficacy of some insecticides and plant extract against black bean aphid, and green peach aphid, *Aphis Fabae Myzus persicae* (Aphididae: Hemiptera). *Indian Journal of Ecology*.
- Alsayari, A., & Wahab, S. (2021). Genus *Ziziphus* for the treatment of chronic inflammatory diseases. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 28(12), 6897-6914. <http://doi.org/10.1016/j.sjbs.2021.07.076>

- Amin, H. M., & Majeed, A. J. (2018). Effect of growing seasons, plant extracts with various rates on Black Bean Aphid, *Aphis Fabae* (Aphididae: Homoptera). *Kurdistan Journal of Applied Research*, 3(1), 22-26. <https://doi.org/10.24017/science.2018.1.6>
- Angioni, A., Barra, A., Coroneo, V., Dessi, S., & Cabras, P. (2006). Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of *Lavandula stoechas* L. ssp. *stoechas* essential oils from stem/leaves and flowers. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 54(12), 4364-4370.
- Anjarwalla, P., Belmain, S., Jamnadass, R., Sola, P., & Stevenson, P. (2016). Handbook on pesticidal plants: Optimization of Pesticidal Plants: *Technology, Innovation, Outreach & Networks* (OPTIONS). World Agroforestry Center.
- Anthony, C. (2005). Review of *Zizyphus spina christi*. *Personal Care*, 1-3.
- Arbonnier, M. (2004). Trees, shrubs and lianas of West African dry zones. *Trees, Shrubs and Lianas of West African Dry Zones*, 1-574.
- Arndt, S., Clifford, S., & Popp, M. (2001). Zizyphus—A multipurpose fruit tree for arid regions. *Sustainable land use in deserts*,
- Asatryan, A., & Tel-Zur, N. (2014). Intraspecific and interspecific crossability in three *Zizyphus* species (Rhamnaceae). *Genetic resources and crop evolution*, 61, 215-233.
- Ayala, J., Perez de San Roman, C., Ortiz, A., & Juanche, J. (1996). Chemical control of *Myzus persicae* (Sulz) and *Aphis fabae* (Scop)(Homoptera: Aphididae) on sugar beet with aphicides applied at sowing and as foliar sprays. *Boletín de Sanidad Vegetal, Plagas*, 22(4), 731-740.
- Azwanida, N. N. (2015). A review on the extraction methods use in medicinal plants, principle, strength and limitation. *Medicinal & Aromatic Plants*, 4(196), 2167-0412. <http://doi.org/10.4172/2167-0412.1000196>
- Baba-Aissa, K., Moussaoui, K., Berdia, A., Mecheri, N., & Djazouli, Z.-E. (2017). Biocidal effect of two formulated essential oils compared with a synthetic product on a green aphid *Chaitophorus leucomelas* (Koch, 1854) of black poplar (*Populus nigra* L, 1753). *Columella*, 4. <https://doi.org/10.18380/SZIE.COLUM.2017.4.1.suppl>
- Badiaga, M. (2011). Etude ethnobotanique, phytochimique et activités biologiques de *Nauclea latifolia* Smith, une plante médicinale africaine récoltée au Mali Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- Baghazadeh-Daryaii, L., Sharifi-Sirchi, G.-R., & Samsampoor, D. (2017). Morphological, phytochemical and genetic diversity of *Zizyphus spina-christi* (L) des. In south and southeastern of Iran. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, 7, 99-107.
- Bagnouls, F., & Gausson, H. (1953). Saison sèche et indice xérothermique: document pour les cartes de production végétale. Série généralité cartographie de l'unité écologique. Edition Edward. Privat Toulouse. 47p.

- Balachowsky, A., & Mesnil, L. (1936). Les insectes nuisibles aux plantes cultivées: leurs mœurs, leur destruction. Traité d'entomologie agricole concernant la France, la Corse, l'Afrique du nord et les régions limitrophes. Imprimé sur les Presses des établissements Busson, sous la direction technique de L. Méry.
- Balandrin, M. F. (1996). Commercial utilization of plant-derived saponins: an overview of medicinal, pharmaceutical, and industrial applications. *Saponins used in traditional and modern medicine*, 1-14. [https://doi.org/10.1007/978-1-4899-1367-8\\_1](https://doi.org/10.1007/978-1-4899-1367-8_1)
- Balandrin, M., & Klocke, J. (1988). Medicinal, aromatic, and industrial materials from plants. *In Medicinal and Aromatic Plants I* (pp. 3-36). Springer. [https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-3-642-73026-9\\_1](https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-3-642-73026-9_1)
- Barbehenn, R. V., & Martin, M. M. (1994). Tannin sensitivity in larvae of *Malacosoma disstria* (Lepidoptera): Roles of the peritrophic envelope and midgut oxidation. *Journal of Chemical Ecology*, 20, 1985-2001. <https://doi.org/10.1007/BF02066238>
- Barbehenn, R. V., Martin, M. M., & Hagerman, A. E. (1996). Reassessment of the roles of the peritrophic envelope and hydrolysis in protecting polyphagous grasshoppers from ingested hydrolyzable tannins. *Journal of Chemical Ecology*, 22, 1901-1919. <https://doi.org/10.1007/BF02028511>
- Béji, B., Bouktila, D., Mezghani-Khemakhem, M., Bouhachem-Boukhris, S., Makni, M., & Makni, H. (2013). Genetic structure of *Aphis fabae* Scopoli (Hemiptera, Aphididae) in Tunisia, inferred from RAPD markers.
- Benelli, G., Pavela, R., Canale, A., & Mehlhorn, H. (2016). Tick repellents and acaricides of botanical origin: a green roadmap to control tick-borne diseases? *Parasitology Research*, 115, 2545-2560. <https://doi.org/10.1007/s00436-016-5095-1>
- Bennour, C., Belgacem, A. B., & Nasr, H. B. (2021). A review of the management of *Aphis fabae* Scopoli (Hemiptera: Aphididae). *Journal of Oasis Agriculture and Sustainable Development*, 3(1), 32-44. <https://doi.org/10.56027/JOASD.052021>
- Bertrand, C. (2013). Bio-pesticides organiques d'origine naturelle. Laboratoire de Chimie des Biomolécules et de l'Environnement.
- Bhadoria, P. (2010). Allelopathy: a natural way towards weed management. *American Journal of Experimental Agriculture*, 1(1), 7-20.
- Bhandary, S. K., Bhat, V. S., Sharmila, K., & Bekal, M. P. (2012). Preliminary phytochemical screening of various extracts of *Punica granatum* peel, whole fruit and seeds. *Journal of Health and Allied Sciences NU*, 2(04), 34-38.
- Blackman, R. L., & Eastop, V. F. (2017). Taxonomic issues. In [H. F. Van Emden](#) & [R. Harrington](#) (eds.), *Aphids as crop pests* (2nd ed., pp. 1-36). CABI Wallingford UK. <https://doi.org/10.1079/9781780647098.0001>
- Bloomquist, J. R. (1996). Ion channels as targets for insecticides. *Annual Review of Entomology*, 41(1), 163-190. <https://doi.org/10.1146/annurev.en.41.010196.001115>

- Boni, S. B., Mwashimaha, R. A., Mlowe, N., Sotelo-Cardona, P., & Nordey, T. (2021). Efficacy of indigenous entomopathogenic fungi against the black aphid, *Aphis fabae* Scopoli under controlled conditions in Tanzania. *International Journal of Tropical Insect Science*, 41(2), 1643-1651.
- Boualem, M., Mokhtar, M., Saiah, F., Benourad, F., Bouhadiba, R., & Berkani, A. (2017). Identification of *Mentha piperita* L. and *Ricinus communis* L. polyphenols by HPLC-DAD-ESI-MS and evaluation of their insecticidal properties against *Aphis spiraecola* P. *South Asian Journal of Experimental Biology*, 7(1).
- Boulos, L. (2000). Flora of Egypt. Vol. II. Geraniaceae–Boraginaceae. *Al Hadara Publishing, Cairo*, 352 pp.
- Calin, M., Oana, C. T., Ambăruș, S., Brezeanu, C., Brezeanu, P. M., Iosob, G. A.,...Prisecaru, M. (2020). Behavior of vegetable plant seeds at *aphids attack* and control of these pests. Scientific Studies & Research. Series Biology/Studii si Cercetari Stiintifice. *Seria Biologie*, 29(2), 70.
- Capinera, J. (2001). Handbook of vegetable pests. Academic press.
- Capinera, J. L. (1981). Some effects of infestation by bean aphid, *Aphis fabae* Scopoli, on carbohydrate and protein levels in sugarbeet plants, and procedures for estimating economic injury levels. *Zeitschrift für angewandte Entomologie*, 92(1–5), 374-384.
- Chaieb, I. (2010). Saponins as insecticides: a review. *Tunisian journal of plant protection*, 5(1), 39-50.
- Chaieb, I., Zarrad, K., Sellam, R., Tayeb, W., Ben Hammouda, A., Laarif, A., & Bouhachem, S. (2018). Chemical composition and aphicidal potential of *Citrus aurantium* peel essential oils. *Entomologia Generalis*, 37(1), 63-75. <https://doi.org/10.1127/entomologia/2017/0317>
- Chaouche, T. M., Haddouchi, F., Atik-Bekara, F., Ksouri, R., Azzi, R., Boucherit, Z.,...Larbat, R. (2015). Antioxidant, haemolytic activities and HPLC–DAD–ESI–MSn characterization of phenolic compounds from root bark of *Juniperus oxycedrus* subsp. *oxycedrus*. *Industrial Crops and Products*, 64(1), 182-187. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.10.051>
- Chaouche, T. M., Haddouchi, F., Ksouri, R., & Atik-Bekkara, F. (2014). Evaluation of antioxidant activity of hydromethanolic extracts of some medicinal species from South Algeria. *Journal of the Chinese Medical Association*, 77(6), 302-307.
- Chowański, S., Adamski, Z., Marciniak, P., Rosiński, G., Büyükgüzel, E., Büyükgüzel, K.,...Lelario, F. (2016). A review of bioinsecticidal activity of Solanaceae alkaloids. *Toxins*, 8(3), 60. <https://doi.org/10.3390/toxins8030060>
- Cichocka, E., Leszczynski, B., Ciepela, A. P., & Goszczynski, W. (2002). Response of *Aphis fabae* Scop. to different broad bean cultivars. *Electronic Journal of Polish Agricultural Universities*, 5(2), 01.

- Clifford, S. C., Arndt, S. K., Corlett, J. E., Joshi, S., Sankhla, N., Popp, M., & Jones, H. G. (1998). The role of solute accumulation, osmotic adjustment and changes in cell wall elasticity in drought tolerance in *Ziziphus mauritiana* (Lamk.). *Journal of Experimental Botany*, 49(323), 967-977.
- Coats, J., Karr, L., & Drewes, C. (1991). Toxicity and neurotoxic effects of monoterpenoids: in insects and earthworms. *In Environmental Science, Biology*. <https://doi.org/10.1021/BK-1991-0449.CH020>
- Coley, P. D., Bryant, J. P., & Chapin III, F. S. (1985). Resource availability and plant antiherbivore defense. *Science*, 230(4728), 895-899.
- Collier, R. H., & Finch, S. (2007). IPM case studies: brassicas. In Aphids as crop pests (pp. 549-559). CABI Wallingford UK.
- D'addabbo, T., Carbonara, T., Leonetti, P., Radicci, V., Tava, A., & Avato, P. (2011). Control of plant parasitic nematodes with active saponins and biomass from *Medicago sativa*. *Phytochemistry Reviews*, 10, 503-519.  
<https://doi.org/10.1007/s11101-010-9180-2>
- Dafni, A., Levy, S., & Lev, E. (2005). The ethnobotany of Christ's Thorn Jujube (*Ziziphus spina-christi*) in Israel. *Journal of Ethnobiology and Ethnomedicine*, 1(1), 1-11.
- Dai, J., & Mumper, R. J. (2010). Plant phenolics: extraction, analysis and their antioxidant and anticancer properties. *Molecules*, 15(10), 7313-7352.
- Dajoz, R. (1985). Précis d'écologie. Ed. Dunod. Paris, 505 p.
- Darah, I., Lim, S.-H., & Nithianantham, K. (2013). Effects of methanol extract of *Wedelia chinensis osbeck* (asteraceae) leaves against pathogenic bacteria with emphasise on *Bacillus cereus*. *Indian journal of pharmaceutical sciences*, 75(5), 533.  
<https://doi.org/10.4103/0250-474X.122845>
- Dardeau, F. (2014). Modulation de la manipulation du peuplier par le puceron lanigère, *Phloeomyzus passerinii* (Sign.), via la résistance de l'hôte et l'environnement Université d'Orléans.
- Dedryver, C.-A., Le Ralec, A., & Fabre, F. (2010). The conflicting relationships between aphids and men: a review of aphid damage and control strategies. *Comptes Rendus Biologies*, 333(6-7), 539-553. <https://doi.org/10.1016/j.crvi.2010.03.009>
- Dewar, A. M., & Denholm, I. (2017). Chemical control. *Aphids as crop pests*, 398-425.
- Dinesh, D. S., Kumari, S., Kumar, V., & Das, P. (2014). The potentiality of botanicals and their products as an alternative to chemical insecticides to sandflies (Diptera: Psychodidae): A review. *Journal of vector borne diseases*, 51(1), 1-7.
- Douglas, A. (1997). Provenance, experience and plant utilisation by the polyphagous aphid, *Aphis fabae*. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 83(2), 161-170.

- Dubost, D. (1991). Ecologie, aménagement et développement agricole des oasis algériennes. Thèse Doctorat, Univ. Tours, 545 p.
- Dweck, A. (2005). A review of *Zizyphus spina-christi*. Personal Care Magazine Series.
- Ehrlich, P. R., & Raven, P. H. (1964). Butterflies and plants: a study in coevolution. *Evolution*, 586-608.
- El Amin, H. M. (1990). Trees and shrubs of the Sudan. Ithaca press.
- El Maaiden, E., El Kharrassi, Y., Moustaid, K., Essamadi, A. K., & Nasser, B. (2019). Comparative study of phytochemical profile between *Zizyphus spina christi* and *Zizyphus lotus* from Morocco. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 13(1), 121-130. <https://doi.org/10.1007/s11694-018-9925-y>
- El Maaiden, E., El Kharrassi, Y., Qarah, N. A., Essamadi, A. K., Moustaid, K., & Nasser, B. (2020). Genus *Zizyphus*: A comprehensive review on ethnopharmacological, phytochemical and pharmacological properties. *Journal of Ethnopharmacology*, 259, 112950.
- Elaloui, M., Essghaier, B., Ghazghazi, H., Chaouachi, R. D., Bahri, S., Hamdi, S.,...Laamouri, A. (2022). LC-MS Analysis and biological activities of *Zizyphus spina-christi* L.(Christ's Thorn, Jujube) leaves from Tunisia Oasis. *Journal of Exploratory Research in Pharmacology*, 7(4), 215-222. <https://doi.org/10.14218/JERP.2022.00001>
- Elaloui, M., Ghazghazi, H., Ennajah, A., Manaa, S., Guezmir, W., Karray, N., & Laamouri, A. (2017). Phenolic profile, antioxidant capacity of five *Zizyphus spina-christi* (L.) Willd provenances and their allelopathic effects on *Trigonella foenum-graecum* L. and *Lens culinaris* L. seeds. *Natural Product Research*, 31(10), 1209-1213.
- Elaloui, M., Hamdi, S. H., Ghazghazi, H., Nasr, R. B., Bouslih, E., Ammari, Y.,...Laamouri, A. (2021). Characterization of epicathechin contents in the *Zizyphus spina-christi* L. root extracts using LC-MS analyses and their insecticidal potential. *Plant Biosystems-An International Journal Dealing with all Aspects of Plant Biology*, 155(4), 685-690. <https://doi.org/10.1080/11263504.2020.1779837>
- Elaloui, M., Soltani, I., Laamouri, A., Ennajah, A., & Houcine, S. (2017). Allelopathic activity of extracts from leaves of *Zizyphus spina-christi* collected in five Tunisian ecotypes. *Agricultural & Biological Research*, 33(2), 199-212.
- Elhaï, H. (1968). Photopériode et photopériodisme, Biogéographie, Paris, Armand Colin, pp. 30-32.
- Enan, E. (2001). Insecticidal activity of essential oils: octopaminergic sites of action. *Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Toxicology & Pharmacology*, 130(3), 325-337. [https://doi.org/10.1016/S1532-0456\(01\)00255-1](https://doi.org/10.1016/S1532-0456(01)00255-1)
- Ermias, R., Tukue, M., & Bahlbi, A. (2011). Phytochemical screening of *Zizyphus spina christi* and *Piper nigrum*. *Journal of Atoms and Molecules*.

- Faliagka, S., Agrafioti, P., Lampiri, E., Katsoulas, N., & Athanassiou, C. G. (2020). Assessment of different inert dust formulations for the control of *Sitophilus oryzae*, *Tribolium confusum* and *Aphis fabae*. *Crop Protection*, 137, 105312.
- Farhadi, R., Allahyari, H., & Chi, H. (2011). Life table and predation capacity of *Hippodamia variegata* (Coleoptera: Coccinellidae) feeding on *Aphis fabae* (Hemiptera: Aphididae). *Biological Control*, 59(2), 83-89.
- Farmani, F., Moein, M., Amanzadeh, A., Kandelous, H. M., Ehsanpour, Z., & Salimi, M. (2016). Antiproliferative evaluation and apoptosis induction in MCF-7 cells by *Ziziphus spina christi* leaf extracts. *Asian Pacific journal of cancer prevention*, 17(1), 315-321.
- Farooqi, M. (2016). Cedar or lote-tree in the light of Al-Quran-a scientific study.
- Fericean, L. M., Horablaga, N. M., Banatean-Dunea, I., Rada, O., & Ostan, M. (2012). The behaviour, life cycle and biometrical measurements of *Aphis fabae*. *Research Journal of Agricultural Science*, 44(4).
- Foster, S. P., Devine, G., & Devonshire, A. L. (2017). Insecticide resistance. In *Aphids as crop pests* (pp. 426-447). CABI Wallingford UK. <https://doi.org/10.1079/9781780647098.0426>
- Fukami, J. (1961). Effect of rotenone on respiratory enzyme system of insect muscle. 33-45.
- Fürstenberg-Hägg, J., Zagrobelny, M., & Bak, S. (2013). Plant defense against insect herbivores. *International Journal of Molecular Sciences*, 14(5), 10242-10297. <https://doi.org/10.3390/ijms140510242>
- Gallo, M. B., Rocha, W. C., da Cunha, U. S., Diogo, F. A., da Silva, F. C., Vieira, P. C.,...Batista-Pereira, L. G. (2006). Bioactivity of extracts and isolated compounds from *Vitex polygama* (Verbenaceae) and *Siphoneugena densiflora* (Myrtaceae) against *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae). *Pest Management Science: formerly Pesticide Science*, 62(11), 1072-1081. <https://doi.org/10.1002/ps.1278>
- Gershenzon, J., & Dudareva, N. (2007). The function of terpene natural products in the natural world. *Nature Chemical Biology*, 3(7), 408-414.
- Godin, C., & Boivin, G. (2002). Guide d'identification des pucerons dans les cultures maraîchères au Québec. Prisme Consortium Agriculture et Agroalimentaire Canada., 31p.
- Gottlieb, O. R. (1990). Phytochemicals: differentiation and function. *Phytochemistry*, 29(6), 1715-1724. [https://doi.org/10.1016/0031-9422\(90\)85002-W](https://doi.org/10.1016/0031-9422(90)85002-W)
- Gould, G. G., Jones, C. G., Rifleman, P., Perez, A., & Coleman, J. S. (2014). Variation in eastern cottonwood (*Populus deltoides* Bartr.) phloem sap content caused by leaf development may affect feeding site selection behavior of the aphid, *Chaitophorous populicola* Thomas (Homoptera: Aphididae). *Environmental Entomology*, 36(5), 1212-1225.

- Grainge, M., & Ahmed, S. (1988). Handbook of plants with pest-control properties. John Wiley & Sons Limited.
- Grice, A. (1996). Seed production, dispersal and germination in *Cryptostegia grandiflora* and *Ziziphus mauritiana*, two invasive shrubs in tropical woodlands of northern Australia. *Australian Journal of Ecology*, 21(3), 324-331.
- Hagerman, A. E. (2002). The tannin handbook. Miami University Oxford, OH 45056. In (Vol. 474, pp. 475-476).
- Handa, S. S. (2008). An Overview of Extraction Techniques for Medicinal and Aromatic Plants. In S. S. Handa & S. P. S. Khanuja & G. Longo & D. D. Rakesh (Eds.), *Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants* (pp. 21-54). International centre for science and high technology. [https://www.unido.org/sites/default/files/2009-10/Extraction technologies for medicinal and aromatic plants 0.pdf](https://www.unido.org/sites/default/files/2009-10/Extraction_technologies_for_medicinal_and_aromatic_plants_0.pdf)
- Hansen, L. M., Lorentsen, L., & Boelt, B. (2008). How to reduce the incidence of black bean aphids (*Aphis fabae* Scop.) attacking organic growing field beans (*Vicia faba* L.) by growing partially resistant bean varieties and by intercropping field beans with cereals. *Acta Agriculturae Scandinavica Section B–Soil and Plant Science*, 58(4), 359-364.
- Harborne, A. (1998). Phytochemical methods a guide to modern techniques of plant analysis. springer science & business media.
- Harborne, J. (1982). Introduction to ecological biochemistry (2 ed.), Academic Press.
- Hashim, M., & Devi, K. (2003). Insecticidal action of the polyphenolic rich fractions from the stem bark of *Streblus asper* on *Dysdercus cingulatus*. *Fitoterapia*, 74(7-8), 670-676. [https://doi.org/10.1016/S0367-326X\(03\)00186-2](https://doi.org/10.1016/S0367-326X(03)00186-2)
- Henn, M. (1997). Adsorption von tanninen aus eichenblättern an kohlen e hydrathaltiger verbindungen. *Mitteilungen der Schweizerischen Entomologischen Gesellschaft*, 11, 495-499.
- Hesse, M. (2002). Alkaloids: Nature's curse or blessing? John Wiley & Sons.
- Hiai, S., Oura, H., & Nakajima, T. (1976). Color reaction of some saponins and saponins with vanillin and sulfuric acid. *Planta medica*, 29(02), 116-122. <https://doi.org/10.1055/s-0028-1097639>
- Hirayama, C., Konno, K., Wasano, N., & Nakamura, M. (2007). Differential effects of sugar-mimic alkaloids in mulberry latex on sugar metabolism and disaccharidases of Eri and domesticated silkworms: enzymatic adaptation of *Bombyx mori* to mulberry defense. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 37(12), 1348-1358.
- Hoshyar, R., Mohaghegh, Z., Torabi, N., & Abolghasemi, A. (2015). Antitumor activity of aqueous extract of *Ziziphus jujube* fruit in breast cancer: an in vitro and in vivo study. *Asian Pacific Journal of Reproduction*, 4(2), 116-122.

- Hullé, M., Turpeau-Ait Ighil, E., Robert, Y., & Monnet, Y. (1999). Cycles biologiques et activités de vol. In *Les pucerons des plantes maraichères* (2 ed., pp. 8-38). Institut National de la recherche agronomique.
- Hussein, A. S. (2019). *Ziziphus spina-christi*: Analysis of bioactivities and chemical composition. *Wild Fruits: Composition, Nutritional Value and Products*, 175-197. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-31885-7\\_15](https://doi.org/10.1007/978-3-030-31885-7_15)
- Ibanez, S., Gallet, C., & Després, L. (2012). Plant insecticidal toxins in ecological networks. *Toxins*, 4(4), 228-243.
- Imran, M., Jan, H., Faisal, S., Shah, S. A., Shah, S., Khan, M. N.,...Syed, S. (2021). In vitro examination of anti-parasitic, anti-Alzheimer, insecticidal and cytotoxic potential of *Ajuga bracteosa* Wallich leaves extracts. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 28(5), 3031-3036. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2021.02.044>
- Ioannidis, P. (2000). Resistance of *Aphis fabae* and *Myzus persicae* to insecticides in sugarbeet. *Comptes-Rendus des Congres de l'Institut International de Recherches Betteravieres* (Belgium),
- Ismail, A. (1998). Effect of soil amendments with some hardwood barks on reproduction of *Rotylenchulus reniformis* and growth of sunflower. *Pakistan Journal of Nematology*, 16(2), 137-144.
- Isman, M. B. (2015). A renaissance for botanical insecticides? *Pest Management Science*, 71(12), 1587-1590. <https://doi.org/10.1002/ps.4088>
- Isman, M. B., & Grieneisen, M. L. (2014). Botanical insecticide research: many publications, limited useful data. *Trends in Plant Science*, 19(3), 140-145. <https://doi.org/10.1016/j.tplants.2013.11.005>
- Jafari, R., & Goldasteh, S. (2009). Functional response of *Hippodamia variegata* (Goeze)(Coleoptera: coccinellidae) on *Aphis fabae* (Scopoli)(Homoptera: aphididae) in laboratory conditions. *Acta Entomol. Serbica*, 14, 93-100.
- Jafarian, A., Zolfaghari, B., & Shirani, K. (2014). Cytotoxicity of different extracts of arial parts of *Ziziphus spina-christi* on Hela and MDA-MB-468 tumor cells. *Advanced Biomedical Research*, 3.
- Jensen, R. E., Enkegaard, A., & Steenberg, T. (2019). Increased fecundity of *Aphis fabae* on *Vicia faba* plants following seed or leaf inoculation with the entomopathogenic fungus *Beauveria bassiana*. *Plos One*, 14(10), e0223616.
- Johnson, K. D., O'Neal, M. E., Ragsdale, D. W., Difonzo, C. D., Swinton, S. M., Dixon, P. M.,...Costamagna, A. C. (2009). Probability of cost-effective management of soybean aphid (Hemiptera: Aphididae) in North America. *Journal of Economic Entomology*, 102(6), 2101-2108.
- Jongbloed, M., Feulner, G., Böer, B., & Western, A. R. (2003). *The comprehensive guide to the wild flowers of the United Arab Emirates*. (No Title).

- Kadioglu, O., Jacob, S., Bohnert, S., Naß, J., Saeed, M. E., Khalid, H.,...Efferth, T. (2016). Evaluating ancient Egyptian prescriptions today: anti-inflammatory activity of *Ziziphus spina-christi*. *Phytomedicine*, 23(3), 293-306. <http://dx.doi.org/10.1016/j.phymed.2016.01.004>
- Kagabu, S. (2008). Pharmacophore of neonicotinoid insecticides. *Journal of Pesticide Science*, 33(1), 9-13. <https://doi.org/10.1584/jpestics.R07-05>
- Karar, M. E., Quiet, L., Rezk, A., Jaiswal, R., Rehders, M., Ullrich, M.,...Kuhnert, N. (2016). Phenolic profile and in vitro assessment of cytotoxicity and antibacterial activity of *Ziziphus spina-christi* leaf extracts. *Med Chem*, 6(3), 143-156.
- Kathuria, V., Ruhl, S., Kaushik, N., Edrada-Ebel, R., & Proksch, P. (2013). Evaluation of bio efficacy of *Tylophora indica* leaf extracts, fractions and pure alkaloids against *Helicoverpa armigera* (Hübner). *Industrial Crops and Products*, 46, 274-282. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.01.035>
- Kayange, C. D., Njera, D., Nyirenda, S. P., & Mwamlima, L. (2019). Effectiveness of *Tephrosia vogelii* and *Tephrosia candida* extracts against common bean aphid (*Aphis fabae*) in Malawi. *Advances in Agriculture*, 2019(1), 6704834.
- Khaleel, S. (2018). Studying the heavy metals composition and the impact of different common solvents on the extraction efficiency of phytochemical secondary metabolites from the leaves of *Ziziphus spina-christi* grown in Jordan. *Pakistan Journal of Nutrition*, 17(8), 392-398. <https://doi.org/10.3923/pjn.2018.392.398>
- Kharkwal, H., Panthari, P., Pant, M. K., Kharkwal, H., Kharkwal, A. C., & Joshi, D. D. (2012). Foaming glycosides: A review. *IOSR Journal of Pharmacy*, 2(5), 23-28.
- Khater, H. F. (2012). Prospects of botanical biopesticides in insect pest management. *Pharmacologia*, 3(12), 641-656.
- Khezzani, B., & Bouchemal, S. (2017). Demographic and spatio-temporal distribution of cutaneous leishmaniasis in the Souf oasis (Eastern South of Algeria): Results of 13 years. *Acta Tropica*, 166, 74-80.
- Khezzani, B., Aouachria, A. N., Khechekhouche, E. A., Djaballah, S., Djedidi, T., & Bosilkovski, M. (2021). Caractéristiques épidémiologiques de la brucellose humaine dans la province d'El-Oued, sud-est algérien. *Santé Publique*, 33(2), 275-284.
- Khezzani, B., Bouchemal, S., & Halis, Y. (2016). Some agricultural techniques to cope with the fluctuation of the groundwater level in arid environments: Case of the Souf Oasis (Algerian Sahara). *Journal of Aridland Agriculture*, 2(1), 26-30.
- Kim, H., Lee, W., & Lee, S. (2010). Morphometric relationship, phylogenetic correlation, and character evolution in the species-rich genus *Aphis* (Hemiptera: Aphididae). *Plos One*, 5(7), e11608.
- Krief, S. (2003). Métabolites secondaires des plantes et comportement animal: surveillance sanitaire et observations de l'alimentation des chimpanzés (*Pan troglodytes*)

- schweinfurthii) en Ouganda. Activités biologiques et étude chimique de plantes consommées Museum national d'histoire naturelle-MNHN PARIS.
- Krief, S. (2007). la Pharmacopée des chimpanzés [Pour la Science, dossier spécial "sur la trace de nos ancêtres"]. <https://hal.science/hal-00280107>
- Laamouri, A., Ammari, Y., Albouchia, A., Sghaier, T., Mguis, K., & Akrimi, N. (2008). Etude comparative de la croissance et du développement du système racinaire de trois espèces de jujubier en Tunisie. *Geo-Eco-Trop*, 32, 37-46.
- Lack, D., & Owen, D. (1955). The food of the swift. *The Journal of Animal Ecology*, 24(1), 120-136. <https://doi.org/10.2307/1882>
- Lang, D. R., & Racker, E. (1974). Effects of quercetin and F1 inhibitor on mitochondrial ATPase and energy-linked reactions in submitochondrial particles. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Bioenergetics*, 333(2), 180-186. [https://doi.org/10.1016/0005-2728\(74\)90002-4](https://doi.org/10.1016/0005-2728(74)90002-4)
- Lazar, T. (2005). Chemistry of Natural Products. By S. V. Bhat, B. A. Nagasampagi and M. Sivakumar. *ChemBioChem*, 6, 1127-1128. <https://doi.org/10.1002/cbic.200500134>
- Leclant, F. (1999a). Cultures maraîchères Les pucerons des plantes cultivées Clefs d'identification (1 ed.). Institut national de la recherche agronomique.
- Leclant, F. (1999b). Les pucerons des plantes cultivées: clefs d'identification. Editions Quae.
- Levi, R., Burke, J. A., Holland, B. A., & Green, F. J. (1980). Immediate hypersensitivity reactions of the heart: reduction of tachycardia and arrhythmias by the SRS-A antagonist FPL 55712. *Immunopharmacology*, 2(2), 173-176. [https://doi.org/10.1016/0162-3109\(80\)90010-7](https://doi.org/10.1016/0162-3109(80)90010-7)
- Locke, M. (1974). The structure and formation of the integument in insects. In *The physiology of Insecta* (pp. 123-213). Elsevier.
- Ltd, P. H. A. (2019). Biosecurity Plan for the Vegetable Industry (Version 3.1 – 2019). In (pp. 184). Canberra: Plant Health Australia.
- Lutge, U., Kluge, M., & Bauer, G. (2002). Botanique 3ème Ed: Technique et documentation. Lavoisier. Paris. 211p.
- Manners, G. D. (1996). Plant Toxins. In B. R. Singh & A. T. Tu (Eds.), *Natural Toxins 2: Structure, Mechanism of Action, and Detection* (pp. 9-35). Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4613-0361-9\\_2](https://doi.org/10.1007/978-1-4613-0361-9_2)
- Margaret, G. J. (1942). A Description of *Aphis (Doralis) rumicis*, L., and Comparison with *Aphis (Doralis) fabae*, Scop. *Bulletin of Entomological Research*, 33(1), 5-20.
- Mariod, A., Saeed Mirghani, M., & Hussein, I. (2017). *spina-christi* (Christ's Thorn Jujube). unconventional oilseeds and oil sources. Elsevier, 243-249.
- Marouf, A., & Reynaud, J. (2007). La botanique de A à Z. (1 ed.). Dunod.

- Matin, S. B., Sahragard, A., & Rasoolian, G. (2009). Some biological parameters of *Lysiphlebus fabarum* (Hymenoptera: Aphidiidae) a parasitoid of *Aphis fabae* (Homoptera: Aphidiidae) under laboratory conditions. *Munis Entomology and Zoology*, 4(1), 193-200.
- Mendki, P. S., Salunke, B. K., Kotkar, H., Maheshwari, V., Mahulikar, P., & Kothari, R. (2005). Antimicrobial and insecticidal activities of flavonoid glycosides from *Calotropis procera* L. for post-harvest preservation of pulses. *Biopesticides International*, 1(3), 193-200.
- Menn, J. J., & Hall, F. R. (1999). Biopesticides: present status and future prospects. *Biopesticides: use and delivery*, 1-10.
- Meradsi, F., & Laamari, M. (2016). Aphicidal and behavioral effects of *Vicia faba* L.(Fabales: Fabaceae) leaf extracts against *Aphis fabae* Scopoli (Hom., Aphididae). *Jordan Journal of Agricultural Sciences*, 12(4), 1085-1094. <https://archives.ju.edu.jo/index.php/jjas/article/view/10685/7267>
- Mervat, E.-H., Mohamed, A. A., Salem, M. Z. M., Abd El-Kareem, M. S., & Ali, H. M. (2018). Chemical composition, antioxidant capacity and antibacterial activity against some potato bacterial pathogens of fruit extracts from *Phytolacca dioica* and *Ziziphus spina-christi* grown in Egypt. *Scientia Horticulturae*, 233, 225-232. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.01.046>
- Miller, A. G., & Morris, M. (1988). Plants of Dhofar, the southern region of Oman: traditional, economic, and medicinal uses. Prepared and published by the Office of the Adviser for Conservation of the ....
- Miresmailli, S., & Isman, M. B. (2014). Botanical insecticides inspired by plant–herbivore chemical interactions. *Trends in Plant Science*, 19(1), 29-35.
- Mitchell, M. J., Keogh, D. P., Crooks, J. R., & Smith, S. L. (1993). Effects of plant flavonoids and other allelochemicals on insect cytochrome P-450 dependent steroid hydroxylase activity. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 23(1), 65-71. [https://doi.org/10.1016/0965-1748\(93\)90083-5](https://doi.org/10.1016/0965-1748(93)90083-5)
- Mohammed, A. A. (2018). *Lecanicillium muscarium* and *Adalia bipunctata* combination for the control of black bean aphid, *Aphis fabae*. *BioControl*, 63(2), 277-287.
- Moneddji, A. D., Nyamador, W. S., Amevoin, K., Adéoti, R., Abbey, G. A., Ketoh, G. K., & Glitho, I. A. (2015). Analyse de quelques aspects du système de production légumière et perception des producteurs de l'utilisation d'extraits botaniques dans la gestion des insectes ravageurs des cultures maraîchères au Sud du Togo. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(1), 98-107. <http://doi.org/10.4314/ijbcs.v9i1.10>
- Muanda, F. N. (2010). Identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et étude de leurs propriétés biologiques. Thèse de Doctorat, Université Paul Verlaine-Metz

- Muimba-Kankolongo, A. (2018). Food crop production by smallholder farmers in Southern Africa : challenges and opportunities for improvement (1 ed.). Elsevier Science.
- Mwanauta, R., Mtei, K., & Ndakidemi, P. (2015). Potential of controlling common bean insect pests (bean stem maggot (*Ophiomyia phaseoli*), Ootheca (*Ootheca bennigseni*) and Aphids (*Aphis fabae*)) using agronomic, biological and botanical practices in field. *Agricultural Sciences*, 6(5), 489-497. <https://doi.org/10.4236/as.2015.65048>
- Naghmouchi, S., & Alsubeie, M. (2020). Biochemical profile, antioxidant capacity and allelopathic effects from five *Ziziphys spina-christi* (L.) provenances growing wild in Saudi Arabia. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 48(3), 1600-1612.
- Najah, A. (1971). Le Souf des oasis. Ed. maison livres, Alger, 174p.
- Nathan, S. S., Chung, P. G., & Murugan, K. (2004). Effect of botanical insecticides and bacterial toxins on the gut enzyme of the rice leafhopper *Cnaphalocrocis medinalis*. *Phytoparasitica*, 32, 433-443. <https://doi.org/10.1007/BF02980437>
- Ndakidemi, B., Mtei, K., & Ndakidemi, P. (2016). Impacts of synthetic and botanical pesticides on beneficial insects. *Agricultural Sciences*, 7(1), 364-372. <https://doi.org/10.4236/as.2016.76038>
- Nenaah, G. E. (2011). Toxic and antifeedant activities of potato glycoalkaloids against *Trogoderma granarium* (Coleoptera: Dermestidae). *Journal of Stored Products Research*, 47(3), 185-190.
- Neville, A. C. (2012). *Biology of the arthropod cuticle* (1st ed.). Springer Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-80910-1>
- Ngo, T. V., Scarlett, C. J., Bowyer, M. C., Ngo, P. D., & Vuong, Q. V. (2017). Impact of different extraction solvents on bioactive compounds and antioxidant capacity from the root of *Salacia chinensis* L. *Journal of Food Quality*, 2017.
- Nisar, M., Kaleem, W. A., Qayum, M., Hussain, A., Zia-Ul-Haq, M., Ali, I., & Choudhary, M. (2010). Biological screening of *Zizyphus oxyphylla* Edgew leaves. *Pak. J. Bot.*, 42(6), 4063-4069.
- Noureldeen, A., Kumar, U., Asad, M., Darwish, H., Alharthi, S., Fawzy, M. A., Al-Barty, A. M., Alotaibi, S. S., Fallatah, A., Alghamdi, A., Albogami, B., & Alkashgry, N. (2022). Aphicidal activity of five plant extracts applied singly or in combination with entomopathogenic bacteria, *Xenorhabdus budapestensis* against rose aphid, *Macrosiphum rosae* (Hemiptera: Aphididae). *Journal of King Saud University-Science*, 34(8), 102306-102317. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2022.102306>
- Ohta, T. (1973). Slightly deleterious mutant substitutions in evolution. *Nature*, 246(5428), 96-98. <https://doi.org/10.1038/246096a0>
- Ozenda, P. (2004). Flore et végétation des sahara. 3ème Ed: CNRS édition. In: Paris.

- Pascual-Villalobos, M. a. J., & Robledo Miras, A. (1999). Anti-insect activity of plant extracts from the wild flora in southeastern Spain. *Biochemical Systematics and Ecology*, 27(1), 1-10. [https://doi.org/10.1016/S0305-1978\(98\)00051-9](https://doi.org/10.1016/S0305-1978(98)00051-9)
- Pavela, R. (2017). Extract from the roots of *Saponaria officinalis* as a potential acaricide against *Tetranychus urticae*. *Journal of Pest Science*, 90(1), 683-692.  
<https://link.springer.com/article/10.1007/s10340-016-0828-6>
- Philogène, B. J., Regnault-Roger, C., & Vincent, C. (2008). Biopesticides d'origine végétale: bilan et perspectives. Biopesticides d'origine végétale, 2e édition, Lavoisier Tec & doc, Paris, France, 1-24.
- Podolak, I., Galanty, A., & Sobolewska, D. (2010). Saponins as cytotoxic agents: a review. *Phytochemistry Reviews*, 9, 425-474. <https://doi.org/10.1007/s11101-010-9183-z>
- Pointeau, S. (2011). Interactions peuplier-puceron lanigère (*Phloeomyzus passerinii* (Sign.)) et processus à l'origine de l'émergence et de l'expansion des pullulations Orléans.
- Popp, J., Pető, K., & Nagy, J. (2013). Pesticide productivity and food security. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 33, 243-255.
- Powell, G., & Hardie, J. (2002). Xylem ingestion by winged aphids. Proceedings of the 11th international symposium on insect-plant relationships.
- Powell, G., Tosh, C. R., & Hardie, J. (2006). Host plant selection by aphids: behavioral, evolutionary, and applied perspectives. *Annual Review of Entomology*, 51(1), 309-330.
- Purhematy, A., Ahmadi, K., & Moshrefi, M. (2013). Toxicity of Thiacloprid and Fenvalerate on the black bean aphid, *Aphis fabae*, and biosafety against its parasitoid, *Lysiphlebus*. *Journal of Biopesticides*, 6(2), 207-210.
- Quézel, P., & Santa, S. (1963). Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Tome 2. *Centre de la Recherche Scientifique*, Paris. In.
- Raffa, K. F., & Priester, T. M. (1985). Synergists as research tools and control agents in agriculture. *Journal of Agricultural Entomology*, 2(1), 27-45.
- Rahman, S. S., Rahman, M. M., Begum, S. A., Khan, M. M. R., & Bhuiyan, M. M. H. (2007). Investigation of *Sapindus mukorossi* extracts for repellency, insecticidal activity and plant growth regulatory effect. *Journal of Applied Sciences Research*, 3(2), 95-101.
- Ramade, F. (1984). *Eléments d'écologie, Ecologie fondamentale*. Ed. Mc Graw-hill, Paris, 397 p.
- Randrianarivelo, R. (2010). Etude de l'activité antimicrobienne d'une plante endémique de Madagascar *Cinnamosma fragrans*, alternative aux antibiotiques en crevetticulture Université d'Antananarivo.

- Regnault-Roger, C. (1997). The potential of botanical essential oils for insect pest control. *Integrated Pest Management Reviews*, 2(1), 25-34. <https://hal.science/hal-01557890>
- Regnault-Roger, C., Fabres, G., & Philogène, B. (2005). Enjeux phytosanitaires pour l'agriculture et l'environnement. Tec & Doc.
- Reich, L. (1991). Uncommon fruits worthy of attention: a gardener's guide. Addison-Wesley.
- Rembold, H., Subrahmanyam, B., & Müller, T. (1989). Corpus cardiacum—a target for azadirachtin. *Experientia*, 45, 361-363. <https://doi.org/10.1007/BF01957478>
- Reynolds, S. E. (1987). The cuticle, growth and moulting in insects: the essential background to the action of acylurea insecticides. *Pesticide Science*, 20(2), 131-146. <https://doi.org/10.1002/ps.2780200207>
- Richards Jr, A. G., & Cutkomp, L. K. (1945). The cholinesterase of insect nerves. *Journal of Cellular and Comparative Physiology*, 26(1), 57-61. <https://doi.org/10.1002/jcp.1030260108>
- Richards, A. G. (1978). The chemistry of insect cuticle. In M. Rockstein (Eds.), *Biochemistry of insects* (pp. 205-232). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-591640-0.50010-8>
- Rossiter, M., Schultz, J. C., & Baldwin, I. T. (1988). Relationships among Defoliation, Red Oak Phenolics, and Gypsy Moth Growth and Reproduction. *Ecology*, 69(1), 267-277. <https://doi.org/10.2307/1943182>
- Saguez, J., Giordanengo, P., & Vincent, C. (2013). Aphids as major potato pests. Insect Pests of Potato: Global Perspectives on Biology and Management; Giordanengo, P., Vincent, C., Alyokhin, A., Eds, 31-63.
- Sahni, K. (1968). Important trees of the northern Sudan. Important trees of the northern Sudan.
- Saied, A. S., Gebauer, J., Hammer, K., & Buerkert, A. (2008). *Ziziphus spina-christi* (L.) Willd.: a multipurpose fruit tree. *Genetic Resources and Crop evolution*, 55, 929-937.
- Sakuma, M. (1998). Probit analysis of preference data. *Applied Entomology and Zoology*, 33(3), 339-347.
- Salari, E., Ahmadi, K., & Zamani, R. (2010). Study on the effects of acetonic extract of *Otostegia persica* (Labiatae) on three aphid species and one stored product pest. *Advances in Environmental Biology*, 4(3), 346-349.
- Salehzadeh, A., Akhka, A., Cushley, W., Adams, R., Kusel, J., & Strang, R. (2003). The antimutagenic effect of the neem terpenoid azadirachtin on cultured insect cells. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 33(7), 681-689. [https://doi.org/10.1016/S0965-1748\(03\)00057-2](https://doi.org/10.1016/S0965-1748(03)00057-2)

- Sameera, N., & Mandakini, B. (2015). Investigations into the antibacterial activity of *Ziziphus mauritiana* Lam. and *Ziziphus xylopyra* (Retz.) Willd. *International Food Research Journal*, 22(2), 849.
- San, B., Yildirim, A. N., Polat, M., & Yildirim, F. (2009). Mineral composition of leaves and fruits of some promising Jujube (*Zizyphus jujuba* miller) genotypes. *Asian Journal of Chemistry*, 21(4), 2898.
- Sanchez Chopa, C., Benzi, V., Alzogaray, R., & Ferrero, A. A. (2009). Repellent activity of hexanic and ethanolic extracts from fruits of *Solanum eleagnifolium* (Solanaceae) against *Blattella germanica* (Insecta, Dictyoptera, Blattellidae) adults.
- Sánchez-Moreiras, A. M., de la Peña, T. C., & Reigosa, M. J. (2008). The natural compound benzoxazolin-2 (3H)-one selectively retards cell cycle in lettuce root meristems. *Phytochemistry*, 69(11), 2172-2179.
- Sani, I., Ismail, S. I., Abdullah, S., Jalinias, J., Jamian, S., & Saad, N. (2020). A review of the biology and control of whitefly, *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae), with special reference to biological control using entomopathogenic fungi. *Insects*, 11(9), 619.
- Saruhan, I., Erper, I., Tuncer, C., & Akca, I. (2015b). Efficiency of some entomopathogenic fungi as biocontrol agents against *Aphis fabae* scopoli (Hemiptera: Aphididae). *Pak. J. Agri.Sci*, 52(2), 273-278.
- Saruhan, I., Erper, I., Tuncer, C., Uçak, H., Öksel, C., & Akça, I. (2014). Evaluation of some commercial products of entomopathogenic fungi as biocontrol agents for *Aphis fabae* Scopoli (Hemiptera: Aphididae). *Egyptian Journal of Biological Pest Control*, 24(1), 225.
- Schmutterer, H. (1990). Properties and potential of natural pesticides from the neem tree, *Azadirachta indica*. *Annual Review of Entomology*, 35(1), 271-297.
- Schofield, P., Mbugua, D., & Pell, A. (2001). Analysis of condensed tannins: a review. *Animal Feed Science and Technology*, 91(1-2), 21-40.
- Schuler, M. A. (1996). The role of cytochrome P450 monooxygenases in plant-insect interactions. *Plant Physiology*, 112(4), 1411. <https://doi.org/10.1104/pp.112.4.1411>
- Secoy, D., & Smith, A. E. (1983). Use of plants in control of agricultural and domestic pests. *Economic Botany*, 37, 28-57. <https://doi.org/10.1007/BF02859304>
- Setzer, W. N., & Haber, W. A. (2007). Leaf essential oil composition of five species of *Beilschmiedia* from Monteverde, Costa Rica. *Natural Product Communications*, 2(1).
- Shahat, A. A., El-Barouty, G., Hassan, R. A., Hammouda, F. M., Abdel-Rahman, F. H., & Saleh, M. A. (2008). Chemical composition and antimicrobial activities of the essential oil from the seeds of *Enterolobium contortisiliquum* (leguminosae). *Journal of Environmental Science and Health, Part B*, 43(6), 519-525. <https://doi.org/10.1080/03601230802174714>

- Shannag, H. K. (2007). Effect of black bean aphid, *Aphis fabae*, on transpiration, stomatal conductance and crude protein content of faba bean. *Annals of Applied Biology*, 151(2), 183-188. <https://doi.org/10.1111/j.1744-7348.2007.00161.x>
- Shannag, H., & Obeidat, W. (2008). Interaction between plant resistance and predation of *Aphis fabae* (Homoptera: Aphididae) by *Coccinella septempunctata* (Coleoptera: Coccinellidae). *Annals of Applied Biology*, 152(3), 331-337.
- Shehawy, A. A., Khalil, A.-H. E., Maklad, A. M., & Qari, S. H. (2019). Toxicity effects and biochemical changes of insecticide alternatives on cowpea aphid, (*Aphis craccivora*) (Homoptera: Aphididae). *Egyptian Academic Journal of Biological Sciences, F. Toxicology & Pest Control*, 11(3), 129-138. <http://doi.org/10.21608/EAJBSF.2019.67373>
- Simmonds, M. S. (2001). Importance of flavonoids in insect-plant interactions: feeding and oviposition. *Phytochemistry*, 56(3), 245-252. [https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)00453-2](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)00453-2)
- Singh, B., & Kaur, A. (2018). Control of insect pests in crop plants and stored food grains using plant saponins: A review. *Lwt*, 87, 93-101. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.08.077>
- Singh, S., Kaur, I., & Kariyat, R. (2021). The multifunctional roles of polyphenols in plant-herbivore interactions. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(3), 1442. <https://doi.org/10.3390/ijms22031442>
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. In *Methods in enzymology* (Vol. 299, pp. 152-178). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1)
- Slinkard, K., & Singleton, V. L. (1977). Total phenol analysis: automation and comparison with manual methods. *American Journal of Enology and Viticulture*, 28(1), 49-55. <https://doi.org/10.5344/ajev.1977.28.1.49>
- Smith, G. H., Roberts, J. M., & Pope, T. W. (2018). Terpene based biopesticides as potential alternatives to synthetic insecticides for control of aphid pests on protected ornamentals. *Crop Protection*, 110, 125-130. <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2018.04.011>
- Soliman, S., Hamoda, A. M., El-Shorbagi, A.-N. A., & El-Keblawy, A. A. (2019). Novel betulin derivative is responsible for the anticancer folk use of *Ziziphus spina-christi* from the hot environmental habitat of UAE. *Journal of Ethnopharmacology*, 231(1), 403-408. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2018.11.040>
- Sparg, S., Light, M., & Van Staden, J. (2004). Biological activities and distribution of plant saponins. *Journal of Ethnopharmacology*, 94(2-3), 219-243. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2004.05.016>

- Storey, K. B., Baust, J. G., & Buescher, P. (1981). Determination of water “bound” by soluble subcellular components during low-temperature acclimation in the gall fly larva, *Eurosta solidagensis*. *Cryobiology*, 18(3), 315-321.
- Sudhersan, C., & Hussain, J. (2003). In vitro Clonal Propagation of a Multipurpose Tree, *Ziziphus spina-christi* (L.) Desf. *Turkish Journal of Botany*, 27(3), 167-172.
- Taghipour, M. T., Nameni, R., Taghipour, M., & Ghorat, F. (2020). Phytochemical analysis and antimicrobial activity of *Ziziphus spina-christi* and *Tamarix aphylla* leaves' extracts as effective treatment for coronavirus disease 2019 (COVID-19). *Thrita*, 9(2). <https://doi.org/10.5812/thrita.107776>
- Tahriri, S., Talebi, A. A., Fathipour, Y., & Zamani, A. A. (2007). Host stage preference, functional response and mutual interference of *Aphidius matricariae* (Hym.: Braconidae: Aphidiinae) on *Aphis fabae* (Hom.: Aphididae). *Entomological Science*, 10(4), 323-331.
- Talebi-Chaichi, P. (1982). The ecology of *Aphis fabae* Scop. on its wild hosts [Doctoral dissertation, University of London].
- Tangtrakulwanich, K., & Reddy, G. V. (2014). Development of insect resistance to plant biopesticides: an overview. *Advances in plant biopesticides*, 47-62.
- Tapwal, A., Garg, S., Gautam, N., & Kumar, R. (2011). In vitro antifungal potency of plant extracts against five phytopathogens. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 54, 1093-1098. <https://doi.org/10.1590/S1516-89132011000600003>
- Tarusikirwa, V. L., Machezano, H., Mutamiswa, R., Chidawanyika, F., & Nyamukondiwa, C. (2020). *Tuta absoluta* (Meyrick)(Lepidoptera: Gelechiidae) on the “offensive” in Africa: Prospects for integrated management initiatives. *Insects*, 11(11), 764. <https://doi.org/10.3390/insects11110764>
- Toft, S. (1995). Value of the aphid *Rhopalosiphum padi* as food for cereal spiders. *Journal of Applied Ecology*, 32(3), 552-560. <https://doi.org/10.2307/2404652>
- Tosh, C., Walters, K., & Douglas, A. (2001). On the mechanistic basis of plant affiliation in the black bean aphid (*Aphis fabae*) species complex. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 99(1), 121-125.
- Traugott, M., & Symondson, W. O. C. (2008). Molecular analysis of predation on parasitized hosts. *Bulletin of Entomological Research*, 98(3), 223-231.
- Tsitsipis, J., & Mittler, T. (1976). Development, growth, reproduction, and survival of apterous virginoparae of *Aphis fabae* at different temperatures. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 19(1), 1-10.
- Tuenter, E., Foubert, K., Staerk, D., Apers, S., & Pieters, L. (2017). Isolation and structure elucidation of cyclopeptide alkaloids from *Ziziphus nummularia* and *Ziziphus spina-christi* by HPLC-DAD-MS and HPLC-PDA-(HRMS)-SPE-NMR. *Phytochemistry*, 138, 163-169. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2017.02.029>

- Tunaz, H., & Uygun, N. (2004). Insect growth regulators for insect pest control. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 28(6), 377-387.
- Turkoglu, A., Duru, M. E., Mercan, N., Kivrak, I., & Gezer, K. (2007). Antioxidant and antimicrobial activities of *Laetiporus sulphureus* (Bull.) Murrill. *Food Chemistry*, 101(1), 267-273. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.01.025>
- Upasani, S. M., Kotkar, H. M., Mendki, P. S., & Maheshwari, V. L. (2003). Partial characterization and insecticidal properties of *Ricinus communis* L foliage flavonoids. *Pest Management Science: formerly Pesticide Science*, 59(12), 1349-1354. <https://doi.org/10.1002/ps.767>
- Vaidya, B. N., Brearley, T. A., & Joshee, N. (2014). Antioxidant capacity of fresh and dry leaf extracts of sixteen *Scutellaria* species. *Journal of Medicinally Active Plants*, 2(3), 42-49. <https://doi.org/10.7275/R5J9649K>
- Vermerris, W., & Nicholson, R. (2007). Phenolic Compound Biochemistry (S. S. B. Media, Ed.). Springer Netherlands. <https://books.google.dz/books?id=uLzdv8fsRxYC>
- Vincken, J.-P., Heng, L., de Groot, A., & Gruppen, H. (2007). Saponins, classification and occurrence in the plant kingdom. *Phytochemistry*, 68(3), 275-297. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2006.10.008>
- Vogt, K. (1995). Identification, propagation and uses of common trees and shrubs of dry land in Sudan–SOS. *Sahel international UN Ford Foundation London*, 111-115.
- Voisin, A. (2004). Le Souf, monographie. Edition El-Walid, El Oued Algérie.74p.
- Ware, G. W., & Whitacre, D. M. (2004). An introduction to insecticides (Vol. 6).
- Way, M. (1967). The nature and causes of annual fluctuations in numbers of *Aphis fabae* Scop. on field beans (*Vicia faba*). *Annals of Applied Biology*, 59(2), 175-188.
- Way, M., & Banks, C. (1967). Intraspecific mechanisms in relation to the natural regulation of numbers of *Aphis fabae* Scop. *Annals of Applied Biology*, 59(2), 189-205.
- Weissenberg, M., Levy, A., Svoboda, J. A., & Ishaaya, I. (1998). The effect of some Solanum steroidal alkaloids and glycoalkaloids on larvae of the red flour beetle, *Tribolium castaneum*, and the tobacco hornworm, *Manduca sexta*. *Phytochemistry*, 47(2), 203-209.
- Wichtl, M., & Anton, R. (1999). Plantes thérapeutiques: tradition, pratique officinale, science et thérapeutique. Ed. Tec & Doc.
- Wichtl, M., & Anton, R. (1999). Plantes thérapeutiques: tradition, pratique officinale, science et thérapeutique. Ed. Tec & Doc. <https://books.google.dz/books?id=5jlQPQAACAAJ>
- Wieczorek, K. (2011). Aphid species alien to Poland (Hemiptera: Aphididae). *Polish Journal of Entomology* (Polskie Pismo Entomologiczne).

- Wilkinson, T., & Douglas, A. (2003). Phloem amino acids and the host plant range of the polyphagous aphid, *Aphis fabae*. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 106(2), 103-113.
- Williams, I. S., & Dixon, A. F. (2007). Life cycles and polymorphism.
- Wink, M. (1999). Biochemistry of plant secondary metabolism (Vol. 2). CRC Press.
- Wink, M. (2000). Interference of alkaloids with neuroreceptors and ion channels. *Studies in Natural Products Chemistry*, 21, 3-122.  
[https://doi.org/10.1016/S1572-5995\(00\)80004-6](https://doi.org/10.1016/S1572-5995(00)80004-6)
- Wink, M., & Schimmer, O. (2018). Modes of action of defensive secondary metabolites. *Annual Plant Reviews online*, 18-137.  
<https://doi.org/10.1002/9781119312994.apr0019>
- Wojciechowicz-Zytko, E., & Wnuk, A. (2012). The occurrence of Syrphidae in *Aphis fabae* Scop.(Hemiptera) colonies on broad bean intercropped with Phacelia (Part II). *Journal of Plant Protection Research*, 52(2).
- Yamamoto, C., & Kurokawa, M. (1970). Synaptic potentials recorded in brain slices and their modification by changes in the level of tissue ATP. *Experimental Brain Research*, 10(2), 159-170. <https://doi.org/10.1007/BF00234729>
- York, A. (1992). Pests of Cucurbit Crops: Marrow, Pumpkin, Squash, Melon and Cucumber. In R. G. McKinlay (Ed.), *Vegetable Crop Pests* (pp. 139-161). Palgrave Macmillan UK. [https://doi.org/10.1007/978-1-349-09924-5\\_5](https://doi.org/10.1007/978-1-349-09924-5_5)
- Yossef, H., Khedr, A. A., & Mahran, M. Z. (2011). Hepatoprotective activity and antioxidant effects of El Nabka (*Zizyphus spina-christi*) fruits on rats hepatotoxicity induced by carbon tetrachloride. *Nat. Sci*, 9(2), 1-7.
- Yousef, A. A. A.-H., & El-Kassas, N. B. (2013). Ultrastructure and histopathological effects of some plant extracts on digestive gland of *Biomphalaria alexandrina* and *Bulinus truncatus*. *The Journal of Basic & Applied Zoology*, 66(2), 27-33.  
<https://doi.org/10.1016/j.jobaz.2012.12.006>
- Yu, S., & Abo-Elghar, G. E. (2000). Allelochemicals as inhibitors of glutathione S-transferases in the fall armyworm. In *Pesticide Biochemistry and Physiology* (Vol. 68, pp. 173-183). *Institute of Zoology, Chinese Academy of Sciences*.  
<https://doi.org/10.1006/pest.2000.2514>
- Zhang HuiHong, Z. H., Huang XiaoLei, H. X., Jiang LiYun, J. L., Qiao GeXia, Q. G., & Zheng ZheMin, Z. Z. (2010). Subspecies differentiation of *Aphis fabae* Scopoli (Hemiptera, Aphididae) based on morphological and molecular data. *In Acta Zootaxonomica Sinica* (Vol. 35, pp. 537-545).
- Zhu, J.-X., Qin, J.-J., Chang, R.-J., Zeng, Q., Cheng, X.-R., Zhang, F.,...Zhang, W.-D. (2012). Chemical constituents of plants from the genus *Euonymus*. *Chemistry & Biodiversity*, 9(6), 1055-1076. <https://doi.org/10.1002/cbdv.201100170>

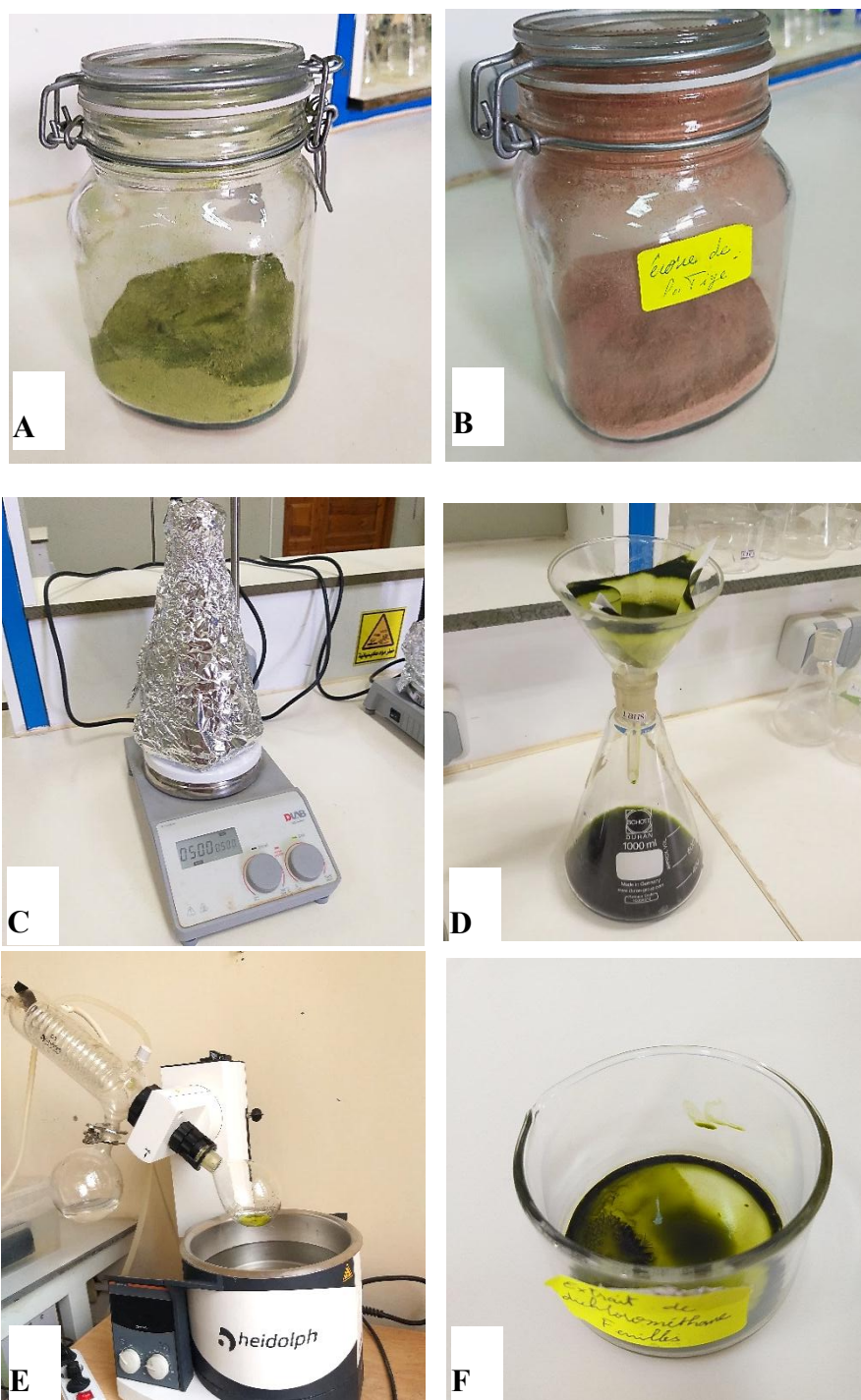


---

## *Annexes*

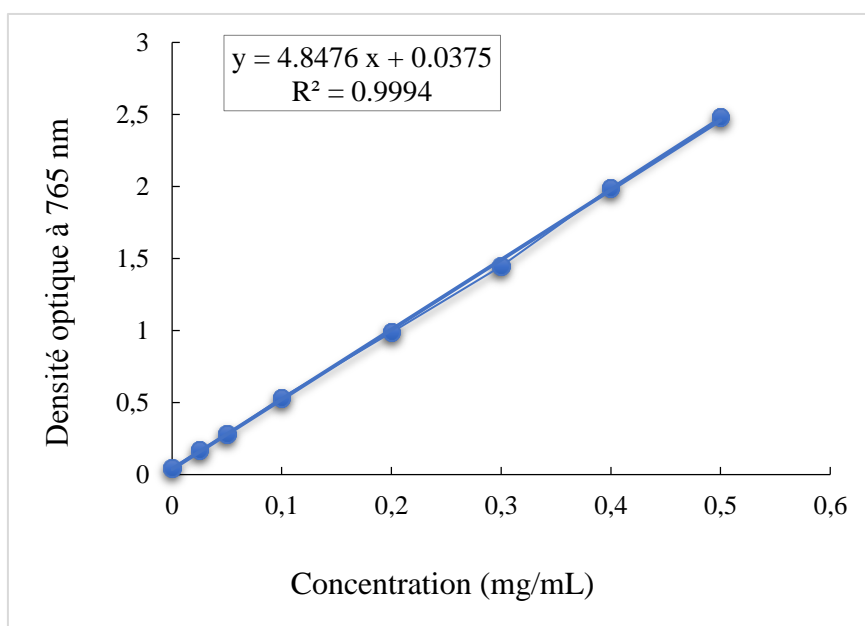
---

## Annexes

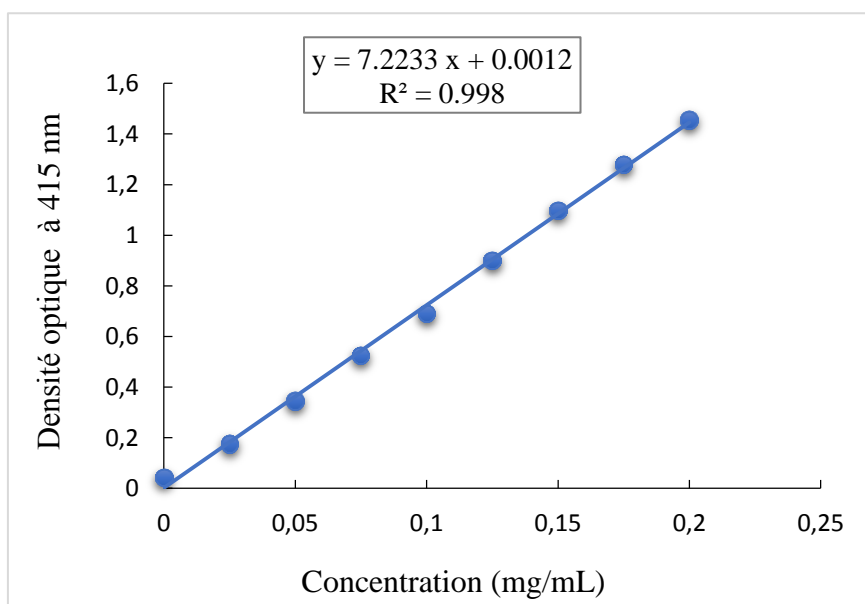
Annexe I : Caractérisations phytochimiques des extraits de *Ziziphus spina-christi*

**Figure I.**  
1 : Etapes  
de  
préparatio  
n des  
extraits de  
la plante.  
Poudre de

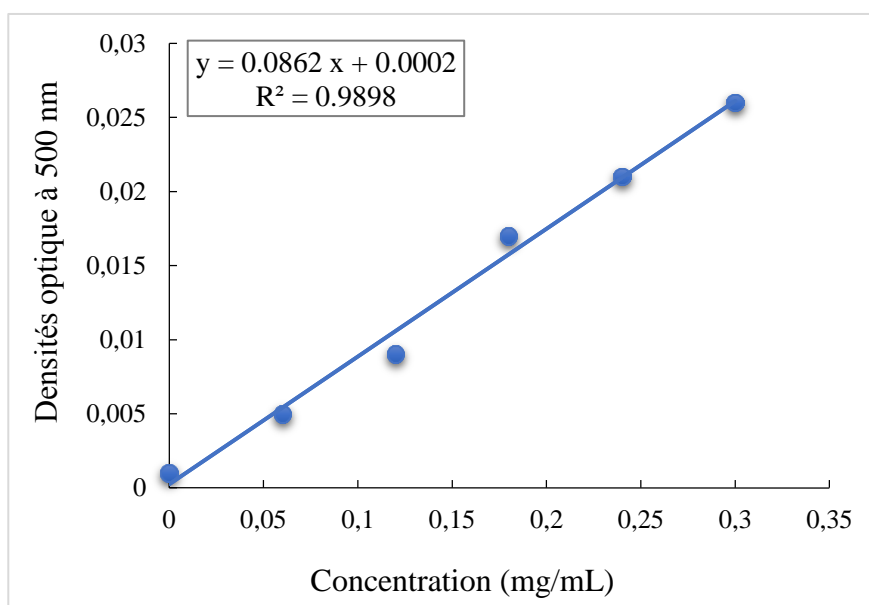
feuilles :A ; poudre d'écorce de tige :B ; macération 24h à T° ambiante par agitation : C ;  
filtration :D ; Evaporation du solvant par le Rotavapeur ; récupération de l'extrait : F.



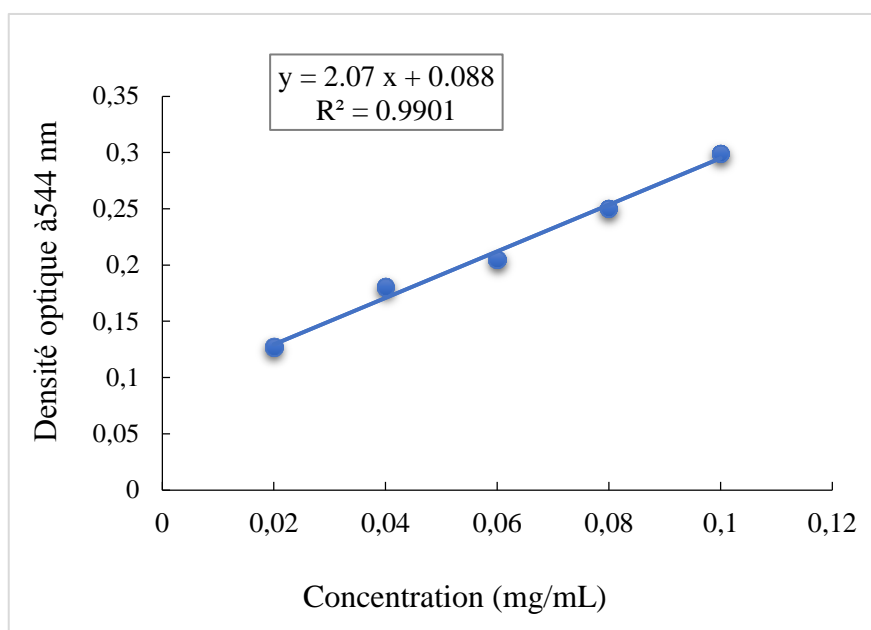
**Figure I. 2 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux (Moyenne  $\pm$  SD de trois mesures).



**Figure I. 3 :** Courbe d'étalonnage de la quercétine pour le dosage des flavonoïdes (Moyenne  $\pm$  SD de trois mesures).



**Figure I. 4 :** Courbe d'étalonnage de la catéchine pour le dosage des tanins condensés  
(Moyenne  $\pm$  SD de trois mesures).

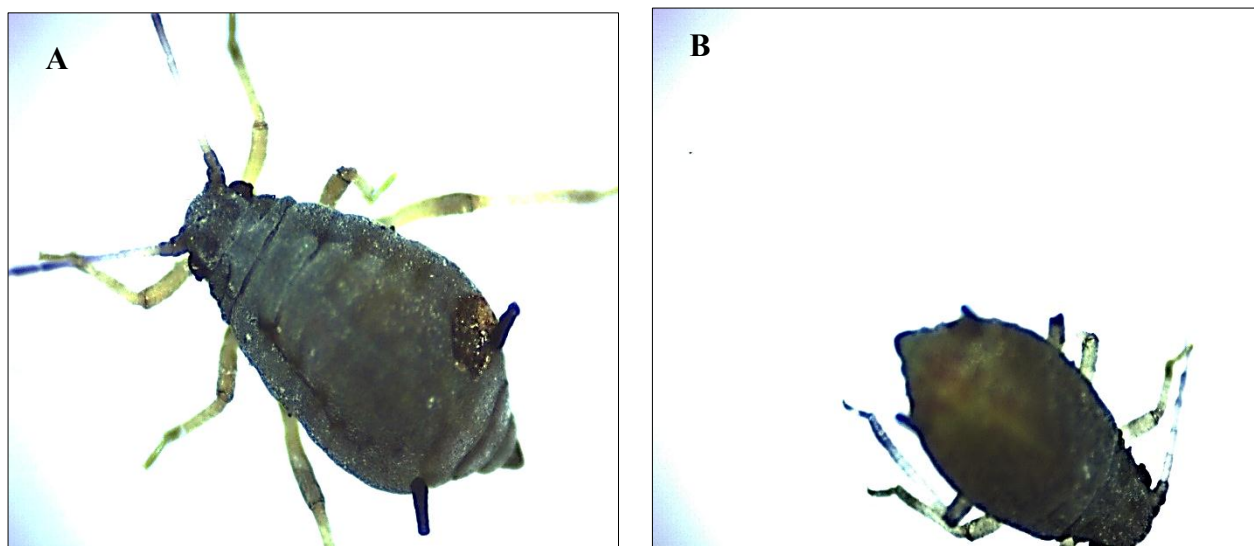


**Figure I. 5 :** Courbe d'étalonnage de la diosgénine pour le dosage des saponines  
(Moyenne  $\pm$  SD de trois mesures).

**Annexe II : Identification de l'espèce *Aphis fabae***



**Figure II. 1 :** Loupes binoculaires utilisée pour identifier l'espèce et stade d'âge d'*Aphis fabae*.



**Figure II. 2 :** Planche photographique descriptive d'*Aphis fabae*. Adulte aptère : A ; Larve : B.

Extraits	LD <sub>90</sub> (mg/mL)	FL 95% (mg/mL)	Pente ± SE	χ <sup>2</sup> (ddl)	Valeur p
Hex	494.45	224.35 – 2285.41	1.191 ± 0.199	2.591 (2)	0.274
Dich	214.24	-	1.648 ± 0.209	7.390 (2)	0.025
Méth	70.71	54.95 – 101.27	2.135 ± 0.219	3.98 (2)	0.137
Aq	186.11	121.92 – 362.36	1.39 ± 0.2	3.478 (2)	0.176

**Annexe III : Doses létales (DL<sub>90</sub>) contre *Aphis fabae* après 48 heures d'exposition**

Extraits	LD <sub>90</sub> (mg/mL)	FL 95% (mg/mL)	Pente ± SE	χ <sup>2</sup> (ddl)	Valeur p
Hex	446.16	228.33 – 1466.99	1.480 ± 0.218	3.805 (2)	0.149
Dich	370.07	202.21 – 1050.50	1.570 ± 0.221	1.423 (2)	0.491
Méth	80.37	62.79 – 113.68	2.263 ± 0.221	1.979 (2)	0.372
Aq	238.51	136.63 - 629.03	1.769 ± 0.214	0.506 (2)	0.776

**Tableau III.1 :** Valeurs DL<sub>90</sub> des différents extraits des feuilles contre les larves.

Extraits	LD <sub>90</sub> (mg/mL)	FL 95% (mg/mL)	Pente ± SE	χ <sup>2</sup> (ddl)	Valeur p
Hex	122.97	88.63 – 200.04	1.975 ± 0.214	1.294 (2)	0.425
Dich	678.12	290.90 – 3490.15	1.261 ± 0.210	5.504 (2)	0.064
Méth	75.27	54.32 – 126.08	1.635 ± 0.211	2.201 (2)	0.333
Aq	145.31	98.89 – 263.93	1.760 ± 0.208	1.476 (2)	0.478

**Tableau III.2 :** Valeurs DL<sub>90</sub> des différents extraits des feuilles contre les adultes aptères.

**Tableau III.3 :** Valeurs DL<sub>90</sub> des différents extraits d'écorce de tige contre les larves

**Tableau III.4 :** Valeurs DL<sub>90</sub> des différents extraits d'écorce de tige contre les adultes aptères.

---

<b>Extraits</b>	<b>LD<sub>90</sub> (mg/mL)</b>	<b>FL 95% (mg/mL)</b>	<b>Pente ± SE</b>	<b>χ<sup>2</sup> (ddl)</b>	<b>Valeur p</b>
<b>Hex</b>	636.21	272.54 – 3346.15	1.212 ± 0.205	1.275 (2)	2.529
<b>Dich</b>	472.20	-	1.549 ± 0.227	6.023 (2)	0.049
<b>Méth</b>	105.06	75.76 – 171.98	1.850 ± 0.209	0.633 (2)	0.729
<b>Aq</b>	271.56	160.60 – 650.53	1.611 ± 0.213	0.605 (2)	0.739

---

*Publications et Séminaires*

---

## 1. Publications internationales

- Guezzoun, N., Selmane, M., Khezzani, B., Elkhalfa, A., & Zemmouli, N. (2024). *Ziziphus spina-christi* (L.) as a source of environmentally friendly biocides: phytochemical characteristics and insecticidal potential of leaves and stem bark extracts on *Aphis fabae* Scopoli (Aphididae). *African Journal of Biological Sciences*, 6(13), 7509-7530.

<https://www.afjbs.com/uploads/paper/fb2a1d7ebd2a626bd62b096b404fbaa3.pdf>

- Guezzoun, N., Khezzani, B., Selmane, M., & Zemmouli, N. (2025). Comparative evaluation of the aphicidal activity from *Ziziphus spina-christi* leaf and stem bark extracts against *Aphis fabae* Scopoli. *Journal of Agriculture and Applied Biology*, 6(1), 88-99. <https://doi.org/10.11594/jaab.06.01.07>

## 2. Séminaires internationaux

- Guezzoun, N., Selmane, M., & Khezzani, B. (2022). Phytochemical characteristics and potential pharmacological activities of extracts from the plant *Ziziphus spina-christi* (L). The 1st International Conférence on Applied Chemistry and Renouabl Energies (ACREIC). 26-28 NOV 2022. Echahid Cheikh Larbi Tebessi University- Tebessa- Algeria.
- Guezzoun, N., Selmane, M., & Khezzani, B.(2023). Cytotoxicité de saponine extraite des feuilles de *Ziziphus spina-christi* (L) Desf et ses vecteurs saponinosomes sur les cellules tumorales et normales. The 1st International Webinar on Promotion and Exploitation of Plants of Ecological and Economic Interest. 15 -16 March 2023. Abbas Laghrour University -Khenchela- Algeria.
- Guezzoun, N., Khezzani, B., Selmane, M., & Zemmouli, N. (2024). Evaluation *in-vitro* de capacité antioxydante de l'écorce de *Ziziphus spina-christi* (L) de la région de Souf (El-Oued). The 1st International Seminar on Agri-Food & Industrial Biotechnology (ISABI). 26-27 June, 2024. Djilali Bounaama University - Khemis Miliana –Algeria.

## 3. Séminaires nationaux

- Guezzoun, N., Khezzani, B., Selmane, M., & Zemmouli, N. (2024). Etude d'activité antioxydante des extraits d'écorce de *Ziziphus spina-christi* (L) de la région de Souf (El-Oued). The 1st National Conference on Advanced Application of Chemistry (NC2AC'24). 13-14 October 2024. Ferhat Abbas 1 University – Setif - Algeria.

- Guezzoun, N., Selmane, M., Khezzani, B., & Zemmouli, N. (2024). Etude d'activité antioxydante de quatre extraits des feuilles de *Ziziphus spina-christi* (L) de la région de Souf (El-Oued). Le 1er Séminaire National Hybride de Chimie (SNHC'24). les 26-27 Octobre 2024. Université Batna 2- Algérie.