

Université ABOU BEKR BELKAÏD DETLEMEN

Faculté des Sciences

Département de Chimie

Laboratoire des substances naturelles et bioactives

(LASNABIO)



Mémoire de Fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : chimie

Spécialité : Chimie des produits Naturels

(CPN)

**Etude de la composition chimique et évaluation de l'activité allélopathique
de l'huile essentielle de Calendula arvensis.**

Présenté Par :Hadjam Rahma

Devant le jury :

Pr.TABTI.BOUFELDJA

à l'Université de Tlemcen

Président

Dr.ABBAD.SARRA

à l'Université de Tlemcen

Examinatrice

Pr.BENSAID.OKKACHA

à l'Université de Tlemcen

Encadrant

Dr.KADDOUR.FAIZA

à l'Université de Tlemcen

Co-Encadrant

Soutenue le 27/09/2020

Remerciement

Je remercie Allah tout puissant de m'avoir donné le privilège et la chance d'étudier et de suivre le chemin de la science.

Tout d'abord nous tenons à remercier Dieu de nous avoir donné la santé, la volonté et la patience pour mener à terre notre formation de master et pouvoir réaliser ce travail de recherche.

Je tiens à exprimer mon profonds remerciements à mon encadrant Pr. Bensaid Okkacha pour son aide et ses conseils sincères.

Mes remerciements à Mm Kaddour Faiza

Mes remerciements au Président

Mes remerciements à l'examinatrice

Enfin mes remerciement aussi à M. selles chawki chef département et tous les enseignants sans exception, en plus mes camarades de promo.

Dédicace

Je dédie cette mémoire avec une attention particulière

A ma maman, pour son amour, toute l'énergie qu'elle a dépensée et Tous les sacrifices qu'elle a faits pour nous, merci de m'avoir encouragé à réaliser mes rêves.

A mon papa, merci pour son amour, et ses encouragements. Merci d'avoir toujours voulu ce qu'il y a de mieux pour moi, que dieu les garde toujours en bonne santé.

Et à mes frères et ma sœur, Ceux qui la rendent plus intéressante...

A toute ma famille et mes ami(e)s

Résumé

La présence des adventices dans un champ de céréale est nuisible à plusieurs titres. La découverte d'un herbicide naturel peut réduire les impacts préjudiciables à l'environnement.

Le but de cette étude est d'évaluer le potentiel allélopathique des bioproduits formulés à base d'huiles essentielles de calendula arvensis en termes de réduction et/ou blocage de la capacité germinative des plantes adventices dans les conditions naturelles.

Abstrat

The presence of weeds in a cereal field is harmful in several ways. The discovery of a natural herbicide can reduce the negative impacts on the environment.

The aim of this study is to assess the allelopathic potential of bioproducts formulated with essential oils of calendula arvensis in terms of reducing and / or blocking the germination capacity of weeds under natural conditions.

ملخص

يعد وجود الأعشاب الضارة في حقول الحبوب ضارًا بعدة طرق. اكتشاف مبيدات الأعشاب الطبيعية يمكن أن يقلل من الآثار السلبية على البيئة.

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم إمكانيات صنع منتجات طبيعية مصنوعة من الزيت الأساسي لنبات الجمره من أجل منع قدرة انبات الأعشاب الضارة.

SOMMAIRE

Remerciement

Dédicace

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION

Partie bibliographique

CAPITRE I : les huiles essentielles

I.1. Huiles essentielles.

I.1.1 Définition.....	4
I.1.2. Localisation des huiles essentielles dans la plante.....	4
I.1.3. Techniques d'extraction des huiles essentielles.....	5
I.1.4. La composition chimique.....	7
I.1.5. Méthodes d'identification chimique des huiles essentielles	8
I.1.6. Domaines d'utilisation des huiles essentielles.....	9

I.2. Hydrolat

I.2.1. Définition.....	11
I.2.2. La composition chimique.....	11
I.2.3. Domaine d'utilisation.....	11

CHAPITRE II : Etude botanique de Calendula arvensis

II.1. Généralité sur la famille des Astéracées

II.1.1. Morphologie.....	12
II.1.2. Distribution.....	13

II.2. Le genre Calendula

II.2.1. Calendula arvensis.....	13
II.2.2. Quelques espèces de Calendula.....	14
II.2. 3. Historique.....	14
II.2.4. Description.....	14
II.2.5. Classification systématiques.....	15
II.2.6. Distribution.....	16
II.2.7. Domaines d'application et intérêt en phytothérapie	16
II.2.8. les travaux scientifique sur calendula.....	17

Chapitre III : activités biologique

III-Activité l'allélopathie

III .1. Définition	18
III .2. Voies de libération des composés allélopathiques.....	18
III .3. .Natures chimiques des substances allélopathiques	19
III.4. Application de l'allélopathie	19

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes

I -1-Récolte de la plante.....	23
I -2-Séchage.....	23
I -3-Extraction de l'huile essentielle.....	24
I -4-Calcul du rendement.....	24
I -5-Concervation de HE.....	25
I -6-Caractéristiques organoleptiques.....	25

Chapitre II : Résultat et discussion

II-1-Rendement de huile essentielle.....	27
II -2-Caractéristiques organoleptiques.....	28
 Conclusion et Perspectives.....	 29
Références bibliographiques.....	32

Liste des Figures

Figure 1 : Appareillage utilisé pendant l'hydrodistillation d'huile essentielle.

Figure 2 : Appareillage d'Entrainement à la vapeur d'eau et Hydrodiffusion.

Figure 3 : Schéma de couplage CPG/SM.

Figure 4 : Les astéracées.

Figure 5 : Répartition géographique mondiale des Astéracées.

Figure 6 : Morphologie Calendula.

Figure 7 : Répartition de la *C. arvensis* dans le monde.

Figure 8 : région de Nedroma.

Figure 9 : la plante *C. arvensis* sèche .

Figure 10 : Montage d'hydrodistillation de type clewenger.

Liste des Tableau

Tableau 1 : Les espèces connues de Calendula.

Tableau 2 : Rendement en huiles essentielles par rapport à la matière sèche.

Tableau 3 : Propriétés organoleptique d'HE de calendula arvensis.

Introduction

Depuis les années cinquante, l'agriculture dépend de l'utilisation des herbicides et des pesticides pour éliminer les mauvaises herbes et assurer des rendements élevés. Les traits importants de la concurrence des mauvaises herbes n'étaient pas parmi les principales préoccupations des agriculteurs. En effet, les herbicides ont pris soin de détruire les mauvaises herbes en pratique agricoles. L'application des agents chimiques pour le contrôle de celles-ci n'a donc cessé d'augmenter. Par conséquent, l'augmentation de l'utilisation d'un certain nombre de pesticides a eu des effets négatifs sur la santé humaine et sur l'environnement. [1]

La lutte biologique offre une approche alternative pour les ravageurs, les maladies et les mauvaises herbes en agriculture. En revanche, l'application du contrôle biologique des mauvaises herbes s'est souvent révélée difficile en pratique [2]

L'allélopathie est un phénomène que l'on peut définir comme l'influence d'une plante sur une autre au moyen du relâchement d'un composé chimique dans l'environnement et Présente des capacités élevées de la lutte contre les mauvaises herbes en conditions réelles [3]

Les composés allélopathiques se comportent comme des herbicides naturels ; ils ont fréquemment plusieurs sites d'action et des effets divers sur les organismes cibles Ces composées biochimiques peuvent être classés en grande partie comme métabolites secondaires. [4]

Tous les végétaux contiennent les métabolites secondaires mis leur répartition selon les organes, les tissus et leur type dépend de chaque espèce, permis ces métabolites secondaires on cite les huiles essentielles (les huiles volatiles). [5]

L'huile essentielle, au sens stricte du terme, est le produit obtenu à partir de la matière première végétale par techniques traditionnelles de distillation ou d'expression à froid. L'essence est la substance aromatique sécrétée par la plante, qui par distillation devient une huile essentielle[6]

Plusieurs espèces produisent des huiles essentielles contenant des composés pouvant agir comme des herbicides naturels [7]. Cette étude propose une nouvelle stratégie de désherbage en utilisant l'effet allélopathique. Nous présentons les potentialités allélopathiques de bioherbicides formulés à base d'huiles essentielles de la calendula arvensis.

Le font de ce travail comprend deux grand parties :

La première partie et consacré à l'étude bibliographique ou partie théorique est scindée en trois chapitres :

- ✓ **Le premier chapitre** est consacré aux généralités sur les huiles essentielles, compositions chimiques ; techniques d'extraction ; leurs principaux domaines d'application. Ainsi que diverses activités biologiques et pharmacologiques ;
- ✓ **Le deuxième chapitre** est réservé à la présentation de l'espèce étudiée (calendula arvensis) Généralité sur la famille astéracée (morphologie et distribution) ; et le genre de calendula ; classification ; domaine d'utilisation ; les travaux scientifique sur calendula ;
- ✓ **Le troisième chapitre** est présenté l'activité allelopathique et leur vois de libération ; nature des substances allelopathiques et leur application.

La deuxième partie est subdivisée en deux chapitres :

- ✓ **Le Premier chapitre** illustre le matériel et les méthodes utilises.
- ✓ **Le deuxième chapitre** est consacré à la présentation et la discussion des résultats obtenus.

Enfin, nous terminerons ce travail par une conclusion générale et Perspective.

Partie Bibliographique

Chapitre 1 : Les huiles essentielles

I.1.les Huiles Essentielles

I.1-1- Définition :

Les huiles essentielles HE sont des substances huileuses, volatiles, d'odeur et de saveur généralement fortes, extraites à partir des différentes parties de certaines plantes aromatiques. L'organisme de normalisation AFNOR (association française de normalisation) a défini l'huile essentielle comme un : « Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques, soit par distillation à sec. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques ». [8]

Elles sont caractérisées par leur couleur, leur odeur, leur densité leur aspect et leur chémotype : familles biochimiques. Chaque huile essentielle possède donc ses caractéristiques, son parfum, ses propriétés. [9]

I.1.2.Localisation des huiles essentielles dans la plante :

Les huiles essentielles peuvent être présentes dans différents organes végétaux : feuilles, fleurs, écorces, bois, racines des rhizomes, fruits et graines [10]

Les huiles essentielles sont produites dans des cellules glandulaires spécialisées recouvertes d'une cuticule. Elles sont alors stockées dans des cellules à huiles essentielles (Lauraceae ou Zingiberaceae), dans des poils sécréteurs (Lamiaceae), dans des poches sécrétrices (Myrtaceae ou Rutaceae) ou dans des canaux sécréteurs (Apiaceae ou Asteraceae). Elles peuvent aussi être transportées dans l'espace intracellulaire lorsque les poches à essences sont localisées dans les tissus internes. [11 .12]

I.1-2- Techniques d'extraction des huiles essentielles :

Le choix d'une technique d'exploitation des plantes aromatiques doit être adapté aux composés spécifiquement recherchés ; en principe cela ne dépend pas du type d'organe utilisé (feuille, fleur, bois, graine ou fruit, racine ou rhizome), à l'état frais ou à l'état sec. La méthode dépend du type de produit souhaité, ou de la nature chimique des molécules recherchées le rendement en l'huile et la fragilité de certains constituants des huiles aux températures élevées. .[13]

I.1.2.1.Extraction par hydrodistillation :

L'extraction des huiles essentielle par hydrodistillaton est réaliser par un appareil de type Clevenger. Il comprend un ballon de capacité de deux litres contenant de l'eau bouillonnante en contact direct avec la matière végétale. Ce ballon est connecté à un réfrigérant qui sert à condenser la vapeur d'eau contenant l'huile essentielle extraite, le distillat est récupéré dans un ballon ou erlenmeyer. [14]

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le matériel végétal est immergé directement dans un alambic rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à ébullition (Figure 1). Les vapeurs hétérogènes sont condensées dans Un réfrigérant et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité. L'huile essentielle étant plus légère que l'eau (sauf quelques rares exceptions), elle surnage au-dessus de l'hydrolat.

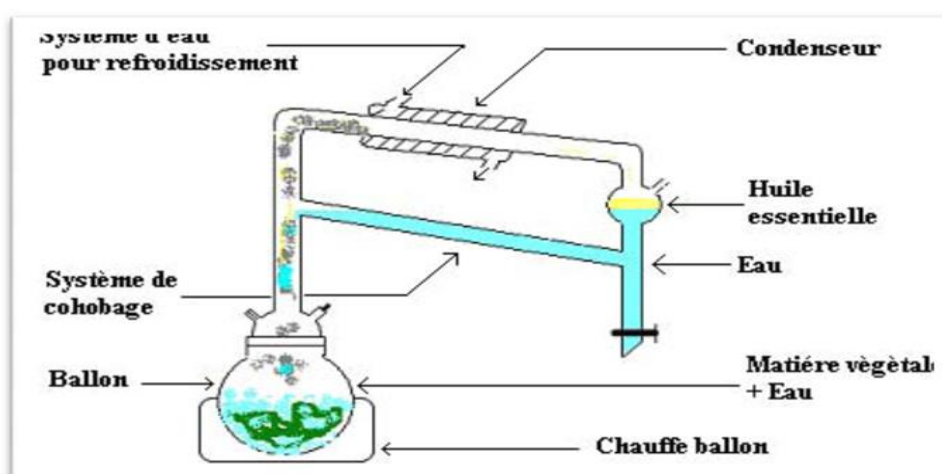


Figure 1 : Appareillage utilisé pendant l'hydrodistillation d'huile essentielle [15]

I.1.2.2.Extraction par entraînement à la vapeur d'eau :

A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. Le principe de la distillation la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. La vapeur endommage la structure des cellules végétales et libère ainsi les molécules volatiles pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique " l'huile essentielle". [16]

I.1.2.3. Hydrodiffusion :

Elle consiste à pulvériser de la vapeur d'eau à travers la masse végétale, du haut vers le bas. Ainsi le flux de vapeur traversant la biomasse végétale est descendant contrairement aux techniques classiques de distillation dont le flux de vapeur est ascendant. L'avantage de cette technique est traduit par l'amélioration qualitative et quantitative de l'huile récoltée, l'économie de temps, de vapeur et d'énergie. [17]

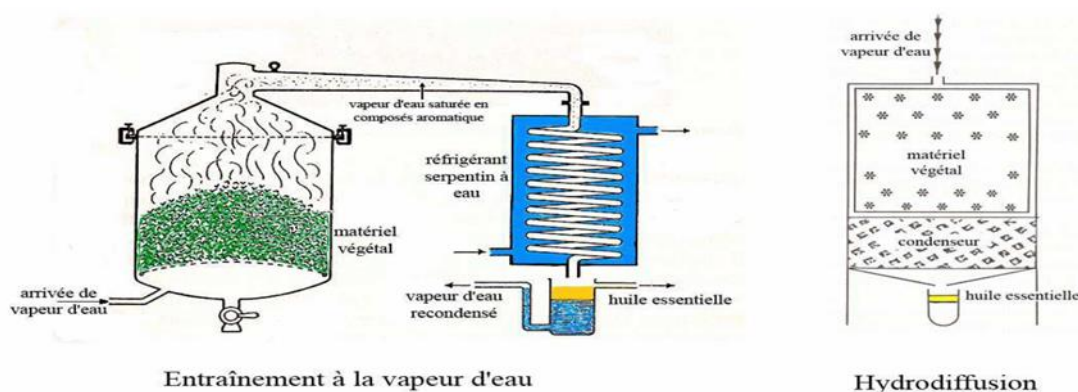


Figure 2 : Appareillage d'Entrainement à la vapeur d'eau et Hydrodiffusion [18]

I.1.2.4.Extraction par solvant organique :

La technique d'extraction par solvant organique, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Les solvants les plus utilisés sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone.. L'extraction est réalisée avec un appareil de Soxhlet . [19]

I.1.2.5.L'extraction sans solvant assisté par micro-onde :

Au début des années 1990 est apparue une toute nouvelle technique appelée hydrodistillation par micro-ondes sous vide. Dans ce procédé, la matrice végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle [20]

I.1.2.6.Extraction par fluide supercritique

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état supercritique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant. [21]

I.1.3.La composition chimique :

La composition chimique des essences est complexe et peut varier selon l'organe, les facteurs climatiques, la nature du sol, les pratiques culturales et le mode d'extraction.

Les HEs sont un mélange de constituants qui appartiennent à trois catégories de Composés terpéniques, aromatiques et diverses [22]

I.1.3.1. Monoterpènes :

Molécules hydrocarboné sont des composés essentiels, acycliques, monocycliques, bicycliques. Ils constituent parfois plus de 90% de l'huile essentielle (Citrus, Térébenthine). [22]

I.1.3.2. Sesquiterpènes :

Les sesquiterpènes sont des dérivés d'hydrocarbures. Ils comportent trois unités d'isoprène. Leur formule est $C_{15}H_{24}$ soit une fois et demie (sesqui) la molécule des terpènes. Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes. Elle contient plus de 3000 molécules qui se divisent en plusieurs catégories structurelles, acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, polycyclique. Ils se trouvent sous forme d'hydrocarbures ou sous forme d'hydrocarbures oxygénés. Ils sont particulièrement caractéristiques de la famille des Astéracées, mais ne se produisent sporadiquement dans d'autres familles.[23]

I.1.3.3.Composés aromatiques :

Dérivés du phénylpropane (C_6-C_3). Ils sont beaucoup moins fréquents que les molécules volatiles. Un noyau aromatique est couplé à une chaîne de trois carbones. [22]

I.1.3.4.Composés d'origines diverses :

Certains composés aliphatiques de faible poids moléculaire sont entraînés lors de l'hydrodistillation des HE à savoir les carbures, acides, alcools, aldéhydes, esters. [22]

I.1.4.Méthodes d'identification chimique des huiles essentielles :

I.1.4.1Chromatographie en phase gazeuse :

Elle s'applique à des échantillons gazeux ou susceptibles d'être vaporisés sans décomposition dans l'injecteur. C'est de loin la technique la plus utilisée pour les huiles essentielles. La phase mobile est un gaz (hélium, azote, argon ou hydrogène), appelé gaz vecteur. Si la phase stationnaire est un liquide non ou peu volatil, possédant des propriétés de solvant vis-à-vis des composés à séparer, on parle de chromatographie gaz- liquide ou chromatographie de partage. Si la phase stationnaire est un solide absorbant (silice, alumine...), on parle de chromatographie gaz- solide ou chromatographie d'adsorption. Les résultats de la CPG s'expriment par le volume de rétention (R_v) qui représente le volume de gaz vecteur nécessaire à l'élution du composé de la colonne de rétention. Ils s'expriment aussi par le temps de rétention (R_t) qui représente le temps nécessaire à l'élution. [24 ;25]

I.1.4.2. Spectrométrie de masse :

La spectrométrie de masse (mass spectrometry ou MS) est une technique physique d'analyse permettant de détecter et d'identifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse, et de caractériser leur structure chimique. Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z). [26]

I.1.4.3.Le couplage Chromatographie phase gazeuse/Spectrométrie de masse (CPG/SM)

Si la chromatographie permet à elle seule de séparer correctement les différents constituants d'un mélange, il est néanmoins délicat de se livrer à une interprétation structurale permettant une identification certaine. L'idée de coupler une autre méthode physique d'investigation après séparation chromatographique, dans le but d'ajouter à la chromatographie une deuxième dimension analytique, s'est concrétisée dès 1960 dans la combinaison entre la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse CPGSM (en anglais GC-MS). [26]

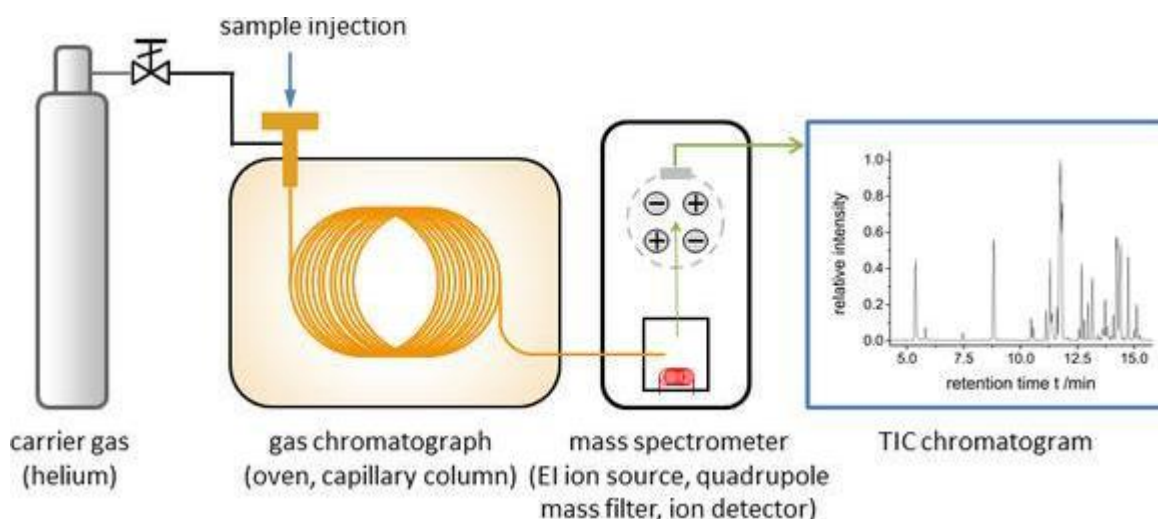


Figure 3 : Schéma de couplage CPG/SM [26]

I.1.5.Domaines d'utilisation des huiles essentielles :

En raison de leur diverses propriétés, les plantes et leur essences présentent un grand intérêt en pharmacie (par leur pouvoir antiseptique, analgésique, antispasmodique, apéritif, antidiabétique,...), en alimentation (par leur activités anti-oxydante et aromatisante), en parfumerie et en cosmétique (par leur propriété odoriférante).

Les HE sont commercialisées et utilisées dans divers domaines industriels entre autres pharmacie, cosmétologie, ...et aromathérapie.[27]

I.1.5.1.Aromathérapie

L'aromathérapie est une forme de médecine alternative dans laquelle les HE ont une grande importance car elles induisent de nombreux effets curatifs. Ainsi elles s'utilisent de plus en plus dans diverses spécialités médicales telles que : l'acupuncture, la masso-kinésithérapie, l'ostéopathie, la podologie, la rhumatologie ainsi que dans l'esthétique.[27]

I.1.6.2.Agro-alimentaire

En vertu de leurs propriétés antiseptiques et aromatisantes, les HE sont employées quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym,...).Elles sont également très prisées en liquoristerie (boissons anisées, kümmel) et en confiserie (bonbons, chocolat,...). Leur pouvoir anti-oxydant leur permet de conserver les aliments en évitant les moisissures, conservation du smen par exemple par le thym et le romarin. [28-29]

I.1.5.3.Cosmétologie et parfumerie

Les HE sont recherchées dans l'industrie des parfums et des cosmétiques en raison de leurs propriétés odoriférantes. L'industrie de la parfumerie consomme d'importants tonnages d'essences (60%) en particulier celles de rose, de jasmin, de violette, de verveine,...Les huiles essentielles sont aussi consommées en cosmétologie pour parfumer les produits cosmétiques : les crèmes solaires, les rouges à lèvres, les dentifrices, les shampoings, savons,...etc.

Enfin le secteur des produits d'hygiène, détergents et lessives par exemple, consomme beaucoup d'huile essentielle pour masquer les odeurs (souvent peu agréables) des produits purs. [30]

I.1.5.4.Pharmacie

Plus de 40% de médicaments sont à base de composants actifs de plantes¹. Les essences issues des plantes sont utilisées en grande partie dans la préparation d'infusion (verveine, thym, menthe,...) et sous la forme de préparations galéniques.De même, elles permettent par leurs propriétés aromatisantes de masquer l'odeur désagréable de médicaments absorbés par voie orale. Aussi beaucoup de médicaments vendus en pharmacie sont à base d'HE comme les crèmes, les élixirs, les collyres,...[31]

I.3.Hydrolat

I.3.1 Définition :

Lors du processus d'obtention des huiles essentielles par entraînement à la vapeur, un sous-produit se forme à partir de l'eau ayant servi à l'extraction des molécules odorantes. Ce produit est l'hydrolat ou hydrosol en anglais. [32]

Le terme hydrosol dérive du latin "hydro" qui signifie "eau" et "sol" pour "solution". Dans le monde de l'aromathérapie, les hydrolats sont également connus sous le nom d'eaux florales et d'eaux végétales. Les hydrolats et eaux florales sont des extraits naturels considérés comme des coproduits de distillation. [33]

I.3.2. Composition :

En règle générale, les hydrolats sont riches en composés oxygénés hydrophiles alors que les composés lipophiles comme les hydrocarbures terpéniques sont la plupart du temps absents. On y trouve souvent de petits acides organiques volatiles, ce qui implique que les hydrolats sont habituellement à pH acide. La composition de l'hydrolat est différente de celle de l'huile essentielle : il contient une infime portion des composants de l'huile essentielle et surtout tous les composés hydrosolubles de la plante (qui ne se retrouvent pas ou peu dans l'huile essentielle) [34]. Cependant, pour pouvoir analyser la composition chimique des hydrolats par CPG-SM, il faut procéder à une extraction liquide-liquide avec un solvant organique tel que l'éther diéthylique ou chloroforme afin de concentrer l'hydrolat avant l'injection [35]

I.3.3. Domaine d'utilisation :

Certains hydrolats sont utilisés depuis des siècles dans des préparations cosmétiques, thérapeutiques et culinaires. Certaines plantes sont distillées uniquement pour leur hydrolat comme par exemple *Hamamelis virginiano* L. dont le distillât de feuilles et de rameaux floraux est un composant fréquent de produits dermatologiques grâce à ses propriétés désinfectantes et astringentes [36]. Le principal marché des hydrolats se situe dans le domaine des cosmétiques et des arômes alimentaires. Cependant, avec le regain d'intérêt actuel pour les médecines alternatives telle que l'aromathérapie, les hydrolats sont aujourd'hui de plus en plus utilisés pour leurs vertus thérapeutiques [37]..

CHAPITRE II : Etude botanique de *Calendula arvensis*

II.1.1. Généralité sur la famille des Astéracées :

Les Astéracées est une importante famille de plantes dicotylédones (principalement herbacées) appartenant aux sous classes des astérides (Asteridae). Auparavant, les astéracées étaient connues sous le nom de composacées (compositae), On distingue 4 sous familles :

- Les tubiflores ou carduacées
- Les liguliflores ou chicoracées
- Les labiatiflores
- Les radiées ou corymbifères [38].

II.1.2. Morphologie :

Les Asteraceae ont la caractéristique commune d'avoir des fleurs réunies en capitules c'est –à dire serrées les unes à côté des autres, son pédoncules placées sur l'extrémité d'un rameau ou d'une tige ou entourées d'une structure formée par des bractées florales [39]. La fleur des Asteraceae est très particulière : les étamines sont soudées par leurs anthères déhiscentes vers l'intérieur.. L'inflorescence est ordinairement un compact de fleurs sessiles tubulées et/ou ligulées sous tendu par un involucre de bractées disposées sur un à plusieurs rangs .Le capitule est entouré à la base généralement par 1 à 6 séries de bractées dont l'ensemble forme l'involucre. Les fruits sont des akènes, Les feuilles sont le plus souvent alternes. [40]



Figure 4 : Les astéracées [40]

II.1.3. Distribution :

La famille des Astéracées avec près de 1500 genres et pas loin de 26.000 espèces dont 750 endémiques est la seconde en importance, derrière celle des Orchidacées. Elle est présente dans toutes les régions du monde principalement dans les régions tempérées et à l'exception des pôles [42].



Figure 5 : Répartition géographique mondiale des Astéracées. [42]

II.2. Le genre *Calendula***II.2.1. Définition :**

Calendula est un genre d'environ 20 espèces de plantes herbacées annuelles ou vivaces de la famille des Astéracées, originaires de la région méditerranéenne., avec des propriétés et caractéristiques presque identiques au souci officinal (*Calendula officinalis*) , en ayant des têtes florales plus petites et moins de fleurettes. Les deux espèces exploitées comme plantes médicinales. [43]

II.2.2. Quelques espèces de *Calendula* : [44]

Quelques espèces de *Calendula* étant bien définie dans le tableau 1 suivant :

Espèces	Synonyme(s)
<i>C. aegyptiaca</i>	<i>C. subinermis</i> <i>C. gracilis</i> <i>C. Cristal-galli</i> <i>C. malvaecarpa</i> <i>C. echinata</i> <i>C. platycarpa</i> <i>C. malvaecarpa</i>
<i>C. arvensis</i>	<i>C. parvijlora</i> <i>C. stellata</i> <i>C. sicula</i>
<i>C. monardi</i>	<i>C. undulata</i> <i>C. officinalis</i>
<i>C. tomentosa</i>	<i>C. incana</i>
<i>C. Suffruticosa</i>	<i>C. stellata</i>

Tableau 1 : Les espèces connues de *Calendula***II.2.3. Historique :**

Les propriétés thérapeutiques du *Calendula* sont connues depuis longtemps. Au XII^e Siècle, Hildegarde de Bingen l'utilisait contre la teigne du cuir chevelu, Albert le grand recommande son usage comme cicatrisant, contre les troubles de l'intestin, les piqûres d'insectes et de serpents. Au XVI^e siècle en Italie, le médecin recommande son emploi pour faire un collyre soignant les maux des yeux.[45]

II.2.4. Description :

Est une plante annuelle rameuse de 5 à 30 cm de haut à forte odeur à tige dressée et ramifiée. Les feuilles sont alternées et oblongues sont vert clair (parfois jaunâtre. Les fleurs jaune orangé pâle, simples ou pleines pouvant atteindre 5 à 6mm de diamètre et de 1 à 2 cm de large. Le fruit est un akène courbe couvert d'aspérités, La racine Elle est pivotante, fortement ramifiée. Sa couleur écru [46]



Figure 6 : Morphologie *Calendula*

II.2.5. Classification systématique :[47]

Taxonomie	Description
Règne	Plantae
Embranchement	Magnoliophyta
Sous Embranchement	Spermatophytes
Classe	Dicotylédones
Ordre	Asterales
Famille	Astéracée
Genre	<i>Calendula</i>

II.2.6. Distribution :

Elle est très répandue dans le centre et sud d'Europe l'Afrique du nord et le sud-ouest d'Asie . [48]



Figure 7 : Répartition de la *C. arvensis* dans le monde [48]

II.2.7. Domaines d'application et intérêt en phytothérapie :

C. arvensis a des propriétés très similaires à celles de *C. officinalis* et trouve des emplois similaires en médecine traditionnelle à base de plantes (en phytothérapie), notamment en application cutanée comme adoucissant (après une piqûre, une brûlure). Les fleurs possèdent des propriétés dépuratives anti spasmodique et stimulante ; sa tisane agit pour atténuer les spasmes gastriques et intestinaux ; quant aux feuilles leur suc calme les vomissements et les ulcérations internes et elles sont utilisées aussi pour effacer les verrues, les durillons et les cors. Elle est actuellement utilisée en phytothérapie, on trouve différentes préparations sur le marché, notamment les pommades pour les bébés, huile de massage, crème protectrice pour le visage et des savons. [49].

II.2.8. Travaux scientifiques réalisés sur *Calendula* :

De précédentes investigations chimiques du genre *Calendula* ont été étudiées et ont révélé la présence de plusieurs types de composés.

La composition des H.Es des tiges, feuilles et fleurs de *C. officinalis* obtenus par CO₂ supercritique ont été déterminées par CPG et CPG / SM. Les principaux composés de toutes les Huiles étudiés étaient α -cadinol (de 11,7 à 29,1%), δ -cadinène (de 3,2 à 20,3%), γ -cadinène (01.05 à 11.04%) et cadine-3,9-diène (de 0,4 à 11,2%). Les échantillons d'huile obtenues à partir

des extraits de CO₂ ont été trouvés à être plus complexes contenant un gurjunene, β -caryophyllène, β gurjunene, cis-Muurola-4 (14)-5-diène et un humulène [50]

Il est à noter que l'équipe Khalid, K.A et al, (2010) [51], ont travaillé sur le rendement de H.E de *C. officinalis* et ont montré que l'irrigation avec de l'eau saline a augmenté la teneur H.E et ses principales composantes (α -cadinol, γ et Δ Cadinène).

Chalchat.J.C et al, (2006) [52], ont obtenu un faible rendement de l' H.E, 66 éléments ont été identifiés par CPG-SM, alcools principalement sesquiterpéniques de l'huile de *C. officinalis* le α -cadinol était le constituant principal (environ 25%). L' H.E de la plante entière était différente de celle des fleurs par la présence d'hydrocarbures monoterpéniques, en plus des alcools.

En 2011 l'équipe de Tugba Ercetina et al., (2011) [53], ont réalisé des travaux sur les extraits des feuilles et fleurs de *C. arvensis* et *C. officinalis* et ils ont montré que les extraits de méthanol et d'éthyle d'acétate de fleurs de *C. arvensis* avait la plus forte activité de piégeage des radicaux DPPH .

L'étude effectuée sur les H.Es de *C. arvensis* en corse durant l'année 2010 par l'équipes de Paolini et al.(2010) [54], révèle deux principaux groupes de composés identifiés en fonction de la quantité de composés sesquiterpéniques (hydrocarbures et les alcools) et les caractéristiques du sol. La variation saisonnière (hiver vers printemps) dans les concentrations de deux principaux composés (δ cadinene et α -cadinol) au cours de la période de floraison a été observée. Ils ont démontré également que l'H.E collective de *C. arvensis* était riche en sesquiterpènes et les principaux composés étaient: le δ -cadinene (15,1%) et α cadinol (12,4%).

En 2012 en Turquie[55] , une équipe de chercheure a élaboré des travaux sur H.E de *C. arvensis* et ils ont obtenu que les composés majoritaires étaient selinene (16,0%) β -pinène (12,3%), (Z)- α -santalol (8,2%), δ -amorphe (8,0%) et (Z)sessquilavandulol (4,8%) et ils ont prouvé que l'extrait méthanolique a une activité antibactérienne modérée contre *Staphylococcus aureus* et *Bacillus cereus* et une bonne activité contre *Mycobacterium* .

Chapitre III : activités biologique

III -Activité l'allélopathie :

III .1.Définition :

Le phénomène de l'allélopathie est connu depuis plus de 2000 ans. Ce phénomène consiste à l'interférence chimique d'une espèce végétale avec la germination, la croissance ou le développement d'autres espèces de plantes. Le terme allélopathie a été présenté pour la première fois par Molisch en 1937. Ce terme est dérivé du mot grec «allelo» les uns des autres (Ang. of one another) et de «patheia» de souffrir (Ang. suffering) et indique l'effet préjudiciable de l'une sur l'autre, c'est à dire l'inhibition de la croissance d'une plante par une autre grâce à la production et la libération de substances chimiques toxiques dans l'environnement [56]. Les plantes sécrètent substances chimiques (allélochimiques) pour se défendre essentiellement de métabolites tels les acides phénoliques, les flavonoïdes, les terpénoïdes et les alcaloïdes [57].

III .2. Voies de libération des composés allélopathiques :

Tous les organes végétaux contiennent des quantités variables de substances potentiellement allélopathiques qui sont libérées dans l'environnement par des voies diverses :

III .2. 1. Volatilisation :

La libération de substances toxiques volatiles par les plantes est un phénomène écologiquement plus important dans les milieux arides ou semi-arides. Les substances émises par cette voie sont le plus souvent des mono terpènes simples [58].

III .2.2.Exsudation racinaires :

On appelle exsudats racinaires toutes les substances organiques solubles et insolubles libérées dans le sol par les racines saines ou lésées. L'exsudation racinaire présente un Intérêt particulier pour les phénomènes allélopathiques parce qu'il s'agit d'une voie de libération directe des toxines dans la rhizosphère, pouvant ainsi potentiellement influencer la composition de la flore microbienne [58]

III .2. 3. Le lessivage :

Le lessivage de tissus végétaux, principalement de feuilles, par la pluie, le brouillard ou la neige conduit à la dissolution et au transport de constituants solubles vers le sol. La grande majorité

des substances allélopathiques peut être lessivée, y compris les terpènes, les alcaloïdes et les substances phénoliques.

Quel que soit le mode d'émission par la plante productrice, les substances vont évoluer et migrer dans le milieu par différentes manières ; volatilisation, ruissellement, lessivage, dégradation, ... etc.[59].

III.3.Natures chimiques des substances allélopathiques :

Les composés allélochimiques sont généralement des molécules de bas poids moléculaire qui peuvent être hydrophiles ou lipophiles. Parmi ces composés on trouve des acides phénoliques, des quinones et des terpènes. On peut citer la catéchine, l'acide élagique, la tellimagrandine, l'acide salicylique, l'acide férulique parmi les polyphénols ; la p-benzoquinone et la DMBQ parmi les quinones ; 1,8cinéole, 1,4cinéole, pinène parmi les monoterpènes. [60]

III.4.Application de l'allélopathie :

En situation naturelle, il semble que l'allélopathie contribue à la répartition spatiale des espèces et à l'organisation des successions végétales. Les phénomènes allélopathiques Trouvent également de nombreuses applications dans le domaine de l'agriculture :

- ✓ Concurrence des mauvaises herbes sur la culture :

Les propriétés allélopathiques ont été mises en évidence pour plus de 90 espèces de mauvaises herbes. [61]

- ✓ Lutte contre les mauvaises herbes :

On envisage la sélection de variétés ayant un pouvoir allélopathique, par exemple pour le riz ; des substances allélopathiques peuvent servir à l'élaboration d'herbicides, comme la Cynméthylène développé par Shell à partir de Cinéol (composé terpénique de l'Eucalyptus) pour le désherbage des cultures de soja, d'arachide et de cotonnier. [61]

✓ Gestion des rotations culturales :

On observe des effets d'une culture sur la suivante, soit à cause de phénomènes d'autotoxicité (le sorgho peut subir un effet dépressif s'il est implanté après un précédent de la même culture avec de fortes variations variétales), soit à travers des successions nettoyantes (dans le cas de la culture de tournesol) ; les associations de cultures peuvent être perturbées par des substances allélopathiques (par exemple leur action sur la fixation de l'azote peut gêner l'établissement des légumineuses dans les prairies). [61]

✓ Itinéraires technique :

La présence de résidus de récolte constitue, actuellement, un problème qui prend de l'importance avec le développement des techniques de travail minimum. L'enfouissement des résidus de récolte permet de diluer les composés allélopathiques libérés par leur décomposition et de limiter leurs effets sur la culture suivante. Les phénomènes d'allélopathie sont pris en compte dans la gestion des plantes de couverture. [61]

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes

Chapitre I : Matériels et méthodes

I -1-Récolte de la plante

Les parties aériennes *C. arvensis* ont été collectées en mois de février 2020 dans la région de Nedroma dans la wilaya de Tlemcen.



Figure 8 : région de Nedroma

Tlemcen

I -2-Séchage

La plante, fraîchement récoltées, a été séchée à l'ombre dans un endroit aéré ,sec et à l'abri de la lumière pendant environ 15 jours (figure 9), la matière végétale a été disposé par fines couches et remué de temps à autre, puis coupé en parties très fines.



Figure 9 : la plante de *C.arvensis* sèche.

I -3-Extraction de huile essentielle :

L'extraction de huile essentielle est réalisée par hydrodistillation en utilisant un appareil de type Clevenger (Figure 10), les extractions durent environ entre 4h à 5h. La matière végétale sèche a été mise dans un ballon à fond rond, additionnée d'une quantité d'eau distillée, puis chauffée, l'huile essentielle a été entraînée par la vapeur d'eau, les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant, le liquide recueilli résulte en un distillat avec une couche d'huile essentielle mince à la surface. Après repos du liquide, l'huile se sépare de l'eau par différence de densité.



Figure 10 : Montage d'hydrodistillation de type clevenger.

I -4-Calcul du rendement :

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre le poids d'huile essentielle extraite et le poids de la biomasse végétale à traiter. Le rendement est exprimé en pourcentage (%) et calculé par la formule suivante :

$$R = (P_h / P_p) \cdot 100$$

Ou :

R : rendement en huile essentielle (%).

P_h : poids de l'huile essentielle extraite en g.

P_p : poids de la plante en g.

I -5-Conservation de huile essentielle :

L'huile essentielle récupérée est conservée dans des flacons en verre opaque bien scellés fermés hermétiquement au réfrigérateur à une température voisine de 4°C.

I -6-Caractéristiques organoleptiques :

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) sont des indications qui permettent d'évaluer initialement la qualité d'une huile essentielle.

La caractérisation de huile essentielle se fait à fin d'évaluer la qualité de nos extraits, nous avons déterminant les caractéristiques organoleptiques.

Chapitre II : Résultat et discussion

II -Résultat et discussion :

II -1-Rendement de huile essentielle

Le rendement en huile essentielle par rapport à la matière sèche est présenté dans le tableau suivant :

Date de manipulation	Masse de la matière sèche (g)	Masse de l'huile (g)	Rendement (%)
2/03/2020	151	0.120	0.08
3/03/2020	134	0.091	0.07
4/03/2020	165	0.150	0.09

Tableau 2 : Rendement en huiles essentielles par rapport à la matière sèche.

En ce qui concerne l'huile essentielle de *Calendula arvensis*, les résultats obtenus dans ce travail sont différents par rapport aux autres résultats cités. En effet, Paolini et al., (2010) ont observé des rendements allant de 0.02-0.06% et Belabbes (2014) a obtenu un rendement de Moyen de 0.22 % par rapport à la matière sèche.[62 ;54]

Cette différence pourrait être expliquée, selon Kelen et Tepe (2008) par le choix de la période de récolte, car elle est primordiale en termes de rendement et qualité de l'huile essentielle, le climat, l'origine géographique, la génétique de la plante, la période de séchage, la méthode d'extraction employée, ...etc. Ce sont des facteurs qui peuvent avoir un impact direct sur les rendements en huiles essentielles.[55]

II -2-Caractéristiques organoleptiques

Les caractéristiques organoleptiques de huile essentielle sont résumées dans (le tableau 3), On note que nos huiles essentielles ayant des caractéristiques organoleptiques du même ordre à des propriétés en accord et comparables avec ceux donnés par la littérature et par la direction de normalisation (nouvelle direction aromatique).

	Aspect	Couleur	Odeur
Caractères organoleptiques	Liquide légèrement visqueux	Jaune foncé	Caractéristique Aromatique fraîche

Tableau 3 : Propriétés organoleptique d'HE de calendula arvensis.

CONCLUSION

De nos jours, un grand nombre de plantes médicinales possède des propriétés biologiques très importantes qui trouvent de nombreuses applications dans divers domaines à savoir en médecine, pharmacie, cosmétologie et l'agriculture.

L'extraction de l'HE de *Calendula arvensis* originaire de la région de Tlemcen est effectuée par hydrodistillation. La détermination du rendement en huile essentielle a montré une rentabilité égale à 0.08%.

Le but de cette étude est d'évaluer la potentialité bioactive des huiles essentielles de la plante appartenant à la famille astéracée (*Calendula arvensis*).

Le phénomène de l'allélopathie est l'interférence chimique d'une ou plusieurs substances d'une espèce végétale avec la germination, la croissance ou le développement d'autres espèces de plantes. L'allélopathie couvre à la fois des effets d'inhibition et de stimulation. Les études de cette activité montrent que l'utilisation des extraits des plantes comme un herbicide pour le contrôle des mauvaises herbes apportera un grand succès dans le domaine agricole. Par ailleurs, Les effets allélopathiques positifs (stimulation) devrait également être étudiés afin d'exploiter ces avantages dans la production des cultures. Cependant, l'utilisation d'herbicides naturel au cours du temps sera un avantage économique significatif pour les agriculteurs et réduira aussi les impacts négatifs sur l'environnement.

Perspectives

Activité allelopathique :

-Les tests de germination

Tous les tests de germination sont réalisés dans des boîtes de Pétri. Le même type de boîtes est utilisé pour chaque espèce adventice. Des disques en papier filtre standard d'un diamètre égal à celui des boîtes sont placés dans les boîtes de Pétri. Chaque boîte est numérotée avec un marqueur permanent. Elles sont ensuite recouvertes.

1-Les tests préliminaires de germination

Dans le but d'obtenir des taux maximums de germination et de choisir une durée moyenne pour les tests de germination, nous avons réalisé des tests préliminaires de germination. Toutes les graines des espèces adventices récoltées sont soumises à ces tests.

Au départ nous devons introduire 5 ml d'eau distillée avec une pipette graduée. Ensuite, 10 graines de chaque espèce (les graines des mauvaises herbes) sont déposées sur le papier filtre dans chaque boîte. Nous devons incubé dans une étuve réglée à 22,5 °C (± 1) et suivie la germination des graines chaque jour à la même heure. La durée d'incubation est de 10 jours. Selon Malcolm et al. (2003) la vitesse et la durée de germination des graines ne changent pas significativement à des températures ambiantes (de 15 à 25 °C). Toutefois, à 10 °C les graines ont une germination lente. Chaque boîte est numérotée avec un marqueur permanent. Elles sont ensuite recouvertes.

Au 8ème jour d'incubation nous devons observer que toutes les graines qui germent développent une radicule (ou coléorhize) et une tigelle (ou coléoptile).

Les tests préliminaires de germination nous ont permis d'arrêter la liste définitive des mauvaises herbes, Les espèces sélectionnées sont celles qui ont présenté un taux de germination supérieur ou égale à 50 %. Ces tests préliminaires nous ont permis aussi de déterminer la durée des tests finaux de germination (8 jours).

2-Les tests finaux de germination

Dans chaque boîte de Pétri nous déposent 10 graines , on choisie des graines saines (sans anomalies) et qui ont presque la même taille (les graine qui germé) .Certaines boîtes (3 boîtes pétri) sont utilisées pour l'eau distillée. Ces dernières représentent le témoin. Certaines boîtes (3 boîte pétri) sont utilisées pour HE (pour tester l'effet de HE sur la germination des graines).

Les boîtes sont recouvertes immédiatement et suivie la germination des graines chaque jour à la même heure.

I-2- 2-Mesures des longueurs des racines et des parties aériennes

les longueurs de la partie racinaire (LR) et la partie aérienne (LPA) sont mesurées à l'aide d'un papier millimètre (Pied à coulisse).

I-2- 3-Détermination des pourcentages de germination

Le pourcentage de germination des graines pour chaque boîte de Pétri est déterminé selon la formule suivante : $PG \% = \text{nombre des graines qui ont germé} \times 100 / 10$ Pour comparer les effets des espèces allélopathiques sur chaque espèce, nous avons convertie les pourcentages de germination et les mesures des LR et LPA en pourcentages d'inhibition. Les conversions sont effectuées selon la formule :

$(TI\%) = (\text{nombre des graines semis} - \text{nombre des graines germées} / \text{nombre des graines semis}) \times 100$

Références bibliographiques

- [1]WEIH, M., DIDON, U., RÖNNBERG-WÄSTLJUNG, A.-C. & BJÖRKMAN, C. 2008. Integrated agricultural research and crop breeding: Allelopathic weed control in cereals and long-term productivity in perennial biomass crops. *Agricultural Systems*, 97, 99-107.
- [2]MASON, H. & SPANER, D. 2006. Competitive ability of wheat in conventional and organic management systems: a review of the literature. *Canadian Journal of Plant Science*, 86, 333-343.
- [3]OLOFSDOTTER, M. 2001. Getting closer to breeding for competitive ability and the role of allelopathy – an example from rice. *Weed Technology* 15:798–806.
- [4]OULAD MIR, R., CHAMKHA, D. & EDDOUD, A. Effet des extraits aqueux de *Cynchum acutum* (Asclepiadaceae) sur la germination de quelques mauvaises herbes et plantes cultivées dans la région de Ouargla
- [5]JUDD, S., CAMPBELL, S., Kellogg, A., Stevens, P. (1999). *Botanique systématique*. Edition de Boeck. Paris. P.323
- [6]TIRODE, Franck, SURDEZ, Didier, MA, Xiaotu, et al. Genomic landscape of Ewing sarcoma defines an aggressive subtype with co-association of STAG2 and TP53 mutations. *Cancer discovery*, 2014, vol. 4, no 11, p. 1342-1353.
- [7]KATZ, D. A., SNEH, B. & FRIEDMAN, J. 1987. The allelopathic potential of *Coridothymus capitatus* L.(Labiatae). Preliminary studies on the roles of the shrub in the inhibition of annuals germination and/or to promote allelopathically active actinomycetes. *Plant and soil*, 98, 53-66.
- [8]ULTEE, A., BENNIK, M. & MOEZELAAR, R. 2002. The phenolic hydroxyl group of carvacrol is essential for action against the food-borne pathogen *Bacillus cereus*. *Appl. Environ. Microbiol.*, 68, 1561-1568.
- [9]BESOMBES, C. 2008. Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermo-mécanique d'herbes aromatiques: applications généralisées
- [11]BRUNETON, J. 1993. *Pharmacognosie: phytochimie plantes médicinales*.
- [12]TEUSCHER, E., ANTON, R. & LOBSTEIN, A. 2005. *Plantes aromatiques: épices, aromates, condiments et huiles essentielles*, Tec & Doc.

- [14] GOLMAKANI, M.-T. & REZAEI, K. 2008. Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food chemistry*, 109, 925-930.
- [15] Niessen, 2007
- [16] LUCCHESI, M.-E. 2005. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles.
- [17] BASSEREAU, M., CHAINTREAU, A., DUPERREX, S., JOULAIN, D., LEIJS, H., LOESING, G., OWEN, N., SHERLOCK, A., SCHIPPA, C. & THOREL, P.-J. 2007. GC-MS quantification of suspected volatile allergens in fragrances. 2. Data treatment strategies and method performances. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55, 25-31.
- [18] AL-GABR, H. M., ZHENG, T. & YU, X. 2014. Fungi contamination of drinking water. *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology* Volume 228. Springer.
- [19] DASTMALCHI, K., DORMAN, H. D., OINONEN, P. P., DARWIS, Y., LAAKSO, I. & HILTUNEN, R. 2008. Chemical composition and in vitro antioxidative activity of a lemon balm (*Melissa officinalis* L.) extract. *LWT-Food Science and Technology*, 41, 391-400.
- [20] HANA, C. A. Etude des huiles essentielles de la plante mentha piperita et tester leurs effets sur un modèle biologique des infusoires.
- [21] TENA, M., VALCARCEL, M., HIDALGO, P. & UBERA, J. 1997. Supercritical fluid extraction of natural antioxidants from rosemary: comparison with liquid solvent sonication. *Analytical Chemistry*, 69, 521-526.
- [22] EL KALAMOUNI, C. 2010. Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [23] KUBECZKA, K.-H. 1982. Chemical investigations of essential oils of umbellifers. *Aromatic Plants*. Springer.
- [24] DARRIET-GIUDICELLI, F. 2011. Caractérisation de nouvelles molécules et variabilité chimique de trois plantes du continuum Corse-Sardaigne: *chamaemelum mixtum*, *anthemis maritima*, *eryngium maritimum*. Corte.
- [25] BRATTOLI, M., CISTERNINO, E., DAMBRUOSO, P. R., DE GENNARO, G., GIUNGATO, P., MAZZONE, A., PALMISANI, J. & TUTINO, M. 2013. Gas chromatography

analysis with olfactometric detection (GC-O) as a useful methodology for chemical characterization of odorous compounds. *Sensors*, 13, 16759-16800.

[26] HANA, C. A. Etude des huiles essentielles de la plante mentha piperita et tester leurs effets sur un modèle biologique des infusoires.

[27] SALLÉ, J.-L. & PELLETIER, J. 1991. Les huiles essentielles: synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie, Ed. Frison-Roche.

[28] KIM, J. & FOEGEDING, P. M. 1993. Principles of control. *Clostridium botulinum: Ecology and control in foods*, 1, 121-176.

[29] GUERFA, T. & MERRAH, M. E. H. 2018. Extraction de l'huile essentielle de l'espèce végétale *Herthia Cheirifolia* L. Par hydrodistillation: Caractérisation physico-chimique et modélisation paramétriques.

[30] SEU-SALERNO, M. & BLAKEWAY, J. 1987. La mousse de chêne, une base de la parfumerie. *Pour la Science*, mai, 82-92.

[31] SALLÉ, J.-L. 1991. Le totum en phytothérapie: approche de phyto-biothérapie, Éditions Frison-Roche.

[32] PRICE, L. & PRICE, S. 2004. Understanding hydrolats: the specific hydrosols for aromatherapy: a guide for health professionals, Churchill Livingstone.

[33] LABADIE, C. 2015. Analyse fine et stabilisation des hydrolats de rose et de fleur d'oranger.

[34] ANDRE, C., CASALE, A. & FERNANDEZ, X. 2014. Hydrolats et eaux florales: vertus et applications, Vuibert.

[35] PAOLINI, J., LEANDRI, C., DESJOBERT, J.-M., BARBONI, T. & COSTA, J. 2008. Comparison of liquid-liquid extraction with headspace methods for the characterization of volatile fractions of commercial hydrolats from typically Mediterranean species. *Journal of chromatography A*, 1193, 37-49.

[36] BREMNESS, L. 1996. L'œil nature: Les plantes aromatiques et médicinales. Bordas Nature Paris, 303.

[37] MEHANI, M., MEHANI, I., SEGNI, L., MORCIA, C. & TERZI, V. 2019. Spontaneous Plants of Septentrional Sahara of Algerian: *Cotula cinerea* and *Chamomilla recutita* and their

Biological Study. Journal of Applied Biological Sciences (JABS) E-ISSN: 2146-0108, 13, 21-24.

[38]KAZI TANI, D. 2018. Contribution à l'étude chimique et activités antioxydantes de *Daphne gnidium* L. de la région de Tlemcen. 10-07-2019.

[39]BARKLEY, T., BROUILLET, L. & STROTHER, J. 2006. Flora of North America, Asteraceae, part 1. Oxford University Press, New York, Ny, USA.

[40]USHER, G. 1966. A dictionary of botany: including terms used in biochemistry, soil science and statistics.

[42]SELLES, C. 2012. Valorisation d'une plante médicinale à activité antidiabétique de la région de Tlemcen: *Anacyclus pyrethrum* L. Application de l'extrait aqueux à l'inhibition de corrosion d'un acier doux dans H₂SO₄ 0.5 M.

[43] <https://www.aquaportail.com/fiche-plante-3748-calendula-arvensis.html>

[44]BELHADJ, S., DERRIDJ, A., AUDA, Y., GERS, C. & GAUQUELIN, T. 2008. Analyse de la variabilité morphologique chez huit populations spontanées de *Pistacia atlantica* en Algérie. Botany, 86, 520-532.

[45]KARASSZON, D., GAZDA, I. & PERJÁMOSI, S. 2006. A magyarországi történeti értékű állatorvostudományi irodalom bibliográfiája 1574–1944.

[46]BOURNERIAS, M. & AYMOUNIN, G. G. 1997. Paul Jovet, ses amis, ses disciples. Hommage au grand naturaliste. Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée, 39, 15-33.

[47]KARASSZON, D., GAZDA, I. & PERJÁMOSI, S. 2006. A magyarországi történeti értékű állatorvostudományi irodalom bibliográfiája 1574–1944.

[48]TANJI, A. 2005. Adventices du blé et de l'orge au Maroc. Editions INRA Maroc, Rabat. 458p.

[49] KHALID, K. A. & DA SILVA, J. A. T. 2010. Yield, essential oil and pigment content of *Calendula officinalis* L. flower heads cultivated under salt stress conditions. Scientia horticulturae, 126, 297-305.

- [50]KHALID, K. A. & DA SILVA, J. A. T. 2010. Yield, essential oil and pigment content of *Calendula officinalis* L. flower heads cultivated under salt stress conditions. *Scientia horticulturae*, 126, 297-305.
- [51]BENMEDDOUR, T. 2018. Etude du pouvoir allélopathique de l'Harmel (*Peganum harmala* L.), le laurier rose (*Nerium oleander* L.) et l'ailante (*Ailanthus altissima* (Mill.) Swing.) sur la germination de quelques mauvaises herbes des céréales.
- [52]CHALCHAT, J., GARRY, R. P. & MICHET, A. 1991. Chemical composition of essential oil of *Calendula officinalis* L.(Pot Marigold). *Flavour and Fragrance Journal*, 6, 189-192.
- [53]ERCETIN, T., SENOL, F. S., ORHAN, I. E. & TOKER, G. 2012. Comparative assessment of antioxidant and cholinesterase inhibitory properties of the marigold extracts from *Calendula arvensis* L. and *Calendula officinalis* L. *Industrial Crops and Products*, 36, 203-208.
- [54]PAOLINI, J., BARBONI, T., DESJOBERT, J.-M., DJABOU, N., MUSELLI, A. & COSTA, J. 2010. Chemical composition, intraspecies variation and seasonal variation in essential oils of *Calendula arvensis* L. *Biochemical Systematics and Ecology*, 38, 865-874.
- [55]TOSUN, G., YAYLI, B., ARSLAN, T., YASAR, A., KARAOGLU, S. A. & YAYLI, N. 2012. Comparative essential oil analysis of *Calendula arvensis* L. Extracted by hydrodistillation and microwave distillation and antimicrobial activities. *Asian Journal of Chemistry*, 24, 1955.
- [56]BENMEDDOUR, T. 2018. Etude du pouvoir allélopathique de l'Harmel (*Peganum harmala* L.), le laurier rose (*Nerium oleander* L.) et l'ailante (*Ailanthus altissima* (Mill.) Swing.) sur la germination de quelques mauvaises herbes des céréales.
- [57]BOUACHERINE, S. 2017. Pouvoir antigerminatif des huiles essentielles et d'extrait méthanolique de la plante aromatique *Citrus limon* L. sur quelques plantes. Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila.
- [58]BERTIN, C., YANG, X. & WESTON, L. A. 2003. The role of root exudates and allelochemicals in the rhizosphere. *Plant and soil*, 256, 67-83.
- [59]TUKEY JR, H. 1970. The leaching of substances from plants. *Annual review of plant physiology*, 21, 305-324.
- [60]RICE, E. L. 1985. Allelopathy—an overview. *Chemically Mediated Interactions between Plants and Other Organisms*. Springer.

[61] CIRAD., 2003.- Inhibition de la germination et de la croissance chez les semences de végétaux

[62] BELABBES .R, 2014. Enquête ethnobotanique, caractérisation chimique et activités biologiques des volatils de deux plantes médicinales de l'ouest Algérien : *Calendula arvensis* L et *Carthamus* sp L. Mémoire de Master en Chimie. Université Abou Bekr Belkaïd - Tlemcen, 68p.